

Waters 2695

分离单元

操作员指南



Waters

34 Maple Street
Milford, MA 01757

715022695MD, 版本 B

声明

本档中的信息如有更改，恕不另行通知，且这些信息并不作为 Waters Corporation 的承诺。Waters Corporation 对本档中可能出现的任何错误不负任何责任。本档在出版时被认为是完整和准确的。任何情况下，对与使用本档有关或因使用本档而导致的偶发或继发的损害，Waters Corporation 不负任何责任。

© 2001–2006 WATERS CORPORATION。于美国印刷。保留所有权利。未经出版商的书面允许，不得以任何形式转载本档或其中的任何部分。

Alliance、Millennium、PIC 和 Waters 是注册商标，LAC/E、PerformancePLUS、SAT/IN、SCC 和 Synchronized Composition Control 是 Waters Corporation 的商标。

Micromass 是注册商标，MassLynx 和 MassLynx NT 是 Micromass Ltd. 的商标。

所有其它商标或注册商标均为其各自所有者的专有资产。



注意：使用本仪器时，请遵守质量控制和方法开发的通用步骤。

如果发现某种化合物的稳定性有变化、两种化合物间的溶解性状有变化或峰形状有变化，请立即查明变化原因。变化原因查明之前，请不要相信分离结果。

注意：本仪器的安装类别（超电压类别）为 II 级。II 级类别适用于使用本地电压水平的（如墙壁电源插座）的设备。



注意：用户若未经有关法规认证部门明确允许便对本设备进行改变或改装，将失去合法使用该设备的权利。



注意：处理承压聚合物管路时应该谨慎：

- 处于承压聚合物管路附近时，一定要戴防护眼镜。
- 熄灭附近所有明火。
- 请勿使用严重挤压或扭曲的 Tefzel 管线。
- 不要在 Tefzel 管线中使用四氢呋喃 (THF)、浓硝酸或浓硫酸。
- 使用二氯甲烷及二甲基亚砜会导致 Tefzel 管线膨胀，大大降低管线的耐压能力。



注意：用户应当清楚，如果以制造商未指定的方式使用设备，可能有损设备所提供的保护。



注意：为防止发生火灾，更换保险丝时应使用相同类型和额定值的保险丝。



注意：为避免可能的电击，请在维修该仪器前断开电源线。

常用符号

	直流电
	交流电
	保护性导线端子
	框架或底盘接线端
	注意或参阅手册
	注意，表面过热或温度过高
	注意，有电击的危险（高电压）
	注意，有被针刺伤的危险
	注意，紫外线光
	保险丝
	电源打开
	电源关闭

2695 分离单元信息

设计用途

“Waters® 2695 分离单元”可应用于体外诊断性测试，以分析多种化合物，包括诊断指示剂和疗效监测化合物。开发方法时，请遵照 *American Journal of Medical Technology*（美国医疗科技期刊）(1978) 44 卷第 1 期 30 - 37 页上的 “Protocol for the Adoption of Analytical Methods in the Clinical Chemistry Laboratory”。此协议包含实现系统性能和方法性能所需的完善的操作步骤和方法。

生物危害性

分析生理性液体时，请采取一切必要的预防措施，把所有的标本都当成潜在的传染源来对待。相关预防措施请参阅 *CDC - NIH Manual*（CDC - NIH 手册）(1984) 上的 “CDC Guidelines on Specimen Handling”。

校正

按照适用的纯标准样校正方法对方法进行校正。生成标准曲线时至少应使用 5 个标准样。浓度范围应覆盖质量控制样本、典型标本和非典型标本的全部范围。

质量控制

常规运行三个质量控制样本。质量控制样本应代表正常水平以下、正常水平和正常水平以上的化合物。确保质量控制样本的结果在允许范围内，并在每天、每次测试时都评估其精确度。质量控制样本的结果超出范围时搜集的数据可能无效。确信色谱系统的性能合格前，请勿报告此类数据。

目录

前言	xxiii
第 1 章	
Waters 2695 分离单元介绍	1
1.1 分离单元概述	2
1.2 溶剂管理系统概述	4
1.3 样品管理系统概述	6
1.4 操作配置	10
1.4.1 系统控制器模式	10
1.4.2 无交互模式	12
1.4.3 远程控制模式	12
1.5 选件和附件	14
第 2 章	
安装 2695 分离单元	19
2.1 安装概述	19
2.2 场地要求	20
2.3 固件和软件要求	22
2.4 拆除包装	23
2.5 进行电源连接	23
2.5.1 进行电源连接	23
2.6 进行流路连接	25
2.6.1 安装检测器滴盘	27
2.6.2 安装溶剂供给管路	27
2.6.3 进行喷射气体连接	28
2.6.4 安装脱气器排放管路	30
2.6.5 进行废液管连接	30
2.6.6 安装针头清洗和柱塞密封清洗容器	31
2.6.7 连接色谱柱	32
2.6.8 连接色谱柱选择阀	33

2.6.9	连接检测器	37
2.7	信号连接	38
2.7.1	I/O 信号连接	39
2.7.2	数字信号连接	42
2.8	添加硬件选件	44
2.8.1	安装可选的样品定量环	44
2.8.2	安装色谱柱加热器	47
2.8.3	安装注射器	47

第 3 章

2695	分离单元的操作前准备	49
3.1	操作概述	51
3.1.1	屏幕显示概述	51
3.1.2	使用小键盘	53
3.2	配置分离单元	57
3.2.1	设置配置参数	58
3.2.2	配置工作模式	67
3.3	准备溶剂管理系统	73
3.3.1	准备溶剂容器	74
3.3.2	脱气溶剂	74
3.3.3	灌注柱塞密封清洗泵	75
3.3.4	灌注溶剂管理系统	77
3.4	准备样品管理系统	77
3.4.1	清除样品管理系统	78
3.4.2	灌注针头清洗泵	78
3.4.3	调整密封包	80
3.4.4	加载样品转盘	80
3.5	准备操作的建议步骤	82
3.5.1	AutoStartPLUS 启动过程	88
3.6	关闭分离单元	102

第 4 章		
前面板控制	103
4.1	日常启动.....	103
4.2	加载样品瓶.....	104
4.3	监视 HPLC 系统.....	106
4.4	执行导引功能.....	110
4.4.1	执行干灌注.....	112
4.4.2	执行湿灌注.....	114
4.4.3	清除 2410 和 410 参比流动池.....	117
4.4.4	设定喷射循环.....	118
4.4.5	平衡系统.....	119
4.4.6	调整色谱柱.....	120
4.4.7	样品进样.....	121
第 5 章		
实现自动运行	123
5.1	在独立工作模式下实现自动运行.....	124
5.1.1	运行样品组.....	125
5.1.2	查看样品组.....	127
5.1.3	从样品模板实现运行.....	129
5.1.4	运行期间修改样品组.....	130
5.1.5	停止运行.....	131
5.2	在 Millennium 控制下实现自动运行.....	132
5.3	在 Micromass MassLynx 控制下实现自动运行.....	133
第 6 章		
创建方法、样品组和样品模板	135
6.1	创建和编辑分离方法.....	136
6.1.1	创建分离方法.....	138
6.1.2	编辑分离方法.....	139
6.1.3	复制和编辑分离方法.....	139
6.1.4	锁定和解锁分离方法.....	140
6.2	设置分离方法参数.....	140

6.2.1	设置流动相屏幕参数值	141
6.2.2	设置样品参数值	146
6.2.3	设置自动进样器参数值	148
6.2.4	设置色谱柱参数值	149
6.2.5	设置 I/O 参数值	151
6.2.6	设置检测器参数	154
6.3	创建和编辑样品组	162
6.3.1	功能	163
6.3.2	链接样品组中的行	166
6.4	创建样品模板	167
6.5	使用磁盘驱动器	168

第 7 章 维护

7.1	维护注意事项	171
7.2	维护溶剂管理系统	174
7.2.1	概述	174
7.2.2	移除泵头、密封清洗装置及柱塞	176
7.2.3	更换柱塞密封	177
7.2.4	更换密封清洗装置密封	180
7.2.5	清洗和更换柱塞	182
7.2.6	更换入口止回阀阀芯	183
7.2.7	更换在线过滤器	185
7.3	维护样品管理系统	187
7.3.1	概述	187
7.3.2	更换下部针头清洗玻璃料	189
7.3.3	更换注射器	191
7.3.4	更换针头及密封包	195
7.3.5	清洗样品室	200
7.4	使用软盘驱动器更新软件版本	202

第 8 章

诊断和故障排除	203
8.1 安全和处理	204
8.2 使用错误日志	204
8.3 执行主要诊断	206
8.3.1 灌注柱塞密封清洗泵	207
8.3.2 执行压缩检查	208
8.3.3 灌注针头清洗泵	210
8.3.4 调整密封	211
8.3.5 服务实用程序诊断	213
8.4 执行其它诊断	214
8.4.1 执行电机和阀的诊断	216
8.4.2 执行传感器诊断	218
8.4.3 执行静态渗漏测试	219
8.4.4 执行阀渗漏测试	222
8.4.5 执行泵头移除和替换实用程序	224
8.4.6 执行输入和输出诊断	225
8.4.7 执行小键盘诊断	226
8.4.8 执行显示器诊断	226
8.4.9 执行样品转盘测试	227
8.4.10 执行在线脱气器测试	228
8.4.11 执行样品加热器 / 冷却器测试	229
8.4.12 执行样品加热器 / 冷却器除霜过程	230
8.4.13 执行色谱柱加热器测试	231
8.4.14 重建进样阀	233
8.4.15 关闭梯度比例阀 (GPV)	234
8.4.16 创建 GPV 测试方法	234
8.4.17 查看固件校验和	235
8.5 故障排除	236
8.5.1 常规故障排除提示	236
8.5.2 排除色谱柱故障	238
8.5.3 排除硬件问题故障	242

附录 A	
规格	247
附录 B	
备用零件	253
B.1 溶剂管理系统备用零件	253
B.2 样品管理系统备用零件	254
B.3 分离单元备用零件	256
B.4 样品瓶和小容量插入物	256
附录 C	
溶剂注意事项	259
C.1 简介	259
C.2 溶剂兼容性	260
C.3 溶剂混溶性	262
C.4 缓冲溶剂	265
C.5 头高度	265
C.6 溶剂粘度	265
C.7 流动相溶剂脱气	265
C.8 波长选择	268
索引	271

图形清单

1-1	Waters 2695 XE 分离单元 (正视图)	1
1-2	溶剂管理系统中的流路.....	4
1-3	样品管理系统中的流路.....	7
1-4	注射器装置.....	9
1-5	HPLC 系统的数字信号控制	11
1-6	HPLC 系统的 I/O 信号控制	12
1-7	Millennium 色谱管理器控制下的 典型 2695 分离单元 HPLC 系统	13
1-8	安装有 3 个色谱柱选择阀的 2695 色谱柱加热器.....	17
2-1	分离单元的安装步骤.....	19
2-2	典型系统尺寸.....	21
2-3	2695 分离单元的后面板.....	24
2-4	进行流路连接的步骤.....	25
2-5	分离单元中的流路连接.....	26
2-6	将喷射管安装到溶剂容器中.....	29
2-7	用于流路连接的框架开口的侧视图 (已取下侧面板)	33
2-8	三个色谱柱选择阀配置 (出厂配置).....	34
2-9	六个色谱柱选择阀连接 (示例).....	36
2-10	色谱柱再生阀连接 (示例).....	37
2-11	信号连接步骤.....	38
2-12	I/O 信号连接器	39
2-13	断开样品定量环的连接.....	46
3-1	诊断测试结果屏幕.....	49
3-2	主屏幕.....	50
3-3	字母型屏幕键.....	55
3-4	输入字母型数据的步骤.....	56
3-5	配置屏幕.....	57
3-6	自动关闭对话框.....	60
3-7	事件输入对话框.....	61
3-8	报告选项对话框.....	62

3-9	样品报告.....	64
3-10	压缩检查对话框.....	66
3-11	配置工作模式.....	67
3-12	准备溶剂管理系统以供操作.....	73
3-13	状态屏幕.....	75
3-14	诊断屏幕.....	76
3-15	准备样品管理系统以供操作.....	77
3-16	门已打开对话框.....	81
3-17	准备新或干“分离单元”以供操作 (基于喷射的设备).....	82
3-18	准备新或干“分离单元”以供操作 (基于 PerformancePLUS 脱气器的设备).....	83
3-19	准备空闲或已关闭的“分离单元”以供操作 (基于喷射的设备).....	84
3-20	准备空闲或已关闭的“分离单元”以供操作 (基于 PerformancePLUS 脱气器的设备).....	85
3-21	由缓冲溶剂改为有机溶剂 (基于喷射的设备).....	86
3-22	由缓冲溶剂改为有机溶剂 (基于 PerformancePLUS 脱气器的设备).....	87
3-23	AutoStartPLUS 主屏幕.....	88
3-24	已选择 AutoStartPLUS 的方法屏幕.....	89
3-25	AutoStartPLUS 与常规启动程序的关系.....	91
3-26	样品组 AutoStartPLUS.....	94
3-27	分离方法自动 APLUS.....	94
3-28	分离方法 Auto BPLUS.....	95
3-29	分离方法 Auto CPLUS.....	96
3-30	分离方法 Auto DPLUS.....	97
3-31	分离方法 Auto Eq DegasPLUS.....	98
3-32	分离方法 Auto A:B GradPLUS.....	99
3-33	分离方法 Auto Eq ColumnPLUS.....	100
3-34	分离方法 Auto Purge LoopPLUS.....	101
4-1	主屏幕.....	103
4-2	门已打开对话框.....	104
4-3	状态屏幕的第一个页面.....	106
4-4	状态屏幕的第二个页面.....	106

4-5	样品组队列.....	107
4-6	设置导引控制运行的步骤.....	110
4-7	导引功能菜单.....	111
4-8	使用注射器的灌注 / 排放阀.....	112
4-9	干灌注对话框.....	113
4-10	湿灌注对话框.....	114
4-11	清除进样器对话框.....	116
4-12	清除 410 参比对话框.....	117
4-13	已设定喷射对话框.....	118
4-14	平衡对话框.....	119
4-15	调整色谱柱对话框.....	120
4-16	样品进样对话框.....	121
5-1	主屏幕.....	123
5-2	在独立工作模式下实现自动运行.....	124
5-3	运行样品屏幕.....	125
5-4	运行样品屏幕 – 功能视图.....	126
5-5	显示所需溶剂对话框的运行样品屏幕.....	127
5-6	样品组屏幕 – 进样视图.....	128
5-7	样品组屏幕 – 加载视图.....	128
5-8	安装对话框.....	129
6-1	创建或编辑分离方法的步骤.....	137
6-2	方法屏幕.....	138
6-3	流动相屏幕.....	141
6-4	梯度屏幕.....	144
6-5	样品屏幕.....	146
6-6	自动进样器屏幕.....	148
6-7	色谱柱屏幕.....	149
6-8	I/O 屏幕.....	151
6-9	I/O 事件表.....	153
6-10	检测器屏幕.....	155
6-11	检测器选择示例.....	155
6-12	2487(1) UV/Vis 检测器屏幕.....	157
6-13	486(1) UV/Vis 检测器屏幕.....	158
6-14	410 RI 检测器屏幕.....	159

6-15	检测器事件屏幕.....	160
6-16	样品组屏幕.....	162
6-17	自动取标准样对话框.....	165
6-18	自动添加对话框.....	166
6-19	样品组中的链接行.....	167
6-20	方法屏幕.....	168
6-21	导出方法屏幕.....	169
6-22	导入方法屏幕.....	170
7-1	溶剂管理系统组件.....	175
7-2	溶剂管理系统活塞室组件（分解视图）.....	176
7-3	柱塞和正面密封方向.....	178
7-4	密封清洗装置密封.....	181
7-5	柱塞、密封清洗和泵头.....	182
7-6	入口止回阀.....	184
7-7	更换在线过滤器.....	186
7-8	样品管理系统组件（正视图）.....	187
7-9	样品管理系统组件（右视图）.....	188
7-10	定位下部玻璃料止动器.....	190
7-11	注射器装置组件.....	191
7-12	安装注射器.....	193
7-13	移除进样器.....	196
7-14	移除密封包.....	197
7-15	更换针头.....	198
7-16	对齐针口.....	199
7-17	访问样品室.....	200
7-18	样品室组件.....	201
8-1	错误日志屏幕.....	205
8-2	打印错误日志.....	205
8-3	诊断屏幕.....	206
8-4	密封清洗灌注屏幕.....	208
8-5	压缩检查屏幕.....	209
8-6	灌注针头清洗对话框.....	211
8-7	调整密封屏幕.....	212
8-8	其它诊断屏幕.....	214

8-9	电机和阀诊断屏幕.....	216
8-10	传感器诊断屏幕.....	218
8-11	静态渗漏测试屏幕.....	220
8-12	静态渗漏测试结果屏幕.....	221
8-13	阀渗漏测试屏幕.....	223
8-14	泵头移除和替换屏幕.....	224
8-15	I/O 诊断屏幕	225
8-16	小键盘诊断屏幕.....	226
8-17	样品转盘测试屏幕.....	227
8-18	脱气器诊断屏幕.....	228
8-19	样品加热器 / 冷却器测试屏幕	229
8-20	样品加热器 / 冷却器除霜屏幕	231
8-21	色谱柱加热器诊断屏幕.....	232
8-22	重建进样阀.....	233
8-23	关闭 GPV 实用程序.....	234
8-24	GPV 测试分离方法.....	235
8-25	显示固件校验和.....	235

表格清单

1-1	可选的单个输送体积.....	6
1-2	绝对压力传感器属性.....	15
1-3	色谱柱选择阀选项.....	16
2-1	安装场地要求.....	20
2-2	最低检测器固件要求.....	22
2-3	最低外部管理系统软件要求.....	22
2-4	溶剂供给管路标识.....	27
2-5	喷射气体管标识.....	28
2-6	氦气喷射气体的可接受杂质限制.....	28
2-7	针头清洗和柱塞密封清洗管颜色代码.....	31
2-8	I/O 信号.....	40
2-9	图形输出信号条件.....	41
2-10	事件开关位置和功能.....	41
2-11	配置屏幕中显示的 RS-232 输出参数.....	42
3-1	主屏幕中的屏幕键.....	52
3-2	小键盘功能.....	53
3-3	配置屏幕上的屏幕键.....	59
3-4	压缩检查参数.....	67
3-5	推荐使用的针头清洗溶剂.....	79
3-6	样品转盘代码和颜色.....	80
3-7	AutoStartPLUS 运行时间.....	89
3-8	参数值.....	93
4-1	状态屏幕参数.....	107
4-2	导引功能.....	111
5-1	运行样品屏幕中的图标.....	126
6-1	分离方法参数屏幕.....	140
6-2	流动相屏幕参数.....	141
6-3	警报响应.....	144
6-4	梯度表参数.....	145
6-5	样品参数.....	147
6-6	自动进样器参数.....	148
6-7	色谱柱参数.....	149

6-8	I/O 参数	152
6-9	I/O 事件表参数	153
6-10	操作参数	154
6-11	检测器选择	156
6-12	2487 UV/Vis 参数	157
6-13	486 UV/Vis 参数	158
6-14	2410 和 410 RI 参数	159
6-15	2487 和 486 检测器事件参数	161
6-16	2487 和 486 检测器操作	161
6-17	样品组表参数	163
6-18	样品组功能	163
7-1	2695 分离单元维护协议	172
7-2	2695 溶剂管理系统组件	175
7-3	2695 样品管理系统装置 / 组件	188
7-4	注射器大小	192
8-1	诊断屏幕键	207
8-2	调整密封诊断的可接受范围	213
8-3	其它诊断测试	214
8-4	针头位置参数	217
8-5	注射器位置参数	217
8-6	梯度比例阀 (GPV) 位置参数	218
8-7	传感器诊断参数	219
8-8	连接 I/O 开关和输入	225
8-9	色谱故障排除	238
8-10	常规系统故障排除	242
8-11	溶剂管理系统故障排除	243
8-12	样品管理系统故障排除	244
A-1	物理规格	247
A-2	环境规格	248
A-3	电气规格	248
A-4	溶剂管理系统规格 –2695 XE 配置	250
A-5	样品管理系统规格	250
A-6	仪器控制和通信规格	251
B-1	溶剂管理系统的推荐备用零件	253

B-2	样品管理系统的推荐备用零件.....	254
B-3	分离单元的推荐备用零件.....	256
B-4	分离单元样品瓶和小容量插入物.....	256
C-1	与分离单元一起使用的水缓冲剂.....	261
C-2	与“分离单元”一起使用的酸.....	261
C-3	与“分离单元”一起使用的碱.....	262
C-4	与“分离单元”一起使用的有机溶剂.....	262
C-5	溶剂混溶性.....	263
C-6	常见色谱溶剂的 UV 截止波长.....	268
C-7	不同流动相的波长截止值.....	269
C-8	常见色谱溶剂的折射率.....	269

前言

Waters 2695 分离单元操作员指南对 “Waters® 2695 分离单元” 的拆除包装、安装、使用、维护和故障排除进行了介绍。其附录中还介绍了规格、备件及溶剂注意事项。

本指南的使用对象为需要对 “Waters 2695 分离单元” 执行安装、操作、维护和 / 或故障排除操作的人员。

内容编排

本指南包含以下内容：

第 1 章介绍 “Waters 2695 分离单元” 的功能和选项。

第 2 章介绍如何拆除包装和安装 “Waters 2695 分离单元” 以及如何连接电源、流路和信号。

第 3 章介绍如何打开 “分离单元” 电源、做好溶剂和样品管理系统的操作准备、执行日常清理以及关闭 “分离单元” 电源。

第 4 章介绍如何从前面板控制 “分离单元”。

第 5 章介绍如何在独立控制模式和远程控制模式下自动运行。

第 6 章介绍如何创建分离方法、样品组和样品模板。

第 7 章介绍日常维护过程。

第 8 章介绍 “Waters 2695 分离单元” 的故障排除过程。

附录 A 介绍 “Waters 2695 分离单元” 的规格。

附录 B 列出了推荐使用的备用零件和可选备用零件。

附录 C 提供了有关溶剂兼容性、混溶性、脱气和 UV 截止波长的信息。

相关文档

***Waters Licenses, Warranties, and Support* (Waters 许可、担保和支持)**：提供软件许可和担保信息、介绍培训和扩展支持、解释 Waters 公司如何处理运输、损坏、索赔和退货事宜。

***Waters 2695 Separations Module Quick Start Guide* (Waters 2695 分离单元快速入门指南)**：以简短、易读的形式介绍“2695 分离单元”的基本使用方法。

***Waters 2695 Combined Media Documentation Set* (Waters 2695 合并媒体文档集)**：在 CD-ROM 上提供了以下文档的 PDF 格式的电子文件：*Waters 2695 分离单元操作员指南*、*Waters 2695 Separations Module Quick Start Guide* (Waters 2695 分离单元快速入门指南) 和 *Waters 2695 PerformancePLUS Flow Chart Reference Sheet* (Waters 2695 PerformancePLUS 流程图参考表)。

Web 上的文档

可在“万维网”上找到相关产品信息及文档。网址为 <http://www.waters.com>。

文档约定

本指南中可能会用到以下约定：

约定	用法
粗体	粗体代表用户操作，如：按键、菜单选项和命令。例如，“单击 Next (下一步) 转到下一页。”
斜体	斜体表示由用户提供的信息，如：变量。它还表示强调和文档标题。例如，“请使用文件的实际名称替换 <i>file_name</i> 。”
Courier 字体	Courier 字体表示源代码示例和系统输出。例如，“出现提示符 SVRMGR>。”
Courier Bold 字体	Courier Bold 字体表示源代码示例中由用户键入的字符或按下的按键。例如，“在 LSNRCTL> 提示符下，输入 set password oracle 以访问 Oracle。”
按键	术语按键是指计算机键盘或小键盘上的按键。屏幕按键指仪器上屏幕正下方的按键。例如，“2414 检测器上的屏幕按键 A/B 显示所选通道。”
...	三个句点表示还有更多同类项可供选择。例如，“您可以在每个文件夹中存储 <i>filename1</i> 、 <i>filename2</i> ...。”
>	菜单选项之间的右箭头表示应该顺次选择每个选项。例如，“选择 File (文件) > Exit (退出) ”是指应先从菜单栏中选择 File (文件) ，然后再从 File (文件) 菜单中选择 Exit (退出) 。

注

“注”介绍对操作员有帮助的信息。例如：

注意：在进行下一步之前，先记录您的结果。

注意

“注意”提供的信息与防止对系统或设备的可能损害有关。例如：



注意：要避免损坏检测器流动池，请勿触摸流动池窗口。

小心

“小心”提供保证操作员安全所需的重要信息。例如：



注意：为避免可能的电击，请在执行维护过程之前始终关闭检测器并拔下电源线。



注意：为避免可能的灼伤，在卸下灯泡进行更换或调整前，请至少提前 30 分钟将灯关闭。

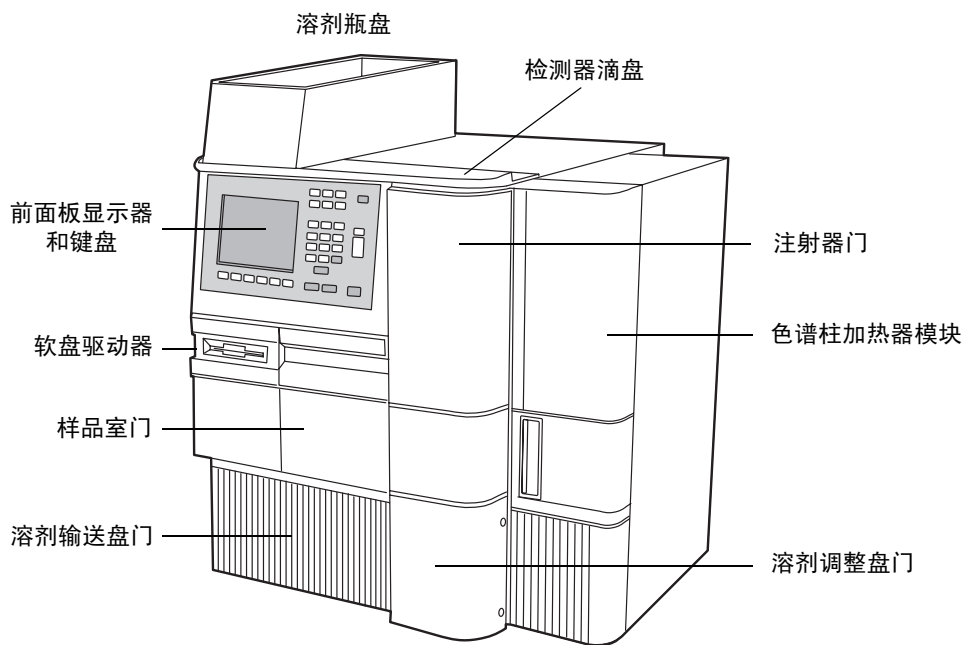


注意：为防止化学或电气危险，操作系统时请始终遵守实验室的安全操作规程。

第 1 章

Waters 2695 分离单元介绍

本章介绍 Waters® 2695 分离单元（图 1-1）。本分离单元是集成的溶剂和样品管理平台。其集成了两个传统的高性能液相色谱仪 (HPLC) 组件（一个溶剂管理系统和一个样品管理系统），从而简化了所有重要的分离功能。



TP01354

图 1-1 Waters 2695 XE 分离单元（正视图）

1.1 分离单元概述

工厂配置

Waters 可提供多种配置的“Waters 2695 分离单元”，它们之间的区别在于所包含的选件不同。这些选件将在第 1.5 节，选件和附件中进行介绍。其中两个基本配置为：

- **2695** – 提供四元溶剂装置、高性能溶剂输送装置、用于溶剂调整的集成的氦气喷射装置、集成的柱塞密封清洗系统、120 个样品瓶容量的样品管理系统、液晶显示器和键盘用户界面以及软盘驱动器。
- **2695 XE** – 提供 2695 基础产品的功能，以四通道在线真空脱气器替换了氦气喷射系统，并新增了色谱柱加热器和样品加热器 / 冷却器。

HPLC 系统配置

为了与多种 HPLC 系统配置兼容，本分离单元支持 RS-232、IEEE-488 和 I/O 连接。该分离单元可充当：

- 简单的独立 HPLC 系统的 I/O 和定时信号源
- 使用 Waters 2410 或 410 折射率检测器和 / 或 Waters 2487 双波长或 Waters 486 可调吸光率检测器的独立 HPLC 系统中的 IEEE-488 系统控制器
- 由 Millennium^{®32} 色谱管理器、Micromass[®] MassLynx[™] 软件控制的 HPLC 系统或使用 RS-232 通信的数据系统中的组件

色谱参数控制

该分离单元可控制：

- 方法设定
- 溶剂组分
- 流量
- 柱塞密封清洗流量
- 针头清洗流量
- 样品进样
- 在线脱气
- 外部事件
- IEEE-488 接口总线控制下的检测器操作
- 色谱柱加热（如果已安装）

- 样品加热 / 冷却（如果已安装）
- 氦气喷射率（如果已安装）
- 二进制代码设备（如果已安装）
- 条码阅读器（如果已安装）

分离单元扩展了 HPLC 方法的传统概念，包含可影响色谱分离的所有参数。此方法采用了许多通常包含在仪器配置中的参数（例如，压力限制和注射器抽取率），并使其成为分离方法的一部分。用户可对这些参数的值进行设定以便更改各个方法，而无需在每次运行前都设置仪器。

溢出保护

分离单元上的所有液体处理区域都有溢出保护；溢出的溶剂将流到前面板下面的废液管连接器中。如果用户决定在分离单元的顶部安装检测器，则需在顶盖上加装一个滴盘以提供渗漏保护。溶剂瓶盘最多可存储四个 1 L 的溶剂容器和一个 250 mL 的清洗溶剂容器，其所提供的渗漏保护最多可容纳 2 L 溢出液。

方法存储和恢复

分离单元可通过内置的软盘驱动器将分离方法、样品组和样品模板从标准 PC 格式的 3.5 英寸软盘导出或导入到其中。从而简化了方法在系统间的传输。

注意：Waters 2695 分离单元不会感染 PC 病毒。

记录保持功能

分离单元可自动记录以下信息：

- 进样总数
- 溶剂使用总量（通过系统泵入的）
- 系统错误
- 针对每次运行设定的操作条件

用户可以：

- 在连接的打印机上打印此信息
- 通过 RS-232 总线将此信息传输到外部设备
- 将此信息以 ASCII 文件的形式导出到软盘

1.2 溶剂管理系统概述

溶剂管理系统混合溶剂并通过一条无脉冲、低扩散的流路将溶剂从容器瓶传送到样品管理系统中。溶剂管理系统包括一个流路设计，使用一个串行流路和两个独立驱动的柱塞以优化流动控制。此设计仅需两个止回阀，从而提高了可靠性。Synchronized Composition Control™ (SCC™) 根据选定的流量、组分和活塞体积确定梯度比例阀 (GPV) 频率。从而可获得极好的梯度组分准确度和梯度精度。图 1-2 显示了溶剂管理系统中的流路。

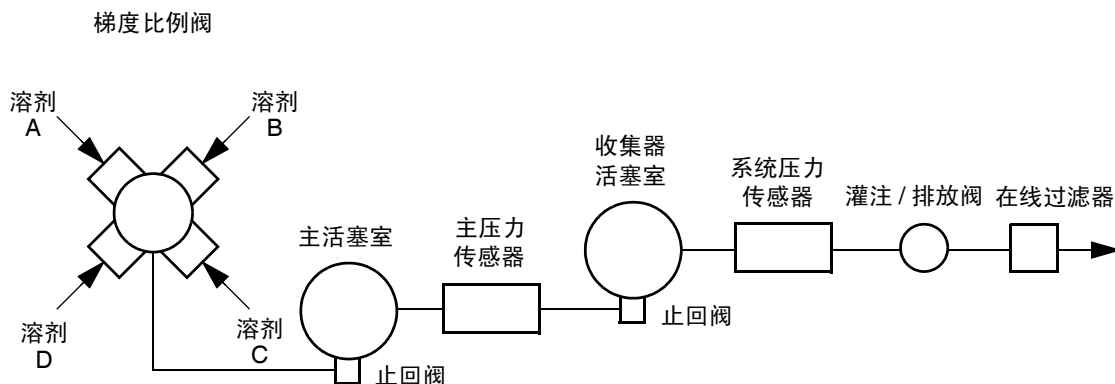


图 1-2 溶剂管理系统中的流路

流路

溶剂管理系统中的溶剂流动如下（图 1-2）：

1. 使用容器中的氦气喷射溶剂或由在线真空脱气机为溶剂脱气。
2. 梯度比例阀混合溶剂。
3. 混合的溶剂流经入口止回阀进入主活塞室，而收集器活塞将受压溶剂送入系统压力传感器。
4. 就在收集器室排空之前，主活塞室中的溶剂被预压缩的压力将略低于系统压力传感器所指示的压力。
5. 当收集器活塞室被排空时，主活塞将经由主压力传感器传送受压溶剂，重新注入收集器活塞室，然后经由系统传感器传送受压溶剂，同时使得流经系统的流量保持恒定。从步骤 3 开始，重复此循环。
6. 系统压力传感器测量操作压力。软件算法比较初级顶部压力和系统压力读数并控制预压缩步骤以平衡压力，使溶剂流动顺畅、无起伏。
7. 溶剂继续从系统压力传感器出口流向灌注/排放阀并进入在线过滤器。
8. 经由在线过滤器后，溶剂流进入样品管理系统。

溶剂混合

梯度比例阀 (GPV) 最多可将四种溶剂按用户选择的组合方式进行任意混合。四种溶剂所占比例之和必须等于 100%。GPV 将产生可预计的梯度段，而与溶剂的可压缩性和系统反压无关。溶剂选择和比例分配在溶剂输送系统的低压（吸入）一侧进行。溶剂在各个活塞室中继续进行混合。

溶剂瓶盘

溶剂瓶盘最多可容纳四个 1 L 的容器和一个 250 mL 的清洗容器，并可容纳 2 L 溢出液。如图 1-1 所示，托盘的尺寸与分离单元顶部的滴盘顶部相适合。

灌注 / 排放阀

用户可在灌注 / 排放阀上连接一个注射器，可通过该注射器抽取溶剂管理系统中的溶剂。

柱塞密封清洗系统

密封清洗溶剂可润滑柱塞并可冲洗掉从每个活塞室高压侧强行通过柱塞密封的所有溶剂或干盐。此清洗循环可延长密封的使用寿命。柱塞密封清洗系统的运行过程如下：

1. 柱塞密封冲洗溶剂从容器流向螺线管清洗泵，然后流到初级柱头中主柱塞密封后面的腔体内。
2. 溶剂继续从该头流出，并流入收集器头中柱塞密封后面的腔体内。
3. 清洗溶剂从收集器头流到废液容器中。

当溶剂管理系统传送溶剂时，柱塞密封清洗泵将按用户选定的时间间隔间歇性地循环传送清洗溶剂。

无灌注保护

当由于溶剂容器已空而导致无灌注，从而使得操作压力在 50 个溶剂输送循环内持续低于 25 psi（1.7 巴，172 kPa）时，分离单元将自动停止运行。

首选柱塞单次输送体积

基于综合测试，分离单元使用可优化液体输送和溶剂混合的离散可设定单次输送体积。为提高特定应用程序的性能，用户可覆盖默认的（预设置的）单次输送体积 (130 μL)，选择一个首选的单次输送体积（25 μL 、50 μL 或 100 μL ，如表 1-1 所示）。当使用可能需要额外混

合（由较大的单次输送体积提供）的溶剂（例如，三氟乙酸 [TFA] 梯度）时，建议您使用较大的单次输送体积。与静态或动态混合器不同，进行此额外混合时没有附加的延迟体积。

表 1-1 可选的单次输送体积

流量范围（毫升 / 分）	单次输送体积（ μL ）
0.010 - 0.530	25
0.531 - 1.230	50
1.231 - 3.030	100
3.031 - 5.000	130

注意：如果分离单元使用氦气喷射法，则在低流量时 25 μL 的单次输送体积不可用（无论是作为手动选项还是作为预设的设定值）。

1.3 样品管理系统概述

样品管理系统可存放和定位样品瓶并将样品注入溶剂流。样品管理系统有 5 个样品转盘，每个样品转盘中最多可容纳 24 个样品瓶，共计可容纳 120 个样品瓶。样品瓶为 2-mL 的工业标准样品瓶，瓶盖为卡口盖、钳口盖或旋盖。托架旋转样品转盘，使其进入样品室的进样站。

流路

溶剂、样品和针头清洗溶剂的流动由样品管理系统中的四个阀门进行控制。图 1-3 中显示了这四个阀门（标有 V1 至 V4）。可在 Status（状态）屏幕（图 4-4）中监视各个阀门的位置。

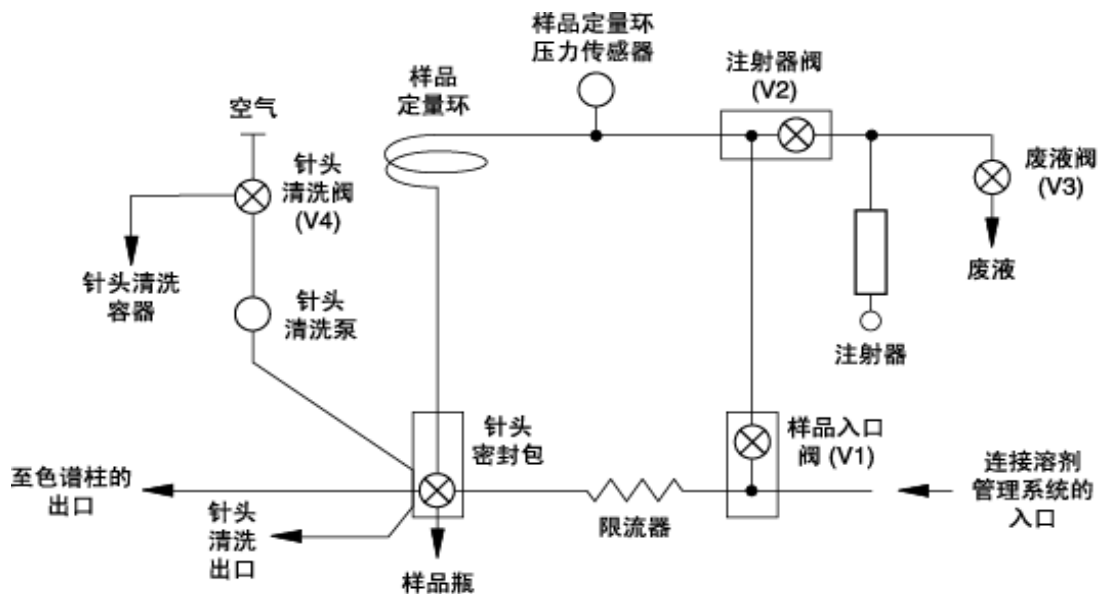


图 1-3 样品管理系统中的流路

样品管理系统中的流路将根据所执行功能的不同而相应地发生变化。请参阅图 1-3。

正常流动

正常流动期间，V1 打开，允许溶剂在两个路径中流动：

- 95% 的溶剂流经 V2 主体、样品定量环压力传感器、样品定量环和针头。针头位于流体位置，溶剂流出针口，经由密封包，然后再流入到色谱柱中。
- 5% 的溶剂流经限流器和密封包，然后流入到色谱柱中。

进样

进样循环分为三个步骤：

1. **将样品定量环与正常流动隔开** – 关闭 V1、V2 和 V3，然后打开 V4，打开针头清洗泵，针头移动到“密封”位置。然后打开 V2 和 V3 排放样品定量环压力，使定量环压力与大气压平衡。
2. **抽取样品** – 关闭 V3，关闭针头清洗泵，针头伸入样品瓶中。抽回注射器柱塞，将样品从样品瓶抽入到样品定量环中。样品不进入注射器。
3. **样品进样** – 关闭 V2，打开 V3，针头移动到流体位置以便为样品定量环加压。打开 V1，让溶剂返回到正常流动。溶剂将样品推出样品定量环，经由针头流入色谱柱。注射器返回原位，将抽取的溶剂送入废液容器中，然后关闭 V3。

样品转盘配置

每个样品转盘以颜色和字母进行区分，在样品转盘托架上有其各自的位置。如果尝试进样时将某个样品转盘放在了错误的位置，则分离单元将显示一条警告（请参阅第 3.2.1 节，设置配置参数中的“验证样品转盘放置”参数）。每个样品瓶都可执行 1 至 99 次进样操作，用户可补偿样品瓶中针头的深度以获得较小的样品体积、较小的进样体积或补偿样品瓶瓶底厚度（表 B-4）的变化。当在样品瓶中使用小容量插入物时，也可能需要进行补偿。

样品室内的溢出液和冷凝液将流入到前面板下面的废液连接中。

用户可在进样时将样品转盘装入到托架中。装入样品转盘时，一个开放式传感器会防止托架自动向前移动。

样品瓶的存在

一个发光二极管装置将在针头移动到“吸取”位置前检查样品瓶是否存在。如果设定的样品瓶位置碰巧为空，这将防止空气意外注入溶剂流。请参阅第 3.2.1 节，设置配置参数中的“验证样品瓶存在”参数。

注射器装置

注射器装置位于前面板门的后面，以便于使用，如图 1-4 中所示。分离单元使用标准的 250 μL 注射器；作为选件，用户也可安装 25 μL 或 2500 μL 的注射器。有关更换注射器的步骤，请参阅第 7.3.3 节，更换注射器。请注意，分离单元的序列号位于注射器安装平台上。

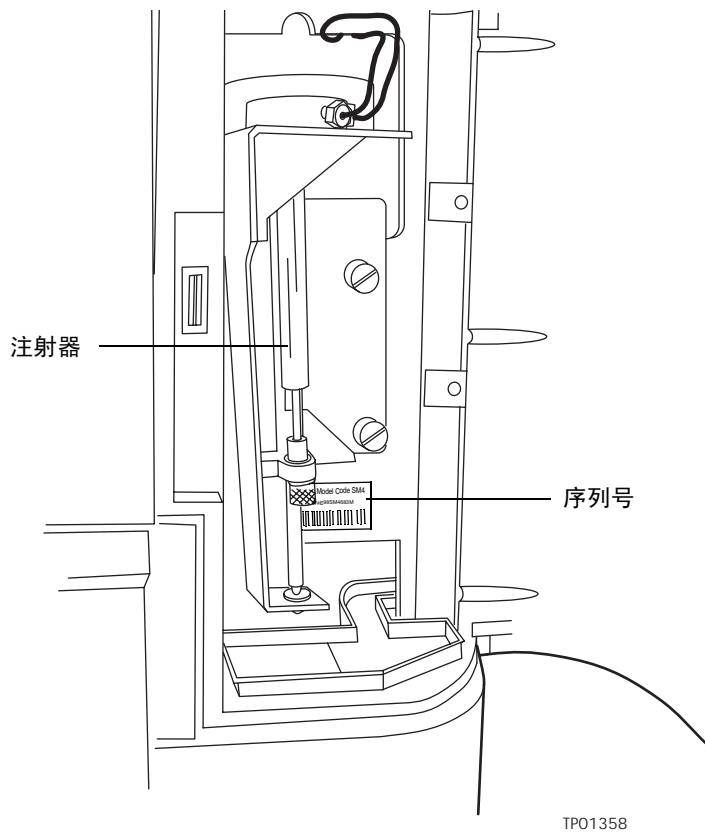


图 1-4 注射器装置

1.4 操作配置

分离单元可在三种常规控制模式下运行：

- 系统控制器模式
- 无交互模式
- 远程控制模式，该模式包含由以下软件进行的控制：
 - Waters Millennium 色谱管理器（Millennium 2.xx 版本或 3.20 版本或更高版本）
 - 用于 Micromass 质谱分析检测器的 Micromass MassLynx 软件
 - 非 Waters 或非 Micromass 数据系统（例如，质谱分析系统）的 RS-232 通信
 - “由事件输入操作梯度”模式下的分离单元中的外部自动进样器（例如，Waters 2700 样品管理器）

1.4.1 系统控制器模式

在此模式下，分离单元充当 HPLC 系统控制器。在“系统控制器”模式下，用户可手动或自动执行运行。手动运行时，用户通过分离单元前面板来输入参数值和进行选择。自动运行时，用户使用分离方法、样品组和 / 或样品模板来控制分离单元。有关使用前面板控制运行的信息，请参阅第 4 章，前面板控制。有关创建和存储分离方法、样品组和样品模板的步骤，请参阅第 6 章，创建方法、样品组和样品模板。

依据所用的系统部件，可通过以下连接将分离单元连接到其它部件：

- 用于 Waters 检测器的 IEEE-488（数字）信号连接
- I/O（模拟）信号连接（硬线电缆）
- 用于打印机或积分器的 RS-232（数字）信号连接

使用第 4 章，前面板控制中介绍的步骤在“系统控制器”模式下控制 HPLC 系统。

用于系统控制器操作的数字信号连接

图 1-5 说明了分离单元（在“系统控制器”模式下）仅使用数字信号连接来控制 HPLC 系统部件时的典型 HPLC 系统配置。

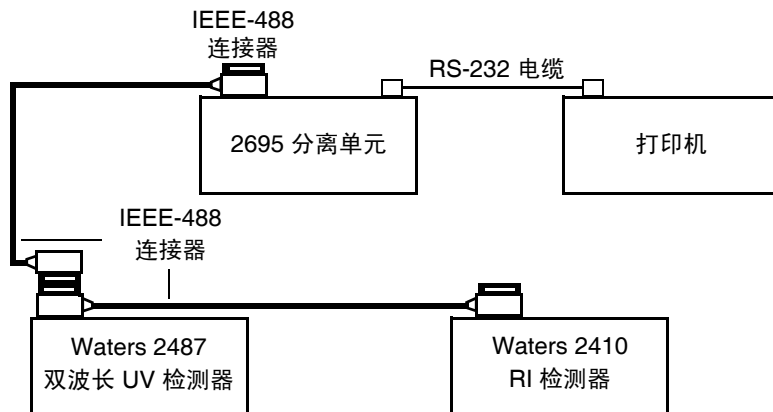


图 1-5 HPLC 系统的数字信号控制

在“系统控制器”模式下，分离单元通过 IEEE-488 总线最多可控制三个检测器通道（两个 UV 检测器通道和一个 RI 检测器通道）。检测器为：

- Waters 2410 或 410 示差折光检测器
- Waters 2487 双波长或 486 可调波长检测器（最多两个通道的任意组合）

在此类系统中，用户可在检测器表中指定检测器参数。运行过程中，命令（例如，更改波长或更改灵敏度）将在指定的时间被发送到检测器。有关设置检测器表的详细信息，请参阅第 6.2.6 节，设置检测器参数。分离单元不处理检测器数据。检测器结果和其它系统数据将被直接发送到数据采集系统、积分器或图表记录器中。

除了 IEEE-488 控制的检测器外，用户还可使用 RS-232 和 I/O 连接来控制不支持 IEEE-488 接口总线的其它部件。

有关进行数字信号连接的详细信息，请参阅第 2.7.2 节，数字信号连接。

Millennium 控制

图 1-7 说明了 Waters Millennium 色谱管理器工作站控制下的典型 HPLC 系统。

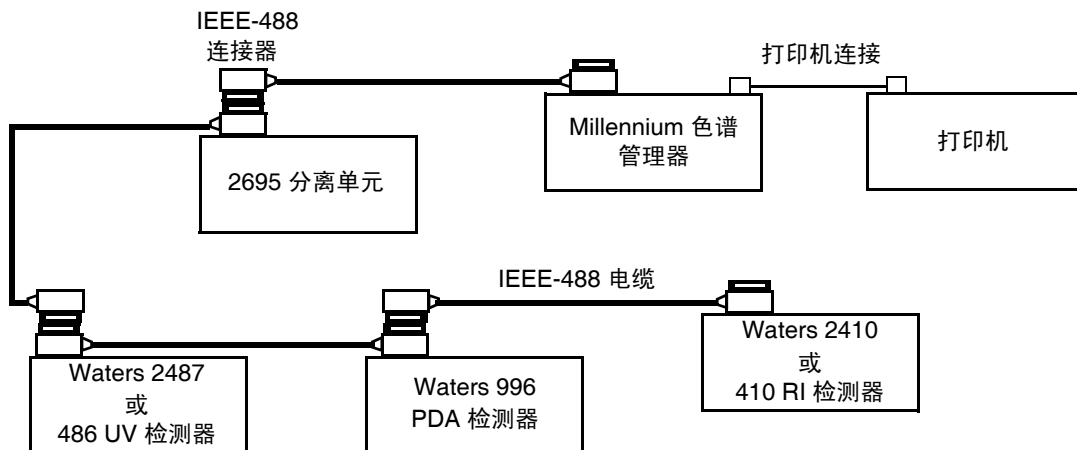


图 1-7 Millennium 色谱管理器控制下的典型 2695 分离单元 HPLC 系统

用户可使用 Millennium 软件来创建仪器方法和方法组以控制分离单元和其它 HPLC 系统部件。有关创建仪器方法和方法组的详细信息，请参阅 Millennium 文档。

Millennium 软件当前支持的所有检测器均可与分离单元配套使用，包括“Waters 996/2996 光电二极管阵列检测器”。来自检测器的数据将通过 IEEE-488 接口总线发送到 Millennium 软件进行处理。

MassLynx 控制

当由 MassLynx 软件控制分离单元时，可使用 MassLynx Inlet Editor（入口编辑器）来定义 LC/MS 系统中使用的分离单元和检测器（非质谱仪）的操作参数。有关控制 Waters 2695 分离单元的详细信息，请参阅 MassLynx 文档。

RS-232 控制

要设置从使用 RS-232（ASCII 或二进制）通信的数据系统对分离单元进行远程控制的参数，请参阅该数据系统随附的文档。

由事件输入操作梯度控制

注意：当使用“由事件输入操作梯度”配置通过分离单元的 I/O 端子板将其连接到某个外部自动进样器时，该外部自动进样器将向“溶剂管理系统”发出开始运行梯度的信号。在此模式下，不允许分离单元与 IEEE-488 总线上的仪器进行连接。

1.5 选件和附件

为满足用户的应用和场地要求，2695 分离单元有许多选件可供使用。按 Configure（配置）屏幕中的 Options（选件）屏幕按键，可显示分离单元中所安装硬件选件的列表。有关显示 Configure（配置）屏幕的详细信息，请参阅第 3.2 节，配置分离单元。

电源

2695 分离单元出厂时配有一个 600 瓦 (W) 的电源。这为添加色谱柱加热器 / 冷却器提供了即时兼容性。

电源为短路保护设计，没有配备外部更换保险丝。关闭后再打开仪器电源可重置电源。

在将色谱柱加热器 / 冷却器添加到分离单元中之前，请致电“Waters 技术或服务”代表，电话号码为 800 252-4752（仅限美国和加拿大客户）。对于其它客户，请与当地的 Waters 分公司或与位于马萨诸塞州米尔福德市（美国）的 Waters 公司总部联系。

色谱柱加热器

色谱柱加热器可使色谱柱的温度保持在高于环境温度 5 °C（最低 20 °C）至 60 °C 之间。如果该温度不在用户指定的范围内，将产生一条警报来提醒用户。此选件的安装步骤将在第 2.8.2 节，安装色谱柱加热器中进行介绍。

样品加热器 / 冷却器

样品加热器 / 冷却器可将样品室的温度保持在 4 至 40 °C 之间，以优化样品稳定性和 / 或溶解度。2695 XE 在出厂时已安装了此选件。加热器 / 冷却器通过分离单元的后面板安装，并使用四个 Peltier 设备来进行温度控制。

条码阅读器

条码阅读器可扫描带有条码的样品瓶以消除记录错误，并可添加另一样品跟踪能力级别。条码阅读器由一块侧面板遮盖以防暴露给激光。

“Waters 2695 条码阅读器”可读取“代码 128C”标签，该标签指定一个 6 位代码，可提供一百万个号码的扫描范围（000,000 至 999,999），该标签适用于 2-mL 工业标准样品瓶。

该选件中还包 括一卷标签（2,500 个），这些标签上专门涂有抗常见色谱溶剂腐蚀的涂层。使用条码阅读器所需的唯一步骤就是将标签贴到样品瓶上。

PerformancePLUS 在线脱气器

“PerformancePLUS™ 在线脱气器”在设计上将独特的、可变速的和可持续运行的真空泵与经过革新的、高效的、低内部体积的脱气器室组合在一起。此技术可显著缩短仪器灌注和平衡时间，使得系统可较为迅速地从空闲状态进入运行状态或遵从溶剂更改。电气控制策略很严格，从而可确保持续运行所需的长期可靠的性能。

脱气器的“零磁滞常数运行”步进电机驱动真空泵是专门为针对 HPLC 流动相进行薄膜脱气而设计和开发的。持续运行的真空泵高速运转可迅速抽为真空，而在低速下运转将使真空等级保持不变。此方法可快速平衡真空以使洗脱液更快平衡。连续工作模式可消除在不连续工作模式下泵磁滞可能导致的检测器基线漂移或循环，从而提高了许多高灵敏度应用的色谱性能。

“PerformancePLUS 在线脱气器”室的脱气效果可与大体积脱气器室相媲美，而所占用的体积却很小。从 <11 mL 降至 <500 uL，脱气器的低体积室可显著降低灌注力、加速溶剂交换以及提高可靠性。

脱气器注意事项

脱气效果取决于溶剂气体的多少以及溶剂在其各自真空室中存留的时间长度。当溶剂流速加快时脱气效果将下降，因为此时溶剂在真空室内存留的时间较短。当使用 0.000 至 5.000 毫升 / 分的正常分析流速时，脱气器即可去除大部分的溶解气体。由于当流速大于 5.000 毫升 / 分时可在分离单元中执行干灌注和湿灌注，因此需要在零流速下（于灌注后）将溶剂暴露于脱气机真空中很短的时间。第 4.4.2 节，执行湿灌注中的“平衡真空脱气器中的溶剂”讨论对此溶剂平衡过程进行了介绍。

真空脱气器压力传感器

“Waters 2695 分离单元”配有一个绝对压力传感器 (APT)。APT 不受海拔或气压变化的影响。表 1-2 列出了配有 APT 的分离单元的属性。

表 1-2 绝对压力传感器属性

项目	绝对压力传感器
显示单位	psia、kPa、巴
显示单位的符号	正
理论最高真空度 ^a	0 psia
操作范围 ^b	3.2 至 0 psia ^c
“典型”值	1.4 至 2.0 psia

表 1-2 绝对压力传感器属性

项目	绝对压力传感器
多个真空度	显示较小的数值

- 以海平面为 1 个大气压为基础
- 使用默认真空压力阈值。
- 如果压力超出范围，则压力字段中将显示一个星号 (*)。

注射器

用户可在分离单元中安装 25 μL 、250 μL 或 2500 μL 的样品注射器。250 μL 注射器为标准注射器。有关更换注射器的过程，请参阅第 7.3.3 节，更换注射器。

样品定量环

用户可额外安装 100 μL 样品定量环或更大的样品定量环以注入体积超过 100 μL 的样品。有关安装可选样品定量环的过程，请参阅第 2.8.1 节，安装可选的样品定量环。

色谱柱切换阀

色谱柱切换阀为电动阀，系统可通过它将溶剂流切换为某一色谱柱。切换阀通常安装在分离单元的色谱柱加热器中（也可使用独立型号的切换阀）。分离单元的 I/O 功能可控制独立的色谱柱阀。

色谱柱选择阀通常安装在“2695 色谱柱加热器”（图 1-8）中，既可在出厂时就进行安装，也可作为添加的选件在以后进行安装。

如表 1-3 中所介绍的那样，2695 有四个色谱柱选择阀选件：

表 1-3 色谱柱选择阀选件

说明	软件检测	控制部分
2 个色谱柱 (6 个端口, 2 个位置)	不可	I/O
3 个色谱柱	可以	2695 软件
6 个色谱柱	可以	2695 软件
2 个色谱柱 - 再生 (10 个端口, 2 个位置)	可以	2695 软件

开启电源时，2695 软件将自动检测色谱柱选择阀是否存在及其类型。可指定色谱柱选择：

- 使用前面板（第 4.4 节，执行导引功能中的表 4-1）
- 通过分离方法（第 6.1 节，创建和编辑分离方法）

- 作为样品组方法中某个功能的一部分（第 6.3 节，创建和编辑样品组）

2695 Status（状态）屏幕仅为 2695 软件检测到的阀门显示当前选择的色谱柱和流路。

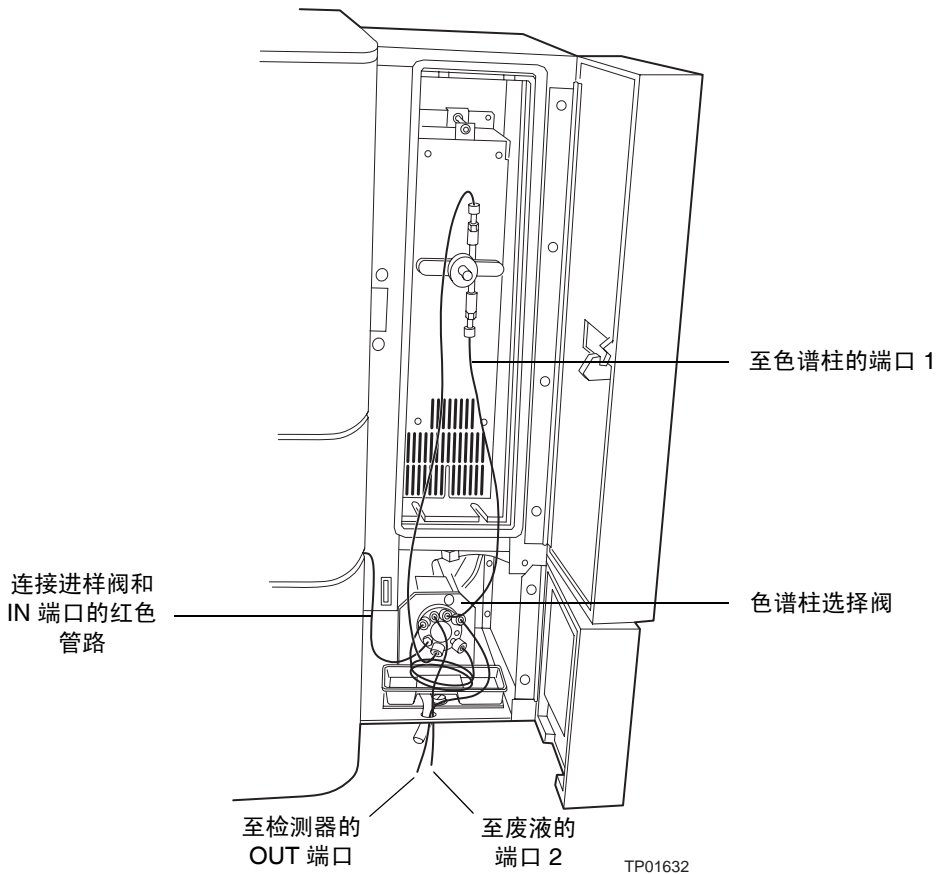


图 1-8 安装有 3 个色谱柱选择阀的 2695 色谱柱加热器

两个色谱柱切换阀

2695 固件无法识别、也不支持 2 个色谱柱选择阀（6 个端口，2 个位置）选件。使用 2695 分离单元后面板上的四个 I/O 事件开关可控制此选件。将开关转到“关”位置可选择第一个色谱柱，将开关转到“开”位置可选择第二个色谱柱。

三个色谱柱选择阀

3 个色谱柱选择阀允许用户选择三个色谱柱位置中的任意一个位置。发货前就已对 3 个色谱柱选择阀进行了预先配置，不过，用户可重新对其进行配置。有关详细信息，请参阅第 2.6.8 节，连接色谱柱选择阀。

六个色谱柱选择阀

6 个色谱柱选择阀允许用户选择六个色谱柱位置中的任意一个位置，且用户可将任意位置指定为旁路或废液。有关详细信息，请参阅第 2.6.8 节，连接色谱柱选择阀。

两个色谱柱再生阀

2 个色谱柱再生阀允许用户使用一个色谱柱进行 LC 操作，而与此同时，第二个色谱柱通过另外一个溶剂输送系统进行再生。有关详细信息，请参阅第 2.6.8 节，连接色谱柱选择阀。

BCD 模块

通过以 BCD 格式自动将样品瓶号码从分离单元传输到非 Waters 或非 Micromass 数据系统（通常为 LIMS 系统），BCD（二进制编码的十进制）选件提供样品跟踪功能。

第 2 章 安装 2695 分离单元

本章介绍如何将电源、流路和信号连接到“Waters 2695 分离单元”以及如何添加硬件选件。

2.1 安装概述

图 2-1 给出了安装分离单元的主要步骤。

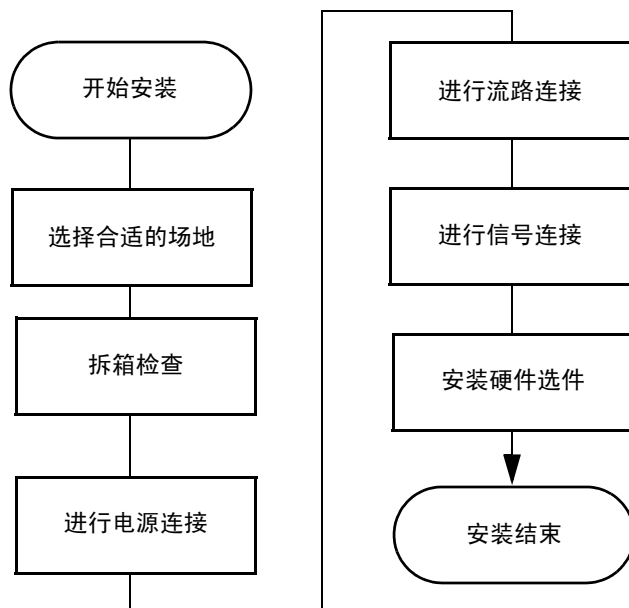


图 2-1 分离单元的安装步骤

必备材料

- 2 号十字螺丝刀
- 平头螺丝刀
- 5/16 英寸开口扳手
- 管路切割器
- 2695 分离单元启动套件

安装完分离单元后，请按照第 3 章，2695 分离单元的操作前准备中所述的内容继续执行操作。

2.2 场地要求

请在符合表 2-1 中所列规格的场地上安装分离单元。

表 2-1 安装场地要求

要素	要求
温度	4 到 40 °C (39 到 104 °F)
相对湿度	20% - 80%，无冷凝
工作台空间	宽度：18 英寸 (46 cm) ^a 深度：22.5 英寸 (57.1 cm) ^b 高度：22.5 英寸 (57.1 cm) 水平度在 ±2° 范围内
振动	可忽略
间隙	后部至少应有 2 英寸 (5 cm) 的间隙，用于通风
静电	可忽略
电源	接地交流电源，85 到 132 Vac 或 180 到 250 Vac， 47 到 63 Hz
电磁场	附近无电磁噪音源，如电弧继电器或电机

a. 安装可选的色谱柱加热器后为 23.0 英寸 (58.4 cm)

b. 安装可选的样品加热器 / 冷却器后为 25.5 英寸 (64.8 cm)

图 2-2 给出了“2695 分离单元”的尺寸。



注意：为避免分离单元过热，分离单元后部应至少留有 2 英寸（5 cm）的间隙。

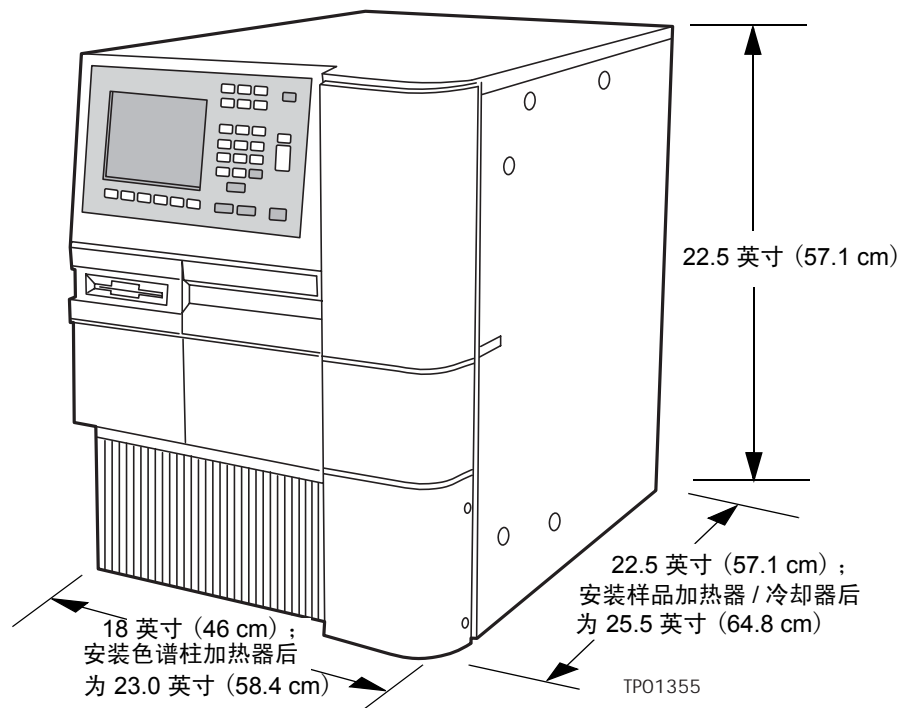


图 2-2 典型系统尺寸

分离单元的顶面板可承受两个检测器、检测器滴盘以及溶剂瓶盘（带有四个装满溶剂的溶剂瓶）的重量。确保置于分离单元顶部的任何液体承载装置的下方均提供有渗漏保护。

2.3 固件和软件要求

要与分离单元中所安装的 2.00 版软件进行顺利通信，连接到“Waters 2695 分离单元”的 Waters 检测器必须满足最低固件要求。同样，控制分离单元的外部远程管理系统也必须满足最低软件要求。有关最低固件要求和最低软件要求的详细信息，请参阅表 2-2 和表 2-3。

表 2-2 最低检测器固件要求

检测器	最低固件版本
Waters 2487 双 λ 吸光度检测器	版本 1.00 (486 仿真模式) 版本 1.01 (2487 模式)
Waters 486 可调紫外线 / 可见光吸光度检测器	版本 4.10
Waters 2410 示差折光检测器	版本 5.10
Waters 410 示差折光检测器	版本 4.2

表 2-3 最低外部管理系统软件要求

外部管理系统	最低软件版本 (2690 仿真模式)
Millennium ³² 色谱管理器	版本 3.20 或更高版本
Millennium 2010 色谱管理器	版本 2.15.01 版本 2.18J 版本 2.21 (质谱仪) 版本 2.22J (质谱仪)
Millennium 2020 色谱管理器 (客户机 / 服务器)	版本 2.15.1 (VAX/VMS) 版本 2.15.2 (Novell) 版本 2.15.3 (Alpha/OpenVMS)
Micromass MassLynx 软件	版本 3.5 或更高版本

2.4 拆除包装

分离单元装运时被装在一个纸箱中并置于木制货运底板上。请保留纸箱与货运底板，以防将来运输或装运该装置时使用。外部附件和选件（例如，色谱柱、色谱柱加热器和检测器）将装在单独的纸箱中进行运输。

拆除分离单元的包装：

1. 去除将纸箱固定在货运底板上的绑带。取下纸箱、样品盘盒、溶剂瓶盘、启动套件和包装材料。
2. 对照装箱单检查纸箱中的物品，确认未缺少任何物件。



注意：为避免受伤，请确保至少由两个人将分离单元从货运底板抬到工作台上。

3. 将分离单元从货运底板抬起，并将其放到所选的安装场地上。
4. 检查所有物件是否有损坏情况。如果发现任何运输损坏，必须立即向装运公司和 Waters 代表报告。请与 Waters 客户服务部门联系，电话为 800 252-4752（仅限美国和加拿大客户）。对于其它客户，请致电当地的 Waters 分公司或致电位于马萨诸塞州米尔福德市（美国）的 Waters 公司总部。有关运输损坏和索赔的详细信息，请参阅 Waters 许可、担保和支持。

请遵照第 2.5 节，进行电源连接中的操作步骤继续进行安装。

2.5 进行电源连接

为使“2695 分离单元”正常运行，需要将交流电源接地，并使电压无剧烈波动。



注意：为避免电击事故和人身伤害，请在执行本节中所述步骤前从仪器的后面板上拔下电源线。

2.5.1 进行电源连接

分离单元将自动进行调整，使电源输入电压处于以下两个范围之内：

- 85 到 132 Vac， 47 到 63 Hz
- 180 到 250 Vac， 47 到 63 Hz

进行电源连接：

1. 检查“电源开/关”开关是否位于“关”(0)位置。
2. 将电源线连接到分离单元后面板的连接器上。
3. 将电源线的另一端连接到正确接地的交流电源上。在完成所有流路和信号连接之前，请不要打开分离单元电源。

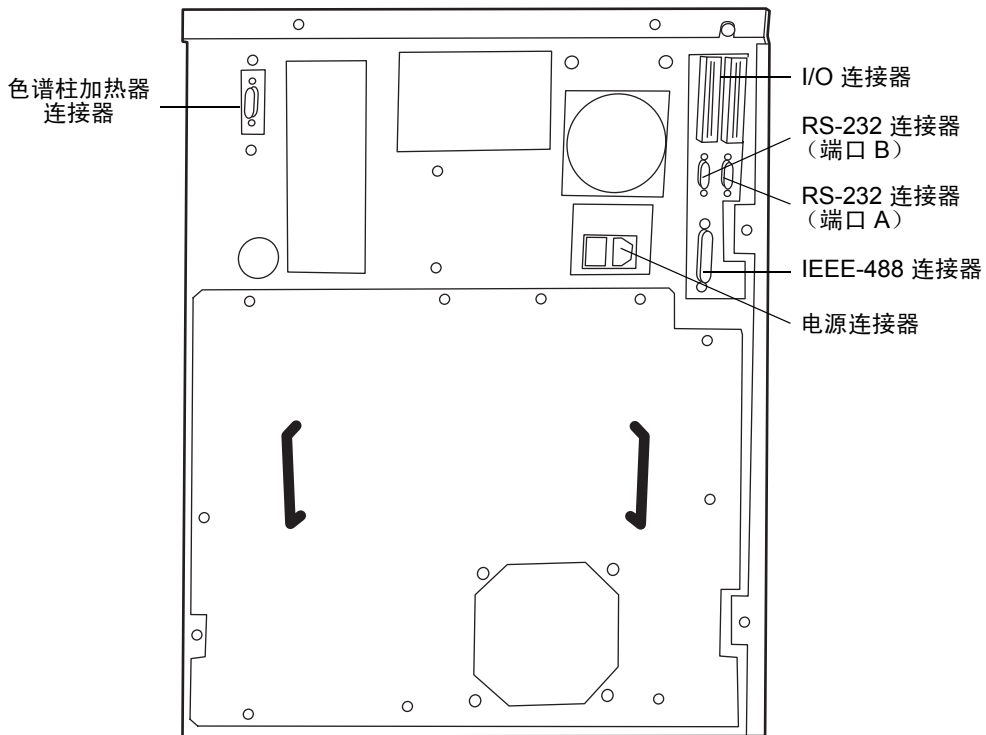


图 2-3 2695 分离单元的后面板

2.6 进行流路连接

图 2-4 概述了将流路连接到分离单元的主要步骤。

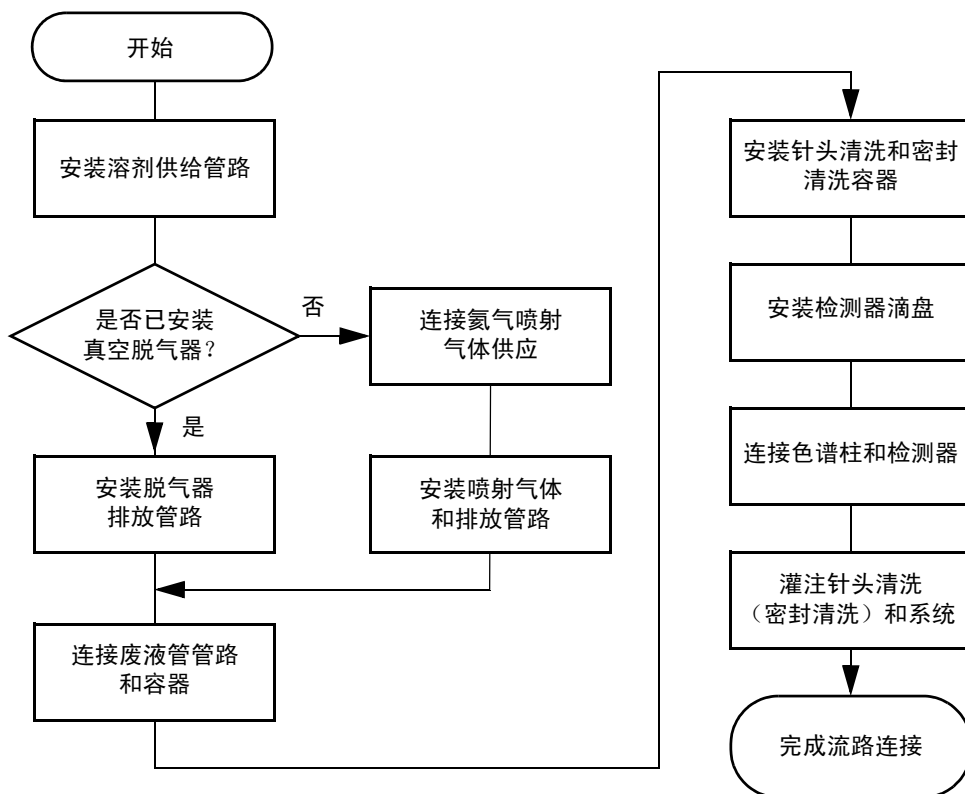


图 2-4 进行流路连接的步骤



注意：为确保正常的滴液保护，在运行系统前，请务必拧紧溶剂输送和溶剂调整盘上的固定螺钉。

图 2-5 显示了溶剂和喷射管路的位置、喷射气体的连接和废液连接。

在进行任何管路连接前，请执行以下操作步骤：

1. 解开存放在溶剂调整盘门后的喷射和溶剂管，如图 2-5 所示。
2. 打开管路夹，将管路安装在管路夹的后面。关上管路夹以固定管路。
3. 敷设管路，使溶剂调整盘门位于管路的上方，然后沿着分离单元的左侧向上敷设管路至溶剂瓶盘。

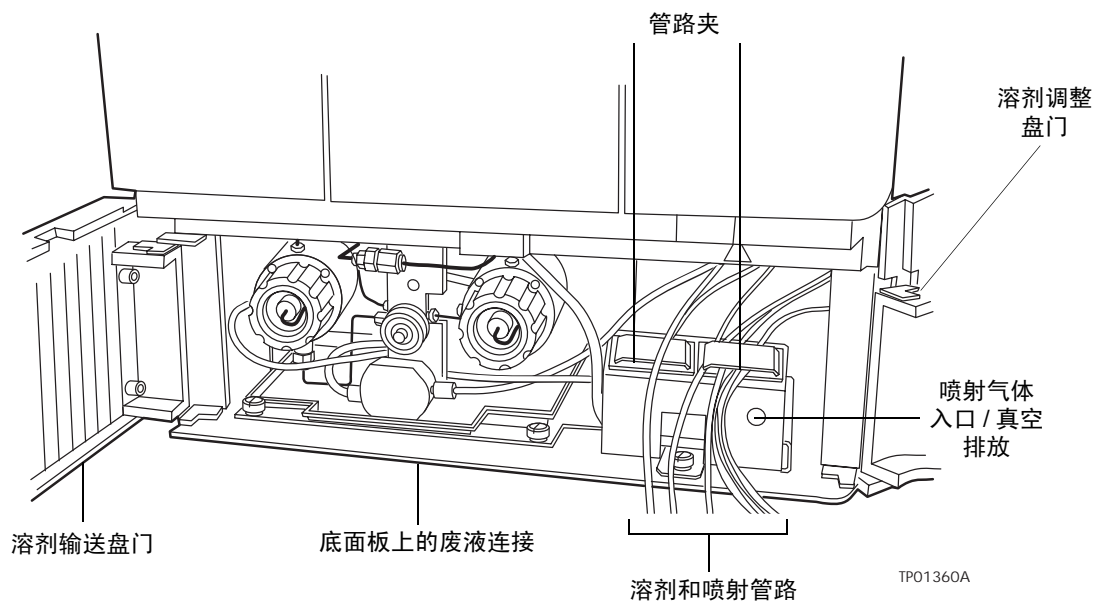


图 2-5 分离单元中的流路连接

2.6.1 安装检测器滴盘

如果要将检测器安装在分离单元的顶部，请将检测器滴盘（图 1-1）安装在分离单元顶面板的前端。连接滴盘出口：

1. 切割一根内径为 3/16 英寸的管路（“启动套件”中），使得切割后的长度约为 10 英寸（25 cm）。
2. 将 3/16 英寸的倒钩接头（“启动套件”中）压入滴盘底部的排放孔中。
3. 将管路连接到滴盘底部的接头上。
4. 取下滴盘底部粘性衬垫上的垫圈。
5. 打开注射器门。
6. 管路由顶面板上的孔（图 2-7）进入注射器室。将管路的末端放在注射器室下面的滴盘上。
7. 安装滴盘，使得粘性衬垫附在分离单元的顶盖上（图 1-1）。
8. 将溶剂瓶盘安装在分离单元的顶部（左侧）。溶剂瓶盘中最多可放入四个 1-L 容器和一个 250-mL 容器。

注意：为了保持足够大的溶剂顶部压力和改善溶剂输送，请将溶剂容器置于溶剂管理系统水平面以上的位置。

2.6.2 安装溶剂供给管路

从分离单元到溶剂容器的管路存放在前面板上的溶剂调整盘门的后面（图 2-5）。溶剂管路的一端连接到（出厂设置）以下设备之一：

- 梯度比例阀（GPV）（如果已安装喷射阀）
- 与 GPV 相连的在线真空脱气器（如果已安装真空脱气器）

每条管路均由一个字母（与各溶剂容器相对应）和一个颜色编码的标签进行标注。表 2-4 列出了与各个溶剂管对应的字母和颜色代码。

表 2-4 溶剂供给管路标识

溶剂管标签	溶剂管颜色
A	黄色
B	蓝色
C	红色
D	绿色

安装溶剂管：

1. 取下各溶剂管上的过滤器，插入各溶剂管的自由端并使其穿过一个容器盖（“启动套件”中）。
2. 将过滤器重新安装到各溶剂管的末端。
3. 将各容器盖安装到相应的容器上。确保溶剂管到达容器底部。

2.6.3 进行喷射气体连接

如果系统中未安装在线脱气器，则需要安装喷射气体入口管，之后才能开始操作分离单元。各溶剂容器的喷射气体出口管存放在溶剂调整盘门的后面。每条喷射气体出口管均由一个字母（与各溶剂容器相对应）和一个颜色编码的标签进行标注。表 2-5 列出了与各个喷射气体出口管对应的字母和颜色代码。

表 2-5 喷射气体管标识

喷射气体管标签	喷射气体管颜色
A	黄色
B	蓝色
C	红色
D	绿色

Waters 建议您使用超纯载气（UPC）级的氦气作为喷射气体以防止溶剂受到污染。



注意：为了避免分离单元损坏和可能会使担保失效的情况发生，请仅使用杂质水平符合表 2-6 中的限制的氦气。

表 2-6 氦气喷射气体的可接受杂质限制

杂质	可接受浓度
氦气	<5.0 Mppm（每百万的摩尔份数）
氧气	<5.0 Mppm
水	<1.0 Mppm
碳氢化合物	0.5 Mppm

注意：“Waters 2695 分离单元”附带一个 1/8 英寸的 NPT 接头（连接到成盘铜管），用于将喷射气体入口连接到一个 50 到 90 psi（3.5 到 6.3 kg/cm²）的氦气供应。您需要提供一个高压调节器，必须将其安装在氦气罐和喷射气体入口之间。



注意：为避免接触到溶剂蒸汽，请将容器排放管连接到适当的通风橱。有关溶剂蒸汽排放的具体要求，请查阅当地的建筑和卫生法规。

安装喷射供应和排放管：

1. 在分离单元的前端找到带有 1/8 英寸 NPT 接头的成盘铜管，将其接头连接到压力调节的氦气供应。
2. 从要使用的颜色编码的喷射管的末端取下扩散器。
3. 从要喷射的各个容器上取下容器盖。
4. 插入各个喷射管并使其穿过相应的容器盖，然后重新安装上扩散器。
5. 将容器盖安装到相应的容器上，并确保扩散器完全浸入溶剂中，如图 2-6 所示。

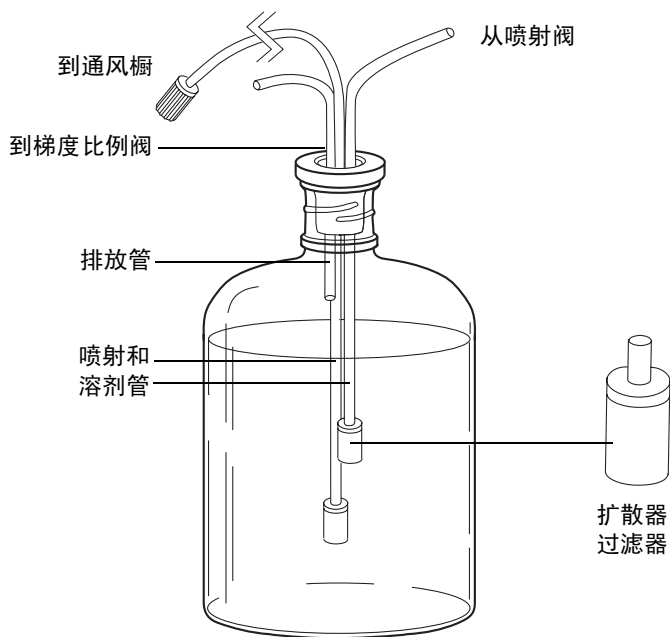


图 2-6 将喷射管安装到溶剂容器中

6. 在每个容器和相应的通风橱之间安装一段最短长度为 4 英尺（1.2 m）的聚四氟乙烯（FEP）管路（“启动套件”中）。此管路可排出容器中的溶剂蒸汽。确保此管路的末端位于容器中液面的上面，如图 2-6 中所示。
7. 将扩散器（“启动套件”中）安装在通风橱中管路的末端，以使管路内保持正压。

2.6.4 安装脱气器排放管路

除了可去除溶剂中溶解的气体外，脱气器还可排除溶剂蒸汽，溶剂蒸汽会凝结，在排放系统中形成液滴。脱气器可通过一条排放管（如果有）来排出这些气体和液滴。



注意：为避免接触到溶剂蒸汽，请将脱气器排放管连接到相应的通风橱。有关溶剂蒸汽排放的具体要求，请查阅当地的建筑和卫生法规。

要安装脱气器排放管路，请将脱气器排放管路的自由端置于正常运行的通风橱中的废液容器中。



注意：为确保真空系统正常运行，不允许将排放管浸入液体中。Waters 建议不要将脱气器排放管置于溶剂废液容器中。

2.6.5 进行废液管连接

需要针对以下废液进行废液管连接：

- 溢出盘废液
- 冷凝废液



注意：确保仪器内外所有排液管的连接均正确无误，不受阻塞物或弯曲的限制。从仪器前端出来的两个主排液管必须平放在工作台的顶部，不能出现任何向上的弯曲。这些排液管必须通到相应的废液容器中，废液容器的体积应大于等于所有溶剂容器的体积之和。废液容器所在的位置必须低于仪器所在的位置。移动或维修仪器后，请始终对排液管进行检查。

溢出盘废液管

溢出盘废液出口在分离单元前面板的下方，位于溶剂调整盘门的下面（图 2-5）。

安装溢出盘废液管：

1. 切割一根内径为 3/16 英寸的管路（“启动套件”中），使其长度足够将溢出盘废液出口和工作台前端连接起来。
2. 将此根管路的一端连接到溢出盘废液出口。
3. 在管路的另一端安装一个 90° 的弯管接头（“启动套件”中）。

4. 切割另一根内径为 3/16 英寸的管路，使其长度足够将弯管接头与废液容器连接起来。
5. 在弯管接头和废液容器之间连接管路。

冷凝废液管

样品室的冷凝废液出口也在分离单元前面板的下方，位于溢出盘废液出口的右侧。除了可从样品加热器 / 冷却器进行冷凝外，冷凝废液中还可包含破损样品瓶的溢液。

安装冷凝废液管：

1. 切割一根内径为 3/16 英寸的管路（“启动套件”中），使其长度足够将冷凝废液出口与工作台前端连接起来。
2. 将此根管路的一端连接到冷凝废液出口。
3. 在管路的另一端安装一个 90° 的弯管接头（“启动套件”中）。
4. 切割另一根内径为 3/16 英寸的管路，使其长度足够将弯管接头与废液容器连接起来。
5. 在弯管接头和废液容器之间连接管路。

2.6.6 安装针头清洗和柱塞密封清洗容器

针头清洗和柱塞密封清洗容器的管路位于前面板上的溶剂调整盘门的后面（图 2-5）。每个清洗管均由一个标签标注和 / 或使用颜色进行编码。表 2-7 列出了各个管路的颜色代码和大小。柱塞密封清洗入口管的标签为“泵清洗入口”，其一端连接有一个扩散器。



注意：为了防止损坏“分离单元”，请确保所使用的针头清洗和柱塞密封清洗溶液与正在使用的流动相可以相混溶。



注意：使用单独的溶液和容器进行柱塞密封清洗和针头清洗。由于这些溶液的功能各不相同，因此，使用一种溶液来完成两种功能可能会削弱针头清洗或柱塞密封清洗的效力。

表 2-7 针头清洗和柱塞密封清洗管颜色代码

清洗管	颜色代码	内径（英寸）
针头清洗入口	绿色	1/16
针头清洗出口	黄色	1/16
样品定量环废液	无色	1/16
柱塞密封清洗入口	无色（标签为“泵清洗入口”）	1/8
柱塞密封清洗废液	无色	1/8

安装针头清洗和柱塞密封清洗容器：

1. 将针头清洗容器和柱塞密封清洗容器放在“分离单元”顶部的托盘中。
2. 将针头清洗入口管（绿色）放在针头清洗容器中。
3. 将针头清洗出口管（黄色）和样品定量环废液管（无色）放在适当的废液容器中。
4. 取下柱塞密封清洗入口管（无色，标签为“泵清洗入口”）上的扩散器，插入该管，使其穿过容器盖，将扩散器重新安装在该管的末端，并将容器盖安装到柱塞密封清洗容器上。
5. 将柱塞密封清洗废液管（无色）放在适当的废液容器中。

2.6.7 连接色谱柱

样品管理系统的红色出口管路（与色谱柱入口相连）位于右侧面板的后面。

注意：如果要将“分离单元”连接到色谱柱切换阀，请将红色出口管路连接到色谱柱切换阀入口。

注意：如果要将“分离单元”连接到外部自动进样器并配置“由事件输入操作梯度”操作，请将红色出口管路连接到自动进样器的入口。

连接色谱柱：

1. 使红色出口管路穿过右侧面板中间的开口。
2. 将红色出口管路连接到色谱柱入口。拧紧接头。

“启动套件”中包括两套色谱柱夹和 M4×10 螺丝。可使用短色谱柱夹将色谱柱安装在前面板上注射器门后面的室中，色谱柱的外径最大为 7.9 mm，长度最大为 15 cm。如果要使用更长的色谱柱，请安装长色谱柱夹，这样，它们将穿过图 2-7 中所示的槽从“分离单元”的侧面伸出。

当安装有可选的色谱柱加热器时，如果欲了解有关将出口管路连接到“色谱柱加热器”的操作步骤，请参阅第 2.8.2 节，安装色谱柱加热器。

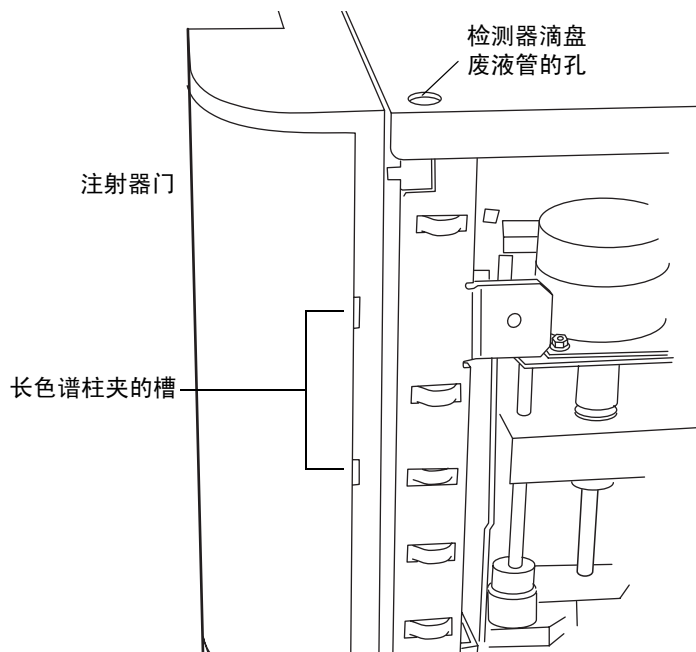


图 2-7 用于流路连接的框架开口的侧视图
(已取下侧面板)

2.6.8 连接色谱柱选择阀

2695 提供了可选的色谱柱选择阀，允许您在多个色谱柱之间切换流路：

- 3 个色谱柱选择阀
- 6 个色谱柱选择阀
- 2 个色谱柱再生阀

两个色谱柱选择阀

“2 个色谱柱（6 个端口，2 个位置）选择阀”不是出厂时就安装的选件，但可将其作为现场安装选件进行订购。“2 个色谱柱选择阀”选件附带有其连接说明。

三个色谱柱选择阀

3 个色谱柱选择阀（图 2-8）是一个具有 8 个端口、3 个位置的阀，其出厂时做了如下的预先配置：

- 端口 1 – 连接到色谱柱（提供 2.1 mm × 50 mm 色谱柱）
- 端口 2 – 连接到废液
- 端口 3 – 经由限流器旁路连接到检测器

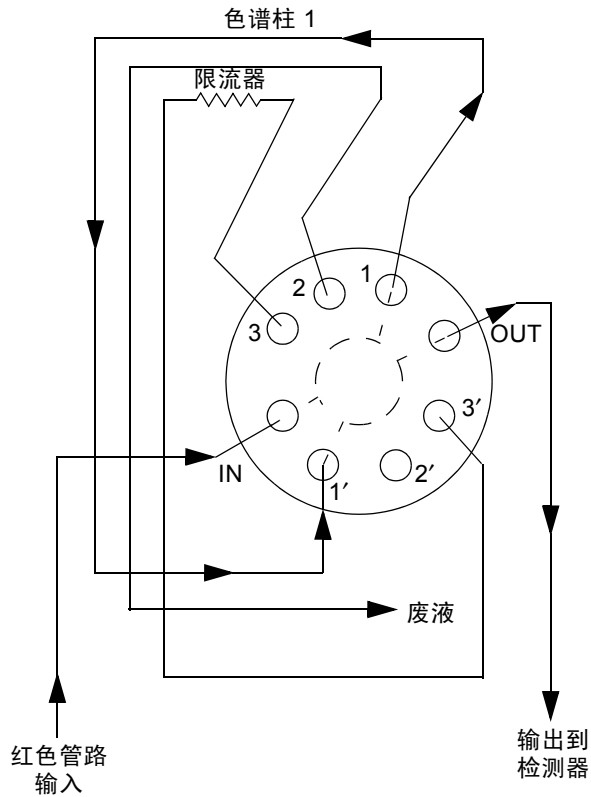


图 2-8 三个色谱柱选择阀配置（出厂配置）

安装色谱柱加热器（请参阅第 2.8.2 节，安装色谱柱加热器）后，可安装 3 个色谱柱选择阀。

必备材料

5/16 英寸开口扳手

过程

将 3 个色谱柱选择阀连接到样品管理系统流路：

1. 使用 5/16 英寸扳手将红色管路（另一端连接到 2795 进样阀）连接到色谱柱选择阀上的 IN 端口。
2. 使用管路和接头（3 个色谱柱选择阀附带的）将色谱柱选择阀的 OUT 端口连接到检测器入口。
3. 用色谱柱（阀附带的色谱柱或您选择的其它色谱柱）替换色谱柱加热器中的不锈钢连管节。
4. 将与色谱柱选择阀的“端口 2”相连的废液管（已安装）经由色谱柱加热器底部的孔连接到适当的废液容器。

可根据实际应用情况重新配置 3 个色谱柱选择阀。

六个色谱柱选择阀

6 个色谱柱选择阀单独提供，此选件附带一卷 0.010 英寸的 PEEK 管、一个内径为 0.0025 英寸的限流器管以及若干 Upchurch Sealtight™ 接头。请根据实际应用情况进行连接（图 2-9）。

注意：与三个色谱柱选择阀（请参阅图 2-8 中的示例）类似，六个色谱柱位置均可供限流器或废液使用。

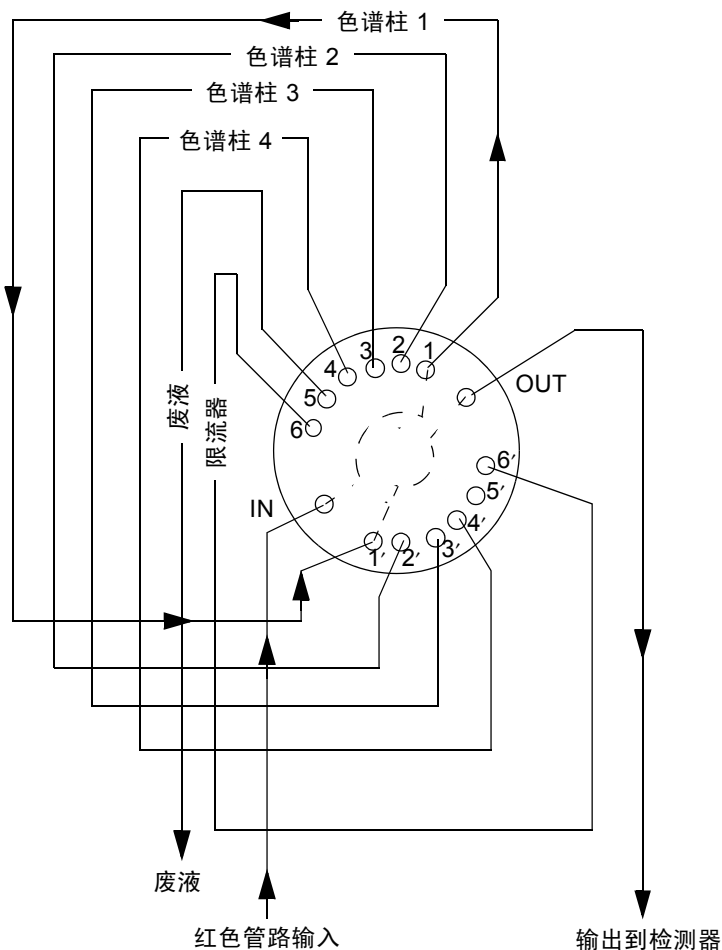


图 2-9 六个色谱柱选择阀连接（示例）

两个色谱柱再生阀

2 个色谱柱再生阀单独提供。此选件附带一卷 0.010 英寸的 PEEK 管、一个内径为 0.0025 英寸的限流器管以及若干 Upchurch Sealtight™ 接头。请根据实际应用情况进行连接（请参阅图 2-10 中的示例）。有关详细信息，请与 Waters 技术服务联系。

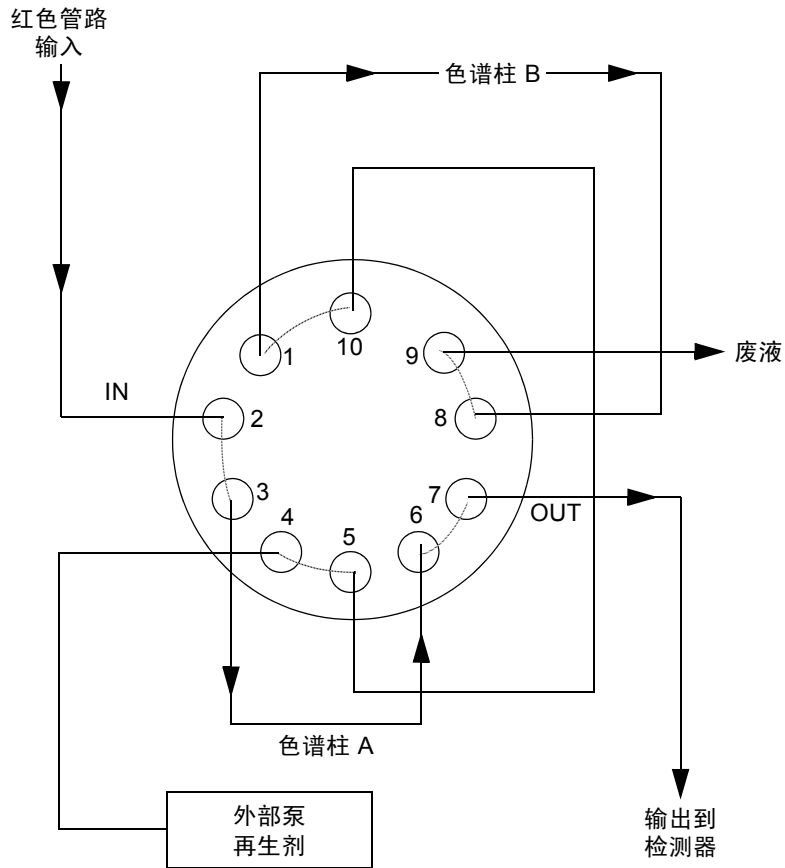


图 2-10 色谱柱再生阀连接（示例）

2.6.9 连接检测器

您可将检测器放在“分离单元”的顶部或右侧。如果您将检测器放在“分离单元”的顶部，请确保按第 2.6.1 节，安装检测器滴盘中的步骤安装滴盘。

连接检测器：

1. 将色谱柱的出口连接到检测器的入口。
2. 将废液管从检测器出口连接到适当的废液容器。



注意：为了避免溢出损坏，请在检测器的液体连接下面安装滴盘。

2.7 信号连接

“分离单元”的后面板（图 2-3）提供有用于操控外部设备的连接端子和通信端口。

需要对“分离单元”进行的信号连接取决于：

- 为“分离单元”选择的工作模式（“系统控制器”、“无交互”、“远程”或“由事件输入操作梯度”模式）
- 构成 HPLC 系统的仪器类型

本节介绍可从“分离单元”后面板上的端子板、RS-232 连接器和 IEEE-488 总线连接器进行的输入/输出 (I/O) 和数字信号连接。

请使用图 2-11 中介绍的简要步骤将信号连接到“分离单元”。

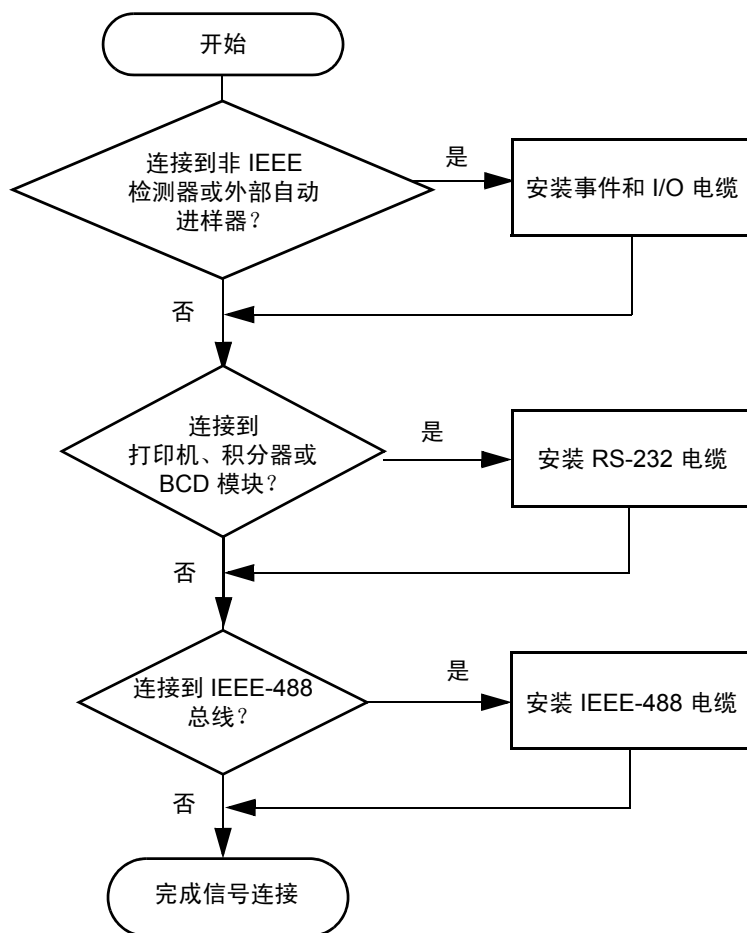


图 2-11 信号连接步骤

2.7.1 I/O 信号连接

后面板上有两个用于承载 I/O 信号螺丝端子的活动连接器（图 2-12）。这些连接器是嵌入式的，因此只能以一种方式插入。



注意：为了避免损坏其它组件，请不要去掉 A 和 B 连接器上的键。这些键确保 A 连接器只能安装在右侧插槽中，B 连接器只能安装在左侧插槽中（面对后面板时）。

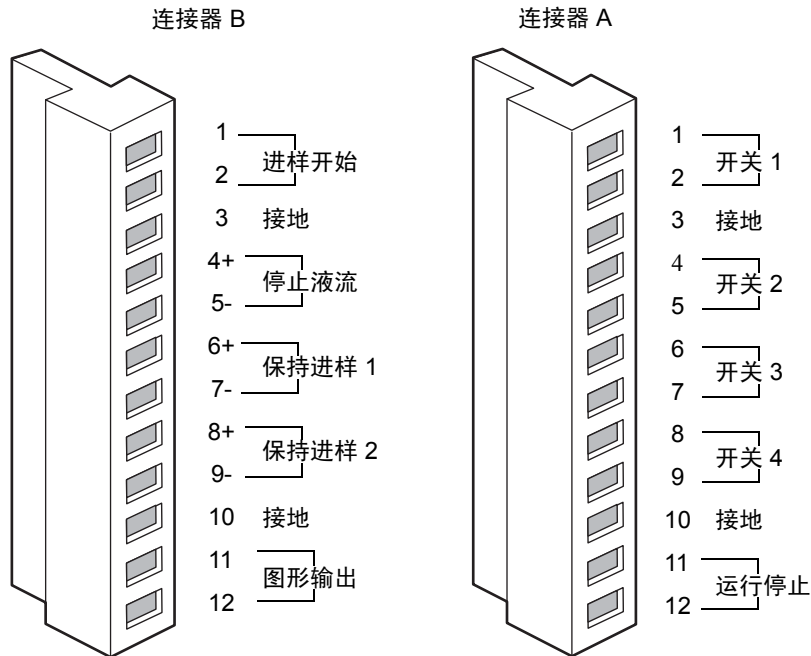


图 2-12 I/O 信号连接器

I/O 信号

表 2-8 介绍了“2695 分离单元”的 I/O 连接器上的每个可用信号。有关每个信号的电气规格的详细信息，请参阅附录 A，规格。

表 2-8 I/O 信号

信号	说明
进样开始	表示进样已开始的输出（接线端子）。 将一对电线分别连接到两个“进样开始”端子。
停止液流	允许其它 LC 组件停止来自“分离单元”的溶剂液流的输入。可指定停止液流的信号条件（使用 Configuration（配置）屏幕上的 Events In（事件输入）屏幕键）。 将正输入电线连接到“停止液流+”端子，将负输入电线连接到“停止液流-”端子。
保持进样 1 和 2	允许其它 LC 组件延迟进样的输入（例如，在“由事件输入操作梯度”模式下使用的外部自动进样器或碎片收集器）。可指定防止“分离单元”进样的信号条件（使用 Configuration（配置）屏幕上的 Events In（事件输入）屏幕键）。 将正输入电线连接到相应的“保持进样+”端子，将负输入电线连接到相应的“保持进样-”端子。
图形输出	将模拟信号（在 Configuration（配置）屏幕中选择的）输出到诸如积分器或纸带式记录器之类的设备（请参阅第 6.2.5 节，设置 I/O 参数值）。可以选择以下信号之一作为“图形输出”信号： <ul style="list-style-type: none">• 流量• 系统压力• 样品定量环压力• 初级顶部压力• 组分（%A， %B， %C， %D）• 样品温度• 色谱柱温度• 真空脱气器 表 2-9 列出了每个参数的输出信号条件。
开关 1 – 开关 4	请参阅后文将讨论的“事件开关”。
运行停止	表示“分离单元”由于出错或操作员请求（例如，按下 Stop Flow（停止液流）按钮）已停止运行的输出。

表 2-9 介绍了“图形输出信号”的参数电压。

表 2-9 图形输出信号条件

信号	0 伏（最小）时的参数设置	2.000 伏（最大）时的参数设置
流量	0.000 毫升 / 分	10.000 毫升 / 分
系统定量环压力	-50 psi (-3.45 巴, -344.7 kPa)	5500 ^a psi (380 巴, 37920 kPa)
样品定量环压力	-50 psi (-3.45 巴, -344.7 kPa)	5500 ^a psi (380 巴, 37920 kPa)
初级顶部压力	-50 psi (-3.45 巴, -344.7 kPa)	5500 ^a psi (380 巴, 37920 kPa)
组分	0.0%	100.0%
样品温度	4 °C	40 °C
色谱柱温度	20 °C	60 °C
真空脱气器 (绝对)	0.0 psi	4.91 psi (0.34 巴, 33.85 kPa)

a. 尽管按 5500 psi 缩放（和显示）压力的图形输出信号，但“分离单元”的最大操作压力为 5000 psi。

事件开关

可将连接器 A 上的 8 个端子（“开关 1”到“开关 4”）用作接线端子开关，用于控制色谱柱切换阀、碎片收集器或类似的外部设备。每对“开关”端子（例如，两个“开关 1”端子）均与一个外部设备相连。可使用以下两种方法之一来操作开关：

- 手动，从 Direct（导引）屏幕中
- 自动，在使用 I/O 屏幕中的定时表的分离方法中

有关在自动运行模式下使用开关的信息，请参阅第 6.2.5 节，设置 I/O 参数值。

表 2-10 介绍了与事件开关的每个位置相关的功能。

表 2-10 事件开关位置和功能

位置	功能
开	关闭开关
关	打开开关
切换	更改开关的当前状态
脉冲	关闭或打开开关一段时间（用户定义的一段时间）
不更改	保持开关的当前状态

2.7.2 数字信号连接

后面板上有用于数字信号通信的两个 RS-232 接口连接器和一个 IEEE-488 接口连接器（图 2-3）。

RS-232 连接

“分离单元”配备有两个 DB-9 连接器，分别为“端口 A”和“端口 B”（图 2-3）。“端口 A”用于数据输出；“端口 B”是一个双向通信端口，用于与第三方（非 Waters 或非 Micromass）数据系统进行通信以执行远程操作。

端口 A

“分离单元”处于“系统控制器”模式时，请使用“端口 A”将数据传输到外部设备（例如，“Waters 746 数据模块”或串行打印机）。可通过此 RS-232 接口传输三种类型的数据：

- **打印数据** – 按下 Print（打印）屏幕键时
- **报告数据** – 生成报告时
- **样品瓶位置数据** – 使用 BCD 选项时

表 2-11 列出了可在 Configuration（配置）屏幕中选择的 RS-232 输出数据参数的值。有关 Configuration（配置）屏幕的详细信息，请参阅第 3.2.1 节，设置配置参数。

表 2-11 配置屏幕中显示的 RS-232 输出参数

参数	值
Device（设备）	None（无），746 Integrator（746 积分器），Serial Printer（串行打印机）
Baud rate（波特率）	1200，2400，9600
Output code（输出代码）	BCD（二进制编码的十进制），ASCII

端口 B

通过“端口 B”连接到使用 RS-232 (ASCII) 通信的非 Waters 或非 Micromass 数据系统以控制“分离单元”。要启用此端口，应在 Configuration（配置）屏幕中选择 **Controlled via RS232 (ASCII)（通过 RS232 (ASCII) 控制）**。有关 Configuration（配置）屏幕的详细信息，请参阅第 3.2.1 节，设置配置参数。

IEEE-488 连接

使用 IEEE-488 接口连接器（图 2-3）将“分离单元”连接到 IEEE-488 设备，例如：

- Waters 996/2996 PDA 检测器
- Waters 2487、486、2410 和 410 检测器
- Millennium 色谱管理器工作站中的 busLAC/E 卡、网络 LAC/E 模块（Millennium 2.15 版本或更高版本）或 LAC/E³² 采集服务器（Millennium³² 版本 3.00 或更高版本）
- Micromass MassLynx 计算机中的通用仪表板

“分离单元”中的 IEEE-488 连接器可与标准 IEEE-488 电缆配合使用



注意：为避免对组件造成损坏，将 IEEE-488 接口电缆连接到仪器前，请关闭连接到 IEEE-488 总线的所有仪器的电源。

有关典型 HPLC 系统（“分离单元”充当“系统控制器”）中的信号连接（IEEE-488 和 RS-232），请参阅图 1-5。有关安装了“分离单元”和“Millennium 色谱管理器”的典型 HPLC 系统中的信号连接，请参阅图 1-7。

设置 IEEE-488 地址

使用 Configure（配置）屏幕查看或更改“分离单元”的 IEEE-488 地址。有关设置 IEEE-488 地址的详细信息，请参阅第 3.2.2 节，配置工作模式。

2.8 添加硬件选件

根据实际应用情况，在“分离单元”上可能需要安装以下选件：

- 大样品定量环
- 色谱柱加热器
- 大注射器或小注射器
- 条码阅读器（该选件由“Waters 现场工程师”安装）
- 色谱柱切换阀（请参阅此阀附带的安装表）
- BCD 模块（请参阅此模块附带的安装表）

注意：将“BCD 模块”连接到 LIMS 系统时，必须有公司内部 LIMS 专家在场。

2.8.1 安装可选的样品定量环

如果要注入体积大于 100 μL 的样品，需要安装可选的样品定量环。此安装过程包括以下步骤：

- 取下右侧面板
- 安装样品定量环
- 重新装上右侧面板

必备材料

- 2 号十字螺丝刀
- 扳手，5/16 英寸，两个
- 可调扳手
- 样品定量环选件套件
- 接管节（零件号 WAT097334）

取下右侧面板

取下右侧面板：

1. 关闭“分离单元”的电源，然后拔下电源电缆。
2. 如果已安装色谱柱加热器，请向上抬起色谱柱加热器，使其脱离嵌入式端口，然后拔下色谱柱加热器电缆。
3. 使用十字螺丝刀取下固定右侧护盖的两个螺丝。
4. 将侧面板滑到后端，使其脱离后面板上的销柱。



注意：为避免可能的伤害，请不要取下样品室侧面的盖板。

安装样品定量环

将样品定量环添加到出厂时安装的 100- μ L 定量环：

1. 使用 5/16 英寸扳手断开样品定量环与压力传感器的连接，如图 2-13 中所示。
2. 将现有样品定量环的开口端连接到接管节的一端。将接管节的另一端连接到新样品定量环。
3. 将新样品定量环的开口端连接到压力传感器。
4. 使用扳手拧紧连接。
5. 接上电源电缆，然后打开“分离单元”的电源。
6. 在 Configuration（配置）屏幕中输入新样品定量环体积（第 3.2 节，配置分离单元）。
7. 执行清除和压缩检查，以便排出气泡和检查是否有渗漏。有关清除过程，请参阅第 3.4.1 节，清除样品管理系统。

安装样品定量环：

1. 使用 5/16 英寸扳手断开样品定量环与压力传感器和针头驱动装置的连接，如图 2-13 中所示。
2. 将样品定量环的一端连接到针头驱动装置。
3. 将新样品定量环的开口端连接到压力传感器。
4. 使用扳手拧紧连接。
5. 接上电源电缆，然后打开“分离单元”的电源。
6. 在 Configuration（配置）屏幕中输入新样品定量环体积（第 3.2 节，配置分离单元）。
7. 执行清除和压缩检查，以便排出气泡和检查是否有渗漏。有关清除过程，请参阅第 3.4.1 节，清除样品管理系统。

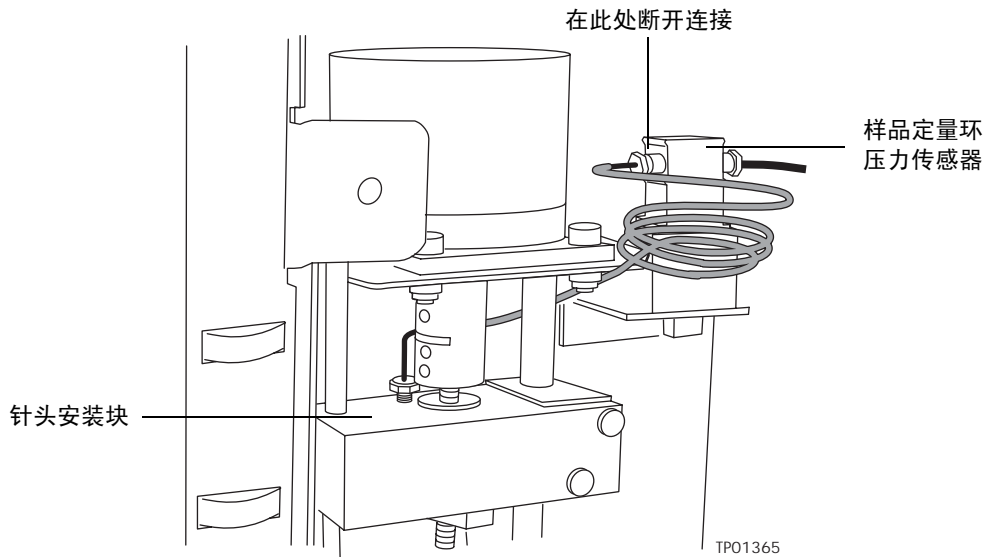


图 2-13 断开样品定量环的连接

重新安装右侧面板

重新安装右侧面板：

1. 将侧面板安装在后面板的销柱上。
2. 向前滑动侧面板。确保红色出口管与侧面板中的槽口对齐。
3. 安装侧面板上的螺丝。
4. 如果取下了可选的色谱柱加热器，请重新连接色谱柱加热器电缆，并将该色谱柱加热器重新卡在嵌入式端口上。

2.8.2 安装色谱柱加热器

色谱柱加热器是通过三个螺丝被安装在右侧面板上的。“分离单元”后面板上的一个连接器提供了到色谱柱加热器的电源和信号连接。



注意：为避免可能会对组件造成损坏，请于连接或断开色谱柱加热器电缆前先关闭“分离单元”的电源。

安装色谱柱加热器：

1. 关闭“分离单元”的电源。
2. 将三个螺丝和弹簧垫圈（“启动套件”中）安装在右侧面板上。
3. 将红色出口管路由位于中间处的槽口向上引至“分离单元”的前底座（图 2-7）。
4. 将色谱柱加热器安装在右侧面板上的三个螺丝上。
5. 将电缆的一端连接到色谱柱加热器的后面。将电缆的另一端连接到“分离单元”后面板的连接器上（图 2-3）。

2.8.3 安装注射器

有关安装注射器的过程，请参阅第 7.3.3 节，更换注射器。

第 3 章

2695 分离单元的操作前准备

本章介绍如何准备和设置 “Waters 2695 分离单元” 以供操作。

启动

将电源开关（位于左侧面板的面板顶部）推到（开）**I** 位置即可启动 “2695 分离单元”。启动诊断程序将启动。

启动诊断

启动诊断程序可执行下列功能和测试：

- CPU 板
- 内存（RAM 和 ROM）
- 小键盘
- 显示器
- 外部通信
- 数字信号处理器（DSP）
- 软盘驱动器

电子部件的诊断测试完毕后，前面板屏幕将显示测试结果，如图 3-1 所示。

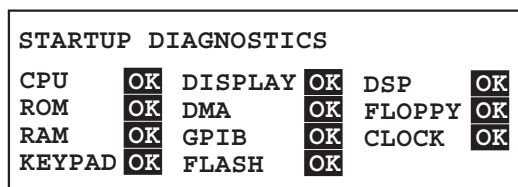


图 3-1 诊断测试结果屏幕

主屏幕

启动诊断程序的初始部分成功后，前面板上将显示 Main（主）屏幕（图 3-2）。启动诊断程序将继续执行，将初始化：

- 针头、注射器和阀门
- 样品转盘托架
- 溶剂管理系统

诊断运行时，Main（主）屏幕的标题区内将显示这些机械诊断测试的状态（图 3-2）。如果启动诊断程序不成功，则请参阅第 8.5 节，故障排除。当启动诊断程序完成后，“分离单元”将进入“空闲”模式。

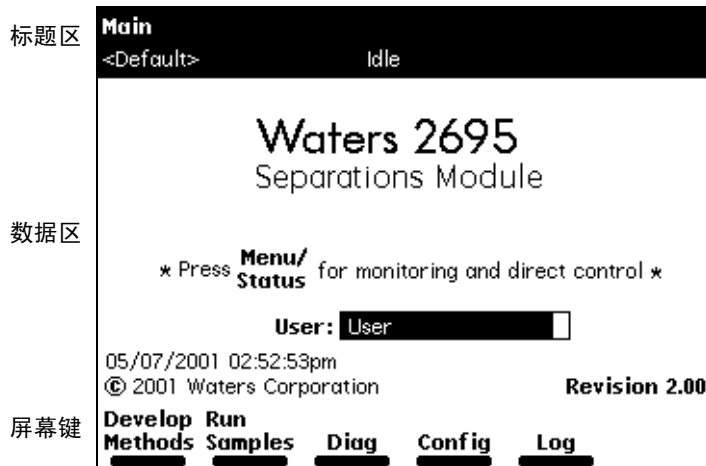


图 3-2 主屏幕

3.1 操作概述

无论是独立工作或是在远程控制下操作“分离单元”，都要使用 Main（主）屏幕设置分离单元以便操作。

3.1.1 屏幕显示概述

Main（主）屏幕（以及所有其它屏幕）包括下列三个区域（请参阅示例图 3-2）：

- 标题
- 数据
- 屏幕键

标题区

屏幕标题区始终显示并表明“分离单元”的当前状态。标题区内包含下列信息：

- 当前屏幕名称
- **当前功能状态** – 溶剂流的当前状态，如空闲、清除、采样或平衡
- **工作状态** – 当前样品组中剩余的待完成预设事件数。例如，状态可能为：Vial 6/Inj 5/6（样品瓶 6/进样器 5/6）。
- **远程控制** – 指示 Millennium 色谱管理器或其它远程控制模式
- 当前分离方法、样品组或模板

数据区

屏幕的此区域内显示与仪器有关的特定运行信息。显示模式共有两种：

- **菜单** – 显示允许用户执行特定任务的所有控制功能，如配置“分离单元”，或者创建或编辑分离方法、样品组或样品模板
- **状态/控制** – 显示详细的状态和交互控制信息，如流量、喷射（或脱气）率和溶剂成分

按 **Menu/Status（菜单/状态）** 键可在这两个显示模式之间切换。

屏幕键区域

屏幕的此部分区域显示紧贴显示屏下方的六个键的当前功能。有关屏幕键的详细信息，请参阅第 3.1.2 节，使用小键盘。表 3-1 仅说明 Main（主）屏幕的屏幕键的功能。每个屏幕键显示一个不同的屏幕，详见表 3-1。

表 3-1 主屏幕中的屏幕键

屏幕键	功能	参考文献
Develop Methods (创建方法)	显示 Methods（方法）屏幕，允许创建、编辑、查看、复制、删除以及运行已存储的方法。可以从此屏幕访问磁盘驱动器功能。	第 6 章，创建方法、样品组和样品模板
Run Samples (运行样品)	显示 Methods（方法）屏幕，允许用户运行已存储的分离方法、样品组和样品模板。	第 4 章，前面板控制
Diag（诊断）	显示 Diagnostics（诊断）屏幕，允许运行各种诊断。还可以查看： <ul style="list-style-type: none">• 当前传感器读数• 密封包数据• 压缩检查结果	第 8 章，诊断和故障排除
Config（配置）	显示 Configuration（配置）屏幕，允许用户为多个参数输入值。	第 3.2 节，配置分离单元
Log（日志）	显示错误日志。	第 8.2 节，使用错误日志

More（更多）屏幕键

许多屏幕中都显示此屏幕键。按此键可显示其它组屏幕键。



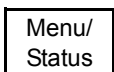
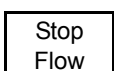
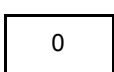
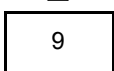

3.1.2 使用小键盘

表 3-2 介绍小键盘键的功能。

表 3-2 小键盘功能

键	功能
	将光标向左移动一个字段。
	将光标向右移动一个字段。
	将光标移动到当前字段上方的字段。
	将光标移动到当前字段下方的字段。
	将光标移动到当前行最左侧的字段。按两次可将光标移动到屏幕的第一个字段。
	将光标移动到当前行最右侧的字段。按两次可将光标移动到屏幕的最后一个字段。
	增加显示器对比度。
	降低显示器对比度。
	显示上下文相关的 Help（帮助）屏幕。再按一次可显示常规 Help（帮助）屏幕。要关闭 Help（帮助）屏幕，请按 Exit（退出） 或 Clear（清除） 。
	关闭打开的菜单或对话框并返回到上一屏幕。

表 3-2 小键盘功能（续）

键	功能
	清除当前字段的内容，或在所选字段中输入 INIT（初始值）或 OFF（关闭）。
	存储当前字段的内容并将光标转到屏幕的下一字段。
	控制“菜单”模式和“状态/控制”模式显示的切换。
	立即停止溶剂的流动并终止当前功能（样品处理、灌注、清除等）。按此键还可激活“运行停止”输出开关。
	在当前字段中输入相应数值、选择相应的梯度曲线（0 = 曲线 10）、将光标定位到列表内的对应项上（0 = 第十项）。
	
	输入小数点、选择梯度曲线 11 或用作样品瓶范围的分隔符。例如，要在样品瓶字段内输入 2 至 5，则请按 2.5 。也可用于将光标定位到列表的最后一项。

在参数字段中输入值

要输入参数值：

1. 使用屏幕键或 Menu/Status（菜单 / 状态）键显示相应屏幕。
2. 使用箭头键选择需要更改的参数字段。
3. 在字段名后显示出菱形后：
 - a. 按 **Enter** 键将显示一个下拉列表。
 - b. 使用箭头键选择所需值，然后按 **Enter**。

4. 当需要在字段内输入数据时：
 - 请使用数字键输入数值，然后按 **Enter**。
 - 使用屏幕键输入字母型数据，然后按 **Enter**。请参阅后文将讨论的“输入字母数字字符串”。
5. 要选择或取消选择复选框：
 - a. 使用箭头键选择复选框。
 - b. 按任意数字键可在框内放置一个“X”并激活该选项。
 - c. 按任意数字键可清空复选框并停用该选项。

输入字母数字字符串

当选择的字段需要输入字母时（如用户名或方法名），每个屏幕键都将自动标有一组字母，如图 3-3 所示。按 **More（更多）** 键可有更多选择，如大写和小写字母，以及选择非字母型的字符。按相应数字键可在字段内输入数字。

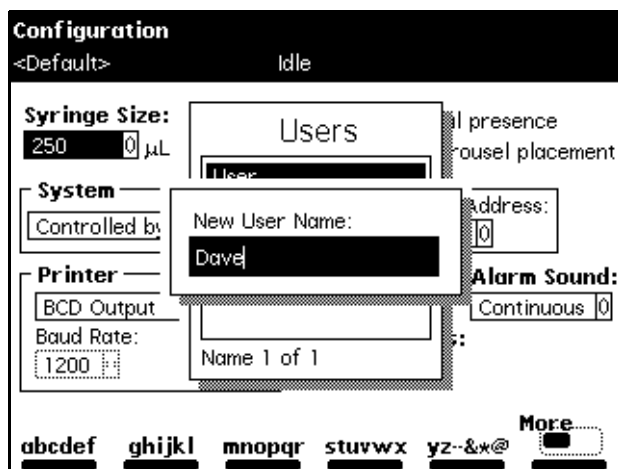


图 3-3 字母型屏幕键

字母数字型字段中最多只能输入 30 个字符。要结束并保存字母数字项，请按 **Enter**。

图 3-4 说明了在文本字段中输入字母型数据的步骤。

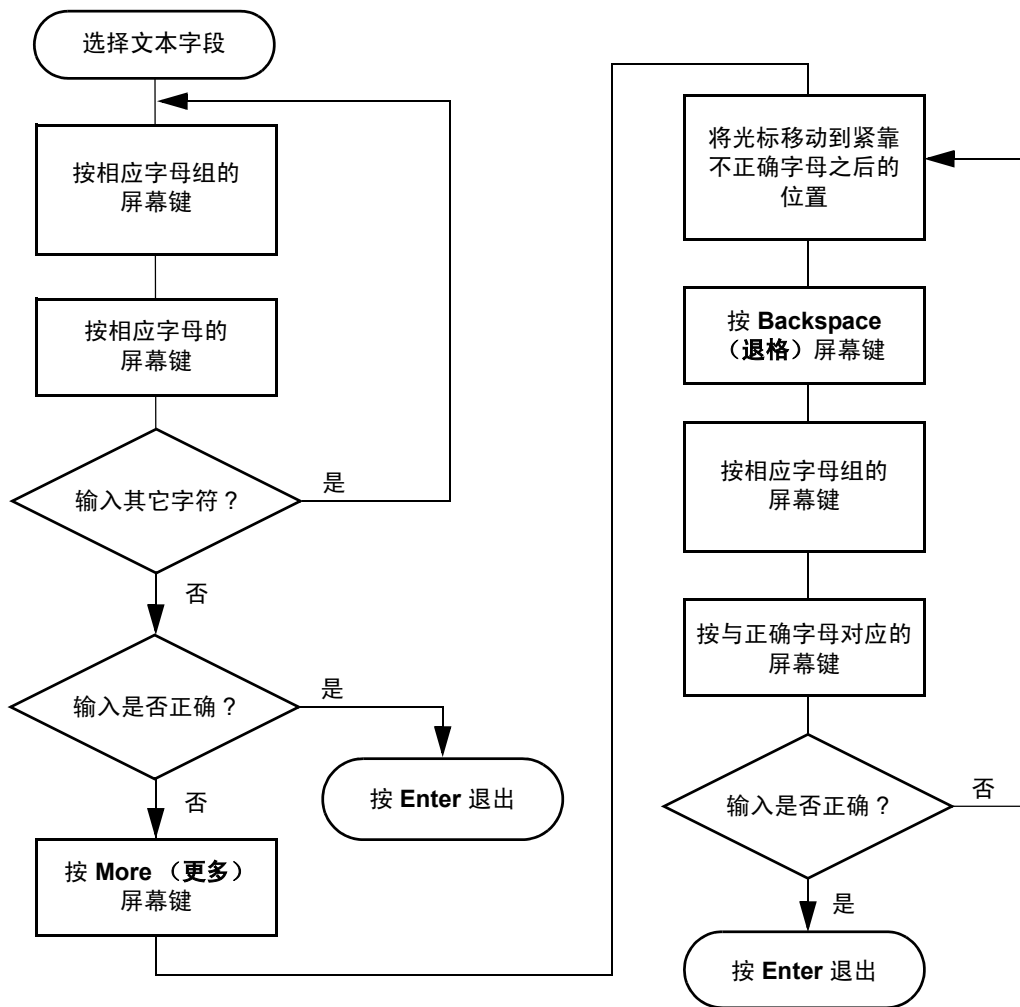


图 3-4 输入字母型数据的步骤

示例

要在 User（用户）字段内输入名称“Dave”，请按顺序使用下列屏幕键：

1. 按 **ABCDEF** 屏幕键。
2. 按 **D** 屏幕键。
3. 按 **More (更多)** 屏幕键，然后按 **Lowercase (小写字母)** 屏幕键。
4. 按 **abcdef** 屏幕键。

5. 按 **a** 屏幕键。
6. 按 **stuvwx** 屏幕键。
7. 按 **v** 屏幕键。
8. 按 **abcdef** 屏幕键。
9. 按 **e** 屏幕键。
10. 按 **Enter** 存储该项。

3.2 配置分离单元

在能够操作“分离单元”之前，需要将分离单元配置为独立工作或远程控制模式，并需配置各种操作参数。要进行下列操作时，都应通过 Configuration（配置）屏幕配置“分离单元”：

- 第一次设置“分离单元”
- 更改“分离单元”的配置
- 添加、更改或删除用户
- 重置时钟

按 Main（主）屏幕上的 **Configure（配置）** 屏幕键可显示 Configuration（配置）屏幕（图 3-5）。

The screenshot shows the Configuration screen with the following settings:

- Syringe Size:** 250 μ L
- Loop Size:** 100 μ L
- Verify vial presence
- Verify carousel placement
- System:**
 - Controlled by Millennium 32
 - IEEE 488 Address: 2
- Printer:** None
- Date Format:** MDY
- Alarm Sound:** Continuous
- Baud Rate:** 1200
- Pressure Units:** psi

At the bottom, there are several menu options: Reports, Comp Check, Status Layout, Auto-Shutdn, Events In, and More.

图 3-5 配置屏幕

3.2.1 设置配置参数

按照配置需要设置下列参数：

- **Syringe size**（注射器尺寸）、**Loop size**（定量环大小）– 指定注射器和样品定量环的尺寸。这些值在出厂时预设，只有在安装其它注射器和 / 或样品定量环时才能更改。
- **Verify vial presence**（验证样品瓶是否存在）– 选中时（缺省设置），如果指定样品转盘位置上没有样品瓶将发出通知。
- **Verify carousel placement**（验证样品转盘放置）– 选中时（缺省设置），如果尝试进样时样品转盘安装在错误位置上将发出通知。
- **System**（系统）– 选择工作模式和 IEEE-488 接口总线地址（必要时）。请参阅第 3.2.2 节，配置工作模式。
- **Printer**（打印机）– 选择打印机类型和波特（数据传输）率以及流量控制。

注意：如果将 746 积分器设置为打印机类型，则波特率将自动设置为 1200。

注意：如果将打印机选择设置为“None（无）”，则必须在 Report Options（报告选项）对话框中选择“Disable Reporting（禁用报告）”（请参阅本节后续的“设置报告选项”部分）。

- **Date format**（日期格式）– 选择格式 MDY（月日年，例如，Aug 28 00）或 DMY（日月年，例如，28 Aug 00）。
- **Pressure units**（压力单位）– 可选单位为 psi（磅 / 平方英寸）、千帕斯卡 (kPa) 和巴。
- **Alarm sound**（警报音）– 选择警报类型（连续或单次蜂鸣）。

按 Configuration（配置）屏幕上的屏幕键可访问其它可指定值的参数。表 3-3 介绍了这些屏幕键的功能。

表 3-3 配置屏幕上的屏幕键

屏幕键	说明
User Names (用户名)	显示已存储的用户名列表并允许添加、更改和删除用户名。
Detectors (检测器)	扫描 IEEE-488 总线并显示已连接到总线的 Waters 检测器列表, 其中包括这些检测器的地址及其固件版本号。仅在“分离单元”被配置为系统控制器且检测器已启动时才激活。
Options (选件)	显示“分离单元”上已安装的硬件选件列表。
Set Clock (设置时钟)	显示 Set Clock (设置时钟) 对话框, 可在此对话框中更改当前时间和日期。
Events In (事件输入)	指定启用“停止液流”和“保持进样”的外部信号条件。请参阅后续对“事件输入”的讨论, 以及第 3.2.2 节, 配置工作模式中讨论的“由事件输入操作梯度”。
More (更多)	在 Configuration (配置) 屏幕的两组屏幕键之间切换。
Reports (报告)	指定报告内要包含的信息类型, 以及要将报告发送到的目标设备 (软盘、打印机等)。请参阅有关对“报告”的讨论。
Comp Check (压缩检查)	指定压缩检查标准。请参阅有关“压缩检查参数”的讨论。
Auto Shutdown (自动关闭)	指定自动关闭“分离单元”的参数。请参阅有关第 3.6 节, 关闭分离单元、“自动关闭”的讨论。

自动关闭

可以将“分离单元”设置为经过指定的非活动期限后自动关闭。非活动指:

- 无小键盘动作
- 无进样操作
- 远程连接的 Millennium 色谱管理器工作站、MassLynx 计算机或外部自动进样器未向“分离单元”发送任何更改指令
- 使“分离单元”操作暂停的错误状况

可以使“分离单元”一直处于关闭状态。在自动关闭对话框中所指定的分离方法定义经过指定的非活动期限后应用的初始条件。自动关闭功能用于：

- 进样间隔比较长时
- 在无人照管或长时间运行时尽量减少流动相
- 使喷射气体消耗减至最低
- 禁用真空脱气器
- 禁用温度控制
- 关闭检测器灯

启用自动关闭功能：

1. 按 Main（主）屏幕上的 **Config（配置）** 屏幕键，然后按一次 **More（更多）** 屏幕键。
2. 按 **Auto Shutdown（自动关闭）** 屏幕键。将出现 Auto-Shutdown（自动关闭）对话框，如图 3-6 所示。

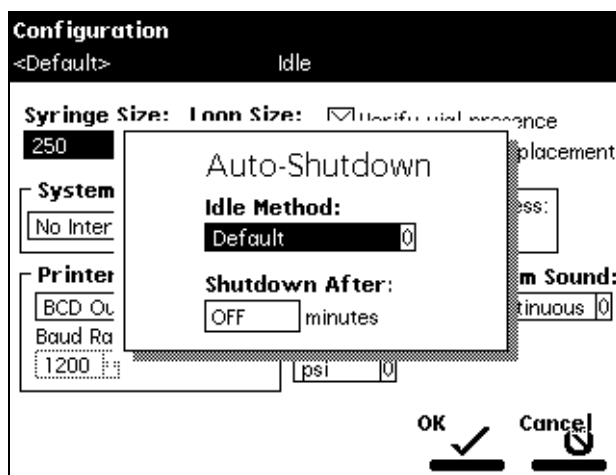


图 3-6 自动关闭对话框

3. 选择“分离单元”关闭时要使用的分离方法。只会使用在方法内所选的初始条件。
4. 输入要关闭“分离单元”所需经过的时间期限（单位为分钟）（或按 **Clear（清除）** 禁用“自动关闭”功能。
5. 按 **OK（确定）**。“分离单元”将在无活动状态持续指定时间期限后自动关闭。
6. 按 **Exit（退出）** 返回到 Main（主）屏幕。

注意：如果想要使用自动关闭功能关闭 2487 或 486 检测器的灯，请设定一个“灯关闭”事件并在 I/O Events (I/O 事件) Timed Table (定时表) 屏幕中指定 INIT (初始值) 时间 (请参阅第 6.2.5 节，设置 I/O 参数值)。

事件输入

要定义在 I/O 连接器上启用“停止液流”和“保持进样”的信号条件：

1. 按 **Events In** (事件输入) 屏幕键显示 Events In (事件输入) 对话框 (图 3-7)。

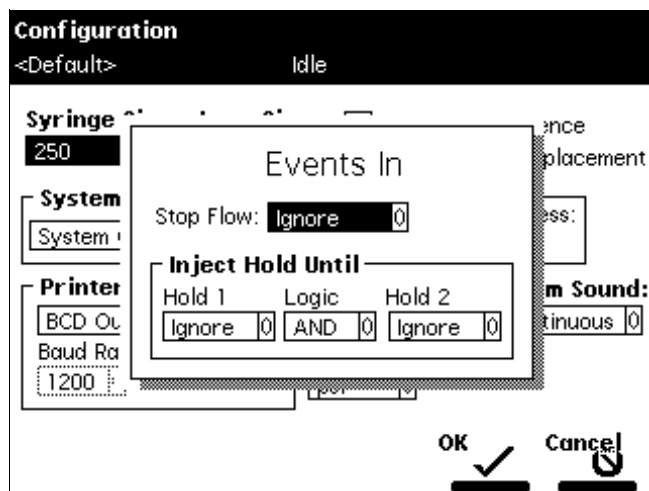


图 3-7 事件输入对话框

2. 按 **Enter** 显示“停止液流”端子 (位于 I/O 连接器上) 上的信号立即停止溶剂流的条件。可以选择：
 - **Ignore (忽略)** – 禁用“停止液流”端子
 - **On High (信号高)** – 信号高时停止液流
 - **On Low (信号低)** – 信号低时停止液流
3. 选择相应条件，然后按 **Enter**。符合此条件时，当前功能将被暂停。将显示一个对话框，通过它可以中断或恢复功能。
4. 选择 **Hold 1 (保持 1)** 字段，然后按 **Enter** 显示“保持 1”输入将停止下一进样的条件。
5. 选择相应条件，然后按 **Enter**。

6. 选择 **Logic**（逻辑）字段，然后按 **Enter** 显示可防止样品加入样品定量环的 Hold 1（保持 1）和 Hold 2（保持 2）信号组合。可以选择：
 - **And**（和）– “保持 1”和“保持 2”中所指定的条件都满足时进样将延迟
 - **Or**（或）– “保持 1”或“保持 2”中所指定的任一条件满足时进样将延迟指定的条件不再满足时样品将被加入样品定量环。
7. 选择相应逻辑，然后按 **Enter**。
8. 对 Hold 2（保持 2）字段重复步骤 4，然后按 **Enter**。
9. 按 **OK**（确定）屏幕键退出 Events In（事件输入）对话框。

设置报告选项

使用 Report Options（报告选项）对话框可定义发送到打印机、积分器和 / 或软盘的信息。（打印报告前，首先要在 Configuration（配置）屏幕的 Printer（打印机）区域中选择打印机。在“打印”对话框中选择报告的发送目的地，该对话框在按 Print（打印）屏幕键后出现。）

要定义发送到打印机、积分器和 / 或软盘的信息：

1. 按 **Reports**（报告）屏幕键显示 Report Options（报告选项）对话框（图 3-8）。

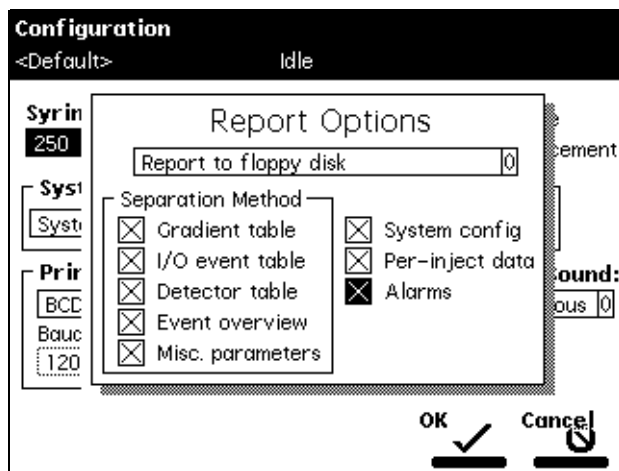


图 3-8 报告选项对话框

2. 在下拉列表中选择报告的目的地。

注意：如果先前已将打印机选择设置为“None（无）”，则必须在此下拉列表中选择“Disable Reporting（禁用报告）”。

3. 选择任意选项并按任意数字键可启用或禁用该选项，然后按 **Enter**。复选框内的“X”表示选项已启用。选项包括：
 - **Gradient table（梯度表）** – 生成表 6-4 中所述的梯度表
 - **I/O event table（I/O 事件表）** – 生成表 6-8 中所述的 I/O 表
 - **Detector table（检测器表）** – 生成表 6-15 中所述的检测器表
 - **Event overview（事件概述）** – 生成所有合并表的概述
 - **Misc. parameters（其它参数）** – 生成这些表内所未包括的所有参数的列表
 - **System config（系统配置）** – 生成仪器配置参数列表
 - **Per-inject data（每次进样数据）** – 生成特定列表，其中包含每次进样的温度和压力的最小值、最大值和平均值、时间和日期、条码编号等
 - **Alarms（警报）** – 生成每次进样期间所出现的错误情况的列表
4. 按 **OK（确定）** 屏幕键退出 Report Options（报告选项）对话框。
5. 按 **Exit（退出）** 可返回到 Main（主）屏幕。

图 3-9 是一个已启用所有选项的示例报告。

```

REPORT: Waters 2695 Separations Module
SERIAL NUMBER:      F01SM7885M
PRINTED:            05/18/01 02:26:40pm
USER:               User
CONFIGURATION: Syringe (250 uL), Loop (100 uL)
SEPARATION METHOD: Default

(1) MOBILE PHASE
    Low pressure alarm: Disable
    High pressure alarm: Disable
    Bubble detect alarm: Alert user
    Flow Ramp: 2.00 min (5.0 mL/min/min)
    Degasser Mode: On
    Degasser fail alarm: Alert user
    Pump sealwash period: 1.00
    Preferred stroke volume: 130 uL

    Gradient:      (min)      (mL/min)      %A      %B      %C      %D      Curve
                  1. INIT      0.000      100.0      0.0      0.0      0.0

(2) SAMPLE
    Sample temperature:      4C
    Sample temp alarm:Log quietly +/- 5C
    Syringe draw (rate): Normal (2.50 uL/sec)
    (depth): 3 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER
    Pre-column volume: 0.0 uL
    Post-run delay: 0.00 min
    Compression check alarm:      Disable

(4) COLUMN
    Column temperature: 35C
    Column temp alarm:Log quietly +/- 5C

(5) I/O
    Chart output:      System pressure
    Table: (min)Event TypeAction      Param
    1. 0.00Switch 1On

(6) DETECTORS
    2487-1:Enabled
    2487-2:Disabled
    2410:Enabled
    2410 Sensitivity:1
    2410 Cell temperature:30.0C
    2410 External temp 1: 25.0C
    2410 External temp 2: 25.0C
    2410 Filter: 3.0 sec
    2410 Autozero on inject: Yes
    2410 Polarity: [+]

    Table:      (min)      Detector      Action      Param
    1. INIT      2487 (1)      Set wavelength      254
    2. INIT      2487 (1)      Set filter
    3. INIT      486 (1)      Set AU full scale      1.234
    4. INIT      486 (1)      Set chart polarity      [+]
    5. INIT      486 (1)      Auto zero
    
```

图 3-9 样品报告

```

OVERVIEW      (min)      Action
1. INIT      2487(1) 254 nm
2. INIT      2487(1) filter 1.0
3. INIT      2487(1) 1.234 AUFS
4. INIT      2487(1) chart polarity pos
5. INIT      2487(1) auto zero
6. INIT      1.000 mL/min 100.0%A 0.0%B 0.0%C 0.0%D c6
7. INIT      Set Switch 1
->Sample injected at 05/18/01 02:26:42pm( 10.0 uL from vial 1 )

Bar Code: 000065
Total points = 77           Minimum   Maximum   Average
System pressure (psi):      0         4         1
Sample temperature (deg C): 24.9      24.9      24.9
Degasser vacuum (psig):    -12.5     -12.5     -12.5
->Sample injected at 04/18/96 02:28:53pm( 10.0 uL from vial 1 )
Bar Code: 000065
Total points = 67           Minimum   Maximum   Average
System pressure (psi):      0         5         1
Sample temperature (deg C): 24.9      24.9      24.9
Degasser vacuum (psig):    -12.5     -12.5     -12.5
->Sample injected at 04/18/96 02:30:48pm( 10.0 uL from vial 1 )
Bar Code: 000065
Total points = 41           Minimum   Maximum   Average
System pressure (psi):      -3         3         1
Sample temperature (deg C): 24.9      24.9      24.9
Degasser vacuum (psig):    -12.4     -12.5     -12.5
->Sample injected at 04/18/96 02:34:55pm( 10.0 uL from vial 1 )
Bar Code: 000065
Total points = 79           Minimum   Maximum   Average
System pressure (psi):      0         4         1
Sample temperature (deg C): 24.9      25.0      25.0
Degasser vacuum (psig):    0.0       -0.0      0.0
->Sample injected at 04/18/96 02:36:09pm( 10.0 uL from vial 1 )
Bar Code: 000065
Total points = 58           Minimum   Maximum   Average
System pressure (psi):      0         4         2
Sample temperature (deg C): 25.0      25.0      25.0
Degasser vacuum (psig):    0.0       0.0       0.0

```

图 3-9 样品报告 (续)

压缩检查参数

2695 分离单元提供压缩检查功能测试以下设备是否有渗漏：

- 样品定量环
- 密封包
- 阀（V1、V2 和 V3）

在 Compression Check（压缩检查）对话框中可输入决定“分离单元”通过或不通过压缩检查的参数。

要设置压缩检查参数：

1. 在 Configuration（配置）屏幕中按 **More（更多）** 屏幕键。
2. 按 **Comp Check（压缩检查）** 屏幕键。将出现 Compression Check（压缩检查）对话框。图 3-10 显示了缺省的参数设置。

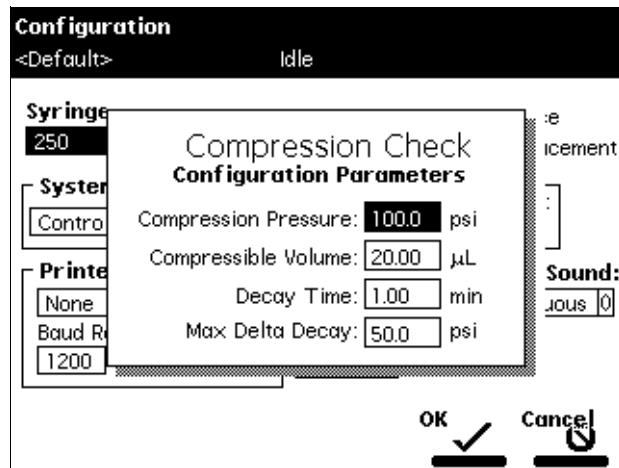


图 3-10 压缩检查对话框

3. 在每个字段中输入适当值，然后按 **OK（确定）**。表 3-4 内列出各参数的范围和标准值。

Waters 建议使用各参数的标准值以便获得最佳的系统特性。

表 3-4 压缩检查参数

参数	说明	范围	标准值
Compression Pressure (压力)	设置压缩检查的目标压力。	30 到 300 psi (2 到 20.7 巴) (206.8 到 2068.4 kPa)	100 psi (6.9 巴) (689.5 kPa)
Compressible Volume (可压缩体积)	设置注射器为产生压力可排出的最大容积。	1 到 15 μ L 5 到 30 μ L 5 到 100 μ L	15 μ L 20 μ L 50 μ L
Decay Time (衰减时间)	设置系统保持某一压力的时间。	0.1 到 5.0 分钟	1.0 分钟
Maximum Delta Decay (最大 Delta 衰减)	设置衰减时间开始和结束之间的最大压力差。	10 到 100 psi (0.7 到 7 巴) (68.9 到 689 kPa)	<50 psi (<3.45 巴) (<345 kPa)

3.2.2 配置工作模式

通过 Configuration (配置) 屏幕中的 **System (系统)** 字段 (图 3-5) 可在 8 种工作模式中选择一种。选择 System (系统) 字段并按 **Enter**, 将显示工作模式列表 (图 3-11)。

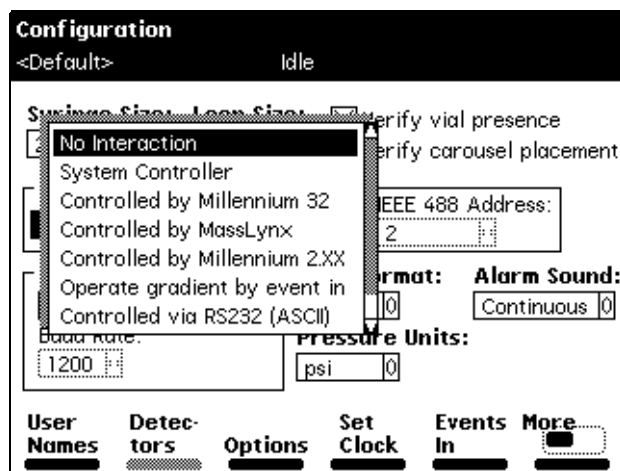


图 3-11 配置工作模式

- **No Interaction（无交互）** – 用于独立工作。
- **System Controller（系统控制器）** – 用于在通过 IEEE-488 接口控制 Waters 检测器时进行独立操作。
- **Controlled by Millennium³²（通过 Millennium³² 控制）** – 在通过 Millennium³² 色谱管理器（版本 3.2 或更高）控制 HPLC 系统时使用。
- **Controlled by MassLynx（通过 MassLynx 控制）** – 用于使用 Micromass MassLynx 软件（版本 3.5 或更高）通过 IEEE-488 电缆接口控制“分离单元”。
- **Controlled by Millennium 2.xx（通过 Millennium 2.xx 控制）** – 在通过 Millennium 色谱管理器（版本 2.xx）控制 HPLC 系统时使用。
- **Operate Gradient by Event In（由事件输入操作梯度）** – 当（“分离单元”外部的）自动进样器通过接线端子初始化色谱运行时使用。
- **Controlled via RS232 (ASCII)（通过 RS232 (ASCII) 控制）** – 在非 Waters 或非 Micromass 数据系统按照数据系统所指定的 RS-232 通信（采用 ASCII 协议）控制“分离单元”时使用。
- **Controlled via RS232 (binary)（通过 RS232（二进制）控制）** – 在非 Waters 或非 Micromass 数据系统按照数据系统所指定的 RS-232 通信（采用二进制协议）控制“分离单元”时使用。

无交互模式

在此独立工作模式下，“分离单元”不连接到 IEEE-488 接口总线。“分离单元”使用后面板上的 I/O 连接控制 HPLC 系统内的其它非 IEEE 设备。有关进行 I/O 连接的过程，请参阅第 2.7.1 节，I/O 信号连接。如果需要暂停与所连接的 Millennium 色谱管理器工作站的通信，并从其前面板操作“分离单元”以及其它 HPLC 系统组件时请使用此模式。

要将“分离单元”设置为“无交互”模式：

1. 选择 Configuration（配置）屏幕上的 **System（系统）** 字段，然后按 **Enter** 显示工作模式列表。
2. 选择 **No Interaction（无交互）**，然后按 **Enter**。
3. 按 **Exit（退出）**。

系统控制器模式

在此独立工作模式下，“分离单元”最多可控制 IEEE-488 总线上的三个检测器通道。其中可包括两个 UV 检测器通道（Waters 2487 和 / 或 486 可调波长检测器）和一个 RI 检测器通道（Waters 2410 或 410 示差折光检测器）。有关 IEEE-488 连接的信息，请参阅第 2.7.2 节，数字信号连接。还可以通过 I/O 连接控制其它 HPLC 模块。有关 I/O 连接的信息，请参阅第 2.7.1 节，I/O 信号连接。

要将“分离单元”设置为“系统控制器”模式：

1. 选择 Configuration（配置）屏幕上的 **System（系统）** 字段，然后按 **Enter** 显示工作模式列表。
2. 选择 **System Controller（系统控制器）**，然后按 **Enter**。
3. 按 **Detectors（检测器）** 屏幕键。将显示活动设备列表（及其 IEEE-488 接口总线地址）。
 - a. 按 **Scan（扫描）** 屏幕键更新列表。
 - b. 按 **OK（确定）** 屏幕键返回到 Configuration（配置）屏幕。
4. 按 **Exit（退出）**。“分离单元”已就绪，可以使用分离方法和样品组控制 Waters 检测器。

通过 Millennium³² 控制模式

在此远程控制模式下，运行 Millennium³² 软件的 Millennium 色谱管理器工作站通过 IEEE-488 接口总线控制着 HPLC 系统的操作。按照第 2.7.2 节，数字信号连接中所述连接 IEEE-488 电缆。

要将“分离单元”设置为“通过 Millennium³² 控制”模式：

1. 选择 Configuration（配置）屏幕上的 **System（系统）** 字段，然后按 **Enter** 显示工作模式列表。
2. 选择 **Controlled by Millennium³²（通过 Millennium³² 控制）**，然后按 **Enter**。IEEE-488 地址字段将突出显示。注意，通过 Millennium³² 控制时，2695 分离单元只需一个 IEEE-488 地址。
3. 按 **Enter** 显示地址列表。
4. 选择未被连接到 Millennium 色谱管理器工作站的其它色谱组件使用的地址，然后按 **Enter**。
5. 按 **Exit（退出）**。“分离单元”已就绪，可从 Millennium 色谱管理器工作站进行控制。

有关在 Millennium 控制下运行的详细信息，请参阅第 5.2 节，在 Millennium 控制下实现自动运行。

通过 MassLynx 控制模式

在此远程控制模式下，Micromass MassLynx 软件（版本 3.5 或更高）控制着 2695 分离单元（2690 仿真模式）。MassLynx 软件与 Micromass mass spectrometry (MS) 检测器配合使用，Micromass 计算机和 2695 分离单元之间使用 IEEE-488 接口。

要将“分离单元”设置为“通过 MassLynx 控制”模式：

1. 选择 Configuration（配置）屏幕上的 **System（系统）** 字段，然后按 **Enter** 显示工作模式列表。
2. 选择 **Controlled by MassLynx（通过 MassLynx 控制）**，然后按 **Enter**。IEEE488 地址字段将突出显示。
3. 按 **Enter** 显示地址列表。
4. 选择未被连接到 Micromass 计算机的其它色谱组件使用的地址，然后按 **Enter**。
5. 按 **Exit（退出）**。“分离单元”已就绪，可从 Micromass 计算机进行控制。

有关在 MassLynx 控制下运行的详细信息，请参阅第 5.3 节，在 Micromass MassLynx 控制下实现自动运行。

通过 Millennium 2.xx 控制模式

在此远程控制模式下，运行 Millennium 2.xx 软件的 Millennium 色谱管理器工作站通过 IEEE-488 接口总线控制 2695 分离单元。按照第 2.7.2 节，数字信号连接中所述连接 IEEE-488 电缆。

要将“分离单元”设置为“通过 Millennium 2.xx 控制”模式：

1. 选择 Configuration（配置）屏幕上的 **System（系统）** 字段，然后按 **Enter** 显示工作模式列表。
2. 选择 **Controlled by Millennium 2.xx（通过 Millennium 2.xx 控制）**，然后按 **Enter**。IEEE-488 地址字段将突出显示。
3. 按 **Enter** 显示地址对列表。
4. 选择未被连接到 Millennium 色谱管理器的其它色谱组件使用的地址对，然后按 **Enter**。
5. 按 **Exit（退出）**。“分离单元”已就绪，可从 Millennium 色谱管理器工作站进行控制。

2690 分离单元在 Millennium 系统视图中显示为两个设备：

- **溶剂和样品管理系统** – 地址为偶数
- **样品加热器 / 冷却器选件** – 地址为奇数

有关在 Millennium 控制下运行的详细信息，请参阅第 5.2 节，在 Millennium 控制下实现自动运行。

通过由事件输入操作梯度模式进行控制

在此模式中，外部自动进样器（如 Waters 2700 样品管理器）（代替“分离单元”）初始化色谱运行的启动并执行进样功能。在此模式下，“分离单元”无法控制 IEEE-488 设备，但能通过后面板上的 I/O 连接控制非 IEEE 设备。有关 I/O 连接的信息，请参阅第 2.7.1 节，I/O 信号连接。

要将“分离单元”设置为“由事件输入操作梯度”模式：

1. 选择 Configuration（配置）屏幕上的 **System（系统）** 字段，然后按 **Enter** 显示工作模式列表。
 2. 选择 **Operate Gradient by Event In（由事件输入操作梯度）**，然后按 **Enter**。
 3. 按 **Events In（事件输入）** 屏幕键显示 Events In（事件输入）对话框（图 3-7）。有关定义“事件输入”条件的信息，请参阅第 3.2.1 节，设置配置参数中关于“事件输入”的讨论。
 4. 将 Stop Flow（停止液流）字段设置为相应条件（**Ignore（忽略）**、**High（高）** 或 **Low（低）**），然后按 **Enter**。
 - 如果未使用“分离单元”的停止液流 I/O 端子，则请选择 **Ignore（忽略）**。
 - 如果从外部自动进样器到“分离单元”的停止液流 I/O 端子之间的输出连接更改为较高（更大正值）TTL 水平，则请选择 **High（高）**。
 - 如果从外部自动进样器到“分离单元”的停止液流 I/O 端子之间的输出连接更改为较低（更大负值）TTL 水平，则请选择 **Low（低）**。
 5. 将 Hold 1（保持 1）字段设置为适当条件（**High（高）** 或 **Low（低）**），然后按 **Enter**。
 - 如果从外部自动进样器到“分离单元”的“保持 1 进样”端子之间的输出连接更改为较高（更大正值）TTL 水平，则请选择 **High（高）** 以启动色谱运行（阻止分离单元的进样）。
 - 如果从外部自动进样器到“分离单元”的“保持 1 进样”端子之间的输出连接更改为较低（更大负值）TTL 水平，则请选择 **Low（低）** 以启动色谱运行（阻止分离单元的进样）。
- 注意：**如果使用 Waters 2700 样品管理器配置“分离单元”，则请选择 **Low（低）**。
6. 将 Logic（逻辑）字段设置为 **Or（或）**，然后按 **Enter**。
 7. 将 Hold 2（保持 2）字段设置为 **Ignore（忽略）**，然后按 **Enter**。
 8. 按 **OK（确定）** 屏幕键保存所作选择并退出 Events In（事件输入）对话框。

通过 RS-232 (ASCII) 或（二进制）模式控制

在这些远程控制模式下，非 Waters 或非 Micromass 的数据系统（如质谱仪系统）使用 RS-232 ASCII 或二进制通信来控制“分离单元”。当选择了这些模式中的任意一种时，“分离单元”将从 IEEE-488 接口总线断开连接。“分离单元”可通过后面板上的 I/O 连接控制 HPLC 系统内的其它非 IEEE 设备。有关 I/O 连接的信息，请参阅第 2.7.1 节，I/O 信号连接。

要将“分离单元”设置为“通过 RS-232 (ASCII) 或（二进制）控制”模式：

1. 选择 Configuration（配置）屏幕上的 **System（系统）** 字段，然后按 **Enter** 显示工作模式列表。
2. 选择 **Controlled via RS232 (ASCII)（通过 RS-232 (ASCII) 控制）** 或 **Controlled via RS232 (Binary)（通过 RS-232（二进制）控制）**，然后按 **Enter**。
3. 按 **Exit（退出）**。“分离单元”已就绪，可以通过远程数据系统使用 RS-232 通信来进行控制。

注意：如果在使用第三方数据系统时总是反复出现同一问题，则请将“分离单元”重新配置为“无交互”模式。如果问题仍然存在，请参阅本指南的相应章节。如果问题只在使用第三方数据系统时出现，而将仪器配置为“无交互”模式时不出现，则请与数据系统供应商联系。

3.3 准备溶剂管理系统

“分离单元”的设计旨在提供无脉冲、精准的溶剂流。要获得最佳性能，需要：

- 正确准备溶剂容器
- 使用已脱气（或喷射）的溶剂
- 灌注溶剂管理系统
- 灌注柱塞密封清洗泵

图 3-12 显示了准备溶剂管理系统以供操作的步骤。

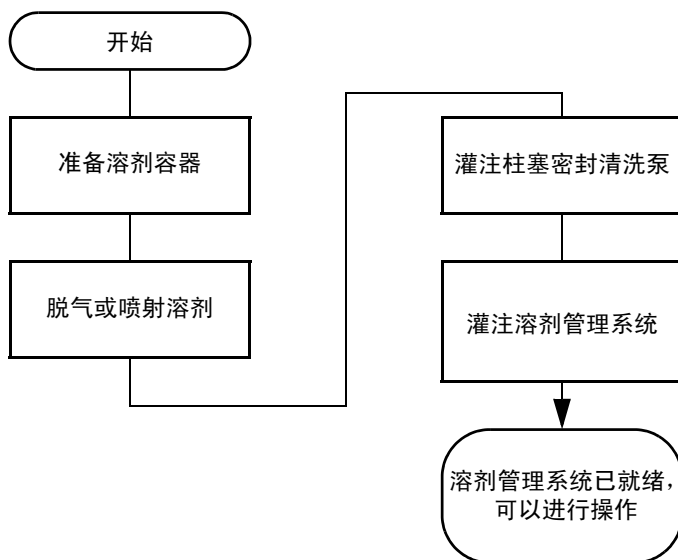


图 3-12 准备溶剂管理系统以供操作

注意：要维护溶剂管理系统的效率，以及获得准确、可再现的色谱，只能使用色谱级溶剂。



注意：处理溶剂时，请遵守实验室安全操作规范。有关所用溶剂的信息，请参阅“材料安全数据表”。

3.3.1 准备溶剂容器

选择可与启动工具包附带的容器盖密合的溶剂容器。Waters 建议使用 1 L 容器。将容器置于溶剂瓶托盘内并将托盘放在溶剂管理系统组件之上。

溶剂容器盖能够帮助容器维持持续的喷射环境（用于装备氦气喷射的设备）并控制溶剂蒸发。每个盖具有三个毛边孔以在溶剂、喷射和排放管周围产生正作用油封。

按照第 2.6 节，进行流路连接中所述安装溶剂、喷射和排放管。

3.3.2 脱气溶剂

喷射法

对于配备喷射选项的系统，氦气喷射可减少溶剂容器内溶解的氧气和氮气总量并能在操作期间维持该状况。使用超纯载气 (UPC) 级氦气以防溶剂污染。有关喷射的详细信息，请参阅第 C.7 节，流动相溶剂脱气。

确认容器和喷射管路已按照第 2.6.3 节，进行喷射气体连接中所述的过程进行设置。

按照第 4.4.4 节，设定喷射循环中所述设置 Programmed Sparge（已编程喷射）屏幕内的喷射率。

在线真空脱气

在线真空脱气可减少流动相内所溶解气体的总量。有关真空脱气的详细信息，请参阅第 1.5 节中有关“脱气器注意事项”的讨论。

注意：为了正确操作在线真空脱气器，必须用溶剂填满每个真空室。使用干灌注导引功能灌注所有溶剂管路。

要从 Status（状态）屏幕控制在线真空脱气器：

1. 按 **Menu/Status（菜单 / 状态）**。将显示 Status（状态）屏幕（图 3-13）。

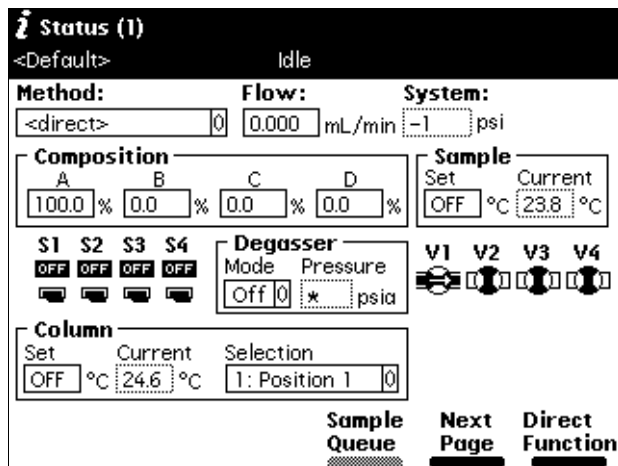


图 3-13 状态屏幕

2. 按 **Next Page**（下一页）屏幕键（如有必要）显示脱气器字段（图 3-13）。
3. 选择 **Degasser**（脱气器）模式字段，然后按 **Enter** 显示脱气器模式列表。模式包括：
 - **On**（开）– 脱气器始终打开
 - **Off**（关）– 脱气器始终关闭
4. 选择所需的工作模式，然后按 **Enter**。

Vac pump（真空泵）字段显示真空脱气器泵的当前状态。

Pressure（压力）字段显示当前真空水平（单位为 psia、巴或 kPa）。

3.3.3 灌注柱塞密封清洗泵

密封清洗溶剂能润滑每个柱塞，并可冲洗掉由于压力作用从柱塞密封的活塞室高压侧透过的溶剂或干盐分。此清洗循环可延长密封的使用寿命。将柱塞密封清洗容器置于溶剂管理系统之上的可见位置，并根据需要重新填充容器。



注意：柱塞密封清洗和针头清洗应使用单独的溶液和容器。因为这些溶液功能的差异，两种功能使用同一种溶液会影响针头清洗或柱塞密封清洗的效果。

对于反相 HPLC 应用，应使用包含足量有机物质的水性柱塞密封清洗液以抑制细菌生长。例如，根据不同的应用使用 80% 水 :20% 甲醇的溶液或 80% 水 :20% 乙腈的溶液。对于所有 GPC 分离，应使用 50% 甲醇 :50% 水的密封清洗溶液。如有需要，在 GPC 和反相分析溶剂之间切换时可使用中间溶液以防出现不溶或沉淀问题。

要灌注柱塞密封清洗泵以供首次使用或当整个管路都已干燥时：

注意：如果添加相同的柱塞密封清洗溶液或更换为与现有溶液完全可溶的溶液，则只需执行步骤 1、5、6 和 8。

1. 按 Main（主）屏幕上的 **Diag（诊断）** 屏幕键。出现 Diagnostics（诊断）屏幕（图 3-14）。有关 Diagnostics（诊断）屏幕的详细信息，请参阅第 8.3 节，执行主要诊断。

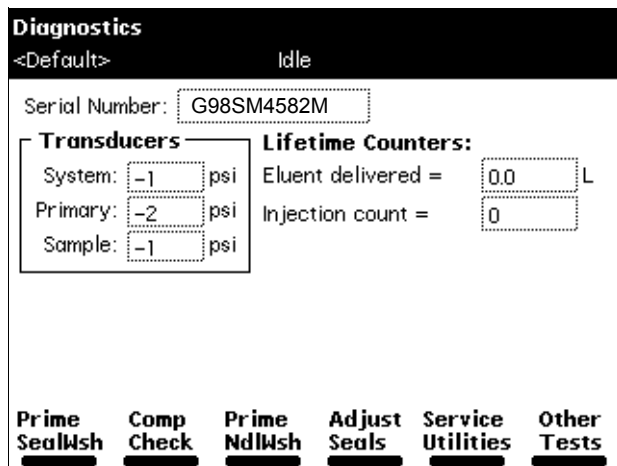


图 3-14 诊断屏幕

2. 将注射器适配器连接到注射器（均可在启动工具包内找到）。
3. 移除密封清洗入口管路上的入口过滤器。
4. 将注射器装满密封清洗溶液，然后将注射器适配器连接到密封清洗入口管路末端。
5. 按 **Prime Seal-Wash（灌注密封清洗）** 屏幕键，然后按 **Start（启动）** 屏幕键。密封清洗过程将启动。推进注射器柱塞以使密封清洗溶剂进入系统。
6. 当密封清洗溶剂从密封清洗废液管中流出时，按 **Halt（停止）** 屏幕键。
7. 重新安装入口过滤器并将密封清洗入口管路置于密封清洗容器内。
8. 按 **Close（关闭）** 可返回到 Diagnostics（诊断）屏幕。

3.3.4 灌注溶剂管理系统

灌注溶剂管理系统时采用：

- 干灌注选项（溶剂管路干燥时）
- 湿灌注选项（需要更换可溶溶剂时）

相应使用第 4.4.1 节，执行干灌注或第 4.4.2 节，执行湿灌注中所述的过程。

供操作的溶剂管理系统准备就绪后，需要准备供操作的样品管理系统。

3.4 准备样品管理系统

准备好溶剂管理系统后，可准备供操作的样品管理系统（第 3.3 节，准备溶剂管理系统）。

图 3-15 显示了准备样品管理系统以供操作的步骤。

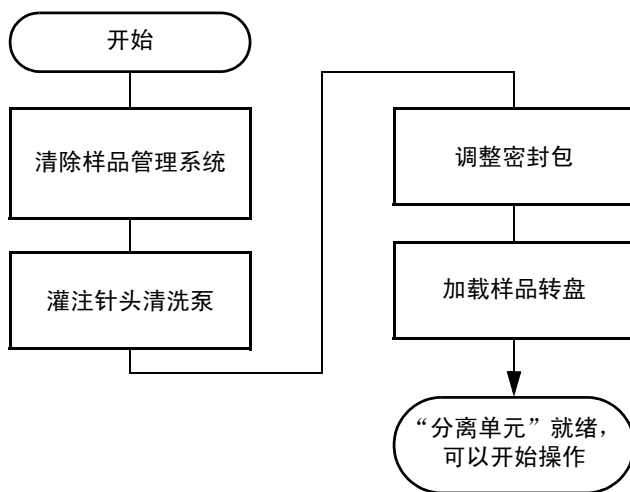


图 3-15 准备样品管理系统以供操作

3.4.1 清除样品管理系统

遇到下列情况时，需要清除样品管理系统：

- 灌注溶剂管理系统
- 更换溶剂
- 发现注射器内有气泡
- 每天早上开始使用“分离单元”



注意：在由缓冲溶剂改为高有机物含量的溶剂时，为避免“分离单元”内出现盐沉淀，请使用中间溶剂（如水）。

要清除样品管理系统：

1. 在 Main（主）屏幕中，按 **Menu/Status（菜单 / 状态）** 显示 Status（状态）屏幕。
2. 在 Composition（组分）字段中输入相应溶剂组分。
3. 按 **Direct Functions（导引功能）** 显示 Direct Functions（导引功能）菜单。
4. 选择 **Purge Injector（清除进样器）**，然后按 **Enter**。将显示 Purge Injector（清除进样器）对话框。
5. 在 Sample Loop Volumes（样品定量环体积）字段内输入样品定量环体积数（使用缺省体积值 6.0），然后按 **Enter**。溶剂管理系统的流量将均匀增加至预定值以用所选体积冲洗样品定量环。
6. 首次启动系统时将 Compression Check（压缩检查）复选框留空以避免进行压力测试。密封包调整完毕之前“分离单元”不允许进行压力测试。
7. 按 **OK（确定）**。清除循环开始。

3.4.2 灌注针头清洗泵

针头清洗泵用于冲洗样品管理系统内的针头，防止两次进样之间有样品残留。针头清洗还能通过清除针头内缓冲的流动相和样品而延长进样器密封的使用寿命。

选择针头清洗溶剂

根据样品和流动相的化学性质选用针头清洗溶剂，确保所有溶液 / 缓冲液均相溶且可溶。

梯度分离通常包括初始采用弱溶剂组合，而最终条件通常为强溶剂组合。通常，最好选择与最终梯度条件相似的针头清洗溶剂。例如，对于初始梯度为 80% 水 :20% 甲醇和最终梯度为 10% 水 :90% 甲醇的分离，最有效的针头清洗溶剂应该是 20% 水 :80% 甲醇。

选择类似（但不相同）的最终梯度组分的针头清洗溶剂可确保早期洗脱峰的溶解度。当样品在流动相内的溶解度取决于 pH 值时，请选择 pH 值调整结果近似的针头清洗溶液。如果选用酸，应避免将针头清洗系统长期接触含卤化物的酸。

使用含强疏水性组分的样品时，可能需要进行试验以确定最佳的针头清洗溶剂。在这些情况下，包含四氢呋喃 (THF) 的 20% 水 :80% 甲醇或二甲亚砜 (DMSO) [1-5 mL THF 或 DMSO/99-95 mL 针头清洗溶剂] 等针头清洗溶剂可能是最佳选择。

表 3-5 列出的是建议可用于特定流动相情况下的某些针头清洗溶剂。较高的样品浓度可能需要其它针头清洗溶剂。



注意：针头清洗和柱塞密封清洗应使用单独的溶液和容器。因为这些溶液功能的差异，两种功能使用同一种溶液会影响针头清洗或柱塞密封清洗的效果。

表 3-5 推荐使用的针头清洗溶剂

色谱条件	针头清洗溶剂
缓冲含水，反相	80% 有机物，20% 水 ^a
非水，反相	100% MeOH
正常相	流动相
GPC	流动相
离子交换	H ₂ O

a. 如果分析溶液的水溶液部分的 pH 值已调整以确保样品的溶解度，则请将针头清洗溶液的水溶液部分的 pH 值进行相应匹配。如果选用酸，应避免将针头清洗系统长期接触含卤化物的酸。

要灌注针头清洗泵：

1. 确保针头清洗流路安装正确，有关步骤请参阅第 2.6.6 节，安装针头清洗和柱塞密封清洗容器。
2. 按 Main（主）屏幕上的 **Diag（诊断）** 屏幕键。出现 Diagnostics（诊断）屏幕（图 3-14）。
3. 按 **Prime NdlWash（灌注针头清洗）** 屏幕键。30 秒的针头清洗过程开始。如果 30 秒内废液管内无溶剂流出，请按 **Start Again（再次启动）** 屏幕键。

3.4.3 调整密封包

遇到下列情况时，请调整密封包：

- 第一次启动“分离单元”。密封包调整完毕前“分离单元”不能执行进样或压缩检查。
- 屏幕上显示“Compression Check Failed（压缩检查失败）”错误。
- 诊断过程期间显示“Missing Restrictor（丢失限流器）”警报。
- 更换密封包。
- 重建密封包。

调整密封包前，请清除样品管理系统以确保注射器内无空气。系统内残留空气可能导致 Alarm Seal Geometry（警报密封几何）或 Alarm Missing Restrictor（警报丢失限流器）对话框（错误）出现。

要调整密封包：

1. 按 Main（主）屏幕上的 **Diag（诊断）** 屏幕键显示 Diagnostics（诊断）屏幕。
2. 按 **Adjust Seals（调整密封）** 屏幕键。调整过程开始。测试完成后，结果将显示在出现的对话框内。

第 8.3.4 节，调整密封提供了有关调整密封包的其它信息。

3.4.4 加载样品转盘

表 3-6 列出了样品转盘及其颜色编码。

表 3-6 样品转盘代码和颜色

代码	颜色	样品瓶编号
A	蓝色	1 到 24
B	黄色	25 到 48
C	红色	49 到 72
D	绿色	73 到 96
E	白色	97 到 120

要加载样品转盘：

1. 打开样品转盘门。屏幕内将显示 Door is Open（门已打开）对话框，如图 3-16 所示。
2. 按 **Next**（下一页）屏幕键（或选择所需的样品转盘屏幕键）定位样品转盘以便加载相应的样品转盘。
3. 将样品转盘加载入样品室。
4. 重复步骤 2 和 3 直到所有相应样品转盘都已加载。
5. 关闭样品转盘门。如果已启用 Configuration（配置）屏幕内的“Verify carousel placement（验证样品转盘放置）”复选框（缺省设置）（图 3-5），则如果尝试从位置错误的样品转盘开始进样时将显示一条错误消息。

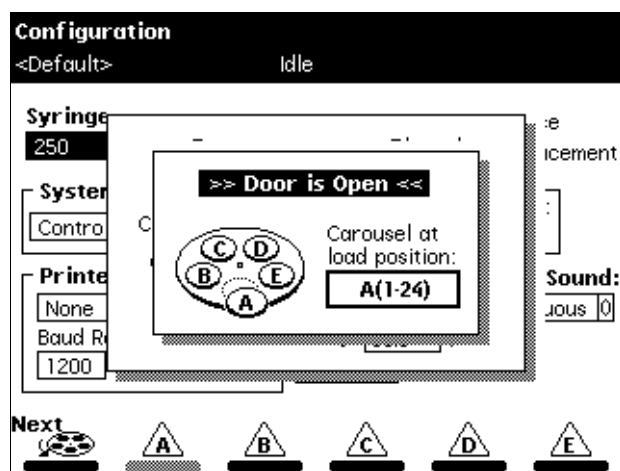


图 3-16 门已打开对话框

3.5 准备操作的建议步骤

本节概述使用 Waters 建议的程序准备脱气器以及基于喷射的 2695 分离单元以供操作的步骤。流程图提供了灌注、平衡和清除处于下列状态之一的“分离单元”的步骤序列：

- 新或干“分离单元”
- 已经关闭或空闲无液流的“分离单元”
- 需要进行溶剂更改（从缓冲溶剂到有机溶剂）的“分离单元”

有关如何使用“导引功能”灌注、平衡和清除“分离单元”的逐步说明，请参阅第 4.4 节，执行导引功能。

图 3-17 概述了如何灌注、平衡和清除基于喷射的新或干“分离单元”。

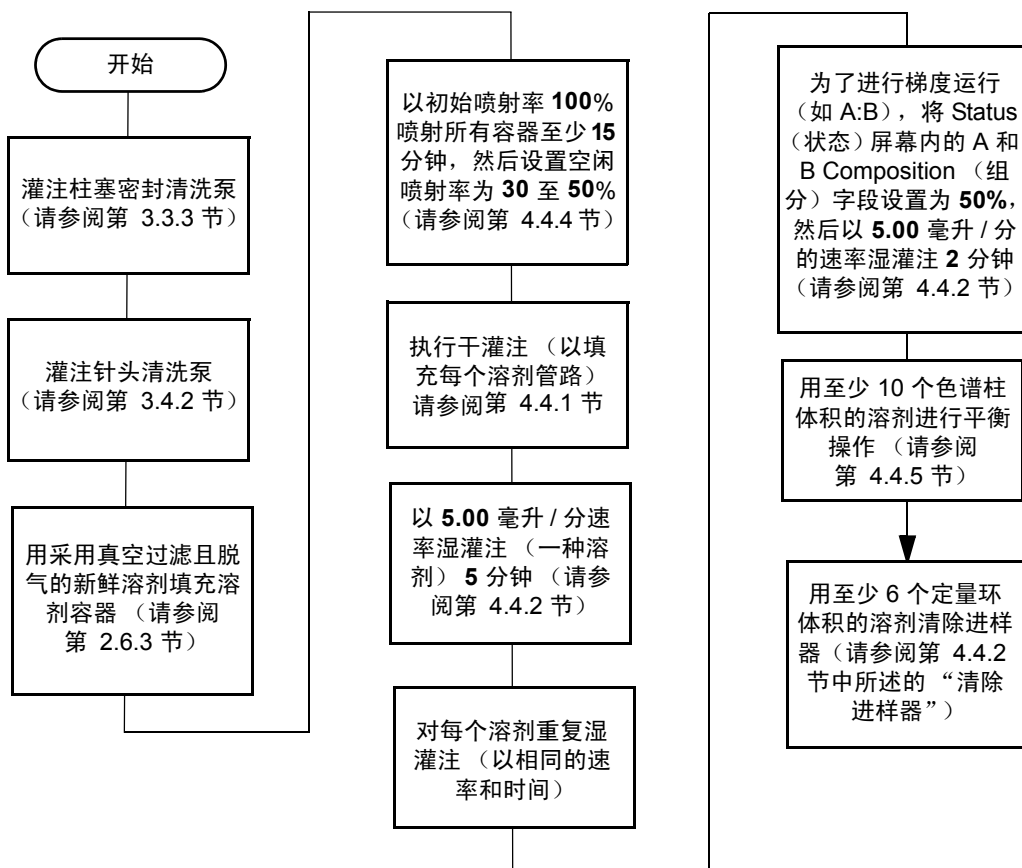
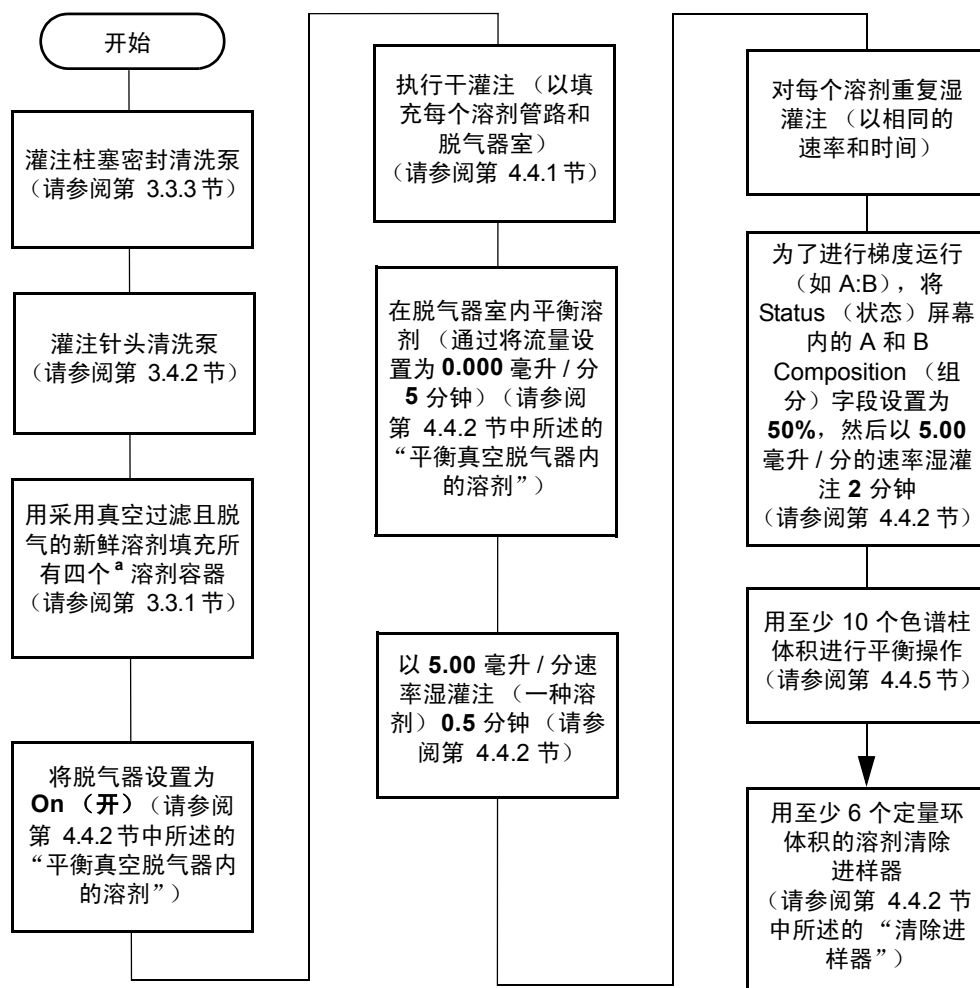


图 3-17 准备新或干“分离单元”以供操作
(基于喷射的设备)

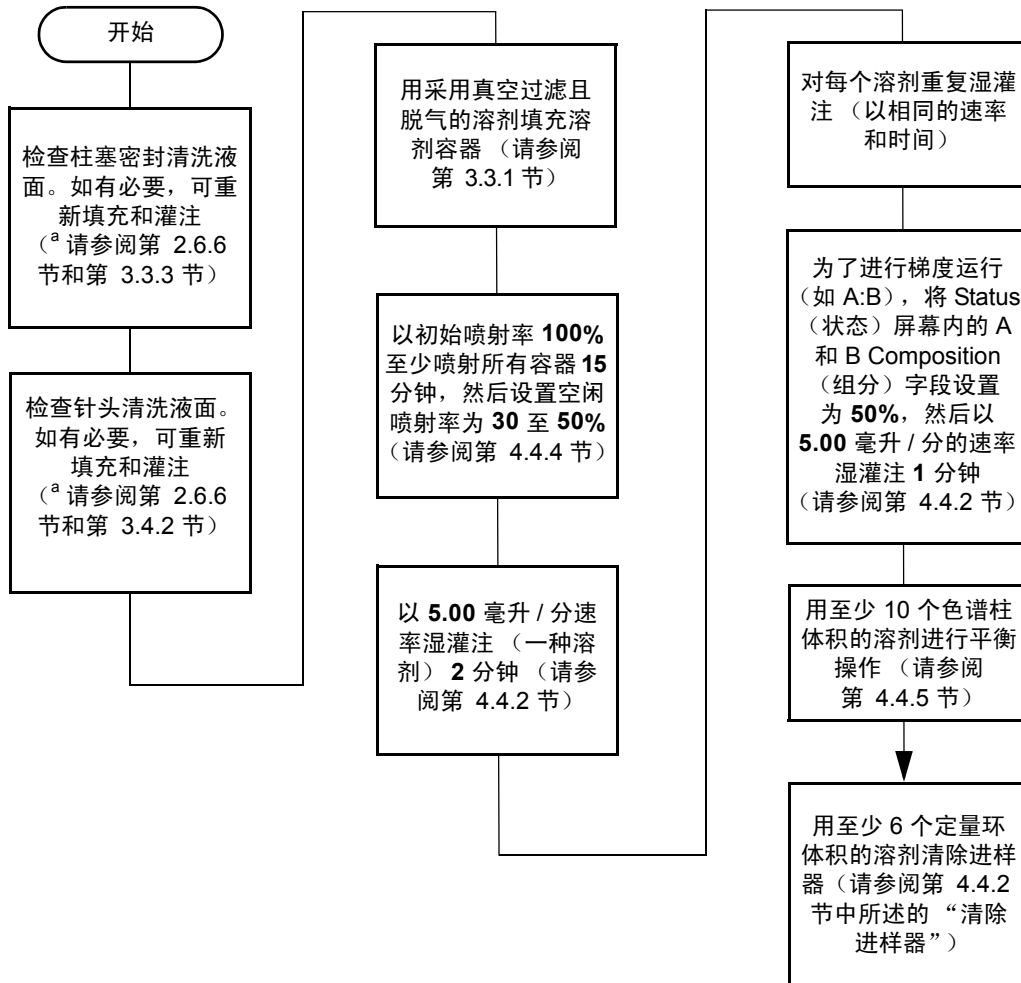
图 3-18 概述如何灌注、平衡和清除基于真空脱气器的新或干“分离单元”。



^a 为了获得最大脱气器效率 (并将所有四个脱气器室用溶剂填充), Waters 建议将所有四个溶剂容器都充满 (即使四种溶剂均不使用也最好如此)。如果选择水作为“未用”溶剂之一, 则请每周换一次水以防细菌污染。

图 3-18 准备新或干“分离单元”以供操作 (基于 PerformancePLUS 脱气器的设备)

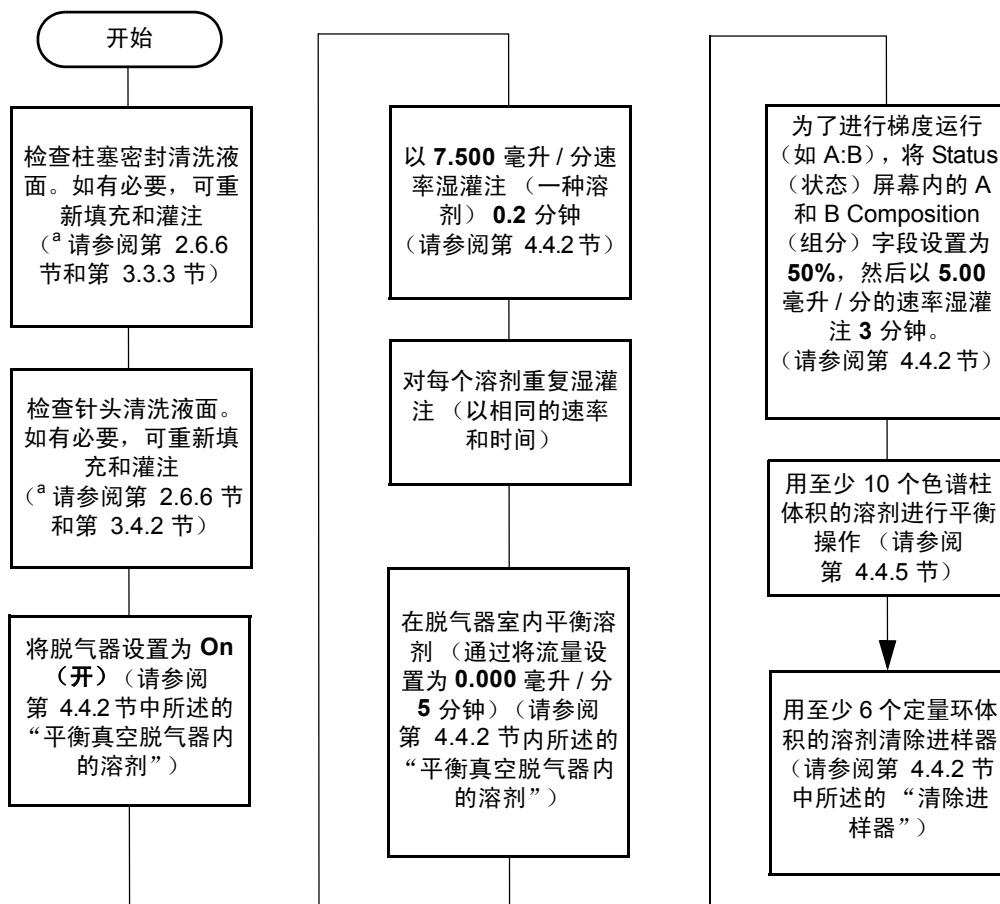
图 3-19 概述了如何灌注、平衡和清除基于喷射的已关闭或空闲无溶剂流的“分离单元”。



^a 如果执行了流程图“由缓冲溶剂改为有机溶剂”中的步骤，请确保柱塞密封清洗和针头清洗溶剂与新溶剂兼容。

图 3-19 准备空闲或已关闭的“分离单元”以供操作
(基于喷射的设备)

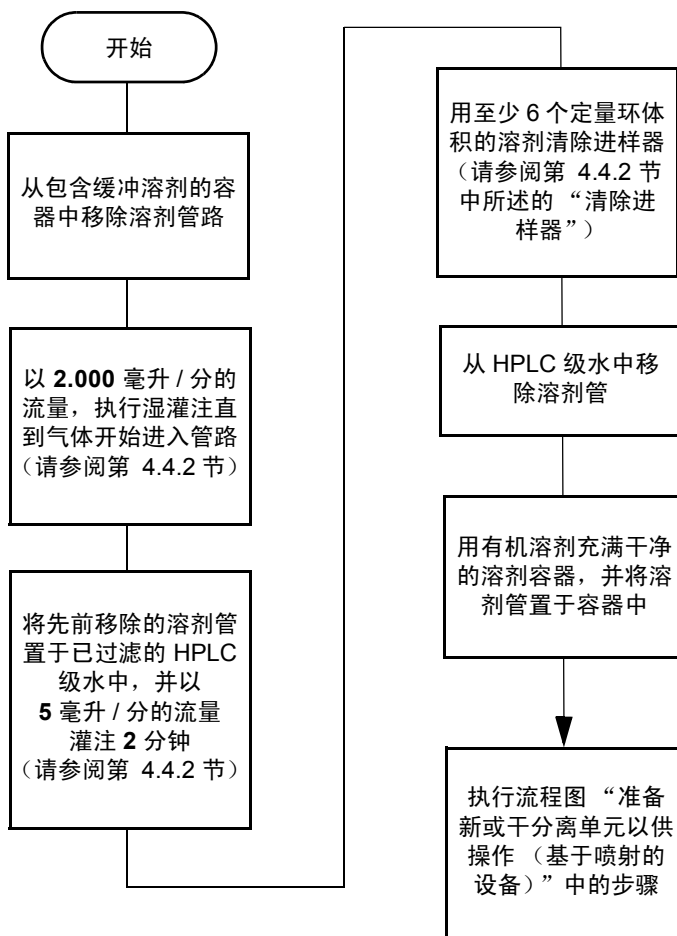
图 3-20 概述了如何灌注、平衡和清除基于真空脱气器的已关闭或空闲无溶剂流的“分离单元”。



^a 如果执行了流程图“由缓冲溶剂改为有机溶剂”中的步骤，请确保柱塞密封清洗和针头清洗溶剂与新溶剂兼容。

图 3-20 准备空闲或已关闭的“分离单元”以供操作
(基于 PerformancePLUS 脱气器的设备)

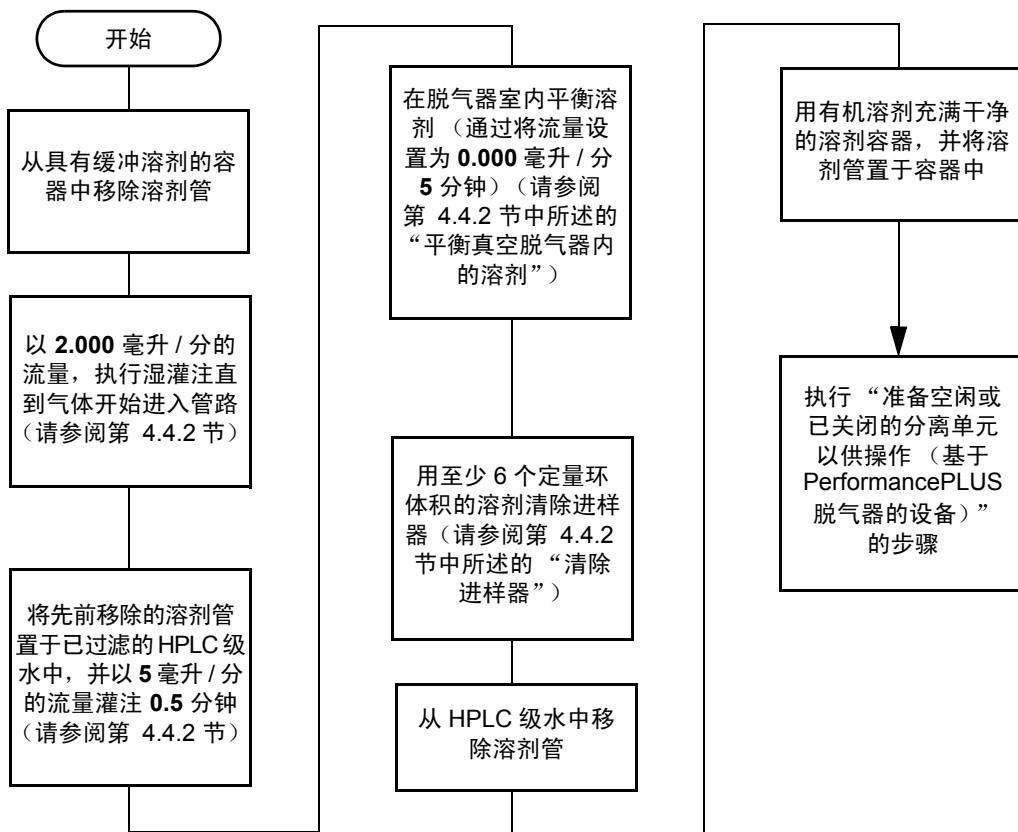
图 3-21 概述了如何在基于喷射的“分离单元”内将缓冲溶剂更改为完全的有机溶剂。



注意：在由缓冲溶剂改为高有机物含量的溶剂时，为避免“分离单元”内出现盐沉淀，请使用中间溶剂（如水）。有关溶剂混溶性的信息，请参阅 C.3 一节“溶剂混溶性”。

图 3-21 由缓冲溶剂改为有机溶剂
(基于喷射的设备)

图 3-22 概述了如何在基于脱气器的“分离单元”内将缓冲溶剂更改为完全的有机溶剂。



注意：在由缓冲溶剂改为高有机物含量的溶剂时，为避免“分离单元”内出现盐沉淀，请使用中间溶剂（如水）。有关溶剂混溶性的信息，请参阅 C.3 一节“溶剂混溶性”。

图 3-22 由缓冲溶剂改为有机溶剂
(基于 PerformancePLUS 脱气器的设备)

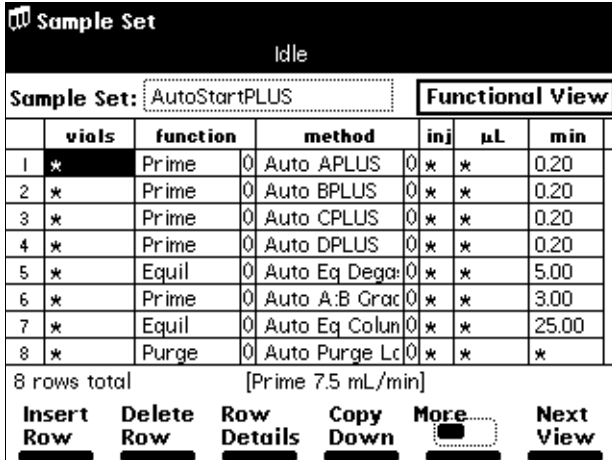
3.5.1 AutoStartPLUS 启动过程

AutoStartPLUS 随 2695 分离单元的固件版本 2.00 引入的新启动过程。

要标准化日常的系统启动程序，Waters 开发了一个特殊样品组和方法（协议）帮助准备 2695 分离单元进行色谱操作。Waters 创建了名为 AutoStartPLUS 的采用特殊分离方法的样品组，用于自动清除和平衡系统。2695 分离单元出厂时已预编制有 AutoStartPLUS 协议。可以用不同的样品文件名称复制和保存 AutoStartPLUS，然后对其进行编辑以满足特定需要。

AutoStartPLUS 使用四按钮过程（请参阅“访问 AutoStartPLUS”），其设计目的是用于辅助和执行图 3-20 中所述的启动过程。此过程使用：

- 一个标记为“AutoStartPLUS”的样品组，如图 3-23 所示。



The screenshot shows the 'Sample Set' interface. At the top, it says 'Sample Set' and 'Idle'. Below that, 'Sample Set: AutoStartPLUS' is displayed in a text box, with a 'Functional View' button to its right. An arrow points to this text box. Below the text box is a table with 8 rows and 7 columns. The columns are labeled: viols, function, method, inj, μL, and min. The table contains the following data:

	viols	function	method	inj	μL	min
1	*	Prime	0 Auto APLUS	0 *	*	0.20
2	*	Prime	0 Auto BPLUS	0 *	*	0.20
3	*	Prime	0 Auto CPLUS	0 *	*	0.20
4	*	Prime	0 Auto DPLUS	0 *	*	0.20
5	*	Equil	0 Auto Eq Dega:	0 *	*	5.00
6	*	Prime	0 Auto A:B Grac	0 *	*	3.00
7	*	Equil	0 Auto Eq Colun	0 *	*	25.00
8	*	Purge	0 Auto Purge Lc	0 *	*	*

Below the table, it says '8 rows total' and '[Prime 7.5 mL/min]'. At the bottom, there are several buttons: 'Insert Row', 'Delete Row', 'Row Details', 'Copy Down', 'More' (with a dropdown arrow), and 'Next View'.

图 3-23 AutoStartPLUS 主屏幕

- 八种 AutoStartPLUS 分离方法，如图 3-24 所示。

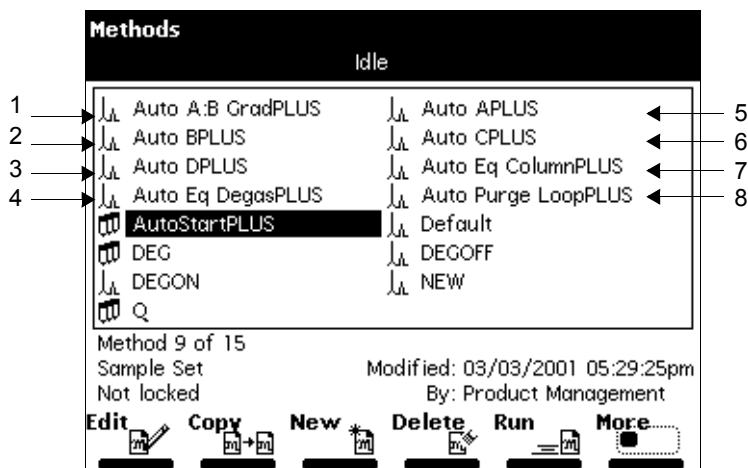


图 3-24 已选择 AutoStartPLUS 的方法屏幕

每个方法的运行时间列在表 3-7 内。这些方法将按照表 3-7 中所列的顺序执行。

表 3-7 AutoStartPLUS 运行时间

分离方法	运行时间
Auto APLUS (自动 APLUS)	20 秒
Auto BPLUS (自动 BPLUS)	20 秒
Auto CPLUS (自动 CPLUS)	20 秒
Auto DPLUS (自动 DPLUS)	20 秒
Auto Eq DegasPLUS (自动 Eq DegasPLUS)	5 分钟
Auto A:B GradPLUS (自动 A:B GradPLUS)	3 分钟
Auto Eq ColumnPLUS (自动 Eq ColumnPLUS)	25 分钟
Auto Purge LoopPLUS (自动清除 LoopPLUS)	5 分钟
全部运行时间 ~ 40 分钟	

访问 AutoStartPLUS

要从 Waters 2695 分离单元的 Main（主）屏幕访问和启动 AutoStartPLUS:

1. 按 **Run Samples**（运行样品）打开 **Methods**（方法）屏幕。
2. 选择标记为 **AutoStartPLUS** 的样品组。
3. 按 **Run**（运行）。
4. 按 **Start**（启动）。
5. 按 **Start**（启动）立即开始运行 AutoStartPLUS 或按 **Routine**（日常）在当前工作完成后开始运行 AutoStartPLUS。

AutoStartPLUS 要求

AutoStartPLUS 创建时假设使用 A:B 梯度和 3.9 x 250 mm 色谱柱（请参阅图 3-20）。如果条件与此有所不同，请参阅“创建自定义启动方法”。

- 2695 分离单元必须：
 - Main（主）屏幕的标题区显示“Idle（空闲）”状态。这表明所有前面板控件都可访问且功能完全正常。
 - 关闭或空闲无溶剂流不超过一周。
- 灌注柱塞密封清洗和针头清洗泵并使它们可运行。
- 分析溶剂、柱塞密封清洗和针头清洗溶液应足量，或刚刚准备完毕。

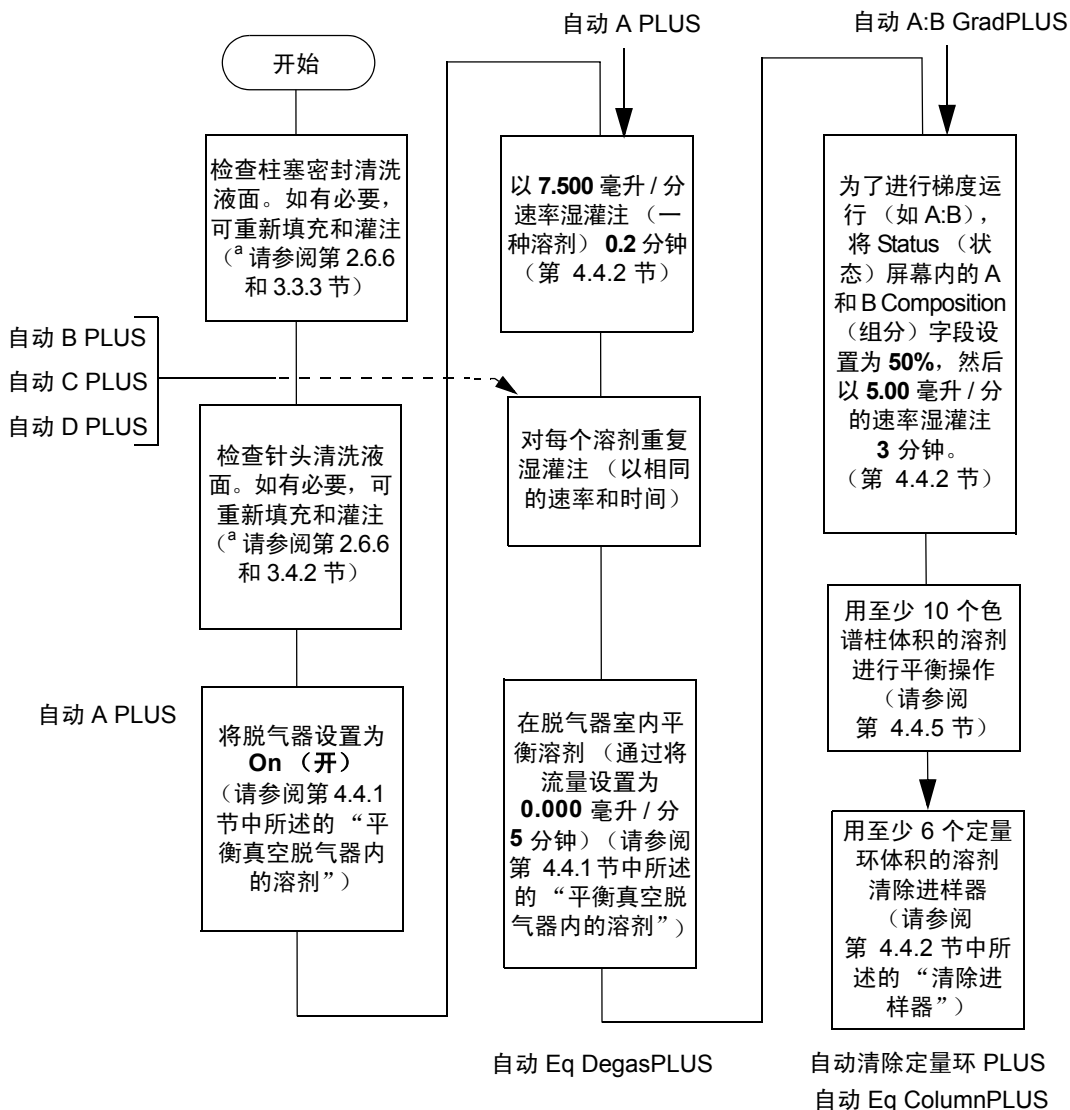
注意：如果可能出现细菌生长或污染的情况，请勿使用此水性溶液。请换用新准备的溶液。

- 使用二元梯度溶剂 A 和 B。
- 使用 3.9 x 250 mm 色谱柱。色谱柱平衡基于这些色谱柱尺寸。

设置“分离单元”以供操作

AutoStartPLUS 过程遵循图 3-20 中的步骤。它专用于采用 PerformancePLUS 在线脱气器的 2695 分离单元。

图 3-25 显示了 AutoStartPLUS 程序与为最常用的启动程序进行逐步操作准备之间的关系 (图 3-20)。此流程图概述了如何灌注、平衡和清除基于 PerformancePLUS 真空脱气器的已关闭或空闲无溶剂流的“分离单元”。



^a 如果执行了流程图“由缓冲溶剂改为有机溶剂”中的步骤，请确保柱塞密封清洗和针头清洗溶剂与新溶剂兼容。

图 3-25 AutoStartPLUS 与常规启动程序的关系

创建自定义启动方法

AutoStartPLUS 分离方法可通过在 Develop Methods（创建方法）屏幕中按 **New（新建）** 键并进行简单修改来创建。请参阅第 6.1 节，创建和编辑分离方法。要创建自定义启动方法：

1. 锁定样品组以防修改（如果需要）。

注意：锁定方法时，应该将密码记下并保存在安全的地方供日后使用，因为锁定的方法无法删除。

2. 如果想要从已锁定的 AutoStartPLUS 过程创建一个类似的过程以满足所需，则可任选下列方法之一：
 - 复制样品组及相应分离方法、重命名，然后对它们进行编辑以根据需要更改参数。
 - 从缺省方法创建新方法并创建关联到分离方法的样品组。

AutoStartPLUS 操作

将进行下列自动步骤：

1. 样品组 AutoStartPLUS 开始。
2. 第一个分离方法“自动 APLUS”，执行下列操作：
 - a. 将脱气器设置为 On（开）
 - b. 启动湿灌注（7.5 毫升/分）0.2 分钟（12 秒）以使每个室的气体交换管路全湿
3. 分离方法“自动 BPLUS”、“自动 CPLUS”和“自动 DPLUS”按顺序执行且：
 - a. 脱气器保留设置为 On（开）
 - b. 溶剂选择更改
4. 当分离方法“自动 DPLUS”完成后，分离方法“自动 Eq DegasPLUS”：
 - a. 保持脱气器设置为 On（开）
 - b. 由于溶剂静止位于每个室内，因此应关闭溶剂流以清除每个溶剂管内溶解的气体。
5. 当分离方法“自动 Eq DegasPLUS”完成后，分离方法“自动 A:B GradPLUS”：
 - a. 保持脱气器设置为 On（开）
 - b. 湿灌注溶剂（本例中为 A 和 B），用 50% 的混合液以可获得高脱气效率的流量填充流路

6. 当分离方法“自动 A:B GradPLUS”完成后，分离方法“自动 Eq ColumnPLUS”：
 - a. 保留脱气器的设置为 On（开）
 - b. 以 ~300 uL 50:50 A:B 冲洗色谱柱（流路内的残留物）
 - c. 继续按预定的初始梯度条件 100% A，以 1 毫升 / 分的流量操作 30 分钟（基于使用 3.9-mm x 250-mm 色谱柱 [~10 色谱柱体积]）
7. 当分离方法“自动 Eq ColumnPLUS”完成后，分离方法“自动清除 LoopPLUS”：
 - a. 继续保持脱气器的设置为 On（开）
 - b. 使用 10 个定量环体积的初始梯度溶剂清除样品管理系统，此处假设为 100% A
 - c. 执行样品管理系统的压缩检查
 - d. 将流量设置为 0.00 毫升 / 分 (100% A)

“自动清除 LoopPLUS”已设定为使用缺省值执行可压缩性检查。

表 3-8 参数值

参数	缺省值
压力	100 psi
压缩体积	20.00 uL
衰减时间	1.00 分钟
最大 Delta 衰减	50.00 psi

编辑 AutoStart PLUS 样品组

编辑样品组时，当在特定行中更改参数时，请选择 **Row Details**（行详细信息）。例如：

在所处行为……	选项为……
Prime（灌注）	流量、时间
Equil（平衡）	时间、Hold（保持）/No Hold（不保持）
Purge（清除）	定量环体积、压缩检查 (Y/N)

样品组行

显示样品行示例的图 3-26 至图 3-34 可作为可用于 AutoStartPLUS (固件版本 2.00) 的缺省方法的记录。同时还显示了特定方法期间的活动参数 (粗体)。

SAMPLE SET:		AutoStartPLUS				
SERIAL NUMBER:		B01SM4734M				
PRINTED:		03/03/01 05:31:39pm				
MODIFIED:		03/03/01 05:29:25pm by Product Management				
Vials	Function	Method	Injs (uL)	(min)	Details	
1. *	Prime	Auto APLUS	* *	0.20	7.5 mL/min	
2. *	Prime	Auto BPLUS	* *	0.20	7.5 mL/min	
3. *	Prime	Auto CPLUS	* *	0.20	7.5 mL/min	
4. *	Prime	Auto DPLUS	* *	0.20	7.5 mL/min	
5. *	Equil	Auto Eq DegasPLUS	* *	5.00	no hold	
6. *	Prime	Auto A:B GradPLUS	* *	3.00	5.0 mL/min	
7. *	Equil	Auto Eq ColumnPLUS	* *	25.00	no hold	
8. *	Purge	Auto Purge LoopPLUS	* *	*	10.0 vols w/cc	

图 3-26 样品组 AutoStartPLUS

SEPARATION METHOD:		Auto APLUS				
SERIAL NUMBER:		B01SM4734M				
PRINTED:		03/03/01 05:30:12pm				
MODIFIED:		03/03/01 05:18:51pm by Product Management				
(1) MOBILE PHASE						
Low pressure alarm:		Disable				
High pressure alarm:		Disable				
Bubble detect alarm:		Alert user				
Flow Ramp:		2.00 min (5.0 mL/min/min)				
Degasser Mode:		On				
Degasser fail alarm:		Alert user				
Pump sealwash period:		1.00				
Preferred stroke volume:		130 uL				
Gradient:	(min)	(mL/min)	%A	%B	%C	%D Curve
1. INIT		0.000	100.0	0.0	0.0	0.0
(2) SAMPLE						
Sample temperature:		Not controlled				
Syringe draw (rate):		Normal (2.50 uL/sec)				
(depth):		0 mm from bottom of vial				
(3) AUTOSAMPLER						
Pre-column volume:		0.0 uL				
Post-run delay:		0.00 min				
Compression check alarm:		Alert user				
(4) COLUMN						
(5) I/O						
Chart output:		System pressure				
(6) DETECTORS						
No detectors enabled						
OVERVIEW	(min)	Action				
1. INIT		0.000 mL/min	100.0%A	0.0%B	0.0%C	0.0%D c6

图 3-27 分离方法自动 APLUS


```

SEPARATION METHOD:  Auto BPLUS
SERIAL NUMBER:     B01SM4734M
PRINTED:           03/03/01 05:30:36pm
MODIFIED:          03/03/01 05:19:12pm by Product Management

(1) MOBILE PHASE
  Low pressure alarm:      Disable
  High pressure alarm:    Disable
  Bubble detect alarm:    Alert user
  Flow Ramp:              2.00 min (5.0 mL/min/min)
  Degasser Mode:          On
  Degasser fail alarm:    Alert user
  Pump sealwash period:   1.00
  Preferred stroke volume: 130 uL

  Gradient:   (min)   (mL/min)   %A   %B   %C   %D   Curve
              1. INIT   0.000   0.0  100.0  0.0  0.0

(2) SAMPLE
  Sample temperature:      Not controlled
  Syringe draw (rate):    Normal (2.50 uL/sec)
  (depth):                 0 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER
  Pre-column volume:      0.0 uL
  Post-run delay:         0.00 min
  Compression check alarm: Alert user

(4) COLUMN

(5) I/O
  Chart output:           System pressure

(6) DETECTORS
  No detectors enabled

OVERVIEW      (min)   Action
              1. INIT   0.000 mL/min 0.0%A 100.0%B 0.0%C 0.0%D c6

```

图 3-28 分离方法 Auto BPLUS

```

SEPARATION METHOD:  Auto CPLUS
SERIAL NUMBER:     B01SM4734M
PRINTED:           03/03/01 05:30:23pm
MODIFIED:          03/03/01 05:19:32pm by Product Management

(1) MOBILE PHASE
  Low pressure alarm:      Disable
  High pressure alarm:    Disable
  Bubble detect alarm:    Alert user
  Flow Ramp:              2.00 min (5.0 mL/min/min)
  Degasser Mode:          On
  Degasser fail alarm:    Alert user
  Pump sealwash period:   1.00
  Preferred stroke volume: 130 uL

  Gradient:  (min)    (mL/min)    %A    %B    %C    %D    Curve
             1. INIT    0.000    0.0    0.0  100.0  0.0

(2) SAMPLE
  Sample temperature:     Not controlled
  Syringe draw (rate):    Normal (2.50 uL/sec)
  (depth):                0 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER
  Pre-column volume:      0.0 uL
  Post-run delay:         0.00 min
  Compression check alarm: Alert user

(4) COLUMN

(5) I/O
  Chart output:           System pressure

(6) DETECTORS
  No detectors enabled

OVERVIEW      (min)    Action
             1. INIT    0.000 mL/min 0.0%A 0.0%B 100.0%C 0.0%D c6

```

图 3-29 分离方法 Auto CPLUS

```

SEPARATION METHOD:  Auto DPLUS
SERIAL NUMBER:     B01SM4734M
PRINTED:           03/03/01 05:30:46pm
MODIFIED:          03/03/01 05:20:03pm by Product Management

(1) MOBILE PHASE
  Low pressure alarm:      Disable
  High pressure alarm:    Disable
  Bubble detect alarm:    Alert user
  Flow Ramp:              2.00 min (5.0 mL/min/min)
  Degasser Mode:          On
  Degasser fail alarm:    Alert user
  Pump sealwash period:   1.00
  Preferred stroke volume: 130 uL

  Gradient:   (min)      (mL/min)   %A      %B      %C      %D      Curve
              1. INIT    0.000    0.0     0.0     0.0     100.0

(2) SAMPLE
  Sample temperature:      Not controlled
  Syringe draw (rate):    Normal (2.50 uL/sec)
  (depth):                 0 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER
  Pre-column volume:      0.0 uL
  Post-run delay:         0.00 min
  Compression check alarm: Alert user

(4) COLUMN

(5) I/O
  Chart output:           System pressure

(6) DETECTORS
  No detectors enabled

OVERVIEW      (min)      Action
              1. INIT    0.000 mL/min 0.0%A 0.0%B 0.0%C 100.0%D c6

```

图 3-30 分离方法 Auto DPLUS

SEPARATION METHOD: **Auto Eq DegasPLUS**
 SERIAL NUMBER: B01SM4734M
 PRINTED: 03/03/01 05:31:14pm
 MODIFIED: 03/03/01 05:20:21pm by Product Management

(1) MOBILE PHASE

Low pressure alarm: Disable
 High pressure alarm: Disable
 Bubble detect alarm: Alert user
 Flow Ramp: 2.00 min (5.0 mL/min/min)
 Degasser Mode: **On**
 Degasser fail alarm: Alert user
 Pump sealwash period: 1.00
 Preferred stroke volume: 130 uL

Gradient:	(min)	(mL/min)	%A	%B	%C	%D	Curve
1. INIT		0.000	100.0	0.0	0.0	0.0	

(2) SAMPLE

Sample temperature: Not controlled
 Syringe draw (rate): Normal (2.50 uL/sec)
 (depth): 0 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER

Pre-column volume: 0.0 uL
 Post-run delay: 0.00 min
 Compression check alarm: Alert user

(4) COLUMN

(5) I/O

Chart output: System pressure

(6) DETECTORS

No detectors enabled

OVERVIEW	(min)	Action
1. INIT		0.000 mL/min 100.0%A 0.0%B 0.0%C 0.0%D c6

图 3-31 分离方法 Auto Eq DegasPLUS

```

SEPARATION METHOD:  Auto A:B GradPLUS
SERIAL NUMBER:     B01SM4734M
PRINTED:           03/03/01 05:29:59pm
MODIFIED:          03/03/01 05:20:40pm by Product Management

(1) MOBILE PHASE
  Low pressure alarm:      Disable
  High pressure alarm:     Disable
  Bubble detect alarm:    Alert user
  Flow Ramp:              2.00 min (5.0 mL/min/min)
  Degasser Mode:          On
  Degasser fail alarm:    Alert user
  Pump sealwash period:   1.00
  Preferred stroke volume: 130 uL

  Gradient:  (min)      (mL/min)   %A      %B      %C      %D      Curve
             1. INIT    0.000    50.0    50.0    0.0     0.0

(2) SAMPLE
  Sample temperature:      Not controlled
  Syringe draw (rate):    Normal (2.50 uL/sec)
  (depth):                 0 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER
  Pre-column volume:      0.0 uL
  Post-run delay:         0.00 min
  Compression check alarm: Alert user

(4) COLUMN

(5) I/O
  Chart output:           System pressure

(6) DETECTORS
  No detectors enabled

OVERVIEW      (min)      Action
             1. INIT    0.000 mL/min 50.0%A 50.0%B 0.0%C 0.0%D c6

```

图 3-32 分离方法 Auto A:B GradPLUS

SEPARATION METHOD: **Auto Eq ColumnPLUS**
 SERIAL NUMBER: B01SM4734M
 PRINTED: 03/03/01 05:30:55pm
 MODIFIED: 03/03/01 04:22:29pm by Product Management

(1) MOBILE PHASE

Low pressure alarm: Disable
 High pressure alarm: Disable
 Bubble detect alarm: Alert user
 Flow Ramp: 2.00 min (5.0 mL/min/min)
 Degasser Mode: **On**
 Degasser fail alarm: Alert user
 Pump sealwash period: 1.00
 Preferred stroke volume: 130 uL

Gradient:	(min)	(mL/min)	%A	%B	%C	%D	Curve
1. INIT		1.000	100.0	0.0	0.0	0.0	

(2) SAMPLE

Sample temperature: Not controlled
 Syringe draw (rate): Normal (2.50 uL/sec)
 (depth): 0 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER

Pre-column volume: 0.0 uL
 Post-run delay: 0.00 min
 Compression check alarm: Alert user

(4) COLUMN

(5) I/O

Chart output: System pressure

(6) DETECTORS

No detectors enabled

OVERVIEW	(min)	Action
1. INIT		1.000 mL/min 100.0%A 0.0%B 0.0%C 0.0%D c6

图 3-33 分离方法 Auto Eq ColumnPLUS

```

SEPARATION METHOD:  Auto Purge LoopPLUS
SERIAL NUMBER:     B01SM4734M
PRINTED:           03/03/01 05:31:03pm
MODIFIED:          03/03/01 05:21:02pm by Product Management

(1) MOBILE PHASE
  Low pressure alarm:      Disable
  High pressure alarm:    Disable
  Bubble detect alarm:    Alert user
  Flow Ramp:              2.00 min (5.0 mL/min/min)
  Degasser Mode:         On
  Degasser fail alarm:    Alert user
  Pump sealwash period:   1.00
  Preferred stroke volume: 130 uL

  Gradient:   (min)      (mL/min)   %A      %B      %C      %D      Curve
              1. INIT   0.000    100.0   0.0    0.0    0.0

(2) SAMPLE
  Sample temperature:      Not controlled
  Syringe draw (rate):    Normal (2.50 uL/sec)
  (depth):                0 mm from bottom of vial

(3) AUTOSAMPLER
  Pre-column volume:      0.0 uL
  Post-run delay:         0.00 min
  Compression check alarm: Alert user

(4) COLUMN

(5) I/O
  Chart output:           System pressure

(6) DETECTORS
  No detectors enabled

OVERVIEW      (min)      Action
              1. INIT   0.000 mL/min 100.0%A 0.0%B 0.0%C 0.0%D c6

```

图 3-34 分离方法 Auto Purge LoopPLUS

3.6 关闭分离单元

关闭前

关闭 2695 分离单元之前，需要清除流路中的任何缓冲流动相。



注意：为避免损坏色谱柱，请在执行以下过程前取出色谱柱。

要清除“分离单元”流路中的缓冲流动相：

1. 用 HPLC 级水替换流路中的缓冲流动相，然后以 3 毫升 / 分的流量灌注系统 10 分钟（请参阅第 4.4.2 节，执行湿灌注）。
2. 执行三个进样器清除循环以确保样品定量环清洁（请参阅第 4.4.2 节中有关“清除进样器”的讨论）。
3. 用 80% 水 :20% 甲醇或混溶溶剂的新鲜溶液替换柱塞密封清洗溶剂，并灌注柱塞密封清洗泵（请参阅第 3.3.3 节，灌注柱塞密封清洗泵）。
4. 用 90% 甲醇 :10% 水的溶液替换水流动相，然后以 3 毫升 / 分的流量冲洗系统 10 分钟。
5. 用 90% 甲醇 :10% 水或混溶溶剂的溶液替换针清洗溶剂，并执行针清洗泵灌注（请参阅第 3.4.2 节，灌注针头清洗泵）。

关闭电源

要关闭“分离单元”：

1. 确保系统已正确冲洗（请参阅上述有关“关闭前”的讨论）。
2. 将电源开关按至（关）**0** 位置。关闭的时间和日期将记录在日志文件中。

第 4 章 前面板控制

如果“分离单元”配置为 No Interaction（无交互）或 Operate Gradient by Event In（由事件输入操作梯度）模式，则用户分别从各前面板控制每个 HPLC 系统部件。如果“分离单元”配置为 System Controller（系统控制器）模式，则用户通过“分离单元”的前面板控制其 HPLC 系统中的所有部件。本章介绍如何使用“分离单元”的前面板执行以下功能：

- 监视 HPLC 系统的运行
- 准备运行
- 启动运行
- 启动功能

有关通过 Millennium 色谱管理器或其它远程数据系统控制“分离单元”的信息，请参阅第 5 章，实现自动运行。

4.1 日常启动

如果“分离单元”尚未加电，请按照第 3 章，2695 分离单元的操作前准备开始处介绍的加电步骤执行。启动诊断程序完成后，“分离单元”将进入 Idle（空闲）模式（图 4-1）。

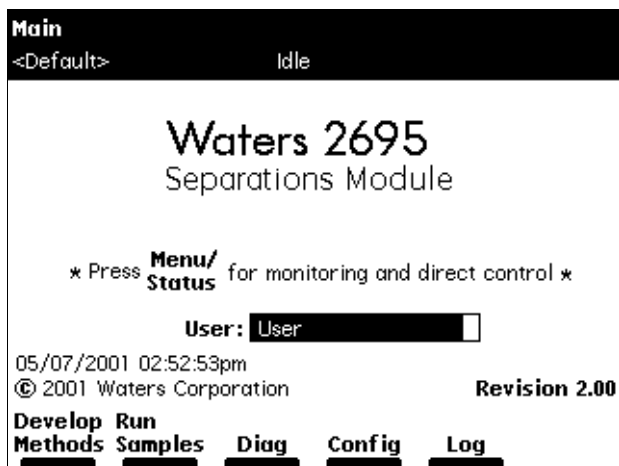


图 4-1 主屏幕

要自动识别将要生成的报告和方法，请按 **Enter**，然后在 User（用户）列表中选择您的用户名。如果您的用户名不在列表中，可以通过按 **Config（配置）** 屏幕键（以显示 Configuration（配置）屏幕）、按 **User Names（用户名）** 屏幕键（以显示 Users（用户）对话框）、然后使用键盘输入您的名字来进行输入。必要时，请参阅第 3.1.2 节，使用小键盘中“输入字母数字字符串”的讨论。无需用户名即可操作“分离单元”。

加电时间和日期将记录在日志文件中。

4.2 加载样品瓶

加载样品瓶包括：

- 从样品室中移除样品转盘
- 将样品瓶加载入样品转盘
- 将样品转盘加载入样品室

移除样品转盘

要从样品室中移除样品转盘：

1. 打开样品转盘门。屏幕内将显示 Door is Open（门已打开）对话框，如图 4-2 所示。

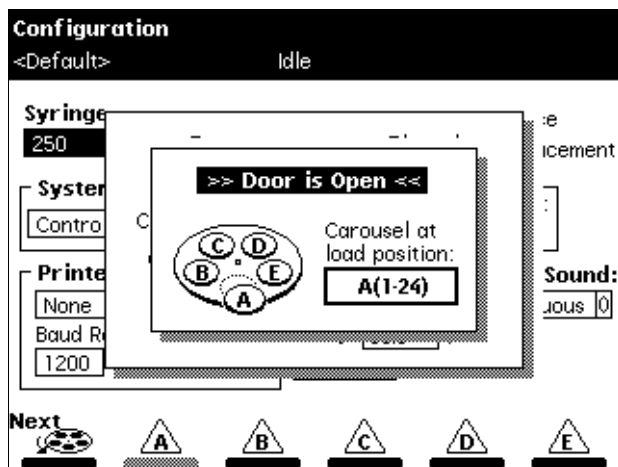


图 4-2 门已打开对话框

2. 按 **Next**（下一屏）屏幕键，或选择所需的样品转盘屏幕键（**A** 到 **E**），将所需的样品转盘移到前部加载位置。
3. 从样品室中移除样品转盘。

加载样品瓶

只允许使用 12 × 32-mm (2-mL) 的样品瓶。有关订购样品瓶的信息，请参阅附录 B，备用零件。有关设置注射器吸取深度补偿的详细信息，请参阅第 B.4 节，样品瓶和小容量插入物。

将准备好的样品瓶插入到样品转盘中的相应位置。请确保将样品瓶放入与所使用的样品组（如果存在）对应的带编号的存储槽中。有关样品组中所指定的样品瓶位置概述，请按第 5.1.2 节，查看样品组中所述在 **Sample Set**（样品组）表的 **Loading View**（加载视图）中显示样品瓶编号。如果未使用样品组，则请按第 4.4.7 节，样品进样中所述在 **Inject Samples**（样品进样）对话框中输入含有样品的样品瓶位置。如果使用了条码选项，则请确保已正确将标签贴到样品瓶上。

加载样品转盘

要加载样品转盘：

1. 如果样品转盘的门为关闭则将其打开。屏幕内将显示 **Door is Open**（门已打开）对话框，如图 4-2 所示。
2. 按 **Next**（下一屏）屏幕键（或选择所需的样品转盘屏幕键）定位样品转盘转台以便加载相应的样品转盘。
3. 将样品转盘加载入样品室。
4. 关闭样品转盘门。如果样品转盘的加载位置错误且选择了 **Configuration**（配置）屏幕内的 **Verify carousel placement**（验证样品转盘放置）参数，则用户试图从该样品转盘进样时会出现错误信息。

4.3 监视 HPLC 系统

用户可在运行期间通过 Status（状态）屏幕监视 HPLC 系统的当前状态。按 **Menu/Status**（菜单 / 状态）显示 Status（状态）屏幕的第一个页面（图 4-3）。Status（状态）屏幕中的内容和布局随在“分离单元”中安装的选项及工作模式而异。

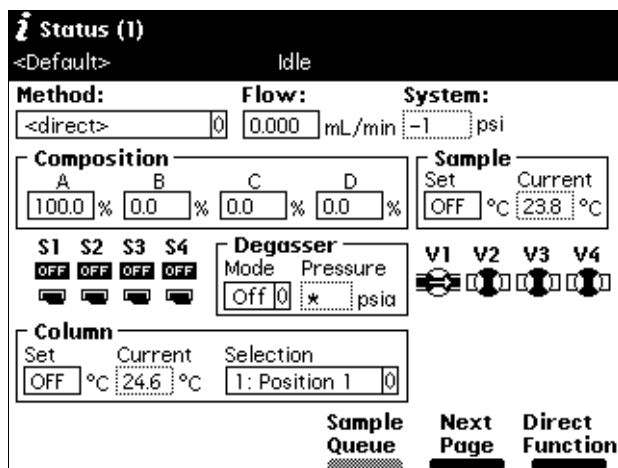


图 4-3 状态屏幕的第一个页面

按 **Next Page**（下一页）屏幕键显示 Status（状态）屏幕的第二个页面（图 4-4）。

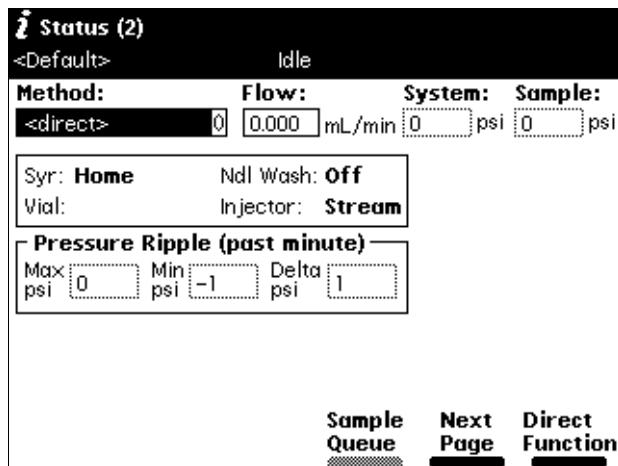


图 4-4 状态屏幕的第二个页面

按 **Sample Queue**（样品队列）屏幕键显示当前样品组的列表（图 4-5）。使用 **Delete**（删除）键删除所选的样品组。在 **Injs**（进样）列中出现星号，指示是否将“Stat（状态）”功能用于启动样品组。

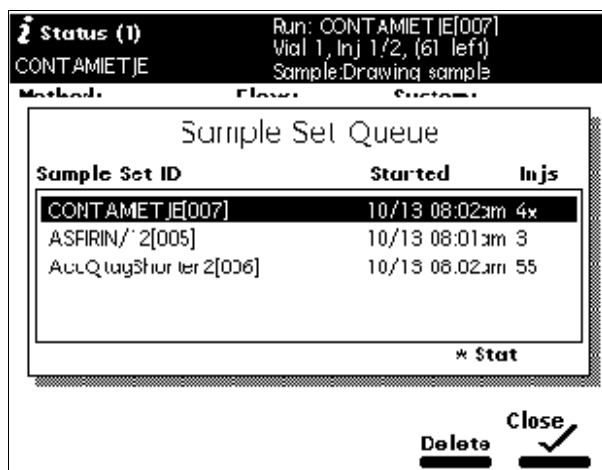


图 4-5 样品组队列

表 4-1 介绍 Status（状态）屏幕字段中的参数功能。用户只能在具有实线边框的字段中进行更改。

表 4-1 状态屏幕参数

参数	说明
Method（方法）	指示当前的分离方法。用户在 Status（状态）屏幕中更改任何字段时，此字段都更改为 <direct（导引）>。
Flow（流量）	指示溶剂管理系统的当前流量。
System（系统）	指示当前系统压力，单位为 psia、巴或 kPa。
Sample（样品）： Set（设置）	指示用户指定的样品室温度。
Sample（样品）： Current（当前）	指示当前实际的样品室温度。
Composition（组分）	指示当前的溶剂组分。
S1 - S4	指示 I/O 连接器上事件开关的状态。

表 4-1 状态屏幕参数（续）

参数	说明
Degasser（脱气器） <ul style="list-style-type: none"> • Mode（模式） • Vac pump（真空泵） • Pressure（压力） 	指示在线真空脱气器（如果安装）的状态。 选择工作模式：On（开）或 Off（关） 指示真空泵电机为活动还是空闲。 当前真空等级，单位为 psia、巴或 kPa。
Sparge（喷射）	指示每个溶剂（如果安装了喷射）的喷射速率循环
阀 V1 - V4 <div style="display: flex; justify-content: center; gap: 20px;"> <div style="text-align: center;"> 打开 状态  </div> <div style="text-align: center;"> 关闭 状态  </div> </div>	以图形形式指示样品管理系统中四个阀的各个位置
Pressure Ripple（压力波动） <ul style="list-style-type: none"> • Max psi（最大 psi） • Min psi（最小 psi） • Delta psi 	指示溶剂管理系统中最后时刻的压力读数。 最大压力 最小压力 峰与峰间的压差
样品瓶	指示当前位于进样器下的样品瓶数。
Syr（注射器）	指示注射器的当前位置。有效位置包括： <ul style="list-style-type: none"> • Empty（空）– 最高位置（以清除注射器） • Home（原位）– 缺省位置 • Full（满）– 最低位置（以抽取样品）
Ndl Wash（清洗针头）	指示针头清洗泵是否打开。
Sample（样品）	指示样品定量环中的当前压力。
Column Temp（柱温）	指示色谱柱的设定温度和当前温度（如果安装了色谱柱加热器）。
Injector（进样器）	指示针口的当前位置。有效位置包括： <ul style="list-style-type: none"> • Stream（流体）– 位于高压流体中 • Seal（密封）– 位于较低密封位置 • Wet（湿）– 位于针头清洗位置 • Vial（样品瓶）– 位于同一样品瓶中
486 (1) 和 (2) <ul style="list-style-type: none"> • λ • Lamp（灯） • AUFS 	指示 486 检测器（如果安装）以下参数的状态： <ul style="list-style-type: none"> • 波长 • 灯开或关 • 吸光度单位全刻度

表 4-1 状态屏幕参数（续）

参数	说明
2487 (1) 和 (2) <ul style="list-style-type: none"> • λ • Lamp（灯） • AUFS 	指示 2487 检测器（如果安装）以下参数的当前状态： <ul style="list-style-type: none"> • 波长 • 灯开或关 • 吸光度单位全刻度
2410 和 410 <ul style="list-style-type: none"> • Cell（池） • Col 1（色谱柱 1） • Col 2（色谱柱 2） 	指示 2410 或 410 检测器（如果安装）以下参数的当前状态： <ul style="list-style-type: none"> • 池温度 • 外部温度 1^a • 外部温度 2^a

a. 在 Waters 2410 或 410 示差折光检测器配置有可选色谱柱加热器模块的情况下启用。

4.4 执行导引功能

图 4-6 概述了使用前面板设置“分离单元”执行导引功能的步骤。

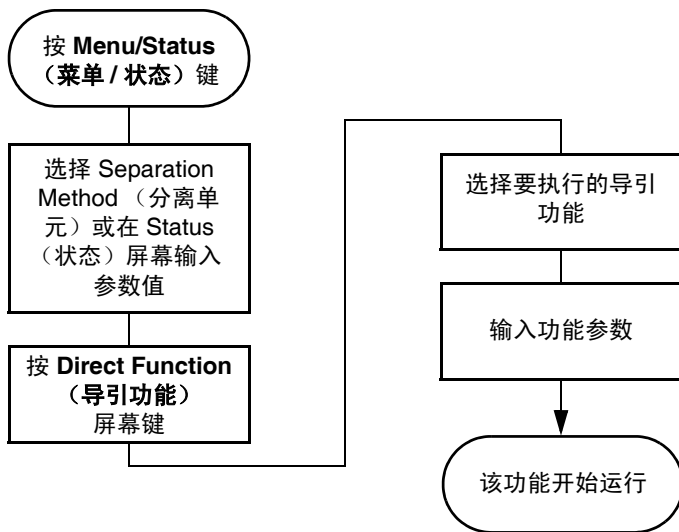


图 4-6 设置导引控制运行的步骤

要访问导引控制功能:

1. 按 **Menu/Status** (菜单 / 状态) 显示 Status (状态) 屏幕 (图 4-3)。
2. 按 **Direct Function** (导引功能) 屏幕键。出现导引功能的列表, 如图 4-7 所示。表 4-2 介绍了每个导引功能。
3. 选择要指定的功能, 然后按 **Enter**。按各个功能的说明进行操作, 如以下各节中所述。

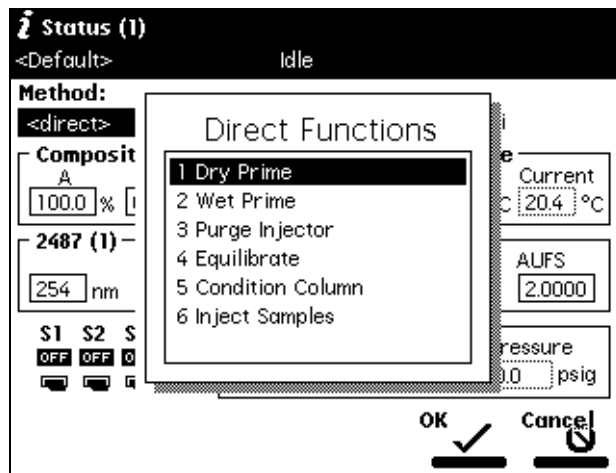


图 4-7 导引功能菜单

表 4-2 导引功能

导引功能	说明	参考
Dry Prime (干灌注)	打开流路 (从选定的溶剂容器到灌注 / 排放阀) 以便用溶剂替换空气, 然后执行灌注。	第 4.4.1 节, 执行干灌注
Wet Prime (湿灌注)	替换从容器到 V1 和 V2 直至废液阀 (V3) 之间路径中的溶剂。用于更换系统中的溶剂。	第 4.4.2 节, 执行湿灌注
Purge Injector (清除进样器)	移除样品定量环和注射器中的流动相, 然后用新流动相进行填充。可选择执行压力测试。	第 4.4.2 节, 执行湿灌注, “清除进样器” 的讨论。
Purge 2410/410 Reference (清除 2410/410 参比) (如果适用)	清除 Waters 2410 或 410 RI 检测器参比流动池。	第 4.4.3 节, 清除 2410 和 410 参比流动池
Program Sparge (设定喷射) (如果适用)	设置每个容器的喷射速率。	第 4.4.4 节, 设定喷射循环
Equilibrate (平衡)	在指定的时间期限内, 以当前的条件传送流动相。将样品室和色谱柱加热器中的温度平衡为预设值。	第 4.4.5 节, 平衡系统
Condition Column (调整色谱柱)	使用当前分离方法中指定的梯度表传送流动相, 而无需进样品或运行 “事件” 表。	第 4.4.6 节, 调整色谱柱
Inject Samples (样品进样)	使用选定方法从指定的样品瓶一次或多次进样品。	第 4.4.7 节, 样品进样

注意：要运行定时事件而不进样品，请从 Direct Functions（导引功能）菜单中选择 Inject Samples（样品进样）选项，然后输入零体积进样（请参阅第 4.4.7 节，样品进样）。

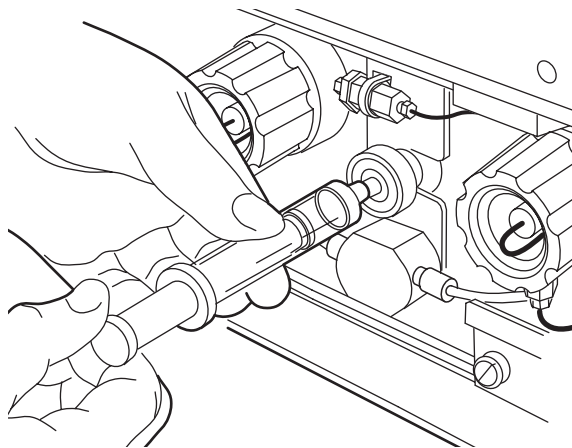
4.4.1 执行干灌注

在溶剂管理系统中的流路干燥时使用干灌注选项灌注系统。有关干灌注的详细信息，请参阅第 3.5 节，准备操作的建议步骤、图 3-17 和图 3-18。

要执行干灌注：

1. 按第 2.6.3 节，进行喷射气体连接或第 2.6.4 节，安装脱气器排放管路中所述设置容器。
2. 将溶剂管路插入到相应的容器。确保检测器废液管和样品定量环废液管将废液排入到相应的容器。
3. 轻轻地摇动容器中的过滤器，以除去可能存在的任何气泡。
4. 将空注射器连接到灌注 / 排放阀，如图 4-8 所示，然后将该阀逆时针转动 1/2 周将其打开。

注意：该注射器不锁定在灌注 / 排放阀上；因此拉动活塞期间请保持注射器位置稳定。



TP01359A

图 4-8 使用注射器的灌注 / 排放阀

5. 按 Status（状态）屏幕中的 **Direct Function**（导引功能）屏幕键。显示 Direct Functions（导引功能）菜单，如图 4-7 所示。
6. 选择 **Dry Prime**（干灌注），然后按 **Enter**。显示 Dry Prime（干灌注）对话框，如图 4-9 所示。

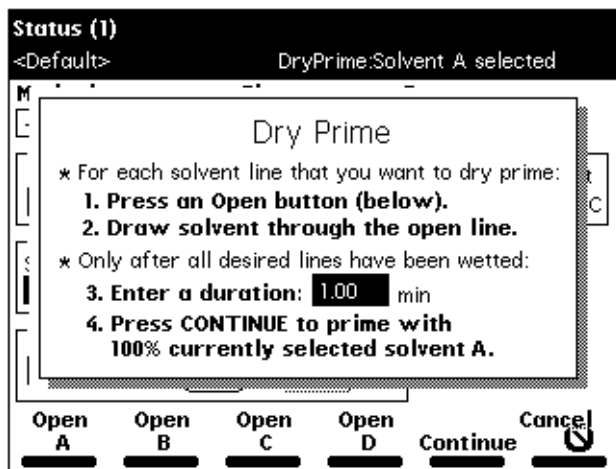


图 4-9 干灌注对话框

7. 按下与要灌注的溶剂管路对应的屏幕键。
8. 抽回注射器活塞以将溶剂抽出管路。可能需要用力才能将空气和溶剂抽出系统。继续操作，直到将空气从溶剂管路全部抽入注射器。
9. 对每个要灌注的溶剂管路重复步骤 7 和 8，然后关闭灌注 / 排放阀。
10. 按下与要用于灌注系统的溶剂管路对应的屏幕键。Waters 建议使用最低粘度的溶剂进行灌注以帮助清除管路中的空气，特别是在安装了在线真空脱气器的情况下。
11. 在 Enter a Duration（输入期限）字段中，输入灌注溶剂管理系统的时间长度（以分钟为单位）。以值 5 分钟开始。按 **Continue（继续）**。
溶剂管理系统开始工作。在灌注期间结束时，溶剂管理系统关闭，“分离单元”进入 Idle（空闲）模式。
12. 执行湿灌注，步骤如下所示。

4.4.2 执行湿灌注



注意：为避免损坏柱塞密封，请仅在溶剂管理系统流路中存在溶剂时执行湿灌注。

用户想要更换容器或溶剂时，或如果“分离单元”已空闲了一段时间，此时执行湿灌注。湿灌注会替换从容器到 V3（废液阀）之间路径中的溶剂。如果溶剂管路是干燥的，则请在继续执行之前先执行干灌注（请参阅第 4.4.1 节，执行干灌注）。



注意：在由缓冲溶剂改为高有机物含量的溶剂时，为避免“分离单元”内出现盐沉淀，请使用中间溶剂（如水）。有关溶剂混溶性的信息，请参阅第 C.3 节，溶剂混溶性。

要执行湿灌注：

1. 在 Status（状态）屏幕的 Composition（组分）字段中，为要用于湿灌注的溶剂输入 **100%**。Waters 建议使用最低粘度的溶剂开始湿灌注以帮助清除管路中的空气，特别是在安装了在线真空脱气器的情况下。
2. 按 Status（状态）屏幕中的 **Direct Function（导引功能）** 屏幕键。显示 Direct Functions（导引功能）菜单，如图 4-7 所示。
3. 选择 **Wet Prime（湿灌注）**，然后按 **Enter**。出现 Wet Prime（湿灌注）对话框（图 4-10）。

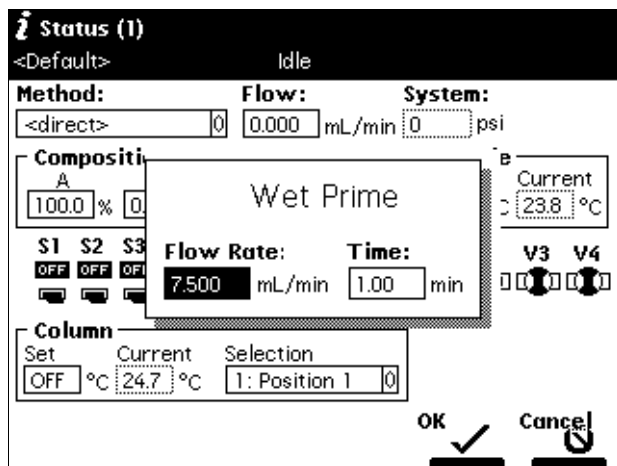


图 4-10 湿灌注对话框

4. 轻轻地摇动容器中的过滤器，以除去可能形成的任何气泡。
5. 输入灌注的流量和持续时间（使用在 **Status**（状态）屏幕中输入的组分），然后按 **OK**（确定）屏幕键。溶剂管理系统开始工作。
在指定的时间期限结束时，溶剂管理系统返回到以前的条件，“分离单元”进入 **Idle**（空闲）模式。
6. 根据实际情况为每个溶剂重复步骤 1 到 5。

平衡真空脱气器中的溶剂

通过设置短时间的零流量，对各个脱气器室内的溶剂进行平衡。以下步骤说明了此过程。有关真空脱气的详细信息，请参阅第 1.5 节内有关“脱气器注意事项”的讨论。

要在对系统执行湿灌注后平衡在线真空脱气器内的溶剂：

1. 在 **Status**（状态）屏幕中输入运行的初始溶剂组分。
2. 在 **Status**（状态）屏幕中将 **Degasser Mode**（脱气器模式）参数设置为 **ON**（开）。
3. 按 **Direct Function**（导引功能）屏幕键。显示 **Direct Functions**（导引功能）菜单（请参阅图 4-7）。
4. 选择 **Wet Prime**（湿灌注），然后按 **Enter**。出现 **Wet Prime**（湿灌注）对话框（图 4-10）。
5. 输入流量 **0.000** 毫升/分，时间 **5** 分钟。该时间期限结束时，溶剂被脱气，“分离单元”进入 **Idle**（空闲）模式。

在线真空脱气器内的溶剂现已平衡，“分离单元”已准备好运行。如有必要，请执行任意一项以下功能：

- 清除进样器
- 清除示差折光检测器参比流动池
- 调整色谱柱
- 平衡系统

清除进样器

清除进样器的目的在于：

- 去除以前运行中的任何溶剂痕迹
- 清除流路或注射器中的气泡
- 执行湿灌注后更换为新（混溶）溶剂

清除过程可能包括测试针头密封性的压力检查。



注意：在由缓冲溶剂改为高有机物含量的溶剂时，为避免“分离单元”内出现盐沉淀，请使用中间溶剂（如水）。有关溶剂混溶性的信息，请参阅第 C.3 节，溶剂混溶性。

要清除进样器：

1. 按 Status（状态）屏幕中的 **Direct Function（导引功能）** 屏幕键。显示 Direct Functions（导引功能）菜单（图 4-7）。
2. 选择 **Purge Injector（清除进样器）** 选项，然后按 **Enter**。出现 Purge Injector（清除进样器）对话框（图 4-11）。

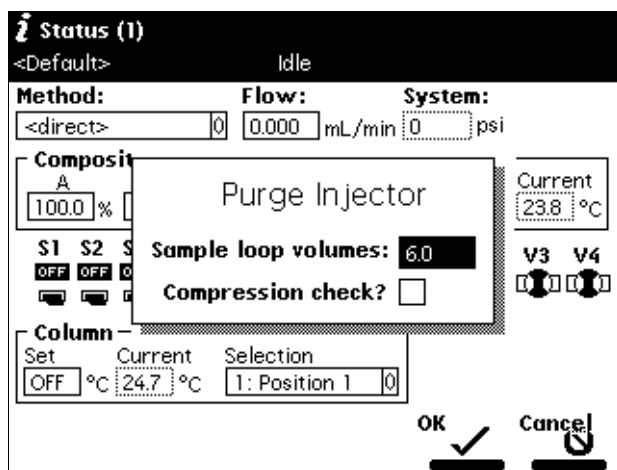


图 4-11 清除进样器对话框

3. 输入要用于清除进样器的样品定量环体积数。以六个样品定量环体积开始。
要在清除后执行压力测试，将光标移动到 **Compression check（压缩检查）** 复选框，然后按任意数字键。用户可在 **Diagnostics（诊断）** 屏幕看到压缩检查的结果。
4. 按 **OK（确定）**。清除循环开始。

4.4.3 清除 2410 和 410 参比流动池

可使用“清除 410 参比”导引功能清除 Waters 2410 和 410 示差折光检测器的参比侧和样品侧。每当更换溶剂或发现由异常噪音或漂移导致的灵敏度意外降低时，请清除流路。

要清除 2410 或 410 参比流动池：

1. 在 Status（状态）屏幕中，输入用于清除 2410 或 410 参比流动池的流量和组分。
2. 按 **Direct Function**（导引功能）屏幕键。显示 Direct Functions（导引功能）菜单（图 4-7）。
3. 选择 **Purge 410 Reference**（清除 410 参比），然后按 **Enter**。将显示 Purge 410 Reference（清除 410 参比）对话框（图 4-12）。

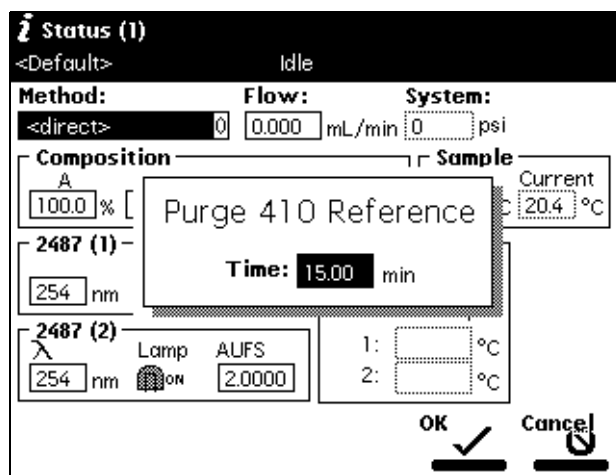


图 4-12 清除 410 参比对话框

4. 输入通过泵使新溶剂流过参比流动池的时间量（以分钟为单位），然后按 **OK**（确定）。
5. 按 **OK**（确定）屏幕键。计时器开始倒计时。

4.4.4 设定喷射循环

注意：启用在线真空脱气器时，Sparge（喷射）屏幕为禁用。

对于配备“喷射”选项的系统，可从 Sparge（喷射）屏幕设置初始喷射循环和维护喷射循环。而且，可为四个溶剂容器中的每一个设置不同的喷射循环。有关喷射的详细信息，请参阅第 3.5 节，准备操作的建议步骤、图 3-17 和图 3-18。

要设定喷射循环：

1. 按 Status（状态）屏幕中的 **Direct Function（导引功能）** 屏幕键。显示 Direct Functions（导引功能）菜单（图 4-7）。
2. 选择 **Program Sparge（设定喷射）** 选项，然后按 **Enter**。出现 Programmed Sparge（已设定喷射）对话框（图 4-13）。

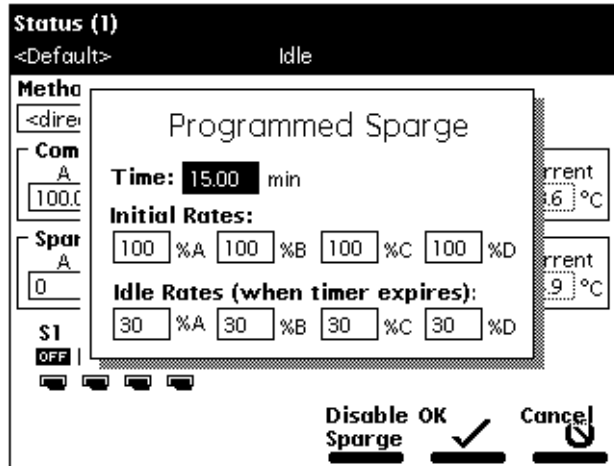


图 4-13 已设定喷射对话框

3. 在 Time（时间）字段中，输入运行初始喷射循环的时间，然后为各个溶剂容器输入以下参数的值：
 - 初始喷射循环率
 - 空闲喷射循环率

喷射循环率为 100% 时，喷射阀则一直处于打开状态；喷射循环率低于 100% 时，喷射阀则定期打开和关闭。

如果不想喷射容器，请按 **Disable Sparge（禁用喷射）** 屏幕键。

按 **OK (确定)** 屏幕键。计时器开始倒计时，喷射气体以初始喷射循环率流动。如果计时器超时，则空闲喷射循环率开始起作用。

4.4.5 平衡系统

为平衡 HPLC 系统，“分离单元”会使溶剂按在 Status（状态）屏幕中指定的初始条件或按在 Method（方法）字段中指定的分离方法流经系统（请参阅第 6 章，创建方法、样品组和样品模板）。此操作将冲洗任何曾以其它组分运行的样品和溶剂的流路，并为系统的下一次运行做好准备。

要平衡系统：

1. 按 **Menu/Status (菜单 / 状态)** 显示 Status（状态）屏幕（图 4-3）。
2. 在 Status（状态）屏幕中输入所需的初始条件，或在 Method（方法）字段中选择含有用于平衡的初始条件的分离方法。
3. 按 **Direct Function (导引功能)** 屏幕键。
4. 选择 **Equilibrate (平衡)**，然后按 **Enter**。出现 Equilibrate（平衡）对话框（图 4-14）。

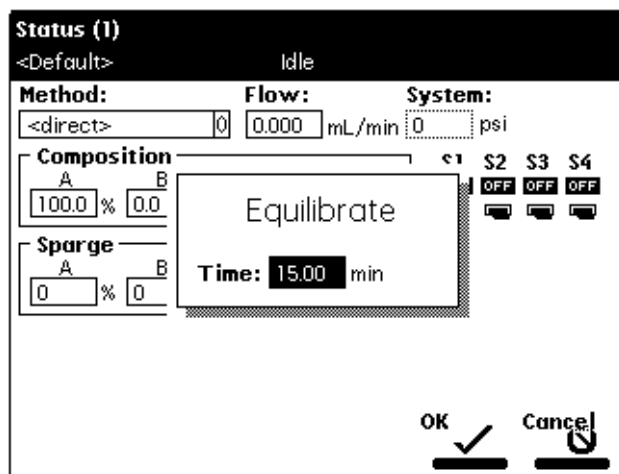


图 4-14 平衡对话框

5. 输入平衡系统所需的时间量。
6. 按 **OK (确定)** 屏幕键。“分离单元”开始进行平衡过程。平衡期限结束时，“分离单元”进入 Idle（空闲）状态。流量保持为 Status（状态）屏幕中 Flow（流量）字段的值。

4.4.6 调整色谱柱

调整色谱柱包括通过色谱柱来运行溶剂梯度，而无需进样或运行“事件”表。可选择含有梯度参数的分离方法（请参阅第6章，创建方法、样品组和样品模板），然后“分离单元”将运行该梯度方法。

注意：要运行定时事件而不进样样品，请从 Direct Functions（导引功能）菜单中选择 Inject Samples（样品进样）选项，然后输入零体积进样（请参阅第4.4.7节，样品进样）。

要调整色谱柱：

1. 按 **Menu/Status**（菜单/状态）显示 Status（状态）屏幕（图 4-3）。
2. 选择 **Method**（方法）字段，然后选择要用于调整色谱柱的分离方法。
3. 按 **Direct Function**（导引功能）屏幕键。
4. 选择 **Condition Column**（调整色谱柱），然后按 **Enter**。出现 Condition Column（调整色谱柱）对话框（图 4-15）。

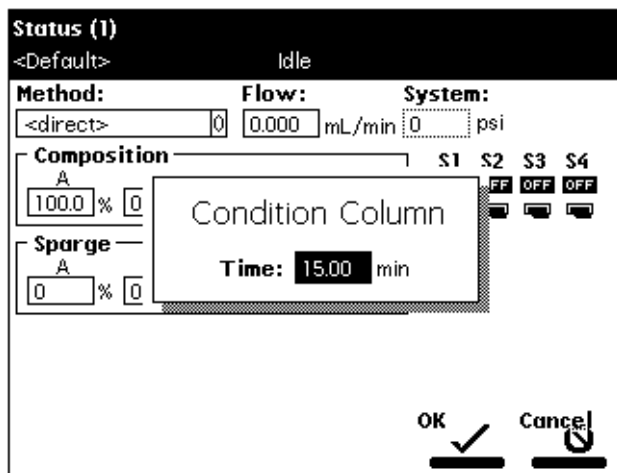


图 4-15 调整色谱柱对话框

5. 输入调整色谱柱的时间。该时间应等于或大于在所选的分离方法中定义的梯度的时间与任何重新平衡的时间之和。
6. 按 **OK**（确定）屏幕键。溶剂管理系统开始进行调整过程。

4.4.7 样品进样

使用小键盘，用户可以从一个或多个连续样品瓶进样一个或多个样品。“分离单元”使用 Status（状态）屏幕中显示的仪器条件。用户可通过在 Method（方法）字段中选择分离方法来使用梯度和定时事件。当前的分离方法显示在标题区。



注意：如果对 Status（状态）屏幕中显示的条件进行了更改，则 Method（方法）字段将更改为 <direct（导引）>，并且标题区中的分离方法名括在括号内 (<>)。当前的等度条件（无定时事件）用于进样。如果选择某个分离方法，则可从方法字段移除 <direct（导引）> 标签，并使用任何设定的梯度或定时事件。

要进样品：

1. 将准备好的样品瓶放入样品转盘。按第 4.2 节，加载样品瓶中所述，在样品室中插入样品转盘。
2. 关闭样品转盘门。如果门未关，“分离单元”将不执行进样。
3. 在 Status（状态）屏幕中输入所需的初始条件，或选择 **Method（方法）** 字段，然后选择含有用于执行进样的条件的分离方法。
4. 按 Status（状态）屏幕中的 **Direct Function（导引功能）** 屏幕键。显示 Direct Functions（导引功能）菜单（图 4-7）。
5. 选择 **Inject Samples（样品进样）** 选项，然后按 **Enter**。出现 Inject Samples（样品进样）对话框（图 4-16）。

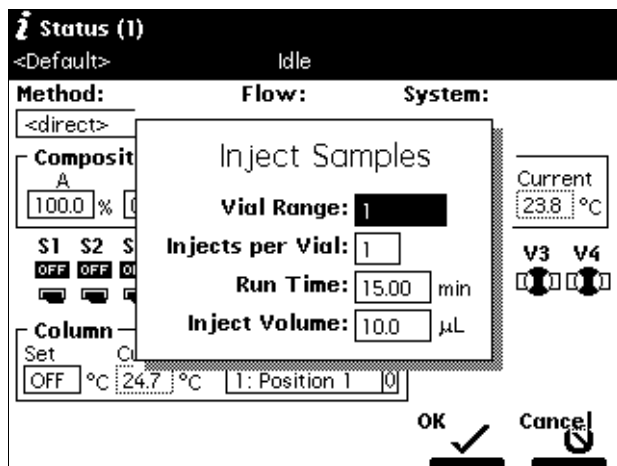


图 4-16 样品进样对话框

6. 输入样品瓶范围，包括进样的样品瓶起始位置。使用“.”键分隔输入的内容。例如，要从样品瓶 1 到 20 进样样品，则输入 **1.20**，然后按 **Enter**。
7. 输入每个样品瓶的进样数，然后按 **Enter**。
8. 输入运行时间，然后按 **Enter**。
9. 输入每个进样的体积，然后按 **OK（确定）** 屏幕键。开始按进样序列进行。

第 5 章

实现自动运行

本章介绍如何设置分离单元以在下列模式下实现自动运行：

- 系统控制器或无交互模式
- Millennium 色谱管理器控制模式
- MassLynx 控制模式

有关分离单元控制模式的详细信息，请参阅第 1.4 节，操作配置。

系统控制器或非交互模式

当 HPLC 系统在“系统控制器”或“非交互”模式下使用“Waters 2695 分离单元”时，用户可使用分离单元中所存储的样品组或样品模板来实现自动运行。第 6 章“创建方法、样品组和样品模板”将介绍如何创建和存储分离方法、样品组和样品模板。用户可从 Main（主）屏幕（图 5-1）中运行分离单元中所存储的现有样品组和样品模板。

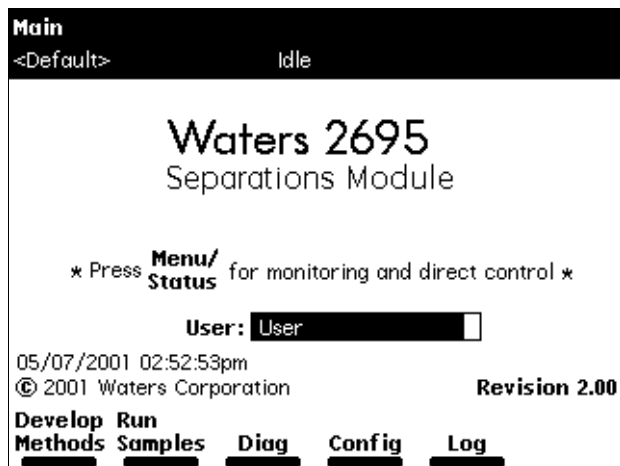


图 5-1 主屏幕

Millennium 色谱管理器控制模式

当由 Millennium 色谱管理器控制 HPLC 系统时，可使用 Millennium 色谱管理器中所存储的项目、仪器方法和样品组来实现自动运行。有关通过 Millennium 软件运行的详细信息，请参阅第 5.2 节，在 Millennium 控制下实现自动运行中所介绍的步骤。

MassLynx 控制模式

当由 Micromass MassLynx 软件控制 HPLC 系统时，可使用包含 LC 方法的样品处理列表来实现自动运行，LC 方法定义了分离单元的操作参数和检测器（非 MS 检测器）的操作参数。有关通过 MassLynx 软件运行的详细信息，请参阅第 5.3 节，在 Micromass MassLynx 控制下实现自动运行。

5.1 在独立工作模式下实现自动运行

图 5-2 给出了在独立配置（“系统控制器”或“非交互”模式）下设置及实现自动运行的步骤。

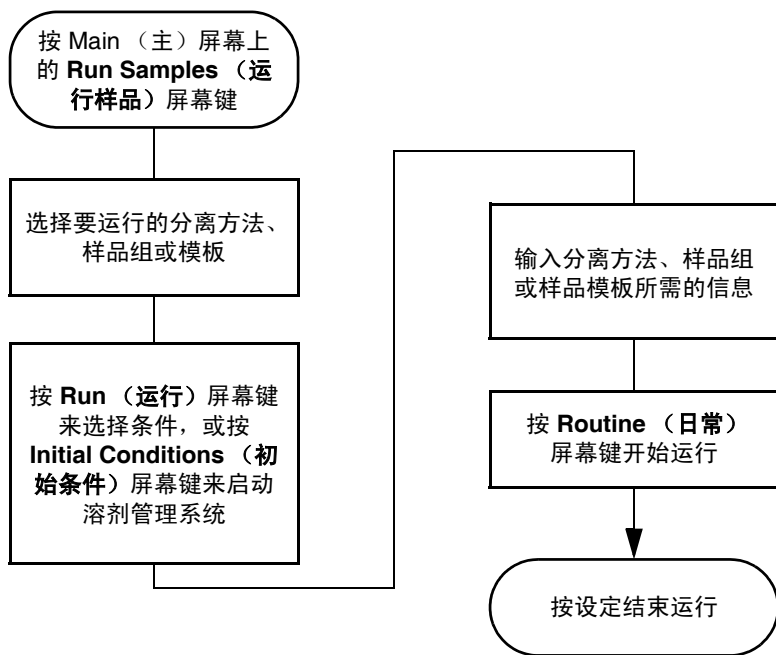


图 5-2 在独立工作模式下实现自动运行

从磁盘加载样品组

用户可将样品组、分离方法和模板从磁盘加载到分离单元中并运行它们。要加载存储在软盘上的分离方法、样品组或样品模板，请参阅第 6.5 节，使用磁盘驱动器。

5.1.1 运行样品组

在独立工作模式下运行样品组：

1. 按 Main（主）屏幕中的 **Run Samples（运行样品）** 屏幕键。将出现 Run Samples（运行样品）屏幕（图 5-3），该屏幕列出了所有可用的分离方法、样品组和样品模板。表 5-1 对 Run Samples（运行样品）屏幕中使用的图标进行了介绍。

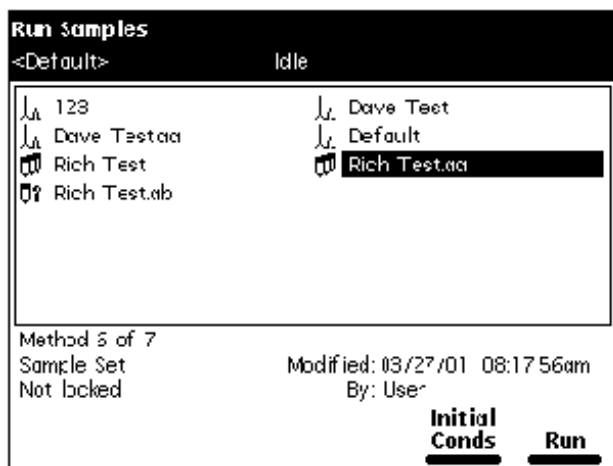


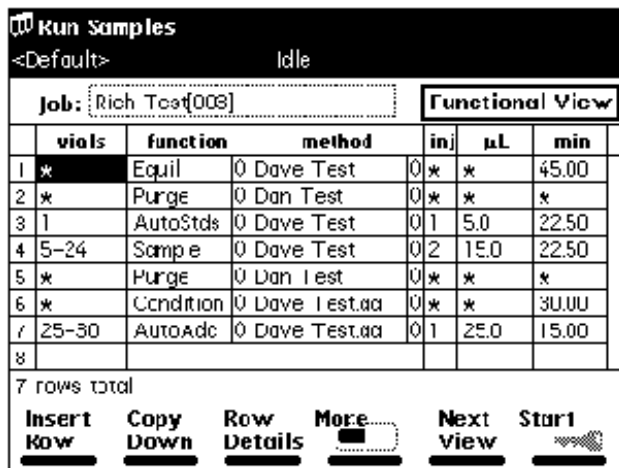
图 5-3 运行样品屏幕

表 5-1 运行样品屏幕中的图标

图标	说明
	分离方法
	样品组
	样品模板

2. 要执行所规定的任务，请选择要运行的样品组，然后按以下屏幕键之一：

- **Initial Conds (初始条件)** – 以初始条件（在样品组的第一行中指定）启动溶剂管理系统，并开始平衡样品加热器 / 冷却器和 / 或色谱柱加热器中的温度。系统平衡后，按 **Run (运行)** 屏幕键。
- **Run (运行)** – 显示选定的样品组表（要对其进行查看或编辑），如图 5-4 所示。必要时，请使用屏幕键来修改该表。



Run Samples		Idle		Functional View		
Job: Rich Test(003)						
viols	function	method	inj	µL	min	
1 *	Equil	0 Dave Test	0 *	*	45.00	
2 *	Purge	0 Dan Test	0 *	*	*	
3 1	AutoStds	0 Dave Test	0 1	5.0	22.50	
4 5-24	Sample	0 Dave Test	0 2	15.0	22.50	
5 *	Purge	0 Dan Test	0 *	*	*	
6 *	Condition	0 Dave Test.ac	0 *	*	30.00	
7 25-30	AutoAdc	0 Dave Test.ac	0 1	25.0	15.00	
8						

7 rows total

Insert Row **Copy Down** **Row Details** **More** **Next View** **Start**

图 5-4 运行样品屏幕 – 功能视图

- 按样品组中指定的位置，将样品瓶加载到样品转盘中（第 4.2 节，加载样品瓶）。
- 按 **Start**（开始）屏幕键。Run Samples（运行样品）屏幕将显示运行所需的溶剂列表（图 5-5）。检查是否已准备好具有指定溶剂的分离单元。

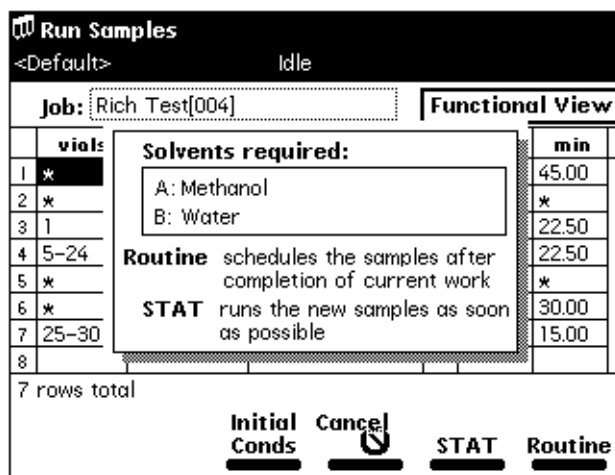


图 5-5 显示所需溶剂对话框的运行样品屏幕

- 按 **Routine**（日常）屏幕键，开始正常运行。要执行状态运行或修改正在进行的运行，请参阅第 5.1.4 节，运行期间修改样品组。

5.1.2 查看样品组

可使用下面介绍的三种视图来显示样品组表。要在视图间进行切换，请按 **Next View**（下一视图）屏幕键。

- **Functional View**（功能视图）– 每行显示样品组的一种功能（图 5-4）。该视图显示整个运行的完整概览，包括样品瓶范围和所有的链接行。
- **Injection View**（进样视图）– 每行显示样品组的一个进样（图 5-6）。按 **Injects Only**（仅进样）屏幕键，仅显示有进样的行。该列表直接与运行产生的色谱相对应。
- **Loading View**（加载视图）– 每行显示样品组的一个样品瓶（图 5-7）。此视图显示如何在样品转盘中加载样品。

Run Samples
 <Default> Idle

Sample Set: Rich Test[002] **Injection View**

	vial	function	method	μL	min
1	*	Equil	Dave Test	*	45.00
2	*	Purge	Dave Test	*	0.00
3	A1	Standard	Dave Test	10.0	22.50
4	A5	Sample	Dave Test	15.0	22.50
5	A5	Sample	Dave Test	15.0	22.50
6	*	Purge	Dave Test	*	0.00
7	A6	Sample	Dave Test	15.0	22.50
8	A6	Sample	Dave Test	15.0	22.50

70 rows total

Scroll **Injects Only** **Next View** **Start View**

图 5-6 样品组屏幕 – 进样视图

Run Samples
 <Default> Idle

Sample Set: Rich Test[002] **Loading View**

	vial	function	method	injs	total μL
1	A1	Standard	Dave Test	1	10.0
2	A5	Sample	Dave Test	2	30.0
3	A6	Sample	Dave Test	2	30.0
4	A7	Sample	Dave Test	2	30.0
5	A8	Sample	Dave Test	2	30.0
6	A9	Sample	Dave Test	2	30.0
7	A10	Sample	Dave Test	2	30.0
8	A11	Sample	Dave Test	2	30.0

27 rows total

Scroll **Next View** **Start View**

图 5-7 样品组屏幕 – 加载视图

5.1.3 从样品模板实现运行

可使用分离单元中所存储的样品模板在独立工作模式下执行自动运行。有关创建和存储样品模板的过程，请参阅第 6.4 节，创建样品模板。屏幕提示将逐步指导您来完成运行的准备工作。

在独立工作模式下运行样品模板：

1. 按 **Main**（主）屏幕中的 **Run Samples**（运行样品）屏幕键。出现 **Run Samples**（运行样品）屏幕（图 5-3）。
2. 选择要运行的样品模板，然后按 **Enter**。出现 **Setup**（安装）对话框（图 5-8）。

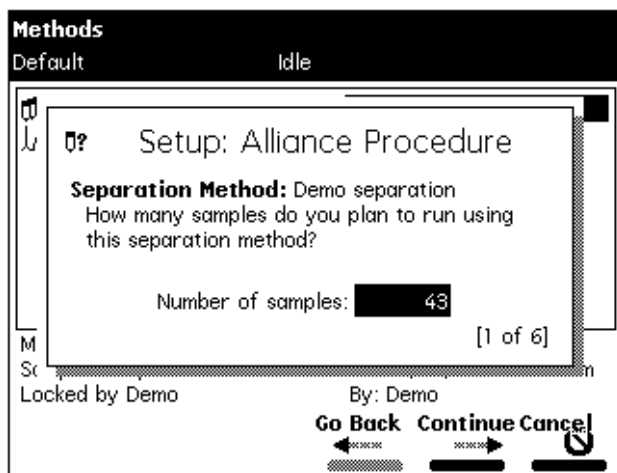


图 5-8 安装对话框

3. 输入要运行的样品数量，然后按 **Continue**（继续）屏幕键。
4. 输入第一个样品瓶的位置，然后按 **Continue**（继续）屏幕键。必须使用一个或多个样品转盘上的连续样品瓶。
5. 如果样品模板中包含多种分离方法，请重复步骤 3 和步骤 4。
6. 输入运行中标准样的数量，然后按 **Continue**（继续）屏幕键。
7. 输入第一个标准样品瓶的位置，然后按 **Continue**（继续）屏幕键。必须使用连续的标准样品瓶。
8. 确保对话框中列出的溶剂已灌注且在相应的入口管中，然后按 **Start**（开始）屏幕键。

5.1.4 运行期间修改样品组

在独立工作模式下运行时，可通过以下方式修改操作条件：

- 使用状态运行功能
- 编辑分离方法

执行状态运行

可使用状态运行功能来中断正在进行的运行，并于当前进样完成后执行一个或多个进样，然后继续执行计划中的运行。当运行使用相同溶剂和温度的分离方法时，执行状态运行非常有用。

运行样品组时执行状态运行：

1. 将样品加载到样品转盘中，然后将样品转盘放到样品室中。
2. 按 Main（主）屏幕中的 **Run Samples（运行样品）** 屏幕键。出现 Run Samples（运行样品）屏幕（图 5-3）。
3. 选择状态运行要使用的分离方法或样品组，然后按 **Run（运行）** 屏幕键。
4. 在该屏幕的相应字段中输入样品瓶在样品转盘上的位置及其它参数。
5. 按 **Start（开始）** 屏幕键。屏幕显示运行所需溶剂的列表，如图 5-5 所示。检查是否已准备好具有指定溶剂的分离单元。
6. 按 **Stat（状态）** 屏幕键。当前进样完成后，将立即开始状态运行。状态运行完成后，将恢复原始样品组。

编辑分离方法

可在运行样品组时修改分离方法。如果当前进样正在使用分离方法，则此当前进样将不会受所做更改的影响。在将该方法应用于使用该分离方法的所有后续进样前，必须首先保存对修改的分离方法所做的更改。使用第 6.1 节，创建和编辑分离方法中所述的步骤修改和保存分离方法。

5.1.5 停止运行

要停止正在进行的运行，请按 **Status**（状态）屏幕中的以下按键之一：

- **Stop Inject**（**停止进样**）（屏幕键）– 停止当前进样，并显示一个要求用户中止或恢复进样的对话框
- **Hold Inject**（**保持进样**）（屏幕键）– 完成当前功能、暂停操作后续功能并显示可中止或恢复样品组的屏幕键
- **Hold Gradient**（**保持梯度**）（屏幕键）– 保持当前梯度条件。用户可通过一个屏幕键来恢复梯度
- **Stop Flow**（**停止液流**）（位于小键盘上）– 停止溶剂流动、暂停操作当前功能并显示可中止或恢复功能的屏幕键

如果在分离方法、样品组或样品模板中指定的任意报警条件被设置为“停止功能”或“停止液流”且发生了报警条件，则会显示一个对话框，将报警条件通知给用户。此对话框中存在以下屏幕键：

- **Abort**（**中断**）– 取消当前功能
- **Resume**（**恢复**）– 恢复当前功能

5.2 在 Millennium 控制下实现自动运行

如果分离单元配置了 Millennium 色谱管理器控制（Millennium 2.xx 版本或 Millennium³²），则可通过 Millennium 软件中的“运行样品”来实现自动运行。当分离单元在 Millennium 控制下运行时，标题区中将出现“Remote（远程）”字样。按第 3.2.2 节，配置工作模式中所述内容配置分离单元的 Millennium 色谱管理器控制。

使用 Millennium 软件实现自动运行

要实现自动运行，请在 Millennium 工作站执行以下步骤：

1. 创建包含“Waters 2695 分离单元”的色谱系统：
 - 对于 2.xx 版本的 Millennium 软件，请创建一个包含 2695 溶剂管理和样品管理系统的系统（使用两个 IEEE-488 地址）。有关创建色谱系统的信息，请参阅 Millennium 文档。
 - 对于 Millennium³² 软件，请创建一个包含“Waters 2695 分离单元”的系统（使用一个 IEEE-488 地址）。有关创建色谱系统的信息，请参阅 Millennium 帮助。

注意：Millennium 2.xx 版本和 Millennium³² 3.2 版本及更早版本会将“2695 分离单元”识别为“2690 分离单元”。

2. 创建一个 Millennium 仪器方法，该仪器方法使用在步骤 1 中创建的系统。有关创建和 / 或修改仪器方法的信息，请参阅 Millennium 文档。

注意：Millennium 仪器方法中未明确设置的所有参数值都将自动采用分离单元中“缺省”分离方法中的值。

可对分离单元中的“缺省”分离方法进行编辑，以设置适合您应用的参数值。有关编辑现有方法的详细信息，请参阅第 6.1.2 节，编辑分离方法。

3. 创建一个方法组，该方法组使用在步骤 2 中创建的仪器方法。有关创建和 / 或修改方法组的信息，请参阅 Millennium 文档。
4. 使用在步骤 3 中创建的方法组运行样品。进入 Run Samples（运行样品）时，请使用在步骤 1 中创建的 HPLC 系统。有关使用“运行样品”的信息，请参阅 Millennium 文档。
5. 处理并打印从色谱运行采集的数据。有关开发处理方法的信息，请参阅 Millennium 文档。

实现 Millennium 控制的运行时的注意事项

注意：使用 Millennium 色谱管理器开始自动运行时，在分离单元中本地设定的所有正在运行的样品组或方法都将自动终止。

注意：当分离单元在 Millennium 软件控制下运行且按下 Run Samples（运行样品）中的 Abort（中断）时，分离单元将继续运行，直到完成当前功能为止（包括梯度和事件功能）。操作将继续，直到任何设定的自动关闭过程开始为止。

注意：只要 Millennium 色谱管理器工作站上未运行“运行样品”，即可从其前面板操作分离单元。



注意：当分离单元在 Millennium 软件控制下运行时，请不要编辑分离单元中的“缺省方法”。这样做可能会导致意外行为。

5.3 在 Micromass MassLynx 控制下实现自动运行

如果分离单元配置了 MassLynx 软件控制（3.5 版或更高版本），则可通过 MassLynx 软件实现自动运行。当分离单元在 MassLynx 控制下运行时，标题区中将出现“Remote（远程）”字样。按第 3.2.2 节，配置工作模式中所述内容配置分离单元的 Micromass MassLynx 控制。

使用 MassLynx 软件实现自动运行

要实现自动运行，请在 Micromass MassLynx 计算机上执行以下步骤：

1. 配置包含分离单元的 LC/MS 系统。有关配置入口系统的信息，请参阅“MassLynx 帮助”。
2. 从 Inlet Editor（入口编辑器）创建分离单元和检测器（非质谱仪）的 LC 方法。有关使用“入口编辑器”的信息，请参阅“MassLynx 帮助”。
3. 从 Inlet Editor（入口编辑器）采集单个样品。要采集多个样品，请从 MassLynx“顶层”屏幕创建一个样品处理列表。有关样品处理列表和采集的信息，请参阅“MassLynx 帮助”。
4. 处理并打印从色谱运行采集的数据。有关处理数据的信息，请参阅“MassLynx 帮助”。

只要 MassLynx 未运行，即可从其前面板操作分离单元。

第 6 章

创建方法、样品组和样品模板

第 5 章，实现自动运行，介绍如何在独立控制模式或远程控制模式下执行自动运行。

本章介绍如何创建和存储分离方法、样品组和样品模板（允许您在“分离单元”处于独立的“系统控制器”模式时使用自动运行）。用户最多可在“分离单元”的内存中存储 60 个方法。

注意：当存储的方法数量接近最大值 (60) 时，创建和保存方法的时间由几秒钟增加到超过 30 秒钟。当已存储 60 个方法时，将出现警告信息，指示已达到存储容量。

“分离单元”支持三种类型的、用于控制在独立工作模式下执行的自动运行的工具：

- 分离方法
- 样品组
- 样品模板

分离方法

“分离单元”使用并存储可自动运行分离方法的程序。分离方法由影响分离的基于时间的条件和非基于时间的条件组成，包括：

- 流动相组分和流量
- 样品温度
- 色谱柱温度
- I/O 参数

当您在 Alliance® 系统的另一个配置完全相同的“分离单元”中运行分离方法时，可重新生成相同的分离。

样品组

样品组将功能应用于分离方法。功能示例包括（进样）取样、清除、灌注和平衡。当您将功能与分离方法相结合时，所获得的样品组将告知“分离单元”如何执行、何时执行以及在何种条件下执行。您可在同一样品组中使用多种分离方法。

样品模板

样品模板允许您预先设定样品组，以使操作员仅需输入数字、样品位置和标准。然后，样品模板便可提示操作员为样品组装入和灌注适当的溶剂。与所有样品组一样，样品模板可使用多种分离方法。

样品模板对于使用标准操作过程的符合法规要求的实验室非常有用。高级人员可开发、设定和锁定样品模板，以防对样品模板进行任何未经授权的更改。在操作员按照屏幕指示准备好“分离单元”后，样品模板即可自动运行。

6.1 创建和编辑分离方法

您可使用 **Methods**（方法）屏幕和六个方法参数屏幕，来创建和编辑分离方法。从 **Methods**（方法）屏幕，您可：

- 创建新的分离方法
- 编辑现有分离方法
- 复制现有方法，然后进行编辑
- 锁定分离方法以防更改
- 创建样品模板

图 6-1 显示了使用“分离单元”前面板创建和编辑分离方法的步骤。如果 HPLC 系统由 Millennium 软件控制，请参阅 Millennium 文档以了解在 Millennium 色谱管理器中创建和编辑方法组的步骤。如果 HPLC 系统由 MassLynx 软件控制，请参阅“MassLynx 帮助”以了解使用 Inlet Editor（入口编辑器）创建 LC 方法的详细信息。

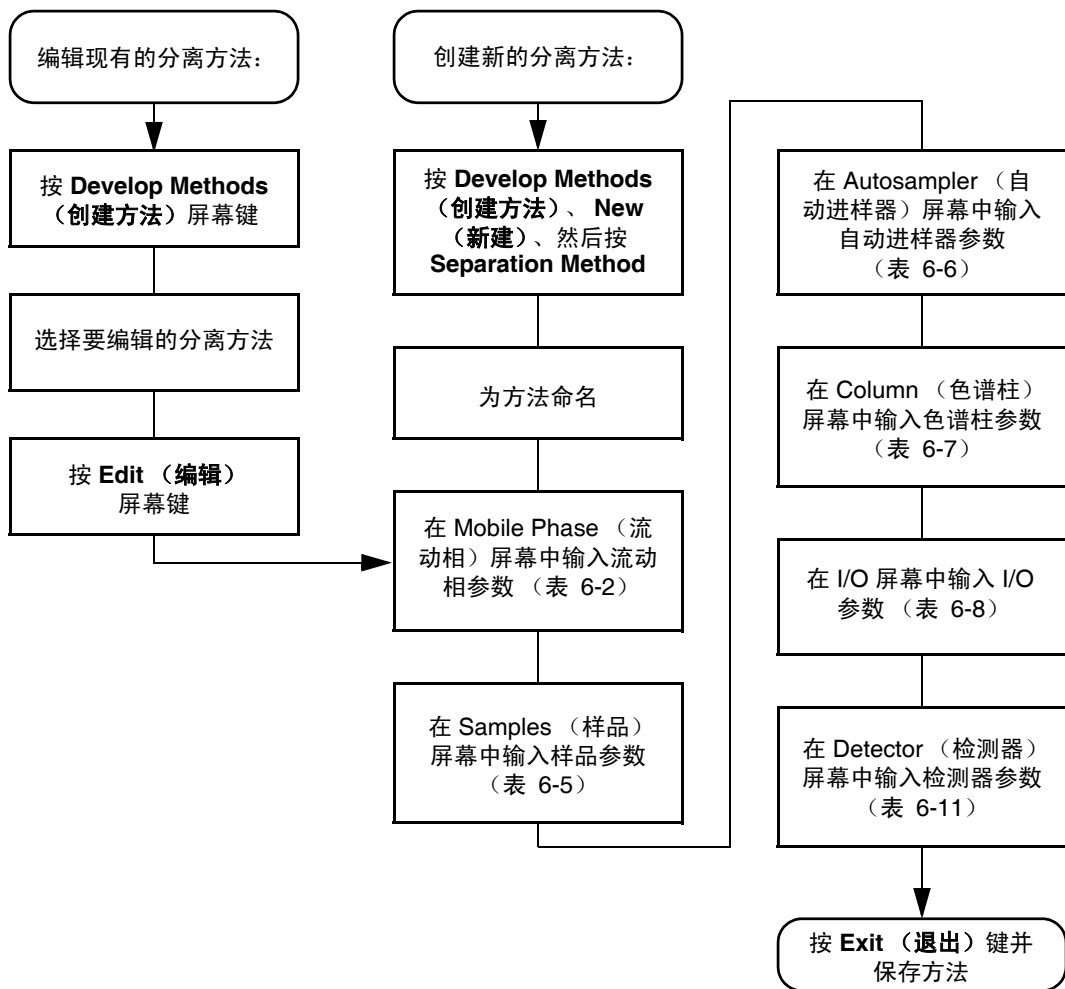


图 6-1 创建或编辑分离方法的步骤

6.1.1 创建分离方法

创建分离方法：

1. 在 Main（主）屏幕中，按 **Develop Methods**（创建方法）屏幕键。Methods（方法）屏幕（图 6-2）即会出现并显示以下内容：
 - 方法类型（分离方法、样品组、样品模板）
 - 方法的最后修改日期和修改者
 - 方法处于锁定状态，还是解锁状态

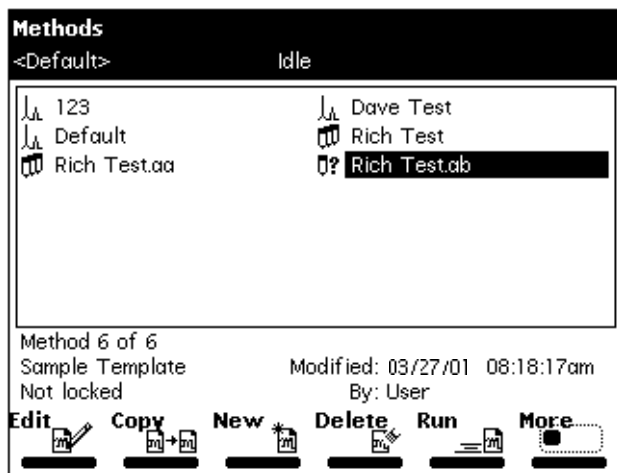


图 6-2 方法屏幕

2. 按 **New**（新建）屏幕键。
3. 按 **Separation Method**（分离方法）屏幕键。
4. 输入方法名称，然后按 **Enter**。Mobile Phase（流动相）屏幕即会出现。必要时，请参阅第 3.1.2 节，使用小键盘。
5. 在 Mobile Phase（流动相）屏幕及其它五个屏幕中输入所有可适用的参数值（如果适用）。按 **Next**（下一屏）或 **Previous**（上一屏）屏幕键以在其它参数屏幕中滚动。有关详细信息，请参阅第 6.2 节，设置分离方法参数。
6. 要保存方法，请按 **Exit**（退出），然后按 **Yes**（是）屏幕键。

6.1.2 编辑分离方法

编辑现有的分离方法：

1. 在 Main（主）屏幕中，按 **Develop Methods（创建方法）** 屏幕键。Methods（方法）屏幕即会出现。
2. 选择要编辑的分离方法。如果分离方法被锁定，Edit（编辑）屏幕键将会变灰并在名称旁出现一个锁定图标。要解锁已锁定的分离方法，请参阅第 6.1.4 节，锁定和解锁分离方法。
3. 按 **Edit（编辑）** 屏幕键。
4. 在相应的屏幕中输入新的参数值。有关详细信息，请参阅第 6.2 节，设置分离方法参数。
5. 要保存方法，请按 **Exit（退出）**，然后按 **Yes（是）** 屏幕键。

6.1.3 复制和编辑分离方法

复制和编辑现有的分离方法，使原始方法保持不变：

1. 在 Main（主）屏幕中，按 **Develop Methods（创建方法）** 屏幕键。Methods（方法）屏幕即会出现。
2. 选择要复制的分离方法。
3. 按 **Copy（复制）** 屏幕键。
4. 在出现的对话框中输入新方法名称，然后按 **Enter**。

注意：“分离单元”即会自动添加相应的方法扩展名。

5. 在相应的屏幕中输入新的参数值。有关详细信息，请参阅第 6.2 节，设置分离方法参数。
6. 要保存方法，请按 **Exit（退出）**，然后按 **Yes（是）** 屏幕键。

6.1.4 锁定和解锁分离方法

要防止更改分离方法，您可将该方法锁定。锁定分离方法：

1. 在 Main（主）屏幕中，按 **Develop Methods（创建方法）** 屏幕键。Methods（方法）屏幕即会出现。
2. 选择要锁定的方法，然后按 **Lock（锁定）** 屏幕键。
3. 在出现的对话框中输入关键字，然后按 **Enter**。最多可输入 30 个字母数字字符。方法被锁定，且在解锁之前不可对其进行更改、删除或重命名。必要时，请参阅第 3.1.2 节，使用小键盘。
4. 记录关键字并将其保存在安全的位置。

解锁当前方法：

1. 在 Main（主）屏幕中，按 **Develop Methods（创建方法）** 屏幕键。Methods（方法）屏幕即会出现。
2. 选择要解锁的方法，然后按 **Unlock（解锁）** 屏幕键。
3. 在出现的对话框中输入关键字，然后按 **Enter**。方法即会被解锁。

6.2 设置分离方法参数

您可在六个不同的屏幕中输入分离方法参数，这些屏幕的排列顺序如表 6-1 所示。表 6-1 中“参考文献”栏内引用的本手册的章节，对这些屏幕中的每一个屏幕都进行了描述。

表 6-1 分离方法参数屏幕

屏幕名称	参考文献
Mobile Phase（流动相）	第 6.2.1 节，设置流动相屏幕参数值
Sample（样品）	第 6.2.2 节，设置样品参数值
Autosampler（自动进样器）	第 6.2.3 节，设置自动进样器参数值
Column（色谱柱）	第 6.2.4 节，设置色谱柱参数值
I/O	第 6.2.5 节，设置 I/O 参数值
Detectors（检测器）	第 6.2.6 节，设置检测器参数

6.2.1 设置流动相屏幕参数值

在选择要编辑的分离方法后，即会出现 Mobile Phase（流动相）屏幕（图 6-3）。按 **Next**（下一屏）或 **Previous**（上一屏）屏幕键以在六个方法参数屏幕中滚动。Next（下一屏）和 Previous（上一屏）屏幕键之间的图标显示了您在六个屏幕序列中所处的位置。按 **Exit**（退出）可返回到 Methods（方法）屏幕。会出现一个对话框，提示您保存对分离方法所进行的更改。

在 Mobile Phase（流动相）屏幕输入参数：

1. 按 **Next**（下一屏）或 **Prev**（上一屏）屏幕键（如果必要的话）以显示 Mobile Phase（流动相）屏幕（图 6-3）。

The screenshot shows the 'Mobile Phase' screen for a method named 'Dave Test'. The screen is divided into several sections:

- Initial Flow:** 1.000 mL/min
- Initial Composition:** Four fields for components A, B, C, and D, each with a percentage and a volume field. A is 100.0% and 0.0, B is 0.0% and 0.0, C is 0.0% and 0.0, and D is 0.0% and 0.0.
- Alarms:** Min: Disable 0 100 psi; Max: Disable 0 5000 psi; Bubble detect: Disable 0.
- Flow Ramp:** Accelerate to 10.0 mL/min in: 2.00 min (5.0 mL/min/min).
- Isocratic separation:** A section with a checkmark icon.
- Navigation:** Gradient Degas, Labels, Other Params, Prev, and Next buttons. A central indicator shows '1' out of '6' screens.

图 6-3 流动相屏幕

2. 在字段中输入值（如果合适的话）。表 6-2 描述了 Mobile Phase（流动相）屏幕中的字段和屏幕键。

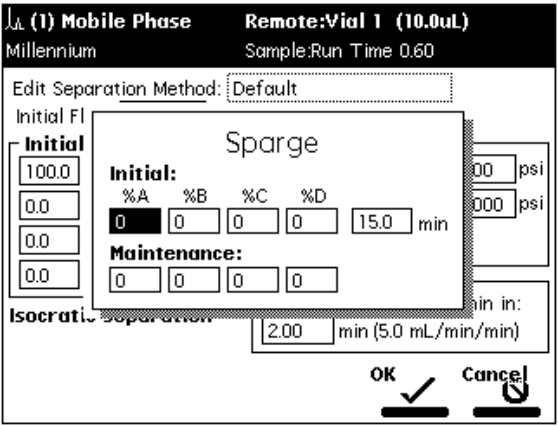
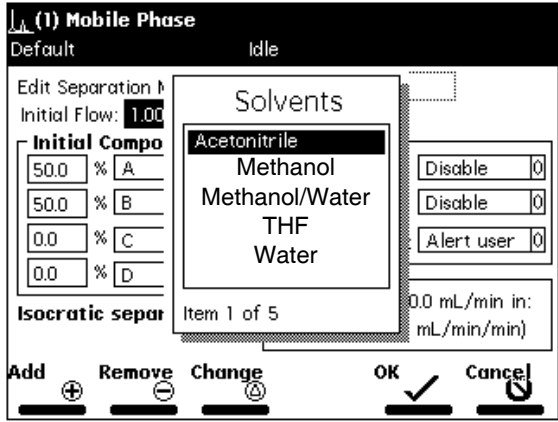
表 6-2 流动相屏幕参数

参数	功能	值范围
Initial Flow (初始流量)	指定方法的初始流量。对于等度操作，这是整个分离过程的流量。	0.000 和 0.010 到 10.000，增量为 0.001 毫升 / 分。
Initial Composition (初始组分)	指定洗脱液的初始组分。四个字段之和必须等于 100%。（可使用 Labels（标签）屏幕键输入溶剂名称。）	0 到 100.0，增量为 0.1%。

表 6-2 流动相屏幕参数 (续)

参数	功能	值范围
Alarms: Min (警报: 最小)	指定系统压力 (以 psia、巴和 kPa 为单位进行设置); 如果低于该压力, 则会执行 (在附近框中选择的) 警报条件。要启用对 “压力” 字段的访问, 请将警报参数设置为 “禁用” 以外的任何值。	0 到 4500 (增量为 1 psi)、0 到 310 巴 (增量为 1 巴) 或 0 到 31025 kPa (增量为 1 kPa)。 请参阅以下的 “警报” 讨论。
Alarms: Max (警报: 最大)	指定系统压力 (以 psia 或巴为单位进行设置); 如果高于该压力, 则会执行 (在附近框中选择的) 警报条件。该参数用于检测方法条件问题并防止色谱柱出现压力上升的情况。	0 到 5000 (增量为 1 psi)、0 到 344 巴 (增量为 1 巴) 或 0 到 34473 kPa (增量为 1 kPa)。 请参阅以下的 “警报” 讨论。
Alarms: Bubble Detect (警报: 气泡检测)	指定溶剂管理系统在流路中检测到气泡时所发生的响应。	请参阅以下的 “警报” 讨论。
Flow Ramp (流量变化率)	指定溶剂输送系统达到最大系统流量所需的时间 (分钟)。这将限制流量的变化率, 以避免色谱柱在压力突然改变时可能会受到损坏。 注意: 该流量变化率用于分离方法的所有应用程序, 并忽略在梯度表中定义的任何流量的基于时间的变化。	0 到 30 分钟, 增量为 0.01 分钟。
Gradient (梯度) (屏幕键)	显示 Gradient Table (梯度表) 屏幕, 利用该屏幕您可创建梯度表。	请参阅以下的 “设置梯度表参数值” 讨论。
Degas (脱气) (屏幕键, 用于配备了在线真空脱气器的装置)	显示 Degasser (脱气器) 屏幕, 利用该屏幕您可设置 “脱气器模式”。请参阅第 3.3.2 节, 脱气溶剂。 脱气器出现错误时: 指定在检测到在线真空脱气器故障时发生警报响应。在线脱气器在出现任何故障时都会被禁用, 而不管您所选择的警报设置如何。Waters 建议您启用 “停止功能” 或 “停止液流” 警报设置。	Off (关) On (开) 请参阅以下的 “警报” 讨论。

表 6-2 流动相屏幕参数 (续)

参数	功能	值范围
Spurge Rate (喷射速率) (屏幕键, 用于配备了喷射阀的装置)	显示 Spurge (喷射) 对话框, 利用该对话框您可为每一个容器设置初始和维护喷射速率以及以初始喷射速率喷射所需的时间。	
Labels (标签) (屏幕键)	显示 Solvents (溶剂) 对话框, 利用该对话框您可添加、删除或更改方法中使用的溶剂名称。使用 Add (添加)、Remove (删除) 和 Change (更改) 屏幕键可编辑溶剂列表。 注意: A、B、C 和 D 是用户输入的无效溶剂名称。	
Other Params (其它参数) (屏幕键)	“首选的单个输送体积” 字段设置了每个活塞行程输送的溶剂体积。您可覆盖默认的单个输送体积, 但不可超过屏幕上显示的、每个输送体积设置的流量限制。请参阅第 1.2 节中的 “首选柱塞单次输送体积” 讨论。 “柱塞密封清洗” 期间可设置连续柱塞密封清洗泵循环间的时间间隔。	130 μ L - 缺省 100 μ L 50 μ L 25 μ L Off (关), 0.50 到 10.00, 增量为 0.01 分钟

警报

“分离单元”保存操作期间出现的所有已启用错误的日志。每个错误都可产生多种响应，如表 6-3 所示。

表 6-3 警报响应

警报响应	功能
禁用	所有警报响应报告都被禁用。
静静地记录	错误被输入到错误日志而不向操作员发出警报。
向用户发出警报	错误被输入到错误日志并通过对话框向操作员发出警报。
停止功能	错误被输入到错误日志，利用对话框向操作员发出警报，并在当前功能结束时暂停操作。可通过按相应的屏幕键，中断或恢复样品组的操作。
停止液流	错误被输入到错误日志，利用对话框中向操作员发出警报，当前功能暂停，且溶剂流动停止。

设置梯度表参数值

“梯度”表允许您在运行过程中对流动相的组分进行基于时间的更改。“梯度”表中最多可设定 25 个行。

在“梯度”表中设置参数：

1. 在 Mobile Phase（流动相）屏幕中按 **Gradient（梯度）** 屏幕键，可显示 Gradient（梯度）屏幕（图 6-4）。

Gradient							
<Default> Idle							
Edit Separation Method: Dave Test						(modified)	
	time	flow	%A	%B	%C	%D	curve
1	INIT	1.000	100.0	0.0	0.0	0.0	
2	2.00	1.000	55.0	45.0	0.0	0.0	1 0
3	15.00	2.500	45.0	40.0	15.0	0.0	/ 6 0
4							
5							
6							
7							
8							
3 Rows Total							
Over-view	Insert Row	Delete Row	Sort by Time	Copy Down	More		

图 6-4 梯度屏幕

- 视情况在“梯度”表中输入值。表 6-4 描述了“梯度”表中的参数。
- 按 **Exit (退出)** 可保存“梯度”表，并返回到 Mobile Phase (流动相) 屏幕。

表 6-4 梯度表参数

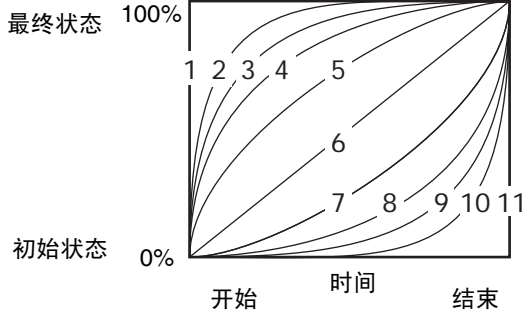
参数	功能	值范围
Time (时间)	指定要发生更改的运行开始后的时间。(只有该表的首行允许 INIT (初始值)。)	INIT (初始值), 0.00 到 999.99, 增量为 0.01 分钟。
Flow (流量)	设置溶剂输送系统的流量。	0.000 和 0.010 到 10.000, 增量为 0.001 毫升/分。
%A、%B、%C、%D	设置流动相中每种溶剂的比例。这四个字段的和必须等于 100%。	0 到 100, 增量为 0.1%。
Curve (曲线)	<p>将溶剂变化率设置为新的比例和/或流量。右图显示了每个值的曲线形状。</p> 	
	<p>从外形列表中选择所需的梯度曲线，或通过按相应的数字键选择曲线编号。按“0”选择曲线 10，按“.”选择曲线 11。</p>	
Overview (概述) (屏幕键)	显示了“梯度”表、“检测器”表和“定时事件”表中事件的摘要 (按时间排序)。	不适用
Insert Row (插入行) (屏幕键)	在当前行上方插入行。	不适用
Delete Row (删除行) (屏幕键)	删除当前行。	不适用
Sort by Time (按时间排序) (屏幕键)	按时间对行进行排序。	不适用

表 6-4 梯度表参数 (续)

参数	功能	值范围
Copy Down (向下复制) (屏幕键)	将当前表格单元格的内容复制到列中的后续单元格。	不适用
Reset Table (重设表格) (屏幕键)	清除表格。	不适用
Print (打印) (屏幕键)	打印“梯度”表。	不适用

6.2.2 设置样品参数值

在 Sample (样品) 屏幕中输入参数:

1. 按 **Next** (下一屏) 或 **Prev** (上一屏) 屏幕键 (如果适用), 以显示 Sample (样品) 屏幕 (图 6-5)。

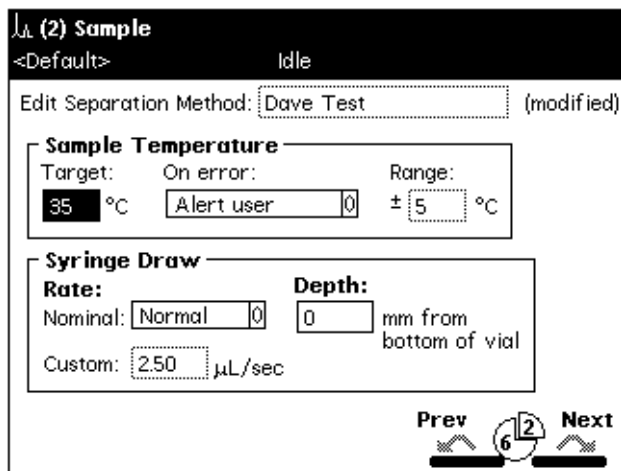


图 6-5 样品屏幕

2. 在 Sample（样品）屏幕参数字段中输入或选择值（如果适用）。表 6-5 描述了 Sample（样品）屏幕中的参数。

表 6-5 样品参数

参数	功能	值范围
Sample Temperature (样品温度) Target (目标)	指定样品加热器 / 冷却器的温度（如果已安装）。关闭加热器 / 冷却器，按 Clear（清除） 键。	Ambient（环境）， 4 到 40 °C，增量为 1 °C。
Sample Temperature (样品温度) Range (范围) Sample Temperature (样品温度) On error (错误时)	指定样品温度的最大容许偏差。如果温度偏差超出范围，则会触发相邻框中选定的警报条件。 指定在运行过程中样品室温度超出指定范围时发生的响应。	±10 °C，增量为 ±1 °C。 请参阅表 6-3。
Syringe Draw Rate (注射器吸取速度) Custom (自定义)	选择三个预设的注射器吸取速度中的任何一个以适应粘性样品。该速度将随着所安装的注射器的大小而有所变化。 指定用户输入的自定义吸取速度值。	Fast (快) (5.0 μL/秒) ^a Normal (正常) (2.5 uL/秒) Slow (慢) (1.0 uL/秒) Custom (自定义) (1.00 到 5.00, 增量为 0.01 μL/秒)。
Sample Draw Depth (样品吸取深度) ^b	调整针尖深度以适应沉淀样品或非标准样品瓶。0 值与样品瓶底部对应。 ^b	0 到 20, 增量 ^b 为 1 mm。

- a. 这些吸取速度用于 250 μL 注射器。此值会自动更改以反映在 Configuration（配置）屏幕中输入的注射器大小。
- b. 关于与“分离单元”样品瓶和“小容量插入物”一起使用的样品吸取深度列表，请参阅第 B.4 节，样品瓶和小容量插入物。

6.2.3 设置自动进样器参数值

在 Autosampler（自动进样器）屏幕中输入参数：

1. 按 **Next**（下一屏）或 **Prev**（上一屏）屏幕键（如果适用），以显示 Autosampler（自动进样器）屏幕（图 6-6）。

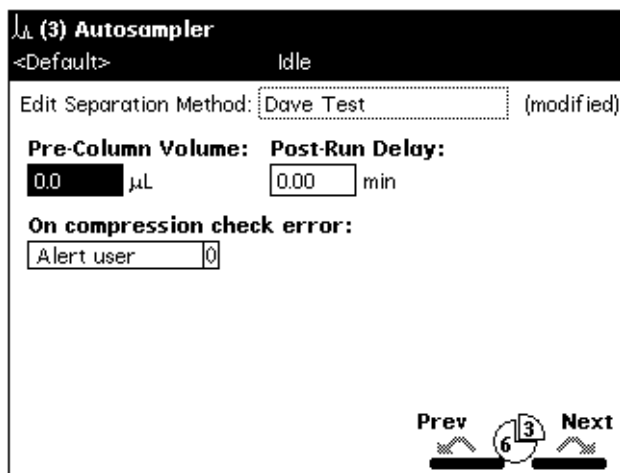


图 6-6 自动进样器屏幕

2. 视情况在 Autosampler（自动进样器）屏幕中输入值。表 6-6 描述了 Autosampler（自动进样器）屏幕中的参数。

表 6-6 自动进样器参数

参数	功能	值范围
Pre-column volume (柱前体积)	样品管理系统在进样前启动梯度并传送此体积。在从延迟体积小于“分离单元”延迟体积的系统中传送方法时，请使用此参数。对于窄色谱柱或微孔色谱柱，此参数也可用于减小“分离单元”的延迟体积，因为样品被固定在样品定量环（如果需要的话）直到梯度前面到达样品定量环。	0.0 到 10000.0 增量为 0.1 µL。
Post Run Delay (后运行延迟)	提供数据系统处理运行数据所需的时间。在延迟过程中，“分离单元”将下一个样品吸收到定量环中，但并不执行进样。	0 到 999.99 增量为 0.01 分钟。

表 6-6 自动进样器参数（续）

参数	功能	值范围
On Compression Check Error（压缩检查错误）	在运行指定自动压缩检查的样品组或样品模板过程中，压缩检查失败时所发生的响应。	请参阅表 6-3。

6.2.4 设置色谱柱参数值

在 Column（色谱柱）屏幕中输入参数：

- 按 **Next**（下一屏）或 **Prev**（上一屏）屏幕键（如果适用），以显示 Column（色谱柱）屏幕（图 6-7）。

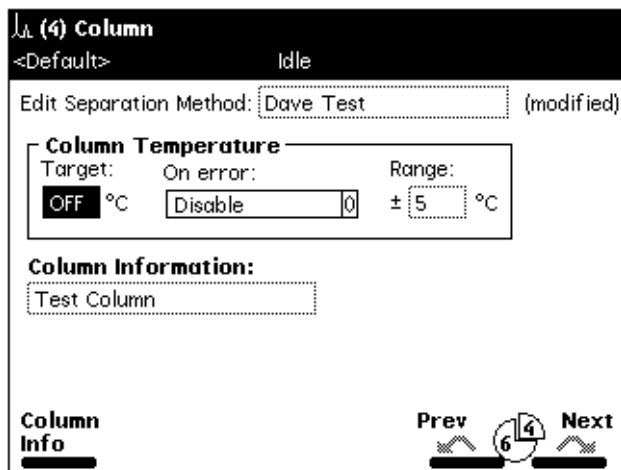


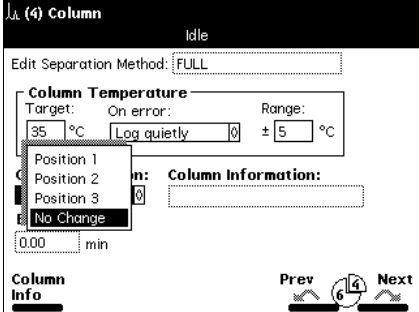
图 6-7 色谱柱屏幕

- 视情况在 Column（色谱柱）屏幕中输入值。表 6-7 描述了 Column（色谱柱）屏幕中的参数。

表 6-7 色谱柱参数

参数	功能	值范围
Column Temperature Target（色谱柱温度目标）	设置色谱柱加热器的温度（如果已安装）。要关闭色谱柱加热器，请按 Clear （清除）键。	20 °C（环境温度 + 5 °C）到 60，增量为 1 °C。
On error（错误时）	色谱柱温度超出指定范围时发生的响应。	请参阅表 6-3。

表 6-7 色谱柱参数 (续)

参数	功能	值范围
Column Temperature Range (色谱柱温度范围)	设置色谱柱温度的最大容许偏差。如果温度变化超出范围,则会触发相邻框中选定的警报条件。	$\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$, 增量为 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
Column Selection (色谱柱选择) 3 个色谱柱阀	<p>如果已安装色谱柱选择阀,请选择色谱柱位置。下面的“下拉”列表框示例显示了 3 个色谱柱阀的选择项。</p>  <p>注意: 当您链接样品组中的方法且不想更改先前方法中的色谱柱时,请选择 No Change (不更改)。</p>	Position 1 (位置 1) 到 Position 3 (位置 3), 或 No Change (不更改)
Column Information (色谱柱信息)	显示您使用 Column Info (色谱柱信息) 屏幕键输入的色谱柱信息。	不适用
Column Info (色谱柱信息) (屏幕键)	允许您输入或修改色谱柱信息字段。	30 个字符。

6.2.5 设置 I/O 参数值

当您要使用模拟信号将“分离单元”的状态告知其它仪器时，您可设置 I/O 参数值。例如，您可以：

- 通知检测器进样已开始
- 打开溶剂容器中的加热板或搅拌棒
- 通知第三方数据系统或积分器事件已发生
- 激活切换阀
- 发出蜂鸣声

您也可选择通过 Chart Out（图形输出）端子发出的系统参数信号。

在 I/O 屏幕中输入参数：

1. 按 **Next**（下一屏）或 **Prev**（上一屏）屏幕键以显示 I/O 屏幕（图 6-8）。

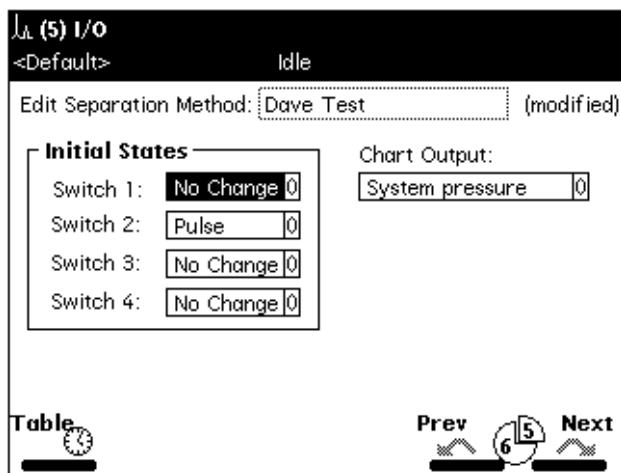


图 6-8 I/O 屏幕

2. 视情况在 I/O 屏幕中输入值。表 6-8 描述了 I/O 屏幕中的参数。

表 6-8 I/O 参数

参数	功能	值范围
Initial States (初始状态)	定义切换四个事件中每一个事件的初始条件。在每次进样循环开始时，每个切换都会返回到在此参数中定义的状态。	On (开) Off (关) Toggle (切换) ^a Pulse (脉冲) ^b No Change (不更改)
Chart Output (图形输出)	定义在“分离单元”后面板的 Chart Out (图形输出) 端子上发出的信号。	Flow Rate (流量) System Pressure (系统压力) Sample Loop Pressure (样品定量环压力) %A、%B、%C、%D Column Temp (柱温) Sample Temp (样品温度) Degasser Vacuum (真空脱气器) Primary Head Pressure (初级顶部压力)
Timed Table (时间表) (屏幕键)	显示“I/O 事件”表。	请参阅以下的“编辑 I/O 表”讨论。

a. 切换是对状态进行一次更改。

b. 脉冲是单一脉冲，其宽度在“I/O 事件”表格的 Param (参数) 列中定义。

编辑 I/O 事件表

“I/O 事件”表 (图 6-9) 允许您为运行过程中发生的以下事件设置时间：

- 更改事件开关状态
- 更改喷射速度
- 设置色谱柱温度
- 设置样品室温度
- 警报

“I/O 事件”表中最多可设定 25 个行。

在“I/O 事件”表中输入事件：

1. 按 I/O 屏幕中的 **Table**（表）屏幕键。即会出现“I/O 事件”表（图 6-9）。

I/O Events				
<Default>		Idle		
Edit Separation Method: <input type="text" value="Dave Test"/> (modified)				
	time	event type	action	param
1	0.00	Switch 1	Off	0
2	5.50	Switch 1	Toggle	0
3	10.00	Alert		
4	12.00	Set Temperature	Column	25
5				
6				
7				
8				

4 Rows Total

图 6-9 I/O 事件表

2. 视情况在“I/O 事件”表中输入值。表 6-9 描述了“I/O 事件”表中的参数。表 6-10 列出您可在“I/O 事件”表的 Action（操作）字段中使用的参数。
3. 按 **Exit**（退出）以返回 I/O 屏幕。

表 6-9 I/O 事件表参数

参数	功能	值范围
Time（时间）	确定要发生更改的运行开始后的时间。按 Clear （清除）屏幕键以选择 INIT（初始值）。INIT（初始值）行中的条件适用于以下情况：系统对方法进行初始化，应在 0.00 这一时刻发生的事件在进样时立即发生。	INIT（初始值），0.00 到 999.99，增量为 0.01 分钟
Event type（事件类型）	设置要发生的事件的类型。	Switches 1 through 4（切换 1 到 4） Set Sparge（设置喷射） Set Temp（设置温度） Alert（警报）
Action（操作）	选择操作以执行指定事件。	请参阅表 6-10
Parameter（参数）	选择操作的值。	请参阅表 6-10

表 6-10 操作参数

事件类型	操作	值范围（参数列）
Switches 1 to 4 (切换 1 到 4)	On (开) Off (关) Toggle (切换) ^a Pulse (脉冲) ^b No Change (不更改)	0.01 到 10.00, 增量为 0.01 分钟 (仅脉冲)
Set Sparge (设置喷射) (如果已安装)	A B C D All (全部)	0 到 100%, 增量为 1%
Set Temperature (设置温度) (如果已安装色谱 柱加热器或样品加 热器 / 冷却器)	样品 色谱柱	4 到 40 °C, 增量为 1 °C 20 °C (环境温度 + 5 °C) 到 60, 增 量为 1 °C
Alert (警报)	无操作	不适用

a. 更改切换状态（从打开到关闭，或从关闭到打开）。

b. 脉冲是单一脉冲，其宽度在“I/O 事件”表格的参数列中定义。

6.2.6 设置检测器参数

您可使用“分离单元”在独立工作模式下控制一个 Waters 2410 或 410 示差折光检测器和最多两个 UV/Vis 检测器通道（Waters 2487 或 Waters 486 检测器）。使用 IEEE-488 接口总线将“分离单元”连接到检测器。要进行与上述检测器及其它检测器的 I/O 连接，请参阅第 2.7.1 节，I/O 信号连接。

在 Detectors（检测器）屏幕中输入参数：

1. 按 **Next**（下一屏）或 **Prev**（上一屏）屏幕键以显示 Detectors（检测器）屏幕（图 6-10）。

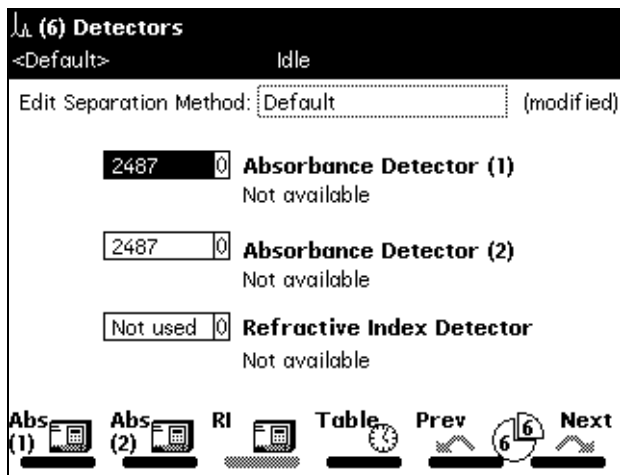


图 6-10 检测器屏幕

2. 使用向上 / 向下箭头键以选择适当的检测器（例如吸光度检测器 2），然后按 **Enter** 以显示所选的检测器。
3. 使用向上 / 向下箭头以突出显示您的选择（图 6-11），然后按 **Enter** 以接受您的选择。表 6-11 描述了 Detectors（检测器）屏幕中的选择项。

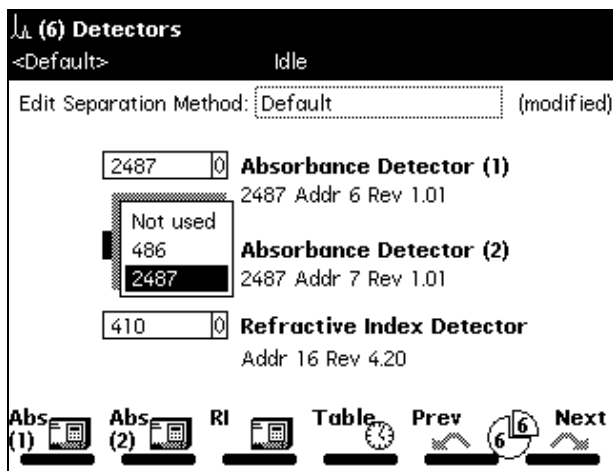


图 6-11 检测器选择示例

表 6-11 检测器选择

参数	功能	选择项
Absorbance Detector (1) (吸光度检测器 (1))	启用 Waters 2487 或 486 UV/Vis 检测器通道。	2487、486 或 Not used (未用)
Absorbance Detector (2) (吸光度检测器 (2))	启用另一个 Waters 2487 或 486 UV/Vis 检测器通道。	2487、486 或 Not used (未用)
Refractive Index Detector 410 (示差折光检测器 410)	启用 Waters 2410 或 410 示差折光检测器。	410 或 Not used (未用)
Absorbance (1) (吸光度 (1)) (屏幕键)	显示 2487 或 486 TUV 屏幕 (图 6-13)。	请参阅表 6-14
Absorbance (2) (吸光度 (2)) (屏幕键)	显示第二个 2487 或第二个 486 TUV 屏幕 (图 6-13)。	请参阅表 6-14
RI (屏幕键)	显示 2410/410 RI 屏幕 (图 6-14)。	请参阅表 6-13
Table (表格) (屏幕键)	显示“检测器”表 (图 6-15)。	请参阅表 6-15

4. 要输入 Waters 检测器的控制参数，请参阅以下的“设置吸光度参数”和“设置 RI 参数”讨论。

设置吸光度参数

输入 2487 或 486 UV/Vis 检测器的控制参数：

1. 按 **Abs (1)** (吸光度 (1)) 或 **Abs (2)** (吸光度 (2)) 屏幕键以显示相应的吸光度检测器屏幕。图 6-12 显示 Waters 2487 检测器的屏幕；图 6-13 显示 Waters 486 检测器的屏幕。
2. 根据需要输入检测器参数。表 6-12 列出 Waters 2487 检测器的参数；表 6-14 列出 Waters 486 检测器的参数。
3. 按 **OK (确定)** 屏幕键以接受您的设置。
4. 有关设定检测器事件的步骤，请参阅本章中的“编辑检测器表”讨论。

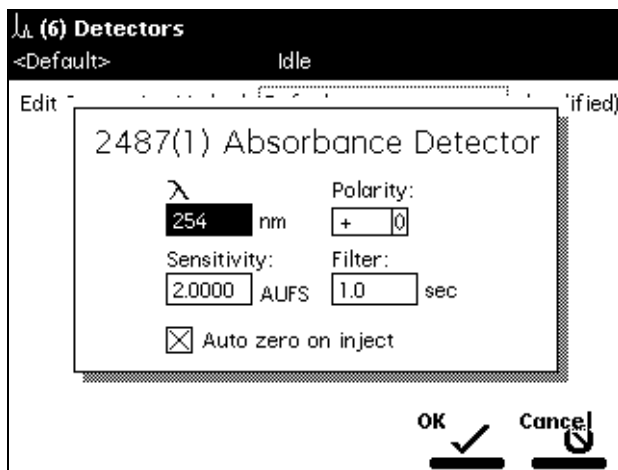


图 6-12 2487(1) UV/Vis 检测器屏幕

表 6-12 2487 UV/Vis 参数

参数	功能	值范围
λ (波长)	设置检测器的波长。	190 到 700, 增量为 1 nm
Sensitivity (灵敏度)	设置检测器的灵敏度。	0.0001 到 4.0000, 增量为 0.0001 AU
Filter (过滤器)	设置检测器的过滤时间常数。	0.1 到 99.0, 增量为 0.1 秒
Polarity (极性)	选择 2487 的输出以创建正峰或负峰。	+、-
Auto zero on inject (进样时自动复零)	在进样开始时, 将 2487 的输出重设为 0 伏特。	选择或取消选择

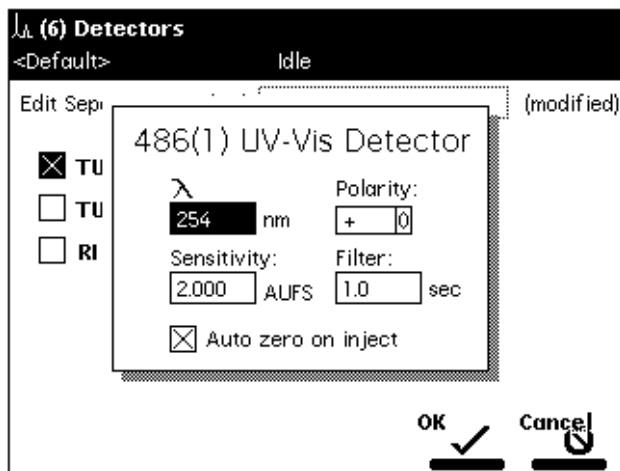


图 6-13 486(1) UV/Vis 检测器屏幕

表 6-13 486 UV/Vis 参数

参数	功能	值范围
λ (波长)	设置检测器的波长。	190 到 600, 增量为 1 nm
Sensitivity (灵敏度)	设置检测器的灵敏度。	0.001 到 2.0000, 增量为 0.001 AU
Filter (过滤器)	设置检测器的过滤时间常数。	0.1 到 5.0, 增量为 0.1 秒
Polarity (极性)	选择 486 的输出以创建正峰或负峰。	+、-
Auto zero on inject (进样时自动复零)	在进样开始时, 将 486 的输出重设为 0 伏特。	选择或取消选择

设置 RI 参数

输入 2410 或 410 RI 检测器的控制参数:

1. 在 Detectors (检测器) 屏幕中, 按 **RI** 屏幕键以显示 2410/410 检测器屏幕 (图 6-14)。
2. 根据需要输入检测器参数。表 6-14 列出 Waters 2410 和 RI 检测器的参数。
3. 按 **OK (确定)** 屏幕键以接受您的设置。

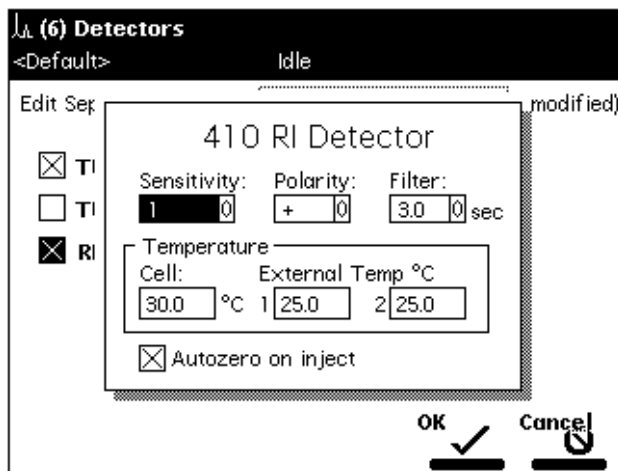


图 6-14 410 RI 检测器屏幕

表 6-14 2410 和 410 RI 参数

参数	功能	值范围
Sensitivity (灵敏度)	设置检测器的初始灵敏度。	1、2、4...512、1024
Polarity (极性)	选择检测器的输出以创建正峰或负峰。	+、-
Filter (过滤器)	设置检测器的过滤时间常数。	0.2、1、3 和 10 秒
Temperature (温度): Cell (池)	流动池的温度 (°C)。	30 到 50 °C, 增量为 1 °C
Temperature (温度): External Temp °C 1 (外部温度 °C 1)	设置外部色谱柱加热器 1 的温度 (°C) ^a 。	环境温度到 150 °C, 增量为 1 °C
Temperature (温度): External Temp °C 2 (外部温度 °C 2)	设置外部色谱柱加热器 2 的温度 (°C) ^a 。	环境温度到 150 °C, 增量为 1 °C
Autozero on inject (进样时自动复零)	在进样开始时, 将检测器的输出重设为 0 伏特。	选择或取消选择

a. Waters 2410 和 410 示差折光检测器可控制一个或两个 Waters 色谱柱加热器模块 (CHM) 的温度。这些设备与附加至 2695 分离单元的色谱柱加热器分开。

编辑检测器表

“检测器”表格允许您设定在运行过程中发生的 2487 和 486 检测器事件。

在“检测器”表格中输入事件：

1. 按 Detectors（检测器）屏幕上的 **Table（表格）** 屏幕键。Detector Events（检测器事件）屏幕即会出现。图 6-15 显示了使用通道 1 和 2 的 Waters 2487 检测器屏幕。

Detector Events				
<Default>		Idle		
Edit Separation Method: Default				(modified)
time	detector	action	param	
1	INIT	2487 (1)	0	Set wavelength 0 254
2	INIT	2487 (1)	0	Set filter 0 1.0
3	INIT	2487 (1)	0	Set AU full scale 0 2.0000
4	INIT	2487 (1)	0	Set chart polarity 0 [+]
5	INIT	2487 (1)	0	Auto zero 0
6	INIT	2487 (2)	0	Set wavelength 0 280
7	INIT	2487 (2)	0	Set filter 0 1.0
8	INIT	2487 (2)	0	Set AU full scale 0 2.0000

10 Rows Total

Over-view **Insert Row** **Delete Row** **Sort by Time** **Copy Down** **More**

图 6-15 检测器事件屏幕

2. 视情况在 Detector Events（检测器事件）屏幕中输入值，表 6-15 描述了 Detector Events（检测器事件）屏幕中的参数；表 6-16 列出了操作参数设置及其相应的（Param（参数）列）值。
3. 按 **Exit（退出）** 以返回 Detectors（检测器）屏幕。

表 6-15 2487 和 486 检测器事件参数

参数	功能	值范围
Time (时间)	指示操作将要发生的时间。按 Clear (清除) 键以显示 INIT (初始值)。	INIT (初始值), 0.00 到 999.99, 增量为 0.01 分钟
Detector (检测器)	选择执行操作的检测器。	2487 (1), 2487 (2) 486 (1), 486 (2)
Action (操作)	选择操作以运行所选的检测器。	请参阅表 6-16
Parameter (参数)	在适当的时候, 定义操作。	请参阅表 6-16

表 6-16 描述了您可指定的 Waters 2487 和 486 可调波长检测器操作。

表 6-16 2487 和 486 检测器操作

操作	功能	值范围
设置波长	设置检测器的波长。	2487: 190 到 700, 增量为 1 nm。 486: 190 到 600, 增量为 1 nm。
设置过滤器	设置检测器的过滤时间常数。	2487: 0.1 到 99.0, 增量为 0.1 秒。 486: 0.1 到 5.0, 增量为 0.1 秒。
设置 AU 全刻度	设置吸光度单位全刻度以调整检测器的灵敏度。	2487: 0.0001 到 4.0000, 增量为 0.0001-AU。 486: 0.001 到 2.0000, 增量为 0.001 AU。
设置图表标记	将图表标记信号发送到输出端子。	2487 和 486: (无值)
设置图表极性	设置模拟输出的极性。	2487 和 486: +、-
自动复零	对检测器执行自动复零。	2487 和 486: (无值)
设置灯	将灯打开和关闭。	2487 和 486 On (开)、Off (关)

6.3 创建和编辑样品组

样品组是一个指令表，“分离单元”使用这些指令在独立工作模式下执行自动运行。在运行过程中，“分离单元”依序执行该表格的每一行中的功能。

创建和编辑“样品组”：

1. 在 Main（主）屏幕中，按 **Develop Methods**（创建方法）屏幕键。Methods（方法）屏幕即会出现。
2. 按 **New**（新建）屏幕键。
3. 按 **Sample Set**（样品组）屏幕键。
4. 为样品组命名，然后按 **Enter**。Sample Set（样品组）屏幕即会出现（图 6-16）。

注意：“分离单元”将自动添加相应的扩展名。

The screenshot shows the 'Sample Set' screen with the following details:

- Title: Sample Set
- Status: <Default> Idle
- Sample Set Name: Rich Test
- View: Functional View
- Table with 6 columns: vials, function, method, inj, uL, min. The table is currently empty.
- Status: 0 rows total
- Navigation buttons: Insert Row, Delete Row, Row Details, Copy Down, More, Next View.

图 6-16 样品组屏幕

5. 视情况在“样品组表”中输入信息。表 6-17 描述了“样品组”表格中的参数。
6. 按 **Exit**（退出）以显示对话框，该对话框将询问您是否保存更改。

表 6-17 样品组表参数

参数	功能	值范围
Vial (样品瓶)	选择将要从中进行进样的样品瓶。使用“.”键可指定样品瓶范围。例如,按 2.5 可输入样品瓶 2 到 5。	1 到 120
Function (功能)	有关详细信息,请参阅第 6.3.1 节,功能。	请参阅表 6-18
Method (方法)	选择要使用的分离方法。有关创建、编辑和存储分离方法的过程,请参阅第 6.1 节,创建和编辑分离方法。	已存储的方法
Injs (进样)	要使用当前样品瓶执行的进样数。	1 到 99
μL	从当前样品瓶进样的样品(或标准)数。	0.1 到 2000, 增量为 0.1 μL ^a
Min (分钟)	执行下一行之前的时间(分钟)。	0.1 到 999.99, 增量为 0.01 分钟

a. 如果已安装较大的样品定量环,则可输入大于 100 μL 的数量。

6.3.1 功能

“样品组”表中的第二个色谱柱指定了您可应用于分离方法的功能。表 6-18 描述了可与“分离单元”一起使用的功能。您可通过与第 4.4 节,执行导引功能中描述的导引功能相同的方式使用这些功能。

表 6-18 样品组功能

功能名称	说明
Sample (样品)	从选定的样品瓶中进样品。
Standard (标准样)	从选定的样品瓶中进标准样。
AutoStds (自动取标准样)	在运行过程中设定标准样的循环。请参阅以下的“Auto Standards (自动取标准样)”讨论。
Prime (灌注)	在指定的时间内以指定速度对溶剂管理系统进行湿灌注。按 Row Details (行详细信息) 屏幕键可输入附加的“灌注”参数。
Purge (清除)	清除样品管理系统。按 Row Details (行详细信息) 屏幕键可输入附加的“清除”参数。

表 6-18 样品组功能（续）

功能名称	说明
Equil（平衡）	在指定的时间内，使用指定的分离方法中的初始条件通过系统输送溶剂。按 Row Details（行详细信息） 屏幕键可显示 Equilibrate（平衡）对话框 ^a ，您可在其中输入附加的“平衡”参数。
Condition（条件）	将色谱柱输送到分离方法中指定的梯度；以没有进样品的色谱柱为条件。
Auto Add （自动添加）	按照选定的顺序从样品瓶中进行样品。请参阅以下的“自动添加”讨论。

- a. 对于典型的无人操作，请将“Hold when time expires（在时间到期时保持）”复选框（在 Equilibrate（平衡）对话框中）置于未选中状态。仅当您要设置的时间到期（并对以下两个软键进行响应：出现在 Status（状态）屏幕中的“Resume Sample（重新运行样品）”和“Abort Samples（中断样品）”）后维持（保持）初始条件时，才可启用该复选框并仅设置时间。按这些软键中的任一个可执行所需的操作。请注意：在您按这些软键中的任何一个键之前，流逝的时间将会继续。

自动取标准样

使用 AutoStds（自动取标准样）功能可在指定的样品瓶或进样数后反复运行标准样。您可指定多个标准样品瓶来支持较大的运行。

使用 Auto Standards（自动取标准样）功能：

1. 从功能的下拉列表中选择 **AutoStds（自动取标准样）**，然后按 **Row Details（行详细信息）** 屏幕键以显示 Auto Standards（自动取标准样）对话框（图 6-17）。

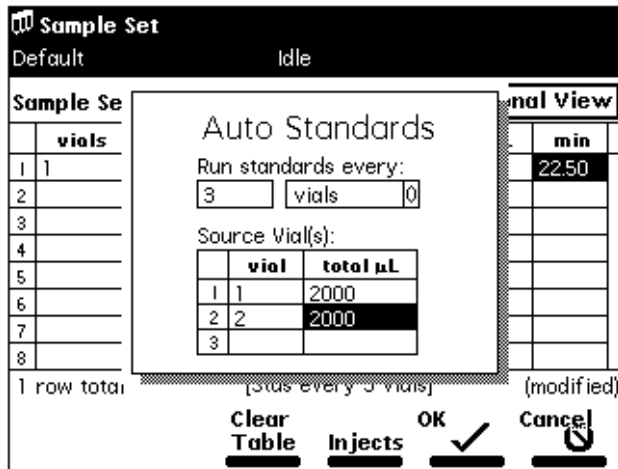


图 6-17 自动取标准样对话框

2. 输入您所需要的运行标准样的频率，然后选择**样品瓶**或**进样**。
3. 在“源样品瓶”表中输入每个标准样品瓶的位置及其容量。

当您启动运行时，“分离单元”将运行标准样。在当前标准样品瓶为空时（以进样数量、进样大小和总体积为基础），“分离单元”可自动前进到“源样品瓶”表中指定的下一个标准样品瓶。

自动添加

使用 Auto Add（自动添加）功能可进行进样，进样最多由十个小瓶（其中一个为样品瓶）中的等分样品组成。此进样的总体积必须小于样品定量环的体积。在所有样品瓶中的样品进入样品定量环后，您可指定延迟时间以允许样品被动混合。

使用 Auto Add（自动添加）功能：

1. 从功能的下拉列表中选择 **AutoAdd（自动添加）**，然后按 **Row Details（行详细信息）** 屏幕键以显示 Auto Add（自动添加）对话框（图 6-18）。
2. 输入您要从中抽出样品的第一部分的样品瓶。按 **Clear（清除）** 将样品瓶设置为“样品”。
3. 输入您要抽出的样品的体积（以 μ L 为单位）。
4. 对样品的后续部分重复步骤 2 和 3。
5. 输入延迟时间（分钟）以允许合并后的样品进行混合。
6. 按 **OK（确定）** 以返回到 Sample Set（样品组）屏幕。

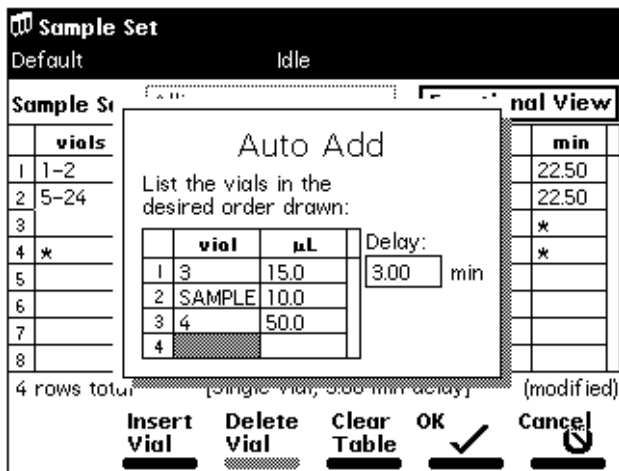


图 6-18 自动添加对话框

在图 6-18 示例中，样品瓶 3 和 4 是可与样品瓶中的化合物起反应的“试剂”。在图 6-19 中，样品瓶 25 到 30 是用于 Auto Add（自动添加）的样品瓶。“分离单元”分别从样品瓶 3、25 和 4 中抽取 15 μL 、10 μL 和 50 μL ，然后在开始进样前将这三个等分样品在样品定量环中保存指定的 3.00 分钟。对样品瓶 26 到 30 重复此过程。

6.3.2 链接样品组中的行

您可将样品组中的一个或多个行链接在一起。这样，您便可对同一组样品瓶执行多种功能。例如，您可将进样样品功能与清除功能相链接，如图 6-19 中所示。在本例中，两个 15 μL 的进样由样品瓶 5 组成，随后会被清除。对您指定的每个样品瓶重复此过程。



注意：在解除样品组中链接行的链接或删除样品组中的链接行时，其余行中的样品瓶数目可能会不同于最初输入的数目。请在运行样品组前确保所有行的样品瓶数正确无误。

Run Samples						
<Default>				Idle		
Job: Rich Test[002]					Functional View	
	viols	function	method	inj	μL	min
1	*	Equil	0 Dave Test	0 *	*	45.00
2	*	Purge	0 Dan Test	0 *	*	*
3	1-2	AutoStds	0 Dave Test	0 1	10.0	22.50
4	5-24	Sample	0 Dave Test.ca	0 2	15.0	22.50
5		Purge	0 Dan Test	0 *	*	*
6	*	Condition	0 Dave Test	0 *	*	30.00
7	25-30	AutoAdd	0 Dave Test.ca	0 1	10.0	15.00
8						

7 rows total



Insert Row Copy Down Row Details More  Next View Start 

图 6-19 样品组中的链接行

链接行：

1. 选择要链接的行。
2. 按 **More** (**更多**) 屏幕键，然后按 **Make Link** (**创建链接**) 屏幕键。当前行与上一行相链接。

解除行的链接：

1. 选择要解除链接的行。
2. 按 **More** (**更多**) 屏幕键，然后按 **Break Link** (**断开链接**) 屏幕键。

6.4 创建样品模板

样品模板允许您定义运行的主要参数，然后输入变量参数，例如样品瓶数、样品瓶位置等（就在您开始运行之前）。

创建样品模板：

1. 按照第 6.3 节，创建和编辑样品组中所述的方法创建样品组。
2. 按 Main (主) 屏幕上的 **Methods** (**方法**) 屏幕键。Methods (方法) 屏幕即会出现 (图 6-2)。
3. 选择要用作样品模板的样品组。
4. 按 **Make Tpl** (**创建模板**) 屏幕键。要锁定模板，请使用第 6.1.4 节，锁定和解锁分离方法中的步骤。

6.5 使用磁盘驱动器

您可使用“分离单元”中的软盘驱动器，将分离方法、样品组和样品模板存储并恢复到标准 PC 格式的 1.44 MB 软盘中。而且，通过将报告和表格保存到软盘，您也可将磁盘驱动器用作备用的硬拷贝打印机。

导出方法

将一个或多个分离方法、样品组或样品模板导出到软盘中：

1. 将预先格式化的 3.5 英寸软盘插入软盘驱动器。
2. 按 Main（主）屏幕上的 **Methods**（方法）屏幕键，然后按两次 **More**（更多）屏幕键，以访问 Export Method（导出方法）和 Import Method（导入方法）屏幕键。Methods（方法）屏幕即会出现，如图 6-20 所示。

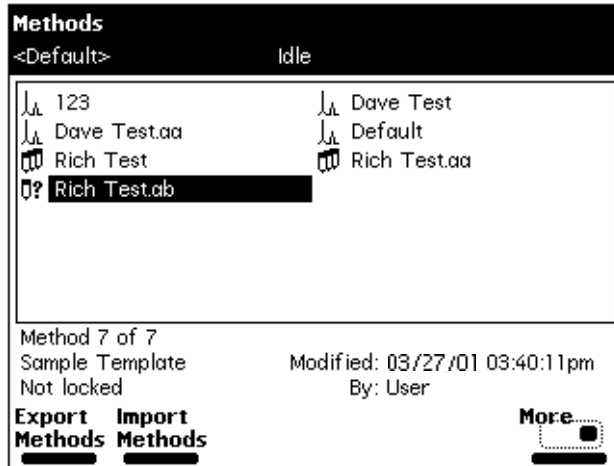


图 6-20 方法屏幕

- 按 **Export Methods**（导出方法）屏幕键。Export Methods（导出方法）屏幕即会出现，显示当前存储的方法列表（图 6-21）。

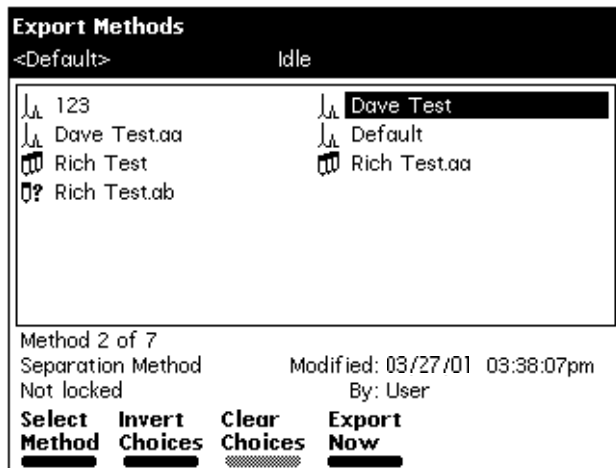


图 6-21 导出方法屏幕

- 选择要导出到磁盘的方法，然后按 **Select Method**（选择方法）。要选择附加的方法，请选择所需的方法，然后再次按 **Select Method**（选择方法）。
选择所有方法（Default（默认）方法除外）：
 - 选择 **Default**（默认）方法，然后按 **Select Method**（选择方法）屏幕键。
 - 按 **Invert Choices**（逆转）屏幕键。即会选择所有方法（Default（默认）方法除外）。
- 当您已选择所有要传输的方法时，按 **Export Now**（立即导出）屏幕键。文件传输即会开始。

导入方法

从软盘中导入一个或多个方法：

- 将含有方法的磁盘插入软盘驱动器。
- 按 Main（主）屏幕上的 **Methods**（方法）屏幕键，然后按两次 **More**（更多）屏幕键，以访问 Export Method（导出方法）和 Import Method（导入方法）屏幕键。Methods（方法）屏幕即会出现，如图 6-20 所示。

- 按 **Import Methods**（导入方法）屏幕键。Import Methods（导入方法）屏幕即会出现，显示存储在磁盘上的方法列表（图 6-22）。要更新列表，请按 **Refresh**（刷新）屏幕键。

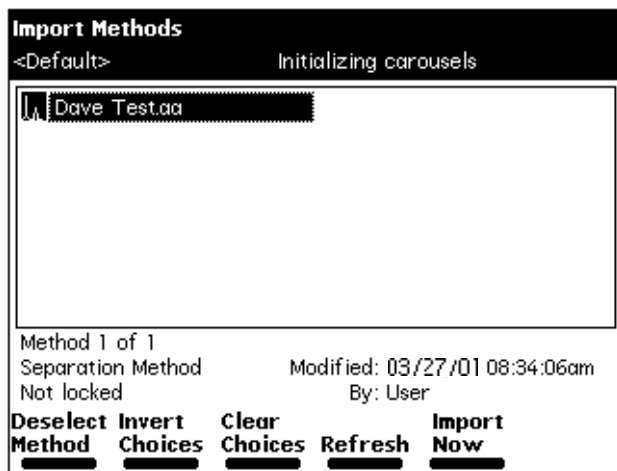


图 6-22 导入方法屏幕

- 选择要导入到“分离单元”的方法，然后按 **Select Method**（选择方法）屏幕键。要选择附加的方法，请选择每一个方法，然后再次按 **Select Method**（选择方法）。
- 当您已选择所有要导入的方法时，按 **Import Now**（立即导入）屏幕键。文件传输即会开始。



注意：在导入完成前请勿将软盘从驱动器中取出；“分离单元”无法检测到部分导入的方法。Waters 建议您在运行方法前仔细查看所有导入的方法。

错误信息

在“导入”过程中，错误信息可能会在文件数据传输期间出现。

- 如果您试图导入一个已经存在于“分离单元”中的方法，则会出现错误信息。您可选择覆盖现有方法。
- 如果您试图将超过 60 个的方法传输到“分离单元”中，则会出现错误信息。

第 7 章

维护

本章介绍为确保“Waters 2695 分离单元”始终提供准确而精密的结果，用户可以执行的日常维护过程。

7

7.1 维护注意事项

安全和处理

当用户维护“2695 分离单元”时，须牢记以下安全注意事项。



注意：为避免损坏电气部件，请勿在“2695 分离单元”接通电源时断开电气装置。关闭电源后，要等待 10 秒钟后再断开装置。



注意：适当地进行静电放电 (ESD) 保护以防止损坏内部电路。切勿触摸未明确要求手动调整的集成电路芯片或其它部件。



注意：为防止受伤，在处理溶剂、更换管路或操作“2695 分离单元”时，始终要遵守良好的实验室习惯。您必须了解所用溶剂的物理和化学性质。而且需要参考“材料安全数据表”以了解所使用溶剂的相关信息。



注意：为防止电击，请不要打开电源防护罩。电源中没有需要用户维护的零件。

正确的操作过程

为保持“2695 分离单元”平稳运行，请遵循第 3 章，2695 分离单元的操作前准备中所述的操作过程和指导原则。

备件

有关备用零件的信息，请参阅附录 B，备用零件。建议用户不要使用未包含在附录 B 中的零件进行更换。

2695 分离单元维护协议

表 7-1 列出了应遵守的每年进行的维护和诊断的协议，以确保“2695 分离单元”的运行不会中断。如果经常（如在夜间及周末）使用该系统，或使用腐蚀性溶剂（如缓冲剂），可能需要更频繁地执行以下维护。

表 7-1 2695 分离单元维护协议

更换或重建	检查和更换 (根据需要)	测试和诊断
更换溶剂过滤器 (第 2.6 节，进行流路连接)	阀 V1 或 V2 (第 8.4.14 节，重建进样阀)	启动诊断 (“启动诊断”在第 3 章开始部分讨论)
更换柱塞密封 (第 7.2.3 节，更换柱塞密封)	阀 V3 (第 8.4.1 节，执行电机和阀的诊断；有关更换事宜，请与“Waters 技术服务”联系)	静态渗漏测试 (第 8.4.3 节，执行静态渗漏测试)
更换密封清洗装置密封 第 7.2.4 节，更换密封清洗装置密封	密封清洗装置。密封清洗正面密封、双管密封、柱塞清洗密封。	静态渗漏测试 (第 8.4.3 节，执行静态渗漏测试)
更换柱塞 (第 7.2.5 节，清洗和更换柱塞)	灌注 / 排放阀 (有关更换事宜，请与“Waters 技术服务”联系)	压力测试 (第 8.3.2 节，执行压缩检查)
更换入口止回阀阀芯 (第 7.2.6 节，更换入口止回阀阀芯)	梯度阀 (第 8.4.1 节，执行电机和阀的诊断；有关更换事宜，请与“Waters 技术服务”联系)	阀渗漏测试 (第 8.4.4 节，执行阀渗漏测试)
更换在线过滤器 (第 7.2.7 节，更换在线过滤器)	密封清洗系统 (有关更换事宜，请与“Waters 技术服务”联系)	不适用
更换下部针头清洗玻璃料 (第 7.3.2 节，更换下部针头清洗玻璃料)	下部玻璃料	不适用

表 7-1 2695 分离单元维护协议（续）

更换或重建	检查和更换 (根据需要)	测试和诊断
更换注射器 (第 7.3.3 节, 更换注射器)	脱气器 (第 8.4.10 节, 执行在线脱气器测试; 有关更换事宜, 请与 “Waters 技术服务” 联系)	不适用
更换针头及密封包 (第 7.3.4 节, 更换针头及密封包)	风扇 (有关更换事宜, 请与 “Waters 技术服务” 联系)	不适用

联系 Waters 技术服务

如果对 “2695 分离单元” 更换零件时遇到任何问题, 请与 “Waters 技术服务” 联系, 电话: 800 252-4752 (仅限于美国和加拿大客户)。其他客户, 请致电当地 Waters 分公司或 “Waters 技术服务代表”, 或者致电位于 (美国) 麻萨诸塞州米尔福德市的 Waters 公司总部请求帮助。



7.2 维护溶剂管理系统

当确定溶剂管理系统中的某个特定组件出现问题时，请执行本节中的过程。有关在溶剂管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。



注意：为防止受伤，在处理溶剂、更换管路或操作“2695 分离单元”时，始终要遵守良好的实验室习惯。您必须了解所用溶剂的物理和化学性质。而且需要参考“材料安全数据表”以了解所使用溶剂的相关信息。

7.2.1 概述

维护溶剂管理系统包括：

- 更换柱塞密封
- 更换密封清洗密封
- 清洗和更换柱塞
- 更换入口止回阀
- 更换在线过滤器

有关备用零件的完整列表，请参阅附录 B，备用零件。



注意：为确保正常的滴液保护，在运行系统前，确保已用螺丝将溶剂输送和溶剂调整盘固定到位。

图 7-1 示意了溶剂管理系统的各种组件（溶剂输送盘已拉出）。表 7-2 介绍了这些组件的功能。

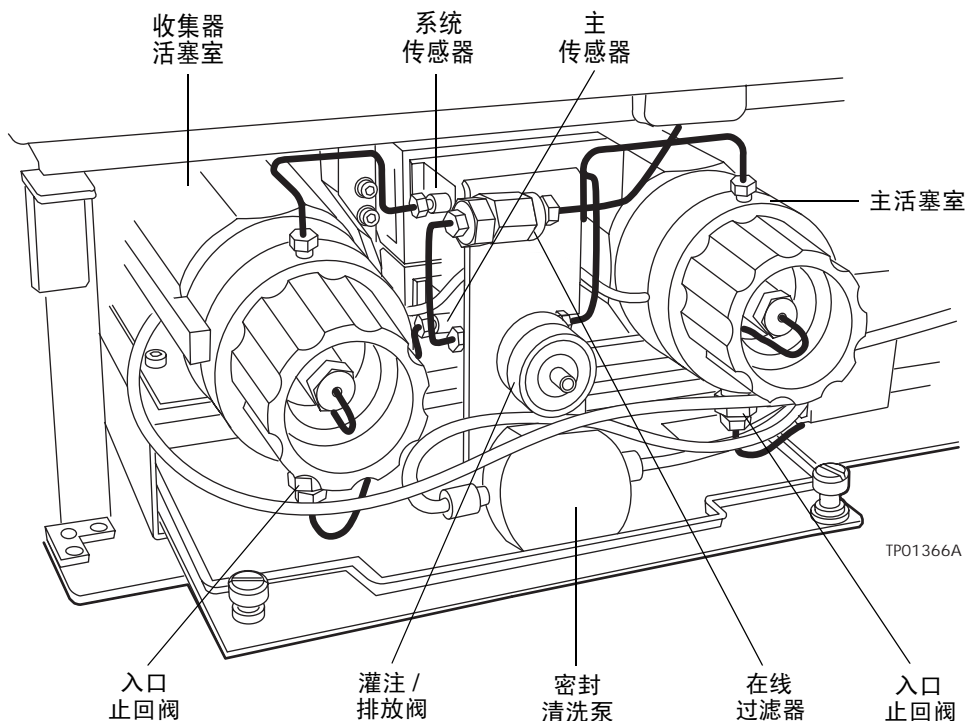


图 7-1 溶剂管理系统组件

表 7-2 2695 溶剂管理系统组件

组件	功能
主活塞室	作为串行流路设计的一部分来吸进 / 排出溶剂。
收集器活塞室	作为串行流路设计的一部分来吸进 / 排出溶剂。
灌注 / 排放阀	允许清除、灌注及排放溶剂。
密封清洗泵	为清洗主柱塞和收集器柱塞密封提供溶剂。
主入口止回阀	通过仅单向打开（在柱塞吸入冲程时打开，输送冲程时关闭）的方式来保证主活塞室中的液流方向。
收集器入口止回阀	通过仅单向打开（在柱塞吸入冲程时打开，输送冲程时关闭）的方式来保证收集器活塞室中的液流方向。
主传感器	感测主活塞室中的溶剂液流遇到的阻力所产生的反压。
系统传感器	感测 HPLC 系统中的溶剂液流遇到的阻力所产生的反压。
在线过滤器	提供溶剂管理系统和样品管理系统之间的溶剂过滤。

7.2.2 移除泵头、密封清洗装置及柱塞

注意：有关在溶剂管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

图 7-2 显示了各溶剂传送活塞室的泵头、泵头螺母、柱塞、密封清洗装置及止回阀装置。有关替换件的列表，请参阅附录 B，备用零件。

需要进行下列操作时要将泵头、密封清洗装置及柱塞移除：

- 更换柱塞密封
- 清洗或更换柱塞
- 检修密封清洗密封

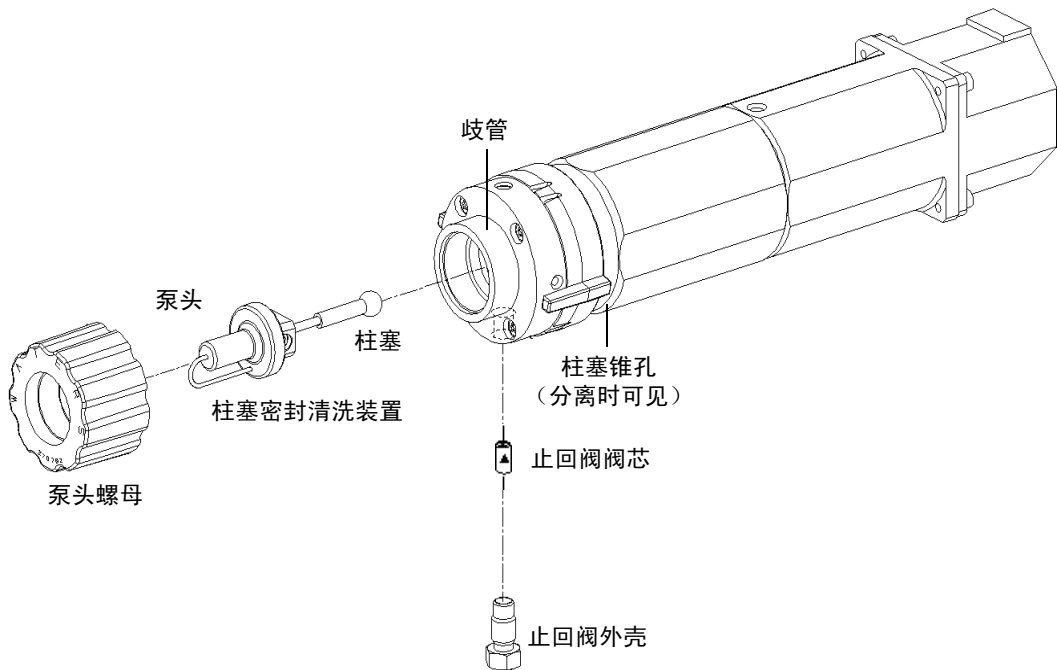


图 7-2 溶剂管理系统活塞室组件（分解视图）

过程

要移除泵头、密封清洗装置及柱塞：

1. 按 Main（主）屏幕上的 **Diag（诊断）** 屏幕键。
2. 按 Diagnostics（诊断）屏幕上的 **Other Tests（其它测试）** 屏幕键。
3. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕列表中的 **Head Removal and Replacement（泵头移除和替换）**。
4. 按照 Head Removal and Replacement（泵头移除和替换）屏幕上出现的指示进行操作。
5. 将泵头、密封清洗装置及柱塞作为一个设备移除（图 7-5）。

有关移除泵头的详细信息，请参阅第 8.4.5 节，执行泵头移除和替换实用程序。

7.2.3 更换柱塞密封

注意：有关在溶剂管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

注意：要确保最佳性能，请在执行检修时更换泵头中的柱塞密封。请在更换柱塞密封两次或三次后更换正面密封（请参阅图 7-3）。

注意：“分离单元”中的标准密封由 Fluoroloy™-G（一种超高分子量聚乙烯材料）加工而成。大量测试表明，对于通常在 HPLC 分离方法中所使用的大部分溶剂，这些密封均显示了良好的耐用性能。如果在应用中发现这些密封效果不好，请联系 Waters 以获取由石墨填充的 Teflon 材料（零件号为 WAT271066）或 Alliance ClearSeal（零件号为 700001326）加工而成的备选柱塞密封。

此过程要更换的密封有：

- 柱塞密封
- 入口正面密封
- 出口正面密封

必备材料

- 密封插入工具（在启动套件中）
- 密封移除工具（零件号 WAT039803）
- 更换密封
- 装有纯度为 100% 的酒精（甲醇或异丙醇）的挤压瓶
- 清洗块，如检测器池窗口（零件号 WAT097295）
- 注射器（在启动套件中）
- 塑料钳或装有压缩空气的罐

柱塞密封更换



注意：为避免损坏密封表面，请使用密封移除工具。**切勿**使用锋利工具移除或安装密封。

要更换柱塞密封：

1. 按第 7.2.2 节，移除泵头、密封清洗装置及柱塞中所述移除泵头。
2. 使用密封移除工具的塑料端将柱塞密封从泵头移除（图 7-3）。

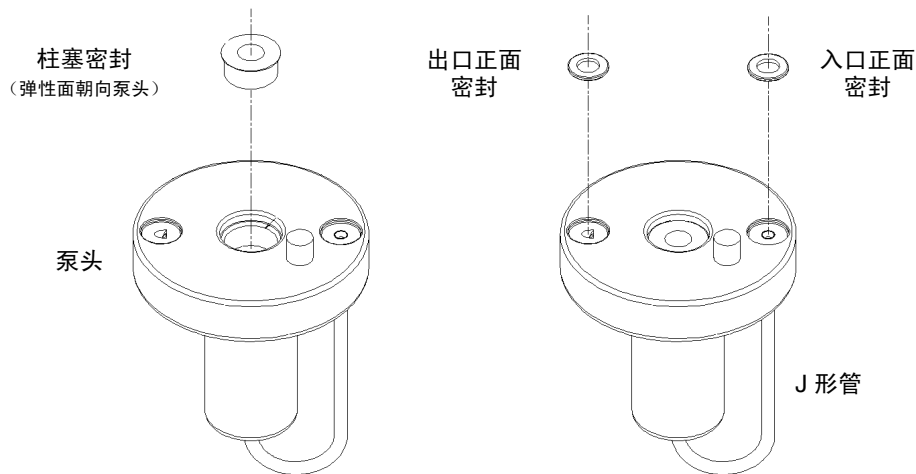


图 7-3 柱塞和正面密封方向

3. 在安装密封之前，用 100% 的酒精蘸湿插入工具、密封口及新的柱塞密封。
4. 将新柱塞密封放到密封插入工具上，弹性面背对工具。将工具的尖端插入泵头中的柱塞密封口（请参阅图 7-3），然后稳固推进以安装密封。

正面密封更换



注意：为避免损坏密封表面，请使用密封移除工具。**切勿**使用锋利工具移除或安装密封。请在每两次或三次更换柱塞密封之后即更换正面密封。

要更换正面密封：

1. 按第 7.2.2 节，移除泵头、密封清洗装置及柱塞中所述移除泵头。
2. 将压缩空气注入正面密封中心，或使用塑料钳将入口和出口的正面密封从泵头的密封口中移除（图 7-3）。
3. 用 100% 酒精蘸湿新的密封和密封口。
4. 将新的正面密封放入泵头的正面密封口中。
5. 使用酒精清洗过的扁平物体（如检测器窗口），将正面密封稳固地压入泵头上的密封口中。
6. 更换密封后，请观察 Head Removal and Replacement（泵头移除和替换）屏幕。
7. 按照屏幕上的指示重新插入泵头、密封清洗壳、垫圈及柱塞装置。为避免损坏管密封及将密封清洗管与密封清洗壳正确对齐，请参阅下面的步骤 **a** 至 **d**。另外，要确保泵头定位销定位正确及“J”形管朝下（图 7-5）。
 - a. 将泵头上的泵头螺母手动拧紧之后，松开（逆时针旋转）螺母大约 1/2 圈。
 - b. 检查密封清洗管的末端是否损坏。必要时用刀片修整末端。
 - c. 将密封清洗管重新插入到歧管中，然后完全拧紧泵头螺母。
 - d. 将释放环返回到运行位置。
8. 如果“分离单元”的管路中没有溶剂，在执行湿灌注或开始溶剂传输之前，请执行干灌注以将溶剂吸收到柱塞腔内（请参阅第 3.3.4 节，灌注溶剂管理系统）。

7.2.4 更换密封清洗装置密封

注意：有关在溶剂管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

此过程要更换的密封有：

- 密封清洗正面密封
- 双管密封
- 柱塞清洗密封

必备材料

- 密封插入工具（在启动套件中）
- 密封移除工具（零件号 WAT039803）
- 更换密封
- 装有纯度为 100% 的酒精（甲醇或异丙醇）的喷射瓶
- 注射器（在启动套件中）
- 塑料钳

过程



注意：为避免损坏密封表面，请使用密封移除工具。**切勿**使用锋利工具移除或安装密封。

要更换密封清洗装置密封：

1. 按第 7.2.2 节，移除泵头、密封清洗装置及柱塞中所述将密封清洗装置移除。
2. 使用密封移除工具的塑料端将柱塞清洗密封从其位置移除。对每一管密封重复此过程（图 7-4）。
3. 使用塑料钳移除密封清洗正面密封（图 7-4）。

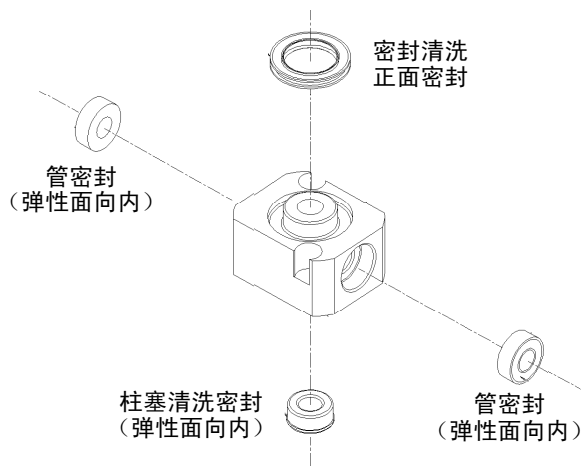


图 7-4 密封清洗装置密封

4. 在安装密封之前，用 100% 的酒精蘸湿密封插入工具、每个新密封和密封口。
5. 将新柱塞清洗密封放到密封插入工具上，弹性面背对密封插入工具（图 7-4），将工具尖端插入密封口，然后稳固推进以安装密封。对每一管密封重复此过程。
6. 通过用拇指将密封按入柱塞腔内来安装新密封（图 7-4）。
7. 重新安装密封清洗壳装置垫圈（请参阅图 7-5）。
8. 将密封清洗壳和垫圈滑到柱塞上，然后将此装置插到泵头上（图 7-5）。
9. 按照 **Head Removal and Replacement**（泵头移除和替换）屏幕上的指示重新插入泵头、密封清洗装置和柱塞。为避免损坏管密封及将密封清洗管与密封清洗壳正确对齐，请参阅下面的步骤 **a** 至 **d**。另外，要确保泵头定位销定位正确及“J”形管朝下（图 7-5）。
 - a. 将泵头上的泵头螺母手动拧紧之后，松开（逆时针旋转）螺母大约 1/2 圈。
 - b. 检查密封清洗管的末端是否损坏。必要时用刀片修整末端。
 - c. 将密封清洗管重新插入到歧管中，然后完全拧紧泵头螺母。
 - d. 将释放环返回到运行位置。
10. 如果“分离单元”的管路中没有溶剂，在执行湿灌注或开始溶剂传输之前，请执行溶剂管理系统的干灌注以将溶剂吸取到柱塞腔内（请参阅第 3.3.4 节，灌注溶剂管理系统）。

7.2.5 清洗和更换柱塞

注意：有关在溶剂管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

必备材料

- 浮石，精细
- 棉签
- 水，HPLC 级

清洗柱塞

要清洗柱塞：

1. 按第 7.2.2 节，移除泵头、密封清洗装置及柱塞中所述将泵头、密封清洗装置及柱塞移除。
2. 在不将柱塞从泵头和密封清洗装置分离情况下，检查柱塞是否损坏、磨损过度或有流动相残留物（图 7-5）。如果柱塞密封上附有流动相残留物：
 - 将柱塞从泵头和密封清洗壳装置分离出来。
 - 使用精细浮石清洁柱塞以去除任何涂层。
 - 用水彻底冲洗柱塞以去除所有附着的磨料，然后擦干。
3. 再次检查柱塞。如果柱塞磨损过度，请更换柱塞。

必要时，如第 7.2.3 节，更换柱塞密封中所述更换柱塞密封和正面密封。

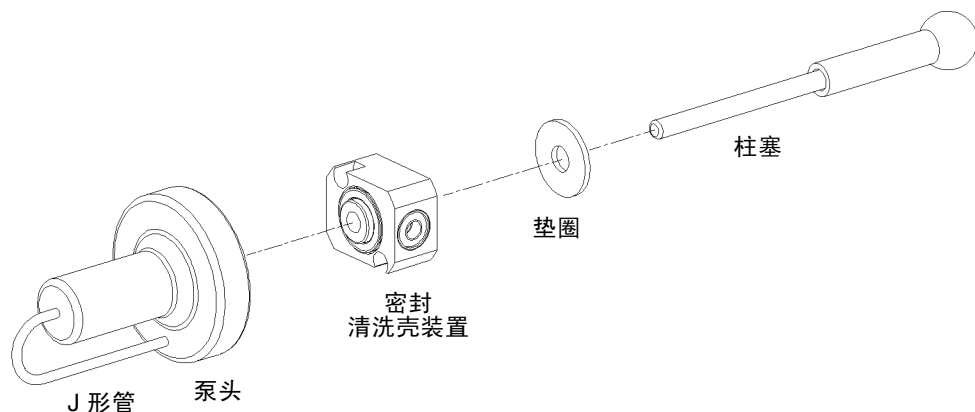


图 7-5 柱塞、密封清洗和泵头

更换柱塞

要更换柱塞：

1. 将密封清洗壳和垫圈滑到柱塞上，然后将此装置插到泵头上（图 7-2）。
2. 按照 **Head Removal and Replacement**（泵头移除和替换）屏幕上的指示重新插入泵头、密封清洗装置和柱塞。为避免损坏管密封及将密封清洗管与密封清洗壳正确对齐，请参阅下面的步骤 **a** 至 **d**。另外，要确保泵头定位销定位正确及“J”形管朝下（图 7-5）。
 - a. 将泵头上的泵头螺母手动拧紧之后，松开（逆时针旋转）螺母大约 1/2 圈。
 - b. 检查密封清洗管的末端是否损坏。必要时用刀片修整末端。
 - c. 将密封清洗管重新插入到歧管中，然后完全拧紧泵头螺母。
 - d. 将释放环返回到运行位置。
3. 如果“分离单元”的管路中没有溶剂，在执行湿灌注或开始溶剂传输之前，请执行溶剂管理系统的干灌注以将溶剂吸取到柱塞腔内（请参阅第 4.4.1 节，执行干灌注）。

7.2.6 更换入口止回阀阀芯

注意：有关确定止回阀问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

必备材料

- 扳手、1/2 英寸、开口
- 扳手、5/16 英寸、开口
- 更换止回阀阀芯
- 装有纯度为 100% 的酒精（甲醇或异丙醇）的喷射瓶
- 注射器（在启动套件中）

过程

要更换任一活塞室上的入口止回阀：

1. 选择 **Other Diagnostics**（其它诊断）屏幕中的 **Motors and Valves**（电机和阀）。确保 GPV 阀设置在 **Off**（关）位置（请参阅第 8.4.1 节，执行电机和阀的诊断）。
2. 松开紧固溶剂输送盘和溶剂调整盘的螺丝，然后将托盘拉出几英寸以便能够接近止回阀（图 7-1）。
3. 使用 1/2 英寸扳手夹住入口止回阀外壳，同时使用 5/16 英寸扳手拆下入口止回阀的压力螺丝（图 7-6）。
4. 使用 1/2 英寸扳手将止回阀外壳从歧管拆下（图 7-6）。

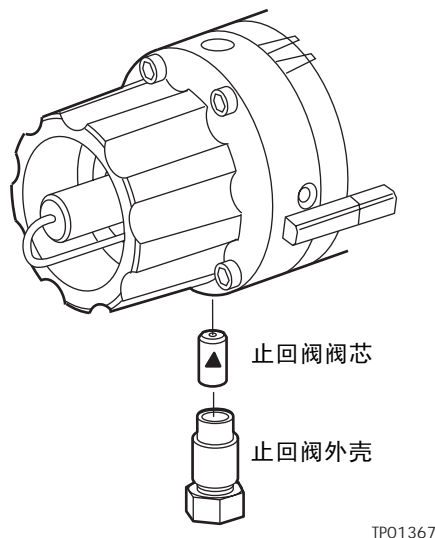


图 7-6 入口止回阀

5. 将入口止回阀外壳倒置以移除旧的止回阀阀芯。
6. 检查止回阀外壳，必要时对其进行清洗。用 100% 酒精蘸湿外壳。
7. 用 100% 酒精蘸湿新的止回阀阀芯。
8. 将更换止回阀阀芯插入入口止回阀外壳。



注意：确保止回阀阀芯上的箭头指向活塞室。

9. 将入口止回阀外壳插入活塞室外壳，然后用手指拧紧止回阀外壳。
10. 使用 1/2 英寸扳手将入口止回阀外壳拧紧 1/8 圈。
11. 使用 1/2 英寸扳手夹住止回阀外壳，同时使用 5/16 英寸扳手将压力螺丝重新安装到止回阀外壳上并拧紧。
12. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Motors and Valves（电机和阀）**。将 GPV 阀设置到 **Solvent A（溶剂 A）** 位置（请参阅第 8.4.1 节，执行电机和阀的诊断）。
13. 如果“分离单元”的管路中没有溶剂，在执行湿灌注或开始溶剂传输之前，请执行溶剂管理系统的干灌注以将溶剂吸取到柱塞腔内（请参阅第 4.4.1 节，执行干灌注）。

7.2.7 更换在线过滤器

在线过滤器提供溶剂管理系统和样品管理系统之间的溶剂过滤。当在线过滤器成为反压升高的来源时，请清洗和更换在线过滤器元件。

注意：有关在溶剂管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

必备材料

- 扳手、5/8 英寸、开口、两个
- 扳手、5/16 英寸、开口
- 装有纯度为 100% 的酒精（甲醇或异丙醇）的喷射瓶
- 吸收棉
- 更换在线过滤器元件

过程

要更换在线过滤器：

1. 使用 5/8 英寸扳手和 5/16 英寸扳手将在线过滤器左侧面上的压力螺丝从入口外壳上拆下（图 7-7）。使用吸收棉吸收可能渗漏的少量溶剂。
2. 使用 5/8 英寸扳手夹住过滤器出口外壳，同时使用另一个 5/8 英寸扳手松开入口外壳（图 7-7）。
3. 将入口外壳倒置以移除在线过滤器元件。
4. 用酒精蘸湿在线过滤器更换元件。
5. 将在线过滤器更换元件插入在线过滤器外壳（如图 7-7 所示）。

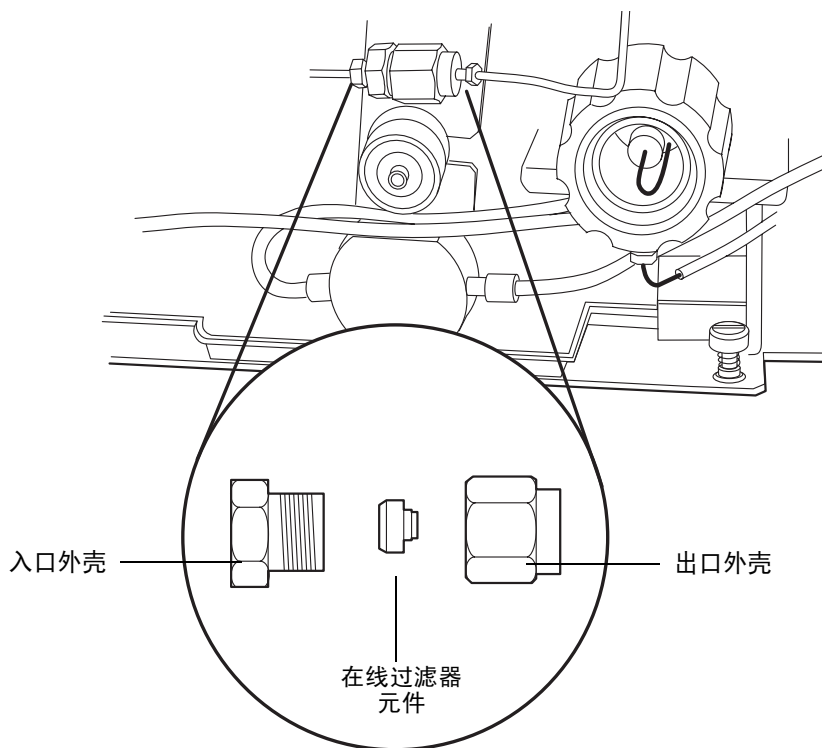


图 7-7 更换在线过滤器

6. 重新连接在线过滤器入口和出口外壳。
7. 重新拧紧入口外壳上的压力螺丝。
8. 使用流动相以 1 毫升 / 分的流量冲洗溶剂管理系统 10 分钟（请参阅第 3.6 节，关闭分离单元）。
9. 检查在线过滤器是否渗漏，必要时拧紧接头。

7.3 维护样品管理系统

当确定样品管理系统中的某个特定组件出现问题时，请执行本节中的过程。

注意：有关在样品管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。



注意：为防止受伤，在处理溶剂、更换管路或操作“2695 分离单元”时，始终要遵守良好的实验室习惯。您必须了解所用溶剂的物理和化学性质。而且需要参考“材料安全数据表”以了解所使用溶剂的相关信息。

7.3.1 概述

维护样品管理系统包括：

- 更换下部针头清洗玻璃料
- 更换注射器
- 更换针头及密封包
- 清洗样品室

有关备用零件的完整列表，请参阅附录 B，备用零件。

图 7-8 和图 7-9 示意了样品管理系统的各种装置和组件。表 7-3 介绍了各装置和组件的功能。

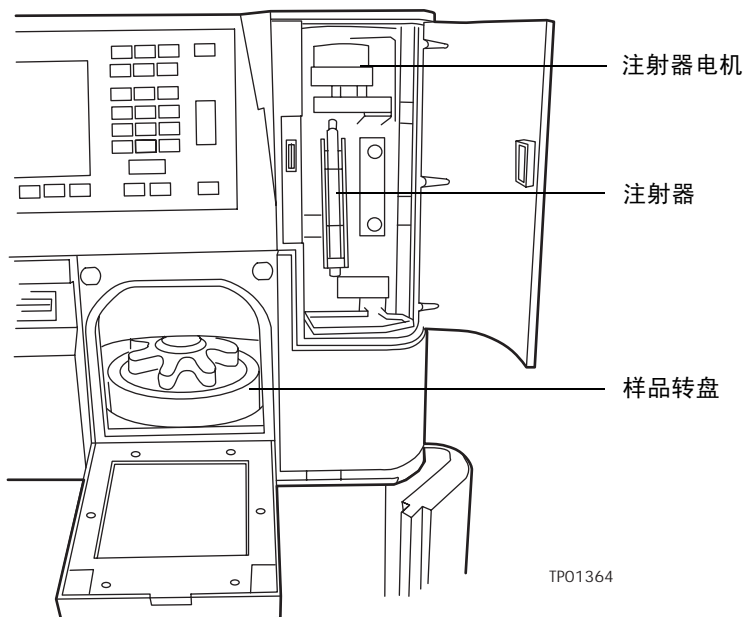


图 7-8 样品管理系统组件（正视图）

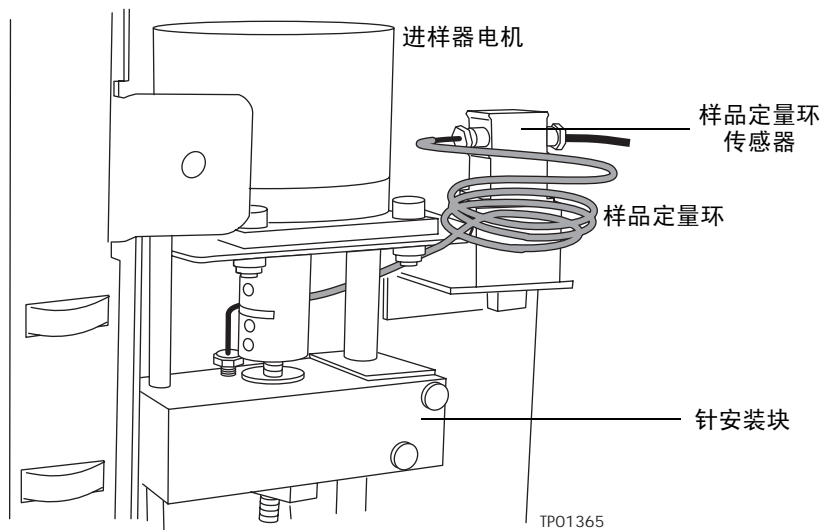


图 7-9 样品管理系统组件（右视图）

表 7-3 2695 样品管理系统装置 / 组件

装置 / 组件	功能
注射器	将样品从样品瓶吸取到样品定量环中。
样品转盘和样品转盘托架	五个颜色编码的样品转盘。每个样品转盘最多可容纳 24 个样品瓶，共计可容纳 120 个样品瓶。
进样器电机	控制进样器针头移动。
样品定量环传感器	感测样品定量环中的溶剂液流遇到的阻力所产生的反压。
样品定量环	容纳最多一个样品定量环体积（标准为 100 μL ）的样品。
针头安装块	包含跟踪进样器针头向上和向下运动的传感器。
针头（请参阅图 7-13）	在样品瓶盖上穿孔、吸取样品并将样品注入到流路中。
密封包（请参阅图 7-13）	包含高压密封和针头清洗系统。

7.3.2 更换下部针头清洗玻璃料

出现下列情况时需更换下部针头清洗玻璃料：

- 色谱中出现伪峰
- 存在明显的样品残留
- 需要进行计划的预防性维护（每 6 个月或 5000 次进样）

更换零件

单件针头清洗玻璃料可用作备用零件。有关更换备用零件数量的信息，请参阅附录 B，备用零件。

必备零件

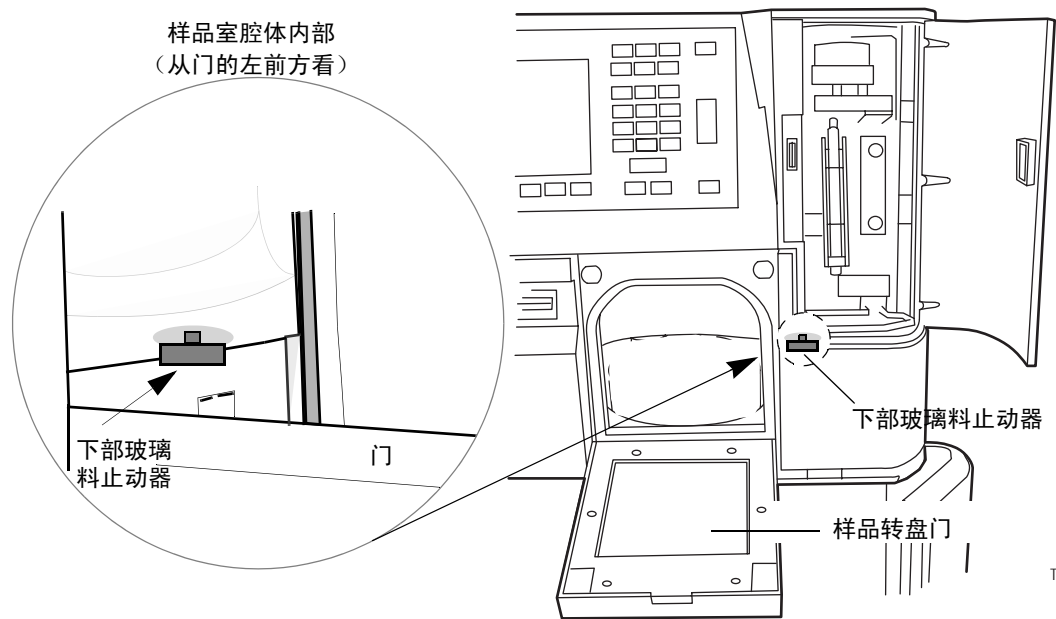
- 装有纯度为 100% 的酒精（甲醇或异丙醇）的喷射瓶
- 所使用的针头清洗溶剂瓶，或纯度为 100% 的酒精（甲醇或异丙醇）
- 更换单件针头清洗玻璃料

过程

注意：在更换过程开始之前，先将更换玻璃料放在所使用的针头清洗溶剂瓶或酒精中浸泡几分钟。

要更换下部玻璃料：

1. 打开样品转盘门，如图 7-10 所示。
2. 移除所有妨碍接近下部止动器的样品转盘。使用 Door is Open（门已打开）对话框将样品转盘托架移到“A”位置。有关详细信息，请参阅第 3.4.4 节，加载样品转盘。
3. 关闭“2695 分离单元”的电源，将其从电源插座断开。
4. 找到下部玻璃料止动器，该止动器在样品室的右上方，大约在腔体以内 4 英寸。请参阅图 7-10。



TP01364

图 7-10 定位下部玻璃料止动器

5. 用手逆时针拧松下部玻璃料止动器。
6. 用一直径较小的尖状物（或纸夹）插入止动器盖的孔中，移除止动器中的玻璃料。扔掉旧的玻璃料。
7. 安装已浸泡且浸湿的新玻璃料；将其完全置于止动器中。
8. 顺时针重新安装下部止动器。用手拧紧止动器直到其紧固到位。
9. 将“2695 分离单元”重新连接到电源插座，打开装置电源。
10. 重新安装样品转盘，然后关上样品转盘门。
11. 灌注针头清洗泵。请参阅第 3.4.2 节，灌注针头清洗泵。

7.3.3 更换注射器

注意：有关在样品管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

出现以下情况时更换注射器：

- 柱塞尖已磨损
- 要将注射器大小更换为可选的 25- μL 或 2500- μL



注意：为确保精确的结果，请仅使用经 Waters 认可能够用于样品管理系统的注射器。有关 Waters 认可的注射器列表，请参阅附录 B，备用零件。

必备材料

- 更换注射器

移除注射器

要移除注射器：

1. 将流量设置为 **0.000** 毫升 / 分。
2. 打开注射器室门。
3. 卸下将注射器筒固定到注射器安装架的滚花螺母（图 7-11）。

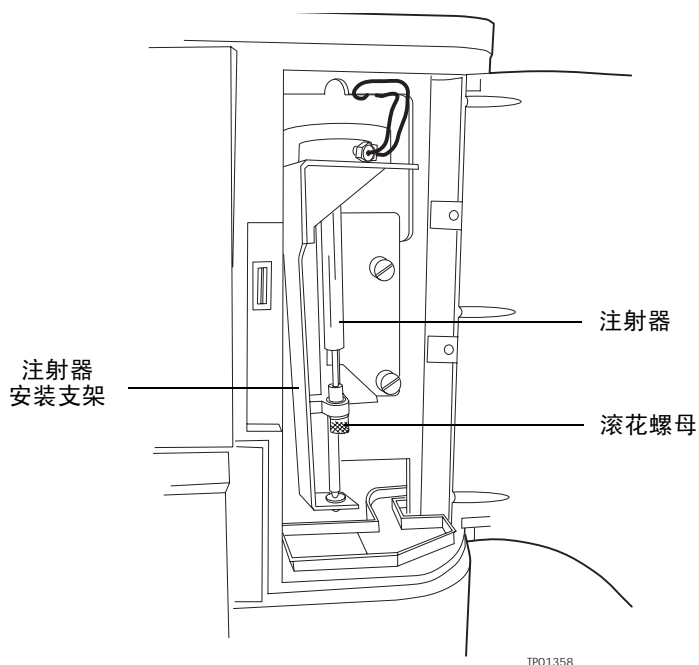


图 7-11 注射器装置组件

4. 按 Main（主）屏幕上的 **Diag（诊断）** 屏幕键。出现 Diagnostics（诊断）屏幕。
5. 按 **Other Tests（其它测试）** 屏幕键。出现 Other Tests（其它测试）屏幕。
6. 选择 **Motors and Valves（电机和阀）**。出现 Motors and Valves（电机和阀）屏幕。
7. 检查阀 V3 是否打开。如果 V3 关闭，选择 **V3** 阀并在小键盘上输入任意数字以将阀切换到打开位置。按 **Enter** 保存更改。
8. 选择 **Syringe Position（注射器位置）** 字段。
 - a. 按 **Enter** 显示下拉列表。
 - b. 选择 **Full（满）** 字段。
由于卸下了滚花螺母，安装架降低时柱塞尖仍留在上面。
9. 安装架完全降下来时，按下面操作将注射器装置从安装架上卸下：
 - a. 握住安装架旁边的注射器筒。
 - b. 逆时针旋转注射器，直到其从安装架脱开。

安装新注射器

如果需要安装与原注射器大小不同的注射器，请参阅表 7-4 获取有关可用注射器大小的信息。务必在 Configuration（配置）屏幕中输入新注射器大小。（请参阅后面的“修改注射器配置参数”讨论。）

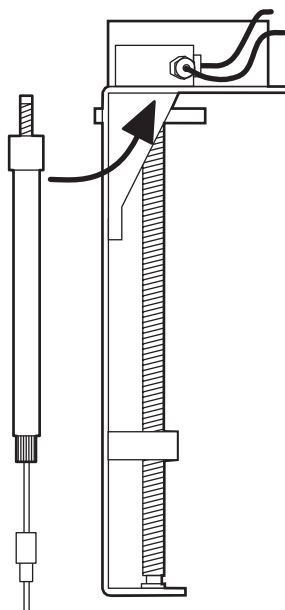
表 7-4 注射器大小

标准大小	可选大小
250- μ L	25- μ L、2500- μ L

配置和初始化注射器

要连接和初始化注射器：

1. 将注射器插入安装架前，请用流动相部分填充新注射器（有助于去除气泡）。
2. 将新注射器部分拧到安装架中。不要拧紧。



TP01362

图 7-12 安装注射器

3. 向下推动注射器柱塞，使螺纹末端滑过注射器导向安装架。
4. 用手拧紧注射器。
5. 按 Diagnostic（诊断）屏幕中的 **Other Tests（其它测试）**。出现 Other Tests（其它测试）屏幕。
6. 选择 **Syringe Position（注射器位置）** 字段，然后按 **Enter** 以显示下拉列表。
7. 选择 **Empty（空）**，然后按 **Enter**。安装架向上移动以便可以安装滚花螺母。
8. 按 **Exit（退出）** 键退出 Other Tests（其它测试）屏幕。
9. 安装并用手拧紧滚花螺母。

修改注射器配置参数

如果更换注射器大小与原注射器大小不同，则需要按下列过程针对新注射器大小配置“2695 分离单元”（请参阅图 3-5）。

1. 按 Main（主）屏幕上的 **Configure（配置）** 屏幕键以显示 Configuration（配置）屏幕。
2. 选择 **Syringe Size（注射器大小）** 字段。在下拉菜单中选择合适的注射器大小，然后按 **Enter**。
3. 按 **Exit（退出）** 键返回到 Main（主）屏幕。

注意：有关更改注射器大小的详细信息，请参阅第 3.2 节，配置分离单元。

清除样品管理系统

安装完新注射器之后，用至少六个样品定量环体积的溶剂清除样品管理系统，以去除可能存留在系统中的任何气泡。

要清除样品管理系统：

1. 按 **Menu/Status** (**菜单 / 状态**) 键以显示 Control (控制) 屏幕。
2. 在 Method (方法) 字段中选择 **<direct (导引) >**。
3. 设置泵以 **1 毫升 / 分** 的流量传送经脱气或喷射的 **100% 甲醇**。
4. 选择清除周期参数：
 - a. 按 **Direct Function** (**导引功能**) 屏幕键。
 - b. 选择 **Purge Injector** (**清除进样器**)，然后按 **Enter**。
 - c. 在 Number of Sample Loop Volumes (样品定量环体积数) 字段中输入 **6**，然后按 **Enter**。
 - d. 选择 Compression Test (压缩测试) 复选框以执行压力测试 (目的是检查注射器中的气泡)。
5. 按 **OK** (**确定**) 开始清除周期。

注意：有关清除样品管理系统的详细信息，请参阅第 3.4.1 节，清除样品管理系统。

7.3.4 更换针头及密封包

注意：可选用 PerformancePLUS 镍 / 钴针头（零件号 700001326）以减少附在标准不锈钢针头上的蛋白质的损失。

出现下列情形时需更换针头及密封包：

- 针头弯曲。
- 针尖损坏。
- 色谱中出现杂质峰并且更换针头清洗系统中的清洗溶剂也无法将其修正。

注意：有关在样品管理系统中确定问题的信息，请参阅第 8 章，诊断和故障排除。

更换针头过程包括：

- 移除进样器
- 移除密封包
- 移除并更换针头
- 安装进样器
- 安装新密封包
- 调整密封包

必备材料

- 扳手， T-10 TORX
- 扳手， T-20 TORX
- 扳手， 5/16 英寸， 两个
- 装有纯度为 100% 的酒精（甲醇或异丙醇）的喷射瓶
- 长平头螺丝刀

必备套件

需要下列套件之一来更换密封包：

- 密封包装置和针头套件 - 包括一套组合密封包、更换针头及说明
- 密封包密封更换套件 - 包括密封包密封、玻璃料、更换针头及说明

移除进样器

要移除进样器：

1. 关闭“2695 分离单元”的电源。
2. 取下右上方面板，找到进样器装置（图 7-9）。
3. 断开进样器机电缆和传感器电缆与电路板之间的连接（图 7-13）。
4. 使用长平头螺丝刀松开将进样器固定在样品室底盘上的两个安装螺丝（图 7-13）。
5. 断开样品定量环与进样器之间的连接（图 7-13）。
6. 将进样器装置升起几英寸，然后取下密封包高压接头（请参阅图 7-14）。
7. 将进样器按原方向小心地放在一处清洁表面上。

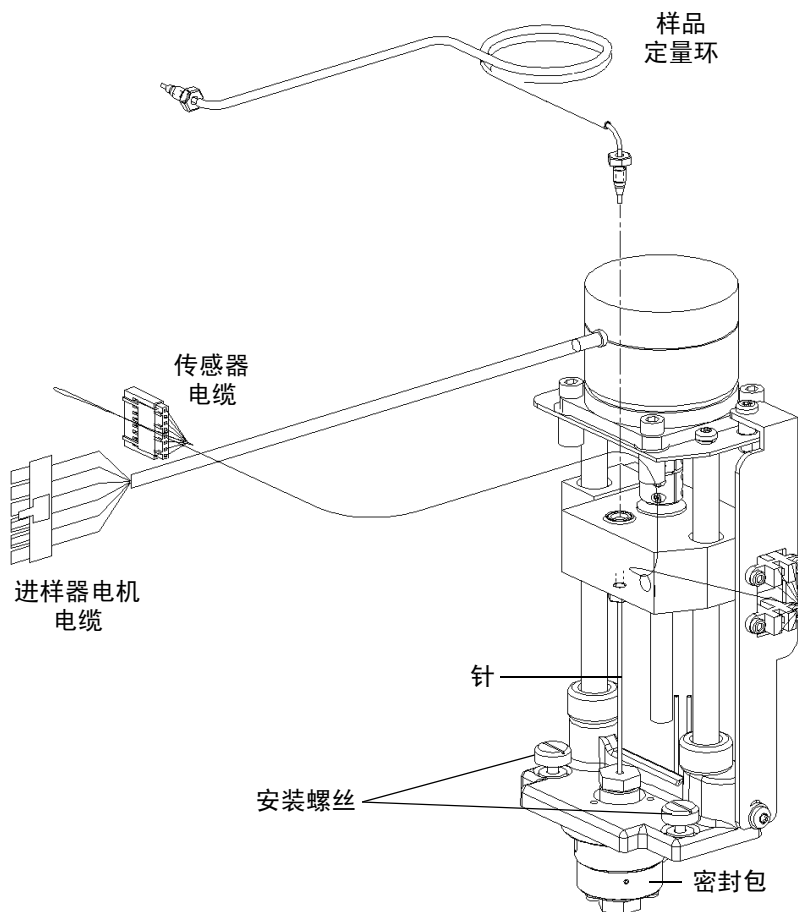


图 7-13 移除进样器

移除密封包

要移除密封包：

1. 断开连在针头清洗管路中的管子（图 7-14）。
2. 使用 TORX T-10 扳手取下将密封包固定在进样器底座上的三个安装螺丝和垫圈（图 7-14）。
3. 将密封包从进样器中拉出来。

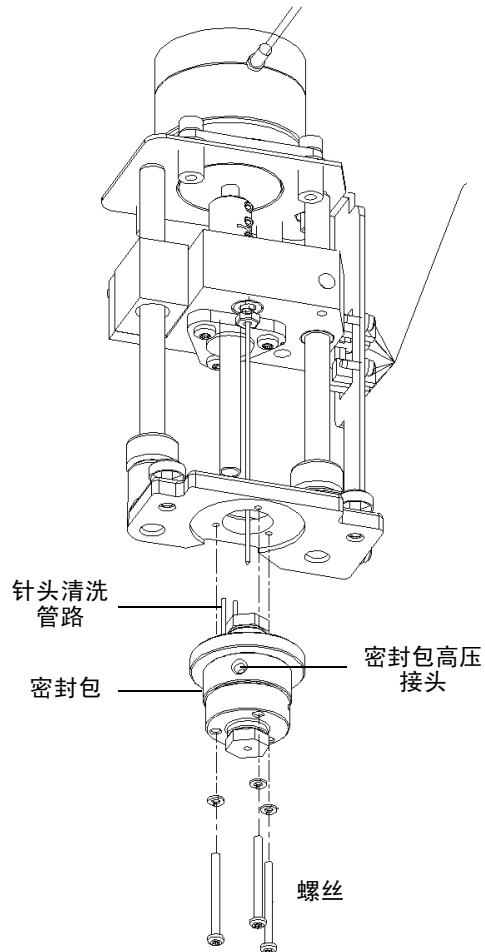


图 7-14 移除密封包

移除并更换针头

要移除并更换针头：

1. 拧松针头上的压力螺丝（图 7-15）。
2. 向下拉动针头，将其取下。
3. 旋转电机轴直到针头安装块升到不能再高为止。

STOP 注意：为防止损坏针头，只在远离针口的一端握住针头。安装后用干净的抹布蘸 100% 的酒精清洁针头。

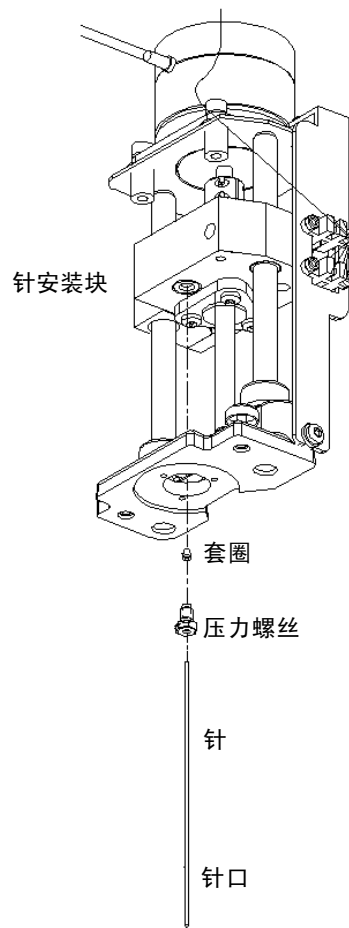


图 7-15 更换针头

4. 将压力螺丝和套圈滑动到更换针头的末端之上。
5. 将针头推入针头安装块直到其紧固到位。用手拧紧压力螺丝。
6. 检查针口方向。确保针口朝向密封包的出口（红色）管路（图 7-16）。



注意：为防止色谱不一致，请确保针口方向正确。

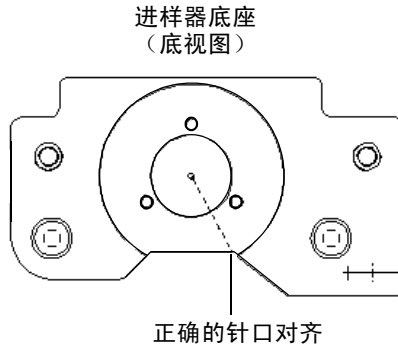


图 7-16 对齐针口

重新安装密封包和进样器



注意：为防止损坏进样器，请确保进样器和底座之间的针头清洗管路未受挤压。

要重新安装进样器：

1. 将进样器放到底座中，将导销固定到位。
2. 重新连接高压密封包入口和出口（红色）接头（图 7-14）。
3. 连接两个针头清洗管路（图 7-14）。将绿色管路连到上部密封清洗主体，黄色管路连到下部密封清洗主体。
4. 将新密封包插入进样器底座（图 7-14）。
5. 用三个安装螺丝和垫圈固定密封包。
6. 通过拧紧两个安装螺丝将进样器连接到样品室底盘（图 7-13）。
7. 将进样器机电缆和传感器电缆连接到电路板（图 7-13）。
8. 重新安装右侧面板。
9. 打开“2695 分离单元”的电源。

调整密封包

重新安装进样器之后必须调整密封包。

密封包调整包括：

1. 清除样品管理系统 - 请参阅第 3.4.1 节，清除样品管理系统。
2. 调整密封包 - 请参阅第 3.4.3 节，调整密封包

7.3.5 清洗样品室

出现以下情况时需清洗样品室：

- 样品转盘无法正常转动
- 样品转盘托架失灵

必备材料

- 扳手， Allen ， 3 mm
- 非磨蚀清洁剂

访问样品室

要访问样品室：

1. 打开样品室和注射器盖的门（图 7-8）。
2. 取下五个样品转盘。使用 Door is Open（门已打开）对话框将样品转盘托架移到“A”位置（第 3.4.4 节，加载样品转盘）。
3. 打开溶剂输送盘和溶剂调整盘的门（图 7-17）。
4. 使用 Allen 扳手松开样品室前面板上的两个螺丝（图 7-17）。

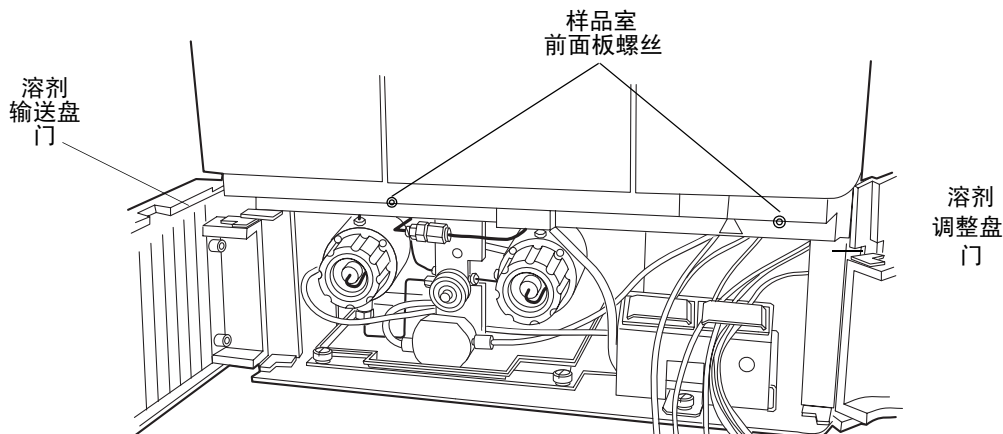


图 7-17 访问样品室

5. 将样品室前面板朝身体方向拉，以将其取下。

清洗样品室

要清洗样品室：

1. 将转盘托架中心的弹簧止动销按下大约 1/4 英寸以松开转盘托架（图 7-18）。

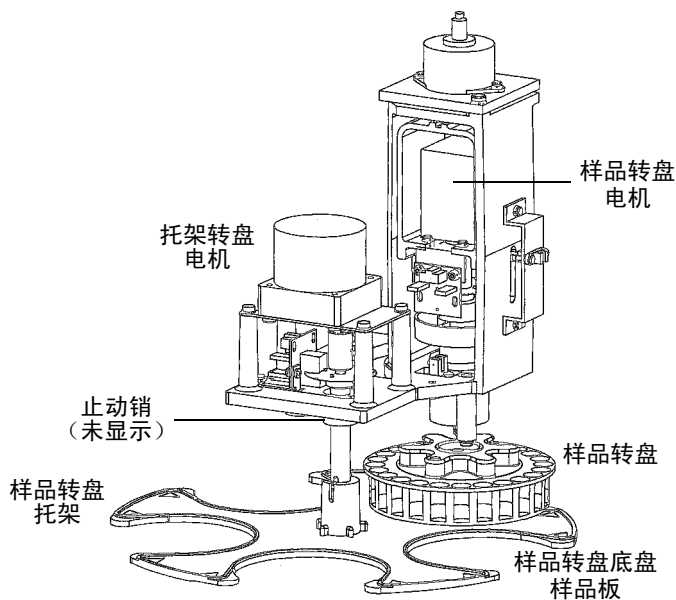


图 7-18 样品室组件

2. 将样品转盘托架滑向此设备的前部，然后将其取下（图 7-18）。
3. 取下样品转盘底盘样品板并使用非磨蚀清洁剂清洗（图 7-18）。
4. 重新安装样品转盘底盘样品板。
5. 将转盘托架中心的弹簧止动销按下大约 1/4 英寸以重新安装转盘托架。
6. 用两个样品室前面板螺丝重新安装样品室前面板。

7.4 使用软盘驱动器更新软件版本

使用此设备前面板上的磁盘驱动器，通过将软件从 Waters 2695 Firmware Update Disk（Waters 2695 固件更新磁盘）复制到系统的 ROM 芯片中可更新“2695 分离单元”上的软件版本。

注意：如果已经很长时间没有使用软盘驱动器，Waters 建议在执行软件更新过程前练习一下驱动器的使用技巧。可以通过将一种分离方法或样品组导出到一张格式化的软盘上，然后导入同样的方法或样品组来练习使用驱动器（请参阅第 6.5 节，使用磁盘驱动器）。

过程



注意：为防止强制性服务调用替换 ROM 芯片，切勿在软件更新过程中关闭“2695 分离单元”的电源。

要更新软件版本：

1. 将 Waters 2695 Firmware Update Disk（Waters 2695 固件更新磁盘）插入到“2695 分离单元”前面板上的软盘驱动器中。
2. 打开“2695 分离单元”的电源。
3. 启动诊断完成后，系统会提示进行更新。
4. 选择 **Yes（是）**，然后根据需要按其它提示继续进行。更新过程大约需要 15 分钟。**更新过程中切勿关闭设备电源。**

第 8 章

诊断和故障排除

本章介绍在用户启动的诊断和建议故障排除过程的帮助下，如何排除“2695 分离单元”的故障。本章涵盖以下内容：

- 安全和处理
- 使用错误日志
- 执行诊断
- 故障排除

注意：有关启动诊断的信息，请参阅第 3 章中的“启动诊断”的讨论。

正确的操作过程

要保持“Waters 2695 分离单元”运行状态最佳，请遵照在第 3 章，2695 分离单元的操作前准备中介绍的操作过程和指导原则。

备用零件

有关备用零件的信息，请参阅附录 B，备用零件。建议用户不要使用未包含在附录 B 中的零件进行更换。

联系 Waters 技术服务

如果对“2695 分离单元”执行诊断或故障排除时遇到任何问题，请与“Waters 技术服务”联系，电话：800 252-4752（仅限于美国和加拿大客户）。其他客户，请致电当地 Waters 分公司或“Waters 技术服务代表”，或者联系位于（美国）麻萨诸塞州米尔福德市的 Waters 公司总部请求帮助。

8.1 安全和处理

排除“2695 分离单元”的故障时，须牢记以下安全注意事项：



注意：为防止由于静电荷而对电路造成损坏，请不要触摸未明确要求手动调整的集成电路芯片或其它部件。



注意：为避免发生电击，在“2695 分离单元”接通电源时，切勿断开电气组件。关闭电源后，要等待大约 10 秒钟后再断开组件。



注意：为防止受伤，在处理溶剂、更换管路或操作“2695 分离单元”时，始终要遵守良好的实验室习惯。您必须了解所用溶剂的物理和化学性质。而且需要参考“材料安全数据表”以了解所使用溶剂的相关信息。



注意：为防止电击，请不要打开电源防护罩。电源中没有需要用户维护的零件。

8

8.2 使用错误日志

使用“错误日志”查看“2695 分离单元”已生成的状态信息和警告。可以查看或打印状态信息和警告，以帮助跟踪系统运行期间可能出现的问题。

按 Main（主）屏幕上的 **Log（日志）** 屏幕键以显示 Error Log（错误日志）屏幕（图 8-1）。

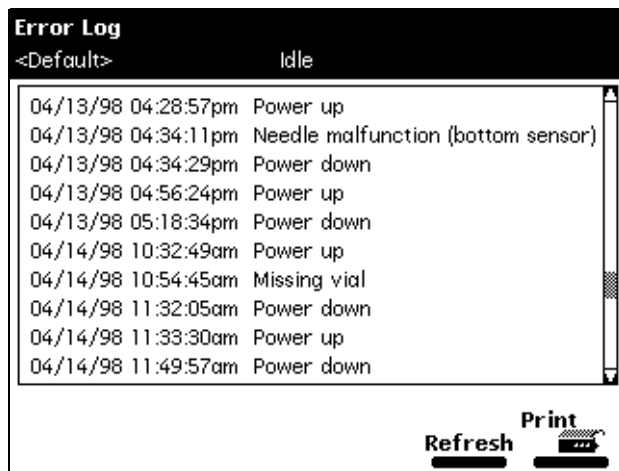


图 8-1 错误日志屏幕

Error Log（错误日志）屏幕按时间顺序显示最近 10 条信息。最近的信息处于屏幕的底部。使用 Page（页面）键或上箭头键以查看较早的信息。“错误日志”最多可以保存一百条信息。

按 **Refresh**（刷新）屏幕键可显示从上次访问屏幕后记录的任何新信息。

按 **Print**（打印）屏幕键可输入错误日志的文件名（图 8-2）。通过文件名将该文件打印到打印机或磁盘。

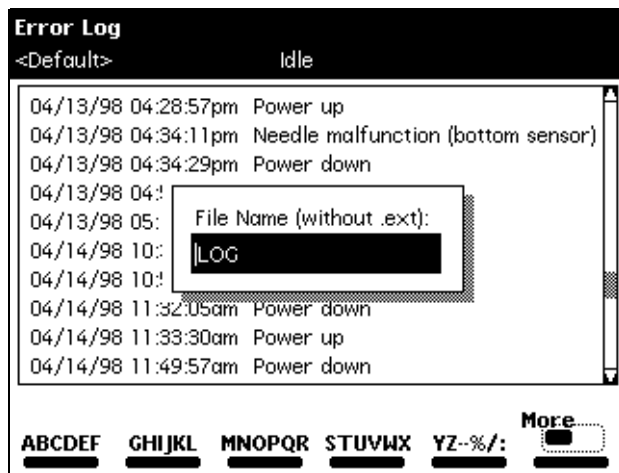


图 8-2 打印错误日志

8.3 执行主要诊断

从两个前面板诊断屏幕可以执行多项诊断操作：

- **Diagnostics（诊断）屏幕** - 用于访问溶剂管理系统和样品管理系统的某些状态信息和诊断及性能测试；以及访问“Waters 技术服务”代表的工具。
- **Other Diagnostics（其它诊断）屏幕** - 用于访问允许用户执行维护过程和控制可选设备的诊断（如色谱柱加热器、样品加热器 / 冷却器、在线脱气器和条码读取器）。

要访问 Diagnostics（诊断）屏幕，在 Main（主）屏幕中，按 **Diag（诊断）** 屏幕键。出现 Diagnostics（诊断）屏幕（图 8-3）。

The screenshot shows the Diagnostics screen with the following information:

- Serial Number: G98SM4582M
- Transducers: System: 0 psi, Primary: 0 psi, Sample: 0 psi
- Lifetime Counters: Eluent delivered = 1.4 L, Injection count = 22
- Navigation options: Prime SealWsh, Comp Check, Prime NdlWsh, Adjust Seals, Service Utilities, Other Tests

图 8-3 诊断屏幕

诊断屏幕字段

Diagnostics（诊断）屏幕中的字段包括：

- Transducers（传感器）字段 – 显示三个传感器的当前压力读数。
- Lifetime Counters（使用寿命计数器）字段 – 显示所示参数的总值。

诊断屏幕键

表 8-1 介绍 Diagnostics（诊断）主屏幕中的屏幕键的功能。

表 8-1 诊断屏幕键

屏幕键	功能	参考
Prime SealWsh	灌注柱塞密封清洗	第 8.3.1 节，灌注柱塞密封清洗泵
Comp Check	启动样品管理系统的压缩检查	第 8.3.2 节，执行压缩检查
Prime Ndl Wash	灌注针头清洗并使针头回到流体位置	第 8.3.3 节，灌注针头清洗泵
Adjust Seals	启动调整密封包过程，这将在低密封处优化针口位置	第 8.3.4 节，调整密封
Service Utilities	显示密码保护的服务诊断列表	第 8.3.5 节，服务实用程序诊断
Other Tests	显示 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕，该屏幕显示更多的诊断测试	第 8.4 节，执行其它诊断

以下各节介绍了从 Diagnostics（诊断）屏幕键访问的诊断。

8.3.1 灌注柱塞密封清洗泵

“灌注柱塞密封清洗测试”自动灌注溶剂管理系统的柱塞密封清洗泵。如果柱塞密封清洗系统中缺少液流或如果您正在更换密封清洗溶剂，则执行此测试。如有需要，在更换溶剂时使用中间溶剂，以防止不溶或沉淀问题。

必备材料

- 密封清洗溶液
- 管路配接器（在“启动套件”中）
- 注射器（只有密封清洗泵中没有溶剂时才使用）

要灌注柱塞密封清洗：

1. 确保柱塞密封清洗供给管（标记为“入口”）在密封清洗溶剂瓶中，并确保柱塞密封清洗废液管（无色）在相应的废液容器中。
2. 将管路配接器（在“启动套件”中）连接到注射器。
3. 在注射器中装满密封清洗溶液，然后将注射器组件连接到密封清洗入口管路。

- 按 Diagnostics（诊断）屏幕中的 **Prime SealWsh（密封清洗灌注）** 屏幕键。出现 Prime Seal Wash（密封清洗灌注）对话框（图 8-4）。

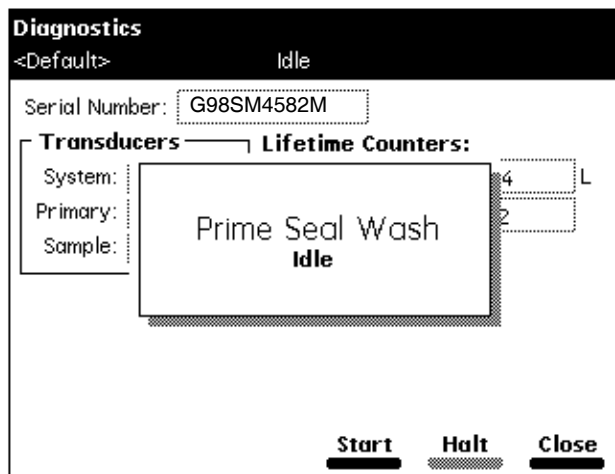


图 8-4 密封清洗灌注屏幕

- 按 **Start（开始）** 以开始密封清洗过程。推进注射器的柱塞，推入密封清洗溶剂流经系统。
- 密封清洗溶剂从密封清洗废液管中流出时，按 **Halt（停止）** 屏幕键。（如果此测试未被中止，15 分钟后密封清洗泵将超时。）
- 按 **Close（关闭）** 可返回到 Diagnostics（诊断）屏幕。

有关灌注柱塞密封清洗泵的详细信息，请参阅第 3.3.3 节，灌注柱塞密封清洗泵。

8.3.2 执行压缩检查

压缩检查：

- 自动压缩样品定量环和注射器中的溶剂
- 检查渗漏
- 确定系统中溶剂的可压缩性。

如果怀疑密封包存在渗漏，则执行压缩检查。密封包渗漏的故障现象包括：

- 样品室中滴漏
- 系统压力异常偏低

过程

要执行“压缩检查”诊断：

1. 在红色出口管处安装一个限流器，该限流器在溶剂流量为 3.0 mL/分或更低时，会产生至少 500 psi 的反压。

注意：如果此测试期间使色谱柱在线，则不需要限流器。

2. 将限流器的出口连接到废液管。
3. 按 Diagnostics（诊断）屏幕中的 **Comp Chk（压缩检查）** 屏幕键。出现 Compression Check（压缩检查）对话框（图 8-5）。

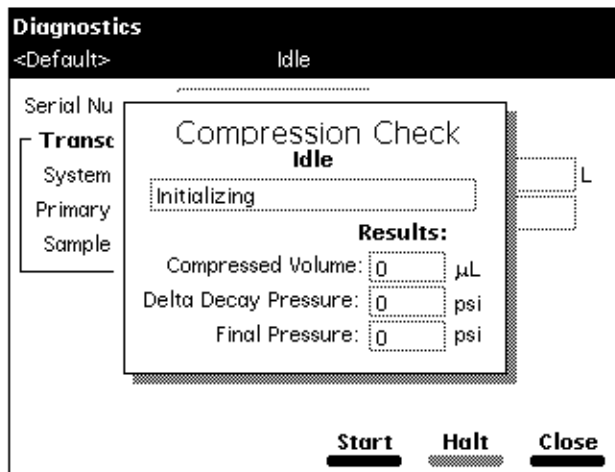


图 8-5 压缩检查屏幕

Compression Check（压缩检查）对话框中的字段包括：

- **Compressed Volume（压缩体积）** 字段 - 以 μL 为单位显示样品定量环的压缩后的体积。
- **Delta Decay Pressure（Delta 衰减压力）** 字段 - 以 psi 为单位显示衰减压力的变化。
- **Final Pressure（最终压力）** 字段 - 显示完成诊断后的样品定量环压力。

有关正确的参数设定，请参阅表 3-4。

4. 按 **Start（开始）** 屏幕键以开始“压缩检查”诊断。测试完成后，Compression Check（压缩检查）屏幕将在 Compressed Volume（压缩体积）、Delta Decay Pressure（Delta 衰减压力）和 Final Pressure（最终压力）字段中显示值（说明测试成功），或者显示 Fail（失败）状态。

压缩检查失败

如果“压缩检查”失败：

- 检查为测试输入的参数是否正确（请参阅表 3-4）。
- 确认正在使用适合的溶剂，并确认此溶剂经过正确处理。
- 目视检查注射器是否有气泡。确认此注射器安全可靠。
- 调整密封（请参阅第 8.3.4 节，调整密封）。
- 检查样品室是否有滴流。
- 确认“样品管理”流路（压缩 / 套圈连接、阀、管路）中没有渗漏。
- 清除样品管理系统（请参阅第 3.4.1 节，清除样品管理系统）。

8.3.3 灌注针头清洗泵

“灌注针头清洗泵”过程自动灌注针头清洗系统并使针头回到流体位置。如果发生以下情况，则执行此过程：

- 针头清洗系统中缺少液流
- 正在更换密封清洗溶剂
- 针头传感器有故障

要灌注针头清洗：

1. 确保针头清洗供给管（绿色）在溶剂瓶中，并确保废液管（黄色）在相应的废液容器中。
2. 按 Diagnostics（诊断）屏幕中的 **Prime NdlWash（灌注针头清洗）** 屏幕键。出现 Prime Needle Wash（灌注针头清洗）对话框（图 8-6）。

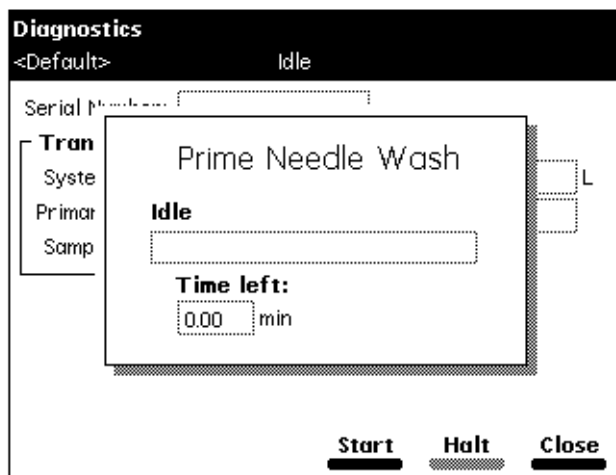


图 8-6 灌注针头清洗对话框

3. 按 **Start**（开始）屏幕键以开始针头清洗。如果溶剂在 30 秒内未流出废液管，再次按 **Start**（开始）。如果溶剂仍未流出废液管：
 - 检查样品室是否有来自进样器的滴流
 - 检查液体是否正在从针头清洗容器中回流

8.3.4 调整密封

“调整密封”过程自动调整并优化自动进样器密封处的垂直针口位置。

必备材料

- 限流器或带针插头的管节（在“启动套件”中）
- 100% 经过脱气或被喷射的甲醇

调整密封之前，请确保：

- 样品管理系统至少已经被清除两次。
- 该溶剂是经过脱气（或被喷射的）100% 甲醇（或另一兼容的溶剂）。
- 已经移除了色谱柱，避免发生大约 1000 psi（69 巴，6894 kPa）的压力脉冲对其造成损坏。
- 已经在红色出口管处安装一个限流器，该限流器在流量低于 3.0 毫升 / 分时，会产生至少 1000 psi 的反压。

注意：在没有色谱柱的情况下要达到足够的反压，可能需要用管节和接头插头组件部分封盖红色管。在相应的废液容器中收集溶剂废液。

注意：高阻力的限流器（在 1 mL/ 分时 >2000 psi）可能导致本测试用时较长并可能导致“丢失限流器错误”。

过程

要调整密封：

1. 按 Diagnostics（诊断）屏幕中的 **Adjust Seals**（调整密封）屏幕键。出现 Adjust Seals（调整密封）对话框（图 8-7）。

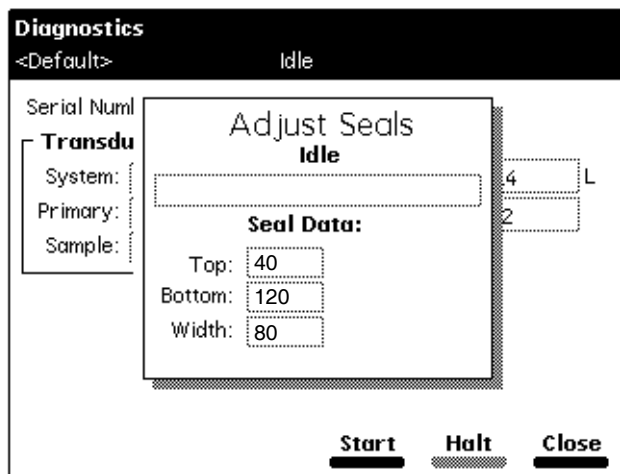


图 8-7 调整密封屏幕

2. 按 **Start**（开始）屏幕键以开始测试。

完成测试时，屏幕显示：

- Pass（通过）或 Fail（失败）状态
- 当前和以前的密封数据

检查 **Adjust Seals**（调整密封）参数的值是否在表 8-2 所示的可接受范围内。如果发生以下情况，可能出现“密封几何错误”：

- “调整密封”参数值不在可接受的范围内
- 样品管理系统中出现气泡。（如果这样，清除样品管理系统并重试。）
- 溶剂未经过正确脱气或喷射（但是看不见气泡）。

表 8-2 调整密封诊断的可接受范围

参数	可接受范围
顶部	30 到 80
底部	80 到 200
宽度（底部到顶部）	50 到 120

调整密封失败

如果“调整密封”测试失败：

1. 请确保：
 - 将“调整密封”测试的流量设置为 1.0 到 1.5 mL/分
 - 100% 甲醇经过正确脱气和过滤
 - 已启用脱气或喷射
2. 如果达到了以上所有标准，请转到步骤 3。
如果未达到以上标准，请采取适当操作，然后重复“调整密封”测试。如果测试再次失败，请转到步骤 3。
3. 用针插头替换红色出口管中的限流器。
4. 渐变系统压力到 **4500 psi**。保持此压力 2 分钟（以重新激活密封）。
5. 重复“调整密封”诊断。
6. 如果测试再次失败：
 - a. 停止溶剂液流。
 - b. 监视所显示的压力值（该值应接近于 0 并且稳定）。
 - c. 与 Waters 技术服务联系。

8.3.5 服务实用程序诊断

“服务实用程序”诊断仅供“Waters 技术服务代表”使用。这些实用程序受到密码保护。有关联系“Waters 技术服务”的信息，请参阅本章开始处对此主题的讨论。

8.4 执行其它诊断

要显示 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕（图 8-8），按 Diagnostics（诊断）屏幕中的 **Other Tests（其它测试）** 屏幕键（请参阅图 8-3）。此屏幕的滚动框中出现的一些测试和维护过程对应于在“分离单元”内已安装的选项。

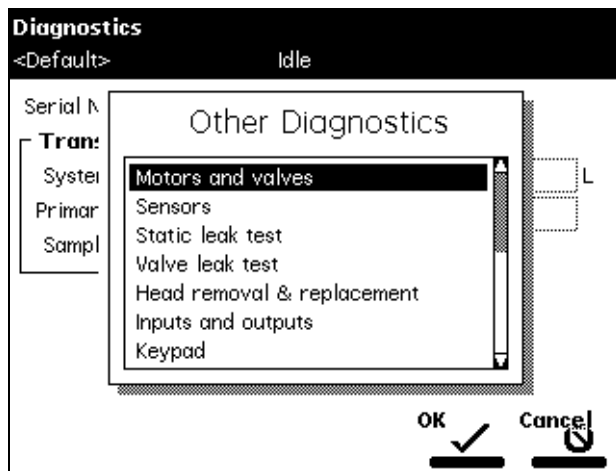


图 8-8 其它诊断屏幕

表 8-3 介绍 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的测试功能。

表 8-3 其它诊断测试

测试名称	功能	参考
Motors and valves	使您手动控制电机和阀。	第 8.4.1 节，执行电机和阀的诊断
Sensors	使您查看仪器传感器的当前状态。	第 8.4.2 节，执行传感器诊断
Static leak test	溶剂管理系统的高压部分中的“变化率和衰减”测试。使您测试溶剂管理系统中所有密封和接头的渗漏。	第 8.4.3 节，执行静态渗漏测试
Valve leak test	使您测试样品管理系统的阀和针头密封包上、下侧的压力渗漏。	第 8.4.4 节，执行阀渗漏测试

表 8-3 其它诊断测试（续）

测试名称	功能	参考
Head removal and replacement	使您将柱塞移动到你最前端位置以取出头，并更换柱塞和密封清洗组件。	第 8.4.5 节，执行泵头移除和替换实用程序
Inputs and outputs	显示 I/O 端口的当前状态。	第 8.4.6 节，执行输入和输出诊断
Keypad	使您测试前面板小键盘上的按键。	第 8.4.7 节，执行小键盘诊断
Display	测试显示器屏幕。	第 8.4.8 节，执行显示器诊断
Carousel	使您测试样品的样品盘驱动器。	第 8.4.9 节，执行样品转盘测试
Degasser	使您测试在线脱气器模块。	第 8.4.10 节，执行在线脱气器测试
Sample heater/cooler	使您测试加热器 / 冷却器模块。	第 8.4.11 节，执行样品加热器 / 冷却器测试
Defrost sample cooler	使您为加热器 / 冷却器模块除霜。	第 8.4.12 节，执行样品加热器 / 冷却器除霜过程
Column heater	使您测试色谱柱加热器模块。	第 8.4.13 节，执行色谱柱加热器测试
Rebuild injector valves	使您重建和测试阀 V1 和 V2。	第 8.4.14 节，重建进样阀
Turn off GPV	使您关闭梯度比例阀 (GPV)。	第 8.4.15 节，关闭梯度比例阀 (GPV)
Create “GPV Test” Method	使您创建 GPV 测试分离方法，该方法可用于“2695 分离单元”的“运行检定”。	第 8.4.16 节，创建 GPV 测试方法
Firmware Checksum	使您验证校验和的值，以确保正确加载固件升级。	第 8.4.17 节，查看固件校验和

8.4.1 执行电机和阀的诊断

“电机和阀”诊断使您可以手动控制和检查以下项的状态：

- 电机：
 - 进样器（针头）驱动器
 - 注射器驱动器
 - 针头清洗泵
- 阀：
 - 梯度比例阀（GPV）
 - V1（样品定量环阀）
 - V2（注射器阀）
 - V3（废液阀）
 - V4（针头清洗阀）

Motors and Valves（电机和阀）诊断软件检查您输入的参数值，以确保参数值在适当范围内以保护系统和色谱柱。

要执行“电机和阀”诊断，选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Motors and valves**（电机和阀），然后按 **OK**（确定）屏幕键。出现 Motors and Valves（电机和阀）诊断屏幕（图 8-9）。

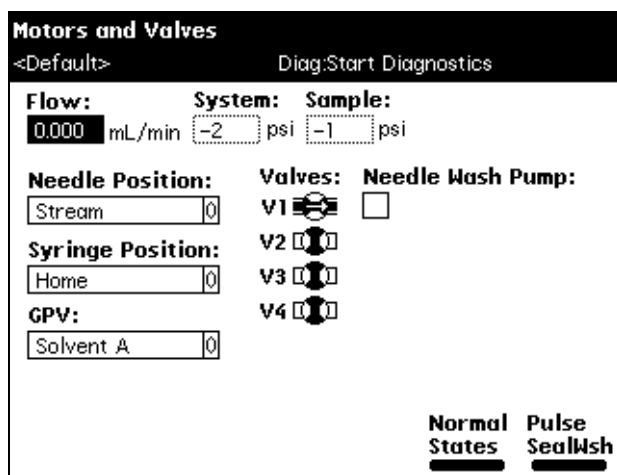


图 8-9 电机和阀诊断屏幕

屏幕显示：

- 流量（mL/分）、系统压力和样品定量环压力
- 针头和注射器的当前位置
- GPV 和 V1-V4 阀的当前位置
- 针头清洗泵的开 / 关状态

按 **Exit**（退出）键可返回到 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕

控制电机

要控制针头或注射器驱动器：

1. 在 Motors and Valves（电机和阀）屏幕中，选择要更改的电机位置参数（针头位置或注射器位置）。
2. 按 **Enter** 将显示一个参数值的下拉列表。
3. 选择所需的值，然后按 **Enter** 以保存选择。表 8-4 和表 8-5 介绍了下拉列表中进行器（针头）和注射器电机的可用位置选择。

表 8-4 针头位置参数

针头位置	说明
Stream（流体）	针头侧端口在高压流体中（缺省位置）。
Seal（密封）	针头侧端口在低密封位置。
Wet（湿的）	针头在针头清洗位置。
Vial（样品瓶）	针头在样品瓶中。

表 8-5 注射器位置参数

注射器位置	说明
Empty（空）	注射器在最高位置，以清除注射器。
Home（原位）	注射器在原位（缺省）位置（大约 20% 满位置）。
Full（满）	注射器在所允许的最低位置（80% 满位置）以抽取样品。

控制 GPV 阀

表 8-6 介绍“梯度比例阀”(GPV)下拉列表中提供的阀位置。

表 8-6 梯度比例阀 (GPV) 位置参数

GPV 位置	说明
Off (关)	GPV off (GPV 关闭)。
Solvent A (溶剂 A)	GPV 从容器 A 选择溶剂。
Solvent B (溶剂 B)	GPV 从容器 B 选择溶剂。
Solvent C (溶剂 C)	GPV 从容器 C 选择溶剂。
Solvent D (溶剂 D)	GPV 从容器 D 选择溶剂。

控制阀 V1-V4

要控制一个阀：

1. 在 Motors and Valves (电机和阀) 屏幕中，选择要更改的阀位置。
2. 按任意数字键以切换阀的打开和关闭位置。在图 8-9 中，如阀符号所示，阀 V1 在打开位置。
3. 按 **Enter** 键以保存更改。

8.4.2 执行传感器诊断

Sensors (传感器) 诊断监视并显示“2695 分离单元”中所有数字传感器的当前位置。

要执行 Sensors (传感器) 诊断，选择 Other Diagnostics (其它诊断) 屏幕中的 **Sensors (传感器)**，然后按 **OK (确定)** 屏幕键。出现 Sensor Diagnostic (传感器诊断) 屏幕 (图 8-10)。

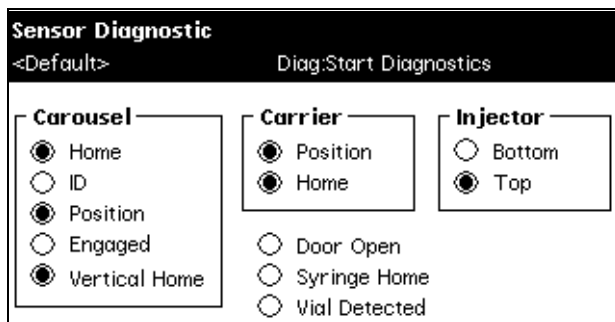


图 8-10 传感器诊断屏幕

表 8-7 介绍选择（启用）每个传感器后该传感器的功能。

表 8-7 传感器诊断参数

部件	传感器	说明
Carousel (样品转盘)	Home (原位)	处于进样器之下的样品转盘在原位位置。
	ID	处于进样器之下在进样序列中标识的样品转盘。
	Position (位置)	在样品转盘中检测到样品瓶位置。(Vial Detected (检测到样品瓶) 传感器检查样品瓶位置上是否有样品瓶存在。)
	Engaged (使用中)	样品的样品转盘旋转驱动装置 (z-轴) 使用所选的样品转盘 (请参阅图 7-18)。
	Vertical Home (垂直原位)	样品的样品转盘旋转驱动装置 (z-轴) 在最高位置。
Carrier (托架)	Position (位置)	所选样品转盘在加载位置。
	Home (原位)	样品转盘 A 在加载位置。
Injector (进样器)	Bottom (底部)	针头安装块在底部传感器位置 (Wet (湿的))。
	Top (顶部)	针头安装块在顶部传感器位置 (Stream (流体))。
Miscellaneous (其它)	Door Open (门打开)	样品室门处于打开状态。
	Syringe Home (注射器原位)	注射器在 Home (原位) 位置 (大约 20% 满位置)。
	Vial Detected (检测到样品瓶)	样品瓶在所选样品瓶位置。(配合“样品转盘位置”传感器使用)。

8.4.3 执行静态渗漏测试

“静态渗漏”（“变化率和衰减”）测试：

- 执行溶剂压力渐变上升
- 监视溶剂传送系统中的压力衰减以确定入口止回阀、管路、接头或柱塞密封是否有故障

遇到下列情况时，都应执行“静态渗漏”测试：

- 怀疑入口止回阀或柱塞密封中存在渗漏。
- 在溶剂管理系统中执行维护。
- 更换流路接头。

必备材料

- 针插头
- 扳手、5/16 英寸、开口、两个
- 扳手、5/8 英寸、开口
- 废液容器

开始操作前的准备

要确保“静态渗漏”测试成功，需要预处理溶剂管理系统。

要预处理溶剂管理系统：

1. 请确保为“静态渗漏”测试而选择的溶剂管处于 100% 甲醇内。
2. 将限流器置于在线过滤器出口，以流量为 1.0 到 1.5 mL/分产生 4000 psi 10 分钟。整个预处理阶段保持在线脱气器处于“开”模式。

过程

要（在预处理溶剂管理系统后）执行“静态渗漏”测试：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Static Leak Test（静态渗漏测试）**，然后按 **OK（确定）** 屏幕键。出现 Static Leak Test（静态渗漏测试）屏幕（图 8-11）。

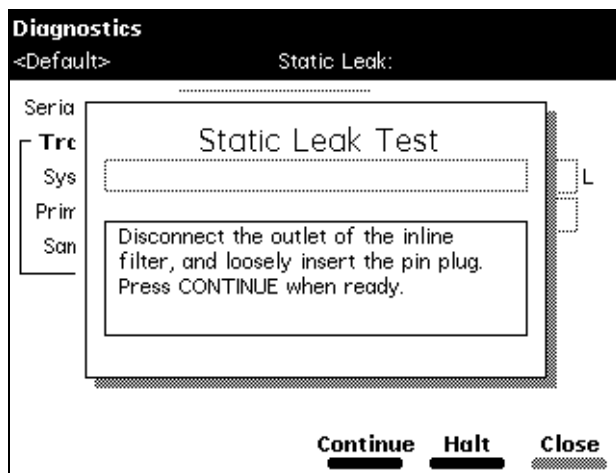


图 8-11 静态渗漏测试屏幕

2. 遵照 **Static Leak Test**（静态渗漏测试）屏幕中的指令。断开在线过滤器出口处的流路连接，将针插头松散地插入在线过滤器的出口。
 3. 在相应的废液容器中收集溶剂废液。
 4. 插入针插头后，按 **Continue**（继续）。
 5. 遵照 **Static Leak Test**（静态渗漏测试）屏幕中后续的指令，完成“静态渗漏测试”。
- “静态渗漏测试”完成后，出现 **Static Leak Test Results**（静态渗漏测试结果）屏幕（图 8-12）。

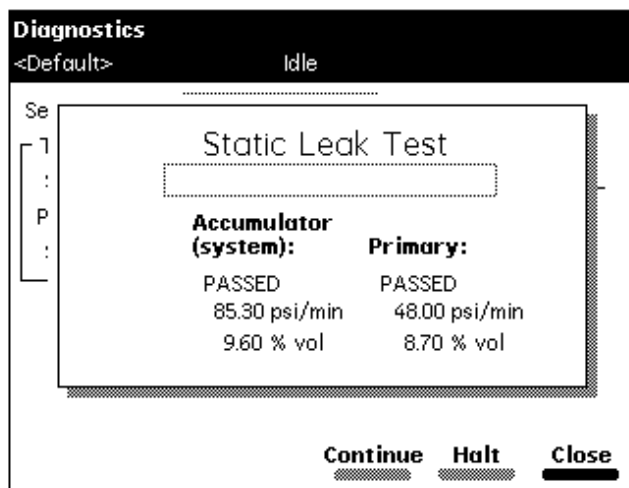


图 8-12 静态渗漏测试结果屏幕

静态渗漏测试失败

- 检查明显的渗漏。
- 检查“灌注 / 排放”阀是否关闭。
- 检查是否将脱气器设置为 **On**（开）。
- 确保压缩接头和泵头螺母紧固。
- 确保使用了正确的溶剂（建议使用甲醇或水）。
- 如有必要，确保再次运行测试之前，通过高压流在柱塞和泵头表面进行很好地密封。例如，安装一个限流器，该限流器足以在 0.5 mL/ 分的流量时达到 4000 到 4500 psi 反压。
- 重复“静态渗漏”测试。

静态渗漏测试继续失败

如果“静态渗漏测试”继续失败：

- 确保将脱气器设置为 On（开）模式。
- 使用甲醇以 1.0 mL/分的流量执行湿灌注 10 分钟，同时连接限流器以达到 4000 到 4500 psi 反压。执行湿灌注可将行程长度增加到最大长度。
- 湿灌注 7 到 8 分钟之后，检查管线和接头是否有渗漏。使用热敏纸作为检测渗漏的方法，热敏纸接触到甲醇时会变黑。修补任何渗漏。
- 卸下限流器，用针插头替换它，再运行“静态渗漏”测试。

8.4.4 执行阀渗漏测试

“阀渗漏”测试：

- 测试“样品管理系统”的“样品入口阀”(V1)和“注射器阀”(V2)（请参阅图 1-3）
- 测试针头密封包的上、下侧是否有压力渗漏

遇到下列情况时，都应执行“阀渗漏”测试：

- 怀疑样品管理阀或上、下针头密封包中存在渗漏
- 在样品管理系统中执行维护

必备材料

- 针插头
- 扳手、5/16 英寸、两端开口、两个
- 废液容器

过程

要执行“阀渗漏”测试：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Valve leak test（阀渗漏测试）**，然后按 **OK（确定）** 屏幕键。出现 Valve Leak Test（阀渗漏测试）屏幕（图 8-13）。

注意：如果需要，您可以使用 System Pressure（系统压力）Chart Output（图表输出）参数，将系统压力变化率和衰减发送到外部设备。有关详细信息，请参阅第 6.2.5 节，设置 I/O 参数值。

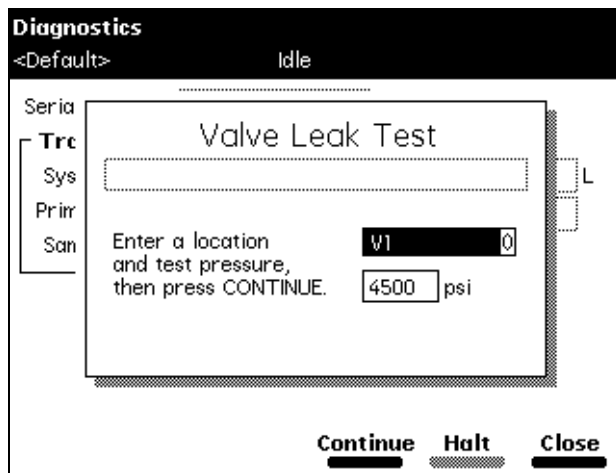


图 8-13 阀渗漏测试屏幕

2. 将红色出口管与样品管理系统中断开，并使用针插头插入红色出口管中。
 3. 在相应的废液容器中收集溶剂废液。
 4. 按 **Enter** 以显示测试位置选择，然后选择要测试的阀（V1 或 V2）或针头密封包位置（Above seal（密封之上）或 Below seal（密封之下））。
 5. 选择测试压力（通常为 4500 psi），然后按 **Continue**（继续）。
 6. 遵照 Valve Leak Test（阀渗漏测试）屏幕中后续的指令，完成该测试。
- “阀渗漏”测试完成后，结果显示 Valve Leak Test（阀渗漏测试）屏幕中。

8.4.5 执行泵头移除和替换实用程序

“泵头移除和替换”实用程序可将柱塞移动到你最前端位置。要移除并替换泵头、密封清洗组件、柱塞密封或柱塞时，都应使用此实用程序。

要执行“泵头移除和替换”实用程序：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Head removal & replacement（泵头移除和替换）**，然后按 **OK（确定）** 屏幕键。出现 Head Removal & Replacement（泵头移除和替换）屏幕（图 8-14）。
2. 按照此屏幕中的指令移除和重新安装泵头、密封清洗组件、柱塞密封和柱塞。有关移除泵头的详细信息，请参阅第 7.2.2 节，移除泵头、密封清洗装置及柱塞。

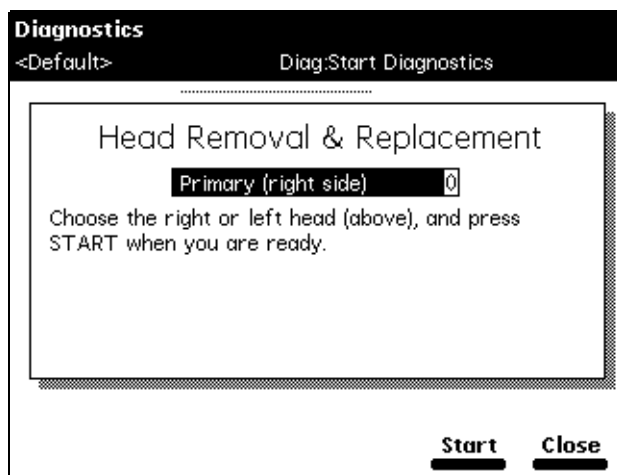


图 8-14 泵头移除和替换屏幕

8.4.6 执行输入和输出诊断

“输入和输出”诊断能使您查看“2695 分离单元” I/O 连接器上的输入和输出连接的状态。

要执行“输入和输出”诊断：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Inputs and outputs（输入和输出）**，然后按 **OK（确定）** 屏幕键。出现 I/O Diagnostics（I/O 诊断）屏幕（图 8-15）。

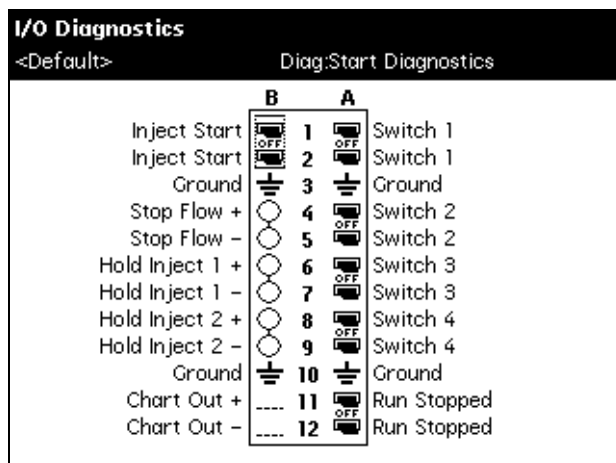


图 8-15 I/O 诊断屏幕

2. 将想要测试的任何成对的开关输出和任何输入之间的跳线连接起来（表 8-8）。

表 8-8 连接 I/O 开关和输入

成对的开关输出	输入
开关 1	停止液流
开关 2	保持进样 1
开关 3	保持进样 2
开关 4	
进样开始	
运行停止	

3. 在“I/O 诊断”屏幕中，选择与跳线连接的成对开关，然后使用任意数字键以切换开关的“开”和“关”位置。
4. 在切换开关时，检查与跳线连接的输入更改了状态（圆圈从空白更改为实心）。

8.4.7 执行小键盘诊断

通过按小键盘的按键，并在“小键盘”诊断屏幕中查看其外观更改，“小键盘”诊断可以帮助测试小键盘上的按键。如果在“分离单元”中遇到小键盘故障，可使用此诊断。

要执行“小键盘”诊断：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Keypad（小键盘）**，然后按 **OK（确定）**。出现 Keypad（小键盘）诊断屏幕（图 8-16）。
2. 遵照屏幕中的指令执行诊断。

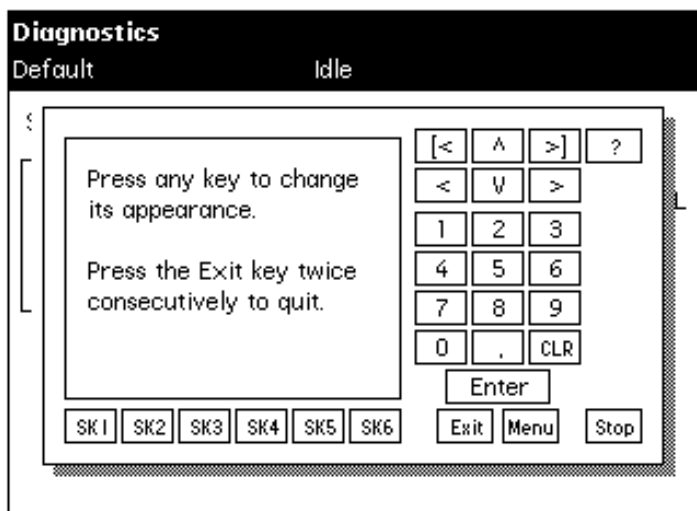


图 8-16 小键盘诊断屏幕

8.4.8 执行显示器诊断

通过在屏幕上投影测试模式，“显示器”诊断可测试显示器屏幕。如果在“分离单元”中遇到显示器屏幕故障，可使用此诊断。

要执行“显示器”诊断，选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Display（显示器）**，然后按 **OK（确定）**。

8.4.9 执行样品转盘测试

“样品转盘”测试可测试：

- 样品瓶传感器
- 样品转盘 ID 传感器
- 样品转盘驱动器
- 条码读取器（如果已作为选件安装）

如果遇到样品转盘托架系统故障，可使用此测试。

要执行“样品转盘”测试：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Carousel（样品转盘）**，然后按 **OK（确定）**。出现 Carousel（样品转盘）测试屏幕（图 8-17）。
2. 遵照屏幕中的指令。

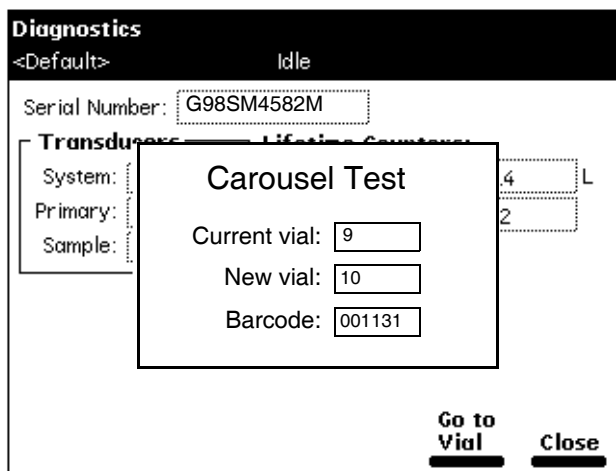


图 8-17 样品转盘测试屏幕

8.4.10 执行在线脱气器测试

通过向下渐变在线脱气器中的真空压力，然后测量压力增加的速率，“在线脱气器”测试可以帮助测试在线脱气器是否正常运行。此测试大约耗时 15 分钟。

通过将图表记录器连接到“分离单元”后面板上的 Chart Out（图形输出）输出，可以监视真空压力。

要执行“在线脱气器变化率和衰减”测试：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Degasser（脱气器）**，然后按 **OK（确定）**。出现在线 Degasser Test（脱气器测试）屏幕（图 8-18）。
2. 按 **Start（开始）** 屏幕键以开始测试。测试期间，系统将：
 - 向下渐变真空压力
 - 使真空衰减（大约 10 分钟）
 - 测算真空衰减的速率
3. 测试完成时，在线 Degasser Test（脱气器测试）屏幕显示：
 - Pass（通过）或 Fail（失败）测试状态
 - 压力的更改
 - 测试剩余时间（0.00 分钟）

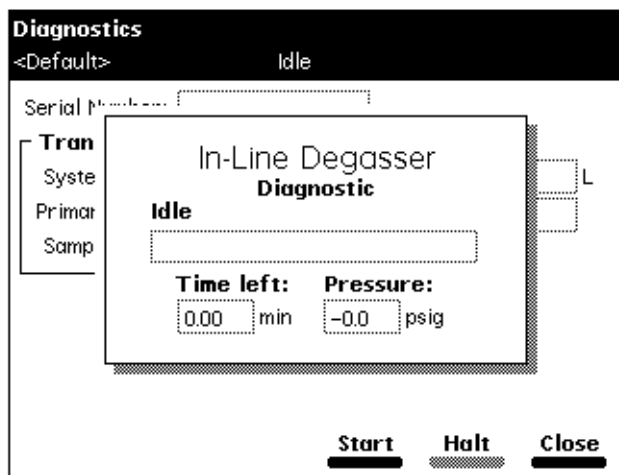


图 8-18 脱气器诊断屏幕

8.4.11 执行样品加热器 / 冷却器测试

通过向下渐变样品加热器 / 冷却器中的温度，然后测量温度升高的速率，“样品加热器 / 冷却器”测试可以帮助测试样品加热器 / 冷却器模块是否正常运行。

通过将图表记录器连接到“2695 分离单元”后面板上的 Chart Out（图形输出）端子，可以监视样品加热器 / 冷却器的温度。

执行此测试之前：

- 从样品室移除所有样品转盘和样品瓶。
- 确保色谱柱加热器尚未使用（如已安装）。
- 确保样品室温度在 18 和 28 °C 之间。

注意：为确保此测试的准确度，测试期间请勿打开样品室的室门。

要执行“样品加热器 / 冷却器变化率和衰减”测试：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Sample heater/cooler**（样品加热器 / 冷却器），然后按 **OK**（确定）。出现 Sample Heater/Cooler（样品加热器 / 冷却器）测试屏幕（图 8-19）。

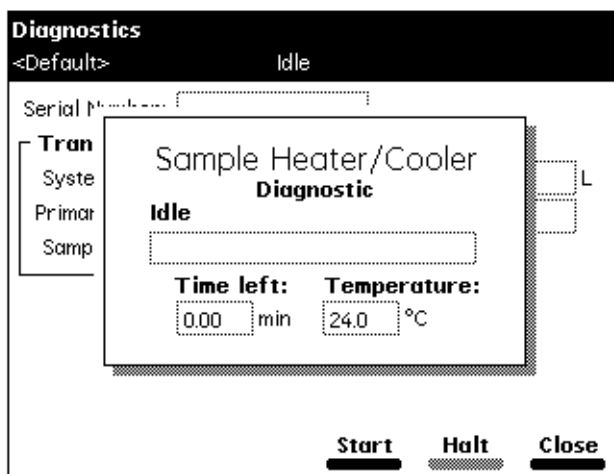


图 8-19 样品加热器 / 冷却器测试屏幕

2. 按 **Start**（开始）开始测试。测试期间，样品加热器 / 冷却器温度：
 - 保持平衡
 - 向下渐变（持续大约 10 分钟）
 - 稳定
 - 返回到环境温度
3. 测试结束后，“样品加热器 / 冷却器”测试屏幕显示：
 - Pass（通过）或 Fail（失败）测试状态
 - 当前温度

8.4.12 执行样品加热器 / 冷却器除霜过程

“样品加热器 / 冷却器除霜”过程可以对“样品加热器 / 冷却器”模块除霜，并监视模块预热时温度的变化。

通过将图表记录器连接到“分离单元”后面板上的 Chart Out（图形输出）端子，可以监视样品加热器 / 冷却器温度。

执行此测试之前：

- 从样品室移除所有样品转盘和样品瓶。
- 确保色谱柱加热器尚未使用（如已安装）。

要执行“样品加热器 / 冷却器除霜”过程：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Defrost**（除霜），然后按 **OK**（确定）。出现 Defrost Sample Heater/Cooler（样品加热器 / 冷却器除霜）屏幕（图 8-20）。

2. 按 **Start**（开始）开始测试。

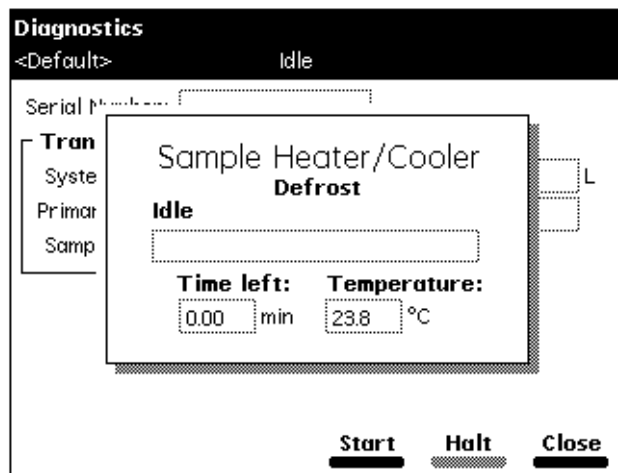


图 8-20 样品加热器 / 冷却器除霜屏幕

3. 得到提示后，打开样品室的室门。

注意：要完成此过程，在整个过程中样品室的室门必须保持开启状态。

4. 此过程完成时：

- “样品加热器 / 冷却器除霜” 屏幕指示此过程已经结束。
- 屏幕会提示您关闭样品室的室门。

8.4.13 执行色谱柱加热器测试

通过升高色谱柱加热器内的温度，“色谱柱加热器”测试可帮助测试色谱柱加热器是否正常运行。

通过将图表记录器连接到“2695 分离单元”后面板上的 Chart Out（图形输出）端子，可以监视色谱柱加热器温度。

执行“色谱柱加热器”测试之前，确保：

- 尚未使用样品加热器 / 冷却器。
- 样品室温度在 18 和 28 °C 之间。

注意：要确保此测试的准确度，测试期间请勿打开色谱柱加热器的门。

要执行“色谱柱加热器”诊断：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Column heater**（色谱柱加热器），然后按 **OK**（确定）。出现 Column Heater（色谱柱加热器）测试屏幕（图 8-21）。
2. 按 **Start**（开始）开始测试。

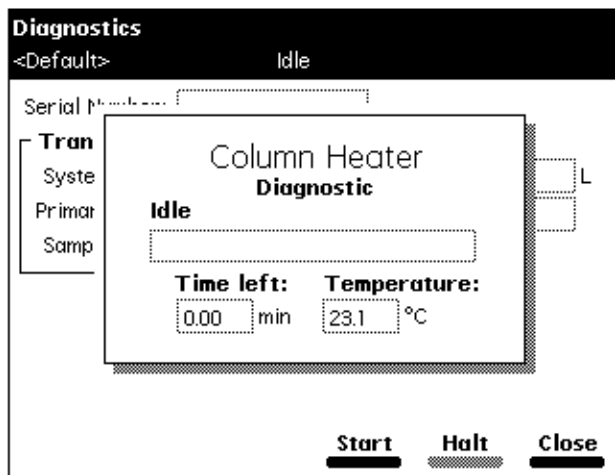


图 8-21 色谱柱加热器诊断屏幕

测试期间：

- 屏幕会提示您关闭色谱柱加热器模块的门。
 - 色谱柱加热器测试从环境温度开始。
 - 色谱柱加热器温度渐变上升（持续大约 8 分钟）。
 - 系统会测量温度的上升。
3. 测试结束后，“色谱柱加热器测试”屏幕显示：
 - Pass（通过）或 Fail（失败）测试状态
 - 温度的变化

8.4.14 重建进样阀

“重建进样阀”实用程序可以重建和测试：

- V1 - 样品定量环阀
- V2 - 注射器阀

此实用程序可以用来向前、向后驱动阀电机，以移除和更换阀组件。有关重建进样阀的信息，请参阅“进样器阀重建套件”。

必备材料

进样器阀重建套件

重建和测试过程

要重建和测试进样阀：

1. 选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Rebuild Injector Valves（重建进样阀）**，然后按 **OK（确定）**。出现 Injector Valve Rebuild（进样器重建）对话框（图 8-22）。
2. 有关如何重建进样阀的信息，请参阅“进样器阀重建套件”中的说明。
3. 遵照屏幕中的指令。

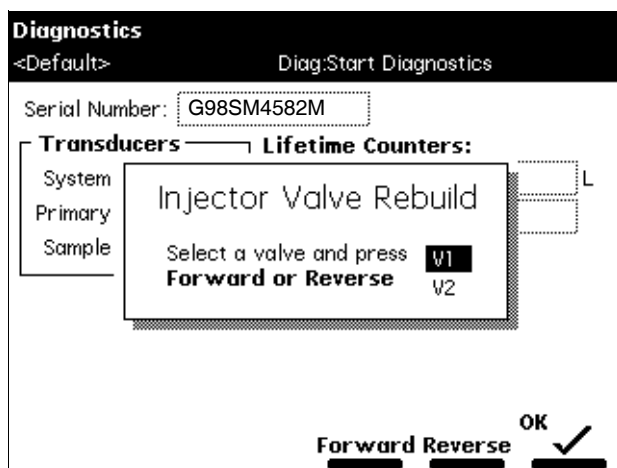


图 8-22 重建进样阀

8.4.15 关闭梯度比例阀 (GPV)

在更换入口止回阀阀芯时，关闭梯度比例阀 (GPV) 很有用（请参阅第 7.2.6 节，更换入口止回阀阀芯）。

要关闭梯度比例阀，选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Turn Off GPV**（关闭 GPV），然后按 **OK**（确定）。屏幕会通知您 GPV 的当前状态（图 8-23）。

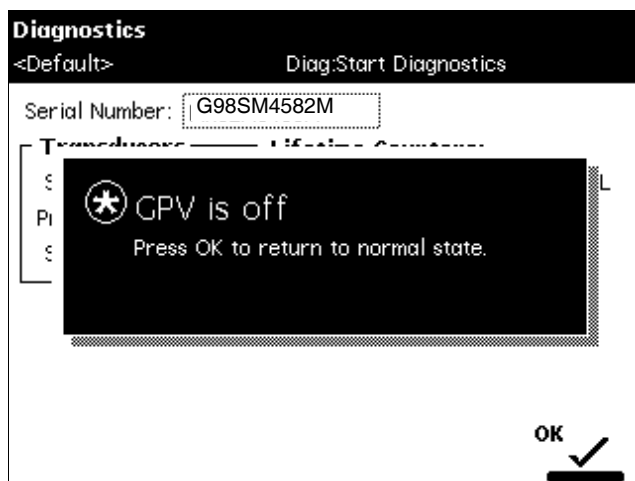


图 8-23 关闭 GPV 实用程序

8.4.16 创建 GPV 测试方法

“创建 GPV 测试方法”实用程序可以创建梯度比例阀测试方法，该方法可用于“2695 分离单元”的“运行检定”。完成“运行检定”后，您可以删除此方法，如果您需要重新检定“2695 分离单元”的运行，可以再运行此实用程序。

要创建 GPV 测试方法，选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Create GPV Test**（创建 GPV 测试），然后按 **OK**（确定）。屏幕会通知您“GPV 测试”的分离方法（图 8-24）。

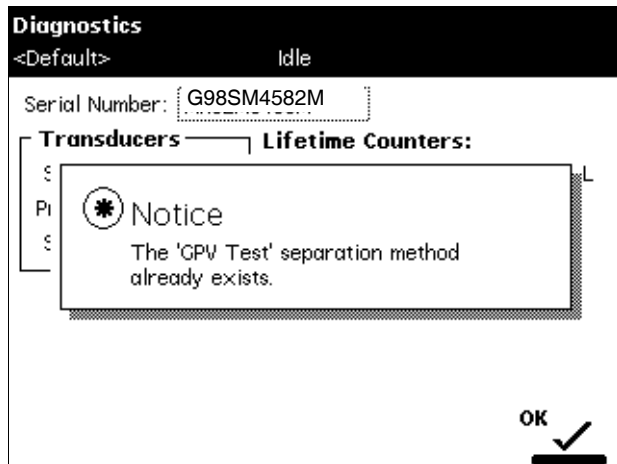


图 8-24 GPV 测试分离方法

8.4.17 查看固件校验和

通过显示和检查校验和的值，“固件校验和”实用程序可以测试固件的安装。

要查看固件校验和，选择 Other Diagnostics（其它诊断）屏幕中的 **Firmware checksum**（固件校验和）。显示此校验和及其精确度（图 8-25）。

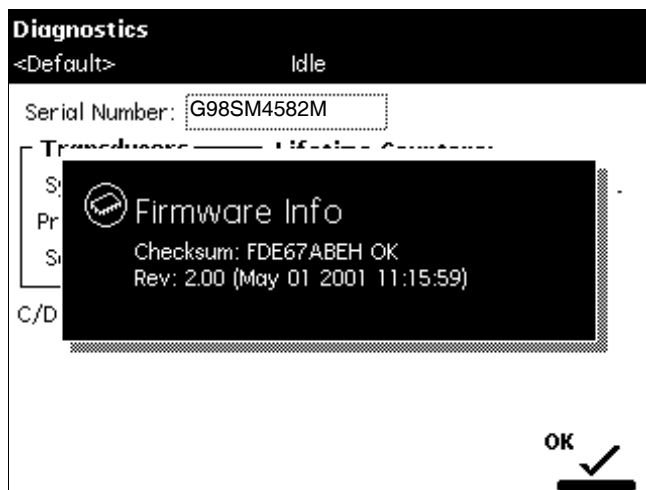


图 8-25 显示固件校验和

8.5 故障排除

本节提供了有关排除“分离单元”故障的信息。它包括：

- 常规故障排除提示
- 色谱故障排除
- 对以下各系统的硬件故障的排除：
 - 系统
 - 溶剂管理系统
 - 样品管理系统

注意：排除“分离单元”故障时，有关安全和处理的注意事项，请参阅第 8.1 节，安全和处理。

8.5.1 常规故障排除提示

基本故障排除步骤

执行系统故障排除有六个基本步骤：

1. 后退并查看系统。首先检查简单的事情。是否有明显的问题导致了故障（例如，仪器电源插头是否未插入或连接不正确）？
2. 将系统当前的运行方式与出现故障前的运行方式进行比较。为帮助用户确定正常的运行状态：
 - a. 记录 LC 系统（管路及电气连接）图。
 - b. 做好日常记录。
 - c. 定期运行色谱测试。

步骤 2 指出在系统正常运行期间跟踪系统参数和色谱结果的重要性。如果用户了解系统在正常运行时的典型状态，则故障排除会更容易。

例如，如果系统在使用某种方法时，通常在 n psi 状态下运行，可检查系统当前的压力是在同一范围内，还是明显地升高（可能由堵塞引起）或降低（可能由渗漏引起）？压力波动是否处在与正常运行时一致的范围内？

在系统安装后，和每次开发新方法时，填写“正常运行检查表”以记录系统正常运行时的各种状态。

3. 按下列顺序确定不同于系统正常运行的故障现象：

- a. 系统压力（高、低、不稳定）
 - b. 基线（液路相关或检测器电子相关）
 - c. 峰保留时间的变化（错误或改变超时）
 - d. 峰分辨率降低
 - e. 峰形异常（比预期小、宽、有拖尾等）
 - f. 定性 / 定量结果不正确
4. 对于每个独立的故障现象，要列出所猜测的原因。有关建议的故障排除过程，请参阅：
 - 第 8.5.2 节，排除色谱柱故障
 - 第 8.5.3 节，排除硬件问题故障
 5. 对每个色谱仪器执行性能测试，以迅速确定特定仪器是否存在故障。
 6. 请参阅本章故障排除表中的故障排除信息。故障排除表依据步骤 3 的参数组织而成，可以缩小故障现象的可能原因的范围并提供建议的纠正操作。

如果确定存在与其它系统组件有关的故障，请参阅相应的操作员手册。

何时联系 Waters 技术服务部门

“Waters 2695 分离单元”的许多故障由用户即可轻松解决。但是，如果无法解决问题，请联系“Waters 技术服务”，电话 800 252-4752，（仅限美国和加拿大客户）。其他客户，请致电当地 Waters 分公司或“Waters 技术服务代表”，或者致电位于（美国）麻萨诸塞州米尔福德市的 Waters 公司总部请求帮助。

当与“Waters 技术服务”部门联系时，请备好以下资料：

- 已填好的针对用户所用方法的正常运行检查表
- 故障现象性质
- 2695 分离单元的序列号（位于注射器门后）
- 检测器型号和序列号
- 流量
- 操作压力
- 流动相
- 检测器设置（灵敏度和波长）
- 色谱柱的类型和序列号
- 样品类型
- 控制模式（Millennium 色谱管理器、系统控制器、无交互、其它）
- 软件的版本号和序列号

8.5.2 排除色谱柱故障



注意：为防止受伤，在处理溶剂、更换管路或操作“分离单元”时，始终要遵守良好的实验室习惯。您必须了解所用溶剂的物理和化学性质。而且需要参考“材料安全数据表”以了解所使用溶剂的相关信息。

表 8-9 列出“分离单元”的色谱故障现象、可能的原因以及建议的纠正操作。

使用表 8-9 前，请阅读第 8.5.1 节，常规故障排除提示，并按照基本故障排除步骤查找色谱故障现象的原因。

表 8-9 色谱故障排除

故障现象	可能的原因	纠正操作
保留时间不稳定	柱塞头有气泡	脱气所有溶剂，灌注溶剂管理系统。检查喷射速率或脱气器的功能。打开 Mobile Phase（流动相）屏幕中的 Bubble detect（气泡检测）警报（请参阅第 6.2.1 节，设置流动相屏幕参数值）。
	止回阀故障	清洗 / 更换入口止回阀阀芯（请参阅第 7.2.6 节）。
	柱塞密封渗漏	更换密封（请参阅第 7.2.3 节）。
	分离化学物质	检查流动相、色谱柱、GPV。
	溶剂过滤器堵塞	更换过滤器。
保留时间增加	流量不正确	更改流量。
	溶剂组分不正确	更改溶剂组分，检查 GPV。
	色谱柱加热器模块未打开； 温度低	打开色谱柱模块，检查温度。
	流动相错误	使用正确的流动相。
	色谱柱已被污染	清洗 / 更换色谱柱。
	色谱柱不正确	使用正确的色谱柱。
	溶剂管理系统渗漏，损失溶剂	检查接头是否渗漏。执行“静态渗漏测试”（请参阅第 8.4.3 节，执行静态渗漏测试）。

表 8-9 色谱故障排除（续）

故障现象	可能的原因	纠正操作
保留时间减少	流量不正确	更改流量。
	溶剂组分不正确	更改组分，检查 GPV。
	色谱柱温度高	降低色谱柱温度。
	流动相错误	使用正确的流动相。
	色谱柱已被污染	清洗 / 更换色谱柱。
	色谱柱不正确	使用正确的色谱柱。
	溶剂脱气 / 喷射不完全	进行溶剂脱气 / 喷射。
再现性错误	溶剂脱气 / 喷射不完全	进行溶剂脱气 / 喷射。
	化学物质 / 积分不正确	请检查化学物质 / 积分。
	样品管理系统故障	排除样品管理系统的故障。
基线快速漂移	色谱柱不平衡	平衡色谱柱。
	未允许预热检测器	使检测器预热到基线稳定为止。时间随波长和灵敏度变化。
	溶剂已被污染	使用新溶剂。
	溶剂脱气不完全（快速或缓慢漂移）	进行溶剂脱气。检查在线脱气器（请参阅第 8.4.10 节，执行在线脱气器测试）。
	流量波动（快速或缓慢漂移）	灌注溶剂管理系统、更换泵的密封、检查阀（请参阅“保留时间不稳定”故障现象）。
	溶剂的波长错误	确保溶剂在所用波长处不吸收。
基线缓慢漂移	溶剂已被污染	使用新溶剂。
	UV 灯能量降低	使用检测器诊断检查灯能量。
	环境温度波动	稳定操作环境温度至可进行完全平衡。
	UV 检测器流动池渗漏（内部、交叉口）	检查流动池，紧固连接。
	流动池有污物	清洗流动池。
基线噪音循环，短期（30 到 60 秒）	流量波动	通过检查渗漏和正确脱气使流量稳定（请参阅“保留时间不稳定”故障现象）。
	溶剂未经过很好地混合（短期或长期循环）	搅拌溶剂。
	无线电频率噪音（短期或长期循环）	消除干扰。

表 8-9 色谱故障排除（续）

故障现象	可能的原因	纠正操作
基线噪音循环，长期（大约 10 分钟到 1 小时）	环境温度波动	稳定环境温度。
	故障积分器或记录器	检查积分器或记录器是否有过量基线噪音。
	脱气器内的溶剂时间不充足，无法移除 UV 吸收气（例如，O ₂ ）	维护 ≤ mL/分最大流量。
基线噪音，随机	检测器中有空气	去除检测器中的空气。
	溶剂脱气或喷射不完全	进行溶剂脱气 / 喷射。
	检测到气泡	重新灌注溶剂管理系统。移去并真空处理过滤溶剂。
	溶剂已被污染	使用新溶剂。
	色谱柱已被污染	清洗 / 更换色谱柱。
	流动池有污物	清洗流动池。
	2695 和数据系统、记录器或积分器之间模拟输出电缆连接不正确	正确连接电缆。
	系统接地错误	接入其他电路的插座。
		使用功率调节器。
	记录器电压不正确	将记录器设置到正确的电压。
	装置未完全冷却	盖好盖子后，再操作该装置。检查后面板是否留有适当的间隙。“执行样品除霜过程”（请参阅第 8.4.12 节，执行样品加热器 / 冷却器除霜过程）。
	无线电频率噪音	消除干扰。
检测器有故障	排除检测器故障。	
从以前进样中能看见残留	以前进样的浓度极高	计算进样的质谱。保持进样的质谱不变，尝试重新进样较大体积的低浓度溶剂。
	针头清洗溶剂的选择不充分，无法溶解所有样品组分	选择能溶解所有组份的针头清洗溶剂。
	下部针头清洗玻璃料被污染	更换下部针头清洗玻璃料。

表 8-9 色谱故障排除 (续)

故障现象	可能的原因	纠正操作
基线平直, 无峰	无溶剂流量	检查流量。
	灯未开	使用检测器诊断以检查参比/样品能量。能量为零表示灯未开。
		接通灯电源。如果不能解决问题, 请更换灯。
	检测器未复零	将检测器基线复零。
	检测器和记录器之间的连接不正确	检查检测器和记录器之间的电缆连接。
	错误的波长	检查波长设置。
	溶剂管路渗漏	检查接头。
平顶峰	检测器未复零	将检测器基线复零。
	记录器输入电压错误	调整记录器输入电压, 或将检测器输出电缆调整到正确位置。
	灵敏度过高	选择较低的敏感性检测范围。
	样品浓度或进样体积超过检测器输出电压	减少样品浓度或进样体积。
灵敏度降低	样品管理系统渗漏	排除样品管理系统的故障。
	样品降级、被污染或准备不当	使用新样品。
	色谱柱已被污染	清洗 / 更换色谱柱。
	色谱柱效率降低	清洗 / 更换色谱柱。
	比预期宽的峰	排除样品管理系统的故障。检查接头是否渗漏和套圈设置是否正确。检查管路 ID。
	过滤常数不正确	设置正确的检测器过滤常数。
	流动相组分变化	调整流动相的 PH 值或离子组成。
	流动池渗漏	拧紧流动池密封。
	流量不正确	更改流量。
样品能量降低, 参比能量未降低	流动相已被污染	使用新流动相。
	流动池有污物	清洗流动池窗口的外部。
		用水冲洗系统。如有必要, 移除色谱柱, 然后用强溶剂冲洗系统以从流动池窗口移除颗粒物或薄膜物。

8.5.3 排除硬件问题故障

本节包括以下各项的故障排除表：

- 系统故障
- 溶剂管理系统故障
- 样品管理系统故障

使用这些表格前，请阅读第 8.5.1 节，常规故障排除提示，并按照步骤查找硬件故障现象的原因。

系统故障排除

表 8-10 提供了与系统特定模块无关的系统故障的故障排除信息。

表 8-10 常规系统故障排除

故障现象	可能的原因	纠正操作
未打开设备的电源	未连接电源线	检查电源线。
	插座无电	检查线电压。
	电源保险丝烧断或丢失	更换电源保险丝。
小键盘无响应。	小键盘破损	致电 Waters 技术服务。
屏幕空白	未打开设备的电源	打开设备的电源。
	启动诊断测试失败	关闭电源并再次打开。如果故障未解决，请致电“Waters 技术服务”。
启动诊断失败	控制器板、溶剂管理系统、样品管理系统的内部故障	关闭电源并再次打开。如果故障未解决，请致电“Waters 技术服务”。
启动故障，伴有错误信息 Plunger homing over pressure (0 or 1)（超过压力（0 或 1）柱塞回原位）	在线过滤器堵塞	清洗或更换过滤器元素。
	样品管理废液管堵塞	移除堵塞或更换管。
	溶剂和样品管理系统之间有限制	移除限制。
前面板软件“锁定”	软件故障，电源线故障	关闭电源并再次打开。如果故障未解决，请致电“Waters 技术服务”。
风扇不运转	未打开设备的电源	打开设备的电源。
	风扇线路或风扇电机故障	致电 Waters 技术服务。
	电源无效	致电 Waters 技术服务。

表 8-10 常规系统故障排除（续）

故障现象	可能的原因	纠正操作
“2695 分离单元”在远程配置未完全发挥作用（通过 RS-232 由远程数据系统控制）	数据系统未经编程以控制所有“分离单元”的功能	将“分离单元”与远程数据系统断开连接，然后以单机模式运行设备以测试功能。

溶剂管理系统故障排除

表 8-11 提供了“2695 分离单元”溶剂管理系统故障的故障排除建议。

表 8-11 溶剂管理系统故障排除

故障现象	可能的原因	纠正操作
柱塞头渗漏溶剂	柱塞密封磨损	更换柱塞密封（请参阅第 7.2.3 节，更换柱塞密封）。
	密封清洗装置的密封垫磨损。	更换密封清洗装置的密封垫（请参阅第 7.2.4 节，更换密封清洗装置密封）。
	塞头松动	手动拧紧塞头螺母。
	入口止回阀松动	紧固止回阀。
	正面密封故障	更换正面密封。
	密封清洗管安装不当	正确安装管路。
流量 / 压力脉动不稳定	气体溶解在流动相中	进行溶剂喷射 / 脱气。
	头内有气泡	灌注溶剂管理系统以去除气泡。使用前，增加喷射速率 / 脱气时间。打开 Mobile Phase（流动相）屏幕中的气泡检测警报（请参阅第 6.2.1 节，设置流动相屏幕参数值）。
	入口止回阀有污物	清洗 / 更换入口止回阀（请参阅第 7.2.6 节，更换入口止回阀阀芯）。
	灌注 / 排放阀打开或渗漏	关闭或重建灌注 / 排放阀。
	溶剂容器的扩散器堵塞	清洗或更换扩散器。
	柱塞密封渗漏	更换柱塞密封组件（请参阅第 7.2.3 节，更换柱塞密封）。

样品管理系统故障排除

表 8-12 提供了“2695 分离单元”解决样品管理系统故障的故障排除建议。

表 8-12 样品管理系统故障排除

故障现象	可能的原因	纠正操作
压缩检查失败	注射器包含气泡（通常在注射器的顶端或底部可以看见）	移除气泡（请参阅第 7.3.3 节，更换注射器）。
	流动相脱气 / 喷射不完全	进行流动相脱气 / 喷射。
	测试使用的注射器不正确或在 Configuration（配置）屏幕中输入的注射器数据不正确。	安装正确尺寸的注射器；检查 Configuration（配置）屏幕中的注射器数据（请参阅第 7.3.3 节，更换注射器）。
	流路管路连接处有渗漏	使用薄纸检查连接处的渗漏，如果薄纸变潮湿，略微拧紧连接。
	密封包故障	调整密封（请参阅第 8.3.4 节，调整密封）。更换密封包（请参阅第 7.3.4 节，更换针头及密封包）。
	压缩检查使用的参数对溶剂不可接受	设置适当参数，然后在 Diagnostics（诊断）屏幕中重复压缩检查。
	阀 V3（废液阀）故障	致电 Waters 技术服务。
密封包渗漏	针头、密封包损坏	更换针头和密封包（请参阅第 7.3.4 节，更换针头及密封包）。
无法维护高压或低压	针头、密封包渗漏	更换针头和密封包（请参阅第 7.3.4 节，更换针头及密封包）。
再现性错误	注射器包含气泡（通常在注射器的顶端或底部可以看见）	移除气泡（请参阅第 7.3.3 节，更换注射器）。
	流路管路连接处有渗漏	使用薄纸检查连接处的渗漏，如果薄纸变潮湿，略微拧紧连接。
	密封包故障	更换密封包（请参阅第 7.3.4 节，更换针头及密封包）。

表 8-12 样品管理系统故障排除（续）

故障现象	可能的原因	纠正操作
托架故障	样品转盘放置不正确	在样品室中重新放置样品转盘。
	样品瓶固定不正确	重新固定样品瓶。（请参阅第 3.4.4 节，加载样品转盘）。
	样品室盘已被污染	清洗样品室（请参阅第 7.3.5 节，清洗样品室）。
样品转盘故障	样品转盘无法正常转动	清洗 / 更换样品转盘。
	样品转盘传感器故障	致电 Waters 技术服务。
	样品转盘被堵塞或被污染	检查堵塞物。清洗样品室（请参阅第 7.3.5 节，清洗样品室）。
	样品室盘已被污染	清洗样品室（请参阅第 7.3.5 节，清洗样品室）。
密封包调整失败	密封包调整前未清除系统	清除系统并重复调整。
	溶剂脱气 / 喷射不完全	进行流动相脱气 / 喷射。
	注射器包含气泡（通常在注射器的顶端或底部可以看见）	移除气泡（请参阅第 7.3.3 节，更换注射器）。
	密封包故障	更换密封包（请参阅第 7.3.4 节，更换针头及密封包）。
	流路管路连接处有渗漏	使用薄纸检查连接处的渗漏，如果薄纸变潮湿，略微拧紧连接。
	针头损坏	更换针头（请参阅第 7.3.4 节，更换针头及密封包）。
针头底部传感器警报	针头弯曲。针头碰到样品瓶底部	更换针头（请参阅第 7.3.4 节，更换针头及密封包）。调整注射器吸取深度（请参阅第 6.2.2 节，设置样品参数值）。

附录 A

规格

A

本附录包含以下几方面的规格:

- 物理
- 环境
- 电气
- 溶剂管理系统
- 样品管理系统
- 仪器控制和通信

表 A-1 物理规格

项目	规格
高度	22.5 英寸 (57.1 cm)
厚度	22.5 英寸 (57.1 cm) ; 安装可选的样品加热器 / 冷却器后为 25.5 英寸 (64.8 cm)
宽度	18 英寸 (45.7 cm) ; 安装可选的色谱柱加热器后为 23.0 英寸 (58.4 cm) 安装可选的条码阅读器后总宽度将增加 1.5 英寸 (3.8 cm)
重量	100 磅 (45.5 kg) 安装可选的样品加热器 / 冷却器和色谱柱加热器后为 130 磅 (59.1 kg)
受潮面材料	316 不锈钢、氧化锆陶瓷、超高分子量聚乙烯、蓝宝石、红宝石、Tefzel [®] (四氟乙烯)、Teflon [®] (聚全氟乙丙烯和聚四氟乙烯)、Teflon AF、Fluoroloy G、Fluoroloy-08R

表 A-2 环境规格

项目	规格
工作温度	4 到 40 °C (39 到 104 °F)
相对湿度	20% - 80%，无冷凝
噪音	<65 dB (A)
溶剂兼容性 (请参阅附录 C 一节, 溶剂注意事项)	溶剂与结构材料相容。盐和缓冲剂可缩短密封寿命, 特别是在压力超过 3000 psi 的情况下更是如此。

表 A-3 电气规格

项目	规格
电源要求	950 VA (最大值)
线电压	85 到 132 Vac 或 180 到 250 Vac
频率	47 到 63 Hz
时间或用户控制的开关端子 S1 - S4	四个可控接线端子 (每个接点有两个端子)。最大允许电流 = 每个接点 0.5 A。最大允许电压 = 30 Vdc。接点电阻 = 0.2 欧姆。可以从 “I/O 事件” 表控制输出, 也可以直接从前面板控制输出。前面板和 “I/O 事件” 表中可用的两种模式: 开启 = 接点闭合; 关闭 = 接点断开。“I/O 事件” 表中的其它模式: 脉冲 = 可编程时段使用的单接线端子; 切换 = 更改当前状态。
停止流量 (输入)	允许其它 LC 设备立即停止溶剂流量的两个端子 (+, -)。用户可选择在高信号或低信号时停止流量。输入电压范围: ± 30 Vdc。逻辑高压 = >3.0 Vdc $\pm 10\%$, 逻辑低压 = <1.9 Vdc $\pm 10\%$ 。最小脉冲宽度 = 10 毫秒。
保持进样 (输入)	允许其它 LC 设备延迟进样的两组端子 (+, -)。可通过逻辑操作符来选择是使用一个输入延迟进样还是同时使用两个输入延迟进样。输入电压范围: ± 30 Vdc。逻辑高压 = >3.0 Vdc $\pm 10\%$, 逻辑低压 = <1.9 Vdc $\pm 10\%$ 。最小脉冲宽度 = 10 毫秒。

表 A-3 电气规格 (续)

项目	规格
图表输出	用于记录以下用户可选输出的两个端子 (+, -): <ul style="list-style-type: none"> • 设定的流量 • 样品定量环压力 • 系统压力 • 初级顶部压力 • 设定的组分 (%A, %B, %C, %D) • 样品温度 • 色谱柱温度 • 真空脱气器
运行停止	接线端子指示: <ul style="list-style-type: none"> • 样品组暂停 • 当前功能暂停 最大允许电流 = 0.5 A。最大允许电压 = 30 Vdc。接点电阻 = 0.2 欧姆。
进样开始	使用接线端子 (横跨端子 1 和 2) 1 秒钟后开始进样。 最大允许电流 = 0.5 A。最大允许电压 = 30 Vdc。接点电阻 = 0.2 欧姆。
接地端子	连接到信号的接地端, 用作输出参比。

表 A-4 溶剂管理系统规格 -2695 XE 配置

项目	规格
溶剂数	1 到 4 个
溶剂调整	真空脱气、两 (2) 种工作模式、四 (4) 个室、每个室的内部体积 $\approx < 500 \text{ uL}$
可设定的流量范围	0.000 和 0.010 到 10.000 毫升 / 分, 增量为 0.001 毫升 / 分
典型的工作流量范围	0.050 到 5.000 毫升 / 分, 增量为 0.001 毫升 / 分
可压缩性补偿	自动和连续
有效系统延迟体积	$< 650 \text{ }\mu\text{L}$, 不受反压 (1 毫升 / 分) 影响
柱塞密封清洗	集成, 活动, 可设定
梯度外形	十一 (11) 条梯度曲线 [包括线性、梯级 (2 条曲线)、凹 (4 条曲线) 和凸 (4 条曲线)]
干灌注 / 湿灌注	自动, 前面板控制
流量变化率	达到最大流量的时间 (0.01 到 30.00 分钟, 增量为 0.01 分钟)
最大操作压力	5000 psi (345 巴) (0.010 到 3.000 毫升 / 分) 可设定上下限。压力下降 > 3.000 毫升 / 分。
压力波动	$\leq 2.5\%$ (1 毫升 / 分, 反压为 1700 psi 下的脱气甲醇)
组分范围	0.0 - 100.0, 增量为 0.1%
组分准确度	$\pm 0.5\%$ 绝对值, 不受反压影响 (比例阀配对测试 [脱气甲醇: 甲醇 / 羟苯甲酸丙脂, 2 毫升 / 分, 254 nm])
组分精度	$\leq 0.15\%$ RSD 或 $\leq 0.02 \text{ min SD}$, 取其中的较大值, 基于保留时间。(脱气甲醇: 水 60:40 按键混合, 1 毫升 / 分, 重复六次, 酚混合, 254 nm。)
流量精度	$\leq 0.075\%$ RSD 或 $\leq 0.02 \text{ min SD}$, 基于保留时间 (N = 6) 或体积测量 (0.200 到 5.000 毫升 / 分), 等度预混合
流量准确度	$\pm 1\%$ 或 $10 \text{ }\mu\text{L} / \text{分}$, 取其中的较大值, (0.200 到 5.000 毫升 / 分), 反压为 600 psi 下的脱气甲醇

表 A-5 样品管理系统规格

项目	规格
样品瓶数	120 个样品瓶, 分别配置在 5 个样品转盘中, 每个样品转盘中有 24 个样品瓶

表 A-5 样品管理系统规格（续）

项目	规格
样品进样数	每个样品瓶 1 到 99 次进样
样品输送精度	通常 <0.5% RSD, 5 到 80 μL 。（脱气甲醇 : 水 60:40 按键混合, 1 毫升 / 分, 重复六次, 酚混合, 254 nm。）
进样器针头清洗	集成, 活动, 可设定
样品残留	<0.1% UV 检测 (254 nm) 或 20 mL, 取其中的较大值
进样准确度	$\pm 1 \mu\text{L}$ ($\pm 2\%$), 50 μL , N = 6。样品为脱气水, 分析溶剂为脱气甲醇。
标准样品瓶	2 mL
样品温度控制 (可选)	4 到 40 $^{\circ}\text{C}$, 可以 1 $^{\circ}\text{C}$ 为增量进行设定
高级操作	状态运行, 自动添加, 自动标准取样
进样体积范围	标准范围为 0.1 到 100 μL ; 安装可选的样品定量环后为 0.1 到 2000 μL
进样器线性	>0.999 偏差系数 (1 到 100 μL)

表 A-6 仪器控制和通信规格

项目	规格
色谱柱加热器 (可选)	20 $^{\circ}\text{C}$ (高于环境温度 5 $^{\circ}\text{C}$) 到 60 $^{\circ}\text{C}$, 增量为 1 $^{\circ}\text{C}$
色谱柱选择器阀 (可选)	2 个色谱柱 (2 个位置, 6 个端口) 2 个再生色谱柱 (2 个位置, 2 个端口) 3 个色谱柱 6 个色谱柱
IEEE-488 接口	控制配备有 Waters IEEE-488 的检测器; 使用 MassLynx TM 软件同 Millennium [®] 色谱管理器工作站或 Micromass [®] 检测器进行通信
RS-232 接口 (端口 A 和 B)	将 ASCII 文本文件输出到打印机 /PC/ 积分器 (端口 A) 与数据系统 (端口 B) 进行双向 ASCII 通信
BCD 输出 (可选)	进样时, 将样品瓶位置发送到外部 LIMS
条码阅读器 (可选)	将样品瓶数据与其它 “2695 每次进样” 数据一起发送到所配置的打印机、积分器或软盘。如果 “2695 分离单元” 由 Millennium ³² 软件控制, 则样品瓶数据将显示在特殊的条码自定义字段中。
软盘驱动器	1.44 MB, 3.5 英寸磁盘, 用于方法传输和存档; 可报告 GLP 日志。

A

附录 B

备用零件

本附录包括有关以下系统的推荐备用零件的信息：

- 溶剂管理系统
- 样品管理系统

建议用户不要使用本附录中未列出的零件进行更换。

零件后面括号中的数字表示手头应持有的该零件的推荐数量。



B.1 溶剂管理系统备用零件

表 B-1 溶剂管理系统的推荐备用零件

项目	零件号
性能维护套件，包括： <ul style="list-style-type: none">• 柱塞密封清洗容器过滤器（1）• 容器过滤器（不锈钢，4）• 头柱塞密封（2）• 头（密封清洗正面）密封（4）• 柱塞（2）• 密封清洗柱塞密封（2）• 止回阀阀芯（2）• 带有针头的密封包重建套件（1）• 注射器，250 μL（1）• 在线过滤器插头（1）• 电池（1）	WAT270944
止回阀阀芯更换套件	WAT270941
在线过滤器装置	WAT035190
在线过滤器元件	WAT088084
头正面密封更换套件	WAT270939

表 B-1 溶剂管理系统的推荐备用零件（续）

项目	零件号
柱塞密封（标准）更换套件	WAT270938
可选柱塞密封	
石墨填充的 Teflon（黑色）	WAT271066
Alliance 清除密封（不透明）	700001326
密封清洗，柱塞密封更换套件	WAT271018
密封清洗正面密封更换套件	WAT271017
柱塞	WAT270959
真空室套件	700001218

B.2 样品管理系统备用零件

表 B-2 样品管理系统的推荐备用零件

项目	零件号
样品瓶，2 mL（每包 100 个） ^a	WAT270946
25- μ L 注射器	WAT077343
250- μ L 注射器	WAT073109
2500- μ L 注射器	WAT077342
退火套圈，1/16 英寸，两件	WAT271023
退火套圈，1/8 英寸，两件	WAT271027
进样器装置	WAT270932
密封包重建套件	WAT271019

表 B-2 样品管理系统的推荐备用零件（续）

项目	零件号
密封包更换套件，包括： <ul style="list-style-type: none"> • 带有密封的密封主体（1） • 压力螺丝（1） • 套圈（1） • 定位管（1） • 针头（1） • 针头清洗过滤器（3） • 下部垫片（1） • 上部垫片（1） • Teflon 垫圈（1） • 密封清洗管（1） • 下部密封清洗装置和管（1） • 玻璃料定位器（2） • 上部密封清洗装置和管（1） 	WAT270942
高压电机阀重建套件（V1, V2）	WAT045424
样品定量环， 2-mL	WAT096106
下部密封清洗主体（每包 5 个）的针头清洗玻璃料（整体设计）	700001318
可选针头	
PerformancePLUS 针头	700001326

a. 有关样品瓶、“小容量插入物”和注射器抽取深度补偿的完整列表，请参阅表 B-4。



B.3 分离单元备用零件

表 B-3 分离单元的推荐备用零件

项目	零件号
电缆组件, 交流电源	WAT270895
电缆组件, IEEE-488, 1 m	WAT087198
检测器滴盘装置	WAT271040
扩散器装置 (聚合物)	WAT007272
扩散器装置 (不锈钢, 1)	WAT025531

B.4 样品瓶和小容量插入物

表 B-4 列出了有关 Waters 提供以下方面的信息: 可用于“分离单元”的样品瓶和“小容量插入物”(LVI)、样品瓶和 LVI 底部厚度以及可能需要的注射器抽取深度补偿。



注意: “分离单元”的出厂设置所接受的样品瓶底部厚度为 1.6 mm 或更小。任何厚度大于 1.6 mm 的样品瓶均需要正的“注射器抽取深度”补偿。否则, 可能会导致样品瓶破坏或针头损坏。

表 B-4 分离单元样品瓶和小容量插入物

零件号	说明	平均厚度	补偿	注释
WAT270946	螺旋盖玻璃样品瓶	0.93 mm	0	使用 LVI 时至少增加 1 mm 补偿
WAT094169	螺旋盖玻璃样品瓶	2.05 mm	≥1 mm	请勿对此样品瓶使用 LVI
WAT094217	挤压 / 皱缩盖样品瓶	1.41 mm	0	请勿对此样品瓶使用 LVI
WAT094219	挤压盖玻璃样品瓶	1.59 mm	0	使用 LVI 时至少增加 1 mm 补偿
WAT094222	挤压 / 皱缩盖样品瓶	1.72 mm	≥1 mm	可变厚度; 使用 LVI 时至少增加 1 mm 补偿
WAT094172	螺旋盖“V”样品瓶	1.46 mm	0	小容量 (250 μL) 样品瓶
WAT094170	小容量插入物 (300 μL)	0.61 mm	不适用	此插入物用于颈口 ≥6 mm 的样品瓶
WAT094171	小容量插入物 (150 μL)	0.71 mm	不适用	此插入物用于颈口 ≥6 mm 的样品瓶

表 B-4 分离单元样品瓶和小容量插入物（续）

零件号	说明	平均厚度	补偿	注释
WAT063300	螺旋盖玻璃样品瓶	0.93 mm	0	使用 LVI 时至少增加 1 mm 补偿
WAT210686	螺旋盖玻璃样品瓶	2.05 mm	≥1 mm	请勿对此样品瓶使用 LVI
WAT210683	螺旋盖玻璃样品瓶	2.05 mm	≥1 mm	请勿对此样品瓶使用 LVI
WAT094173	螺旋盖“V”样品瓶	1.46 mm	0	小容量 (250- μ L) 样品瓶
WAT094223	挤压 / 皱缩样品瓶	1.72 mm	≥1 mm	可变厚度；使用 LVI 时至少增加 1 mm 补偿
WAT094220	挤压盖样品瓶	1.59 mm	0	使用 LVI 时至少增加 1 mm 补偿
186000234	回收总量附加样品瓶	1.6 mm	0	不需要 LVI。此类样品瓶的最大可注射体积为 1 mL，残留体积为 9 μ L。
带有小容量插入物的多种样品瓶				
WAT270946 和 WAT094170	带有 300- μ L LVI 的螺旋盖样品瓶	1.57 mm	0	推荐配置
WAT270946 和 WAT094171	带有 150- μ L LVI 的螺旋盖样品瓶	1.65 mm	0	推荐配置；要求具有最小样品体积
WAT094222 和 WAT094170	带有 300- μ L LVI 的挤压 / 皱缩样品瓶	2.27 mm	≥1 mm	可变厚度；至少增加 1 mm 补偿
WAT094222 和 WAT094171	带有 150- μ L LVI 的挤压 / 皱缩样品瓶	2.30 mm	≥1 mm	可变厚度；至少增加 1 mm 补偿



B

附录 C

溶剂注意事项



注意：为避免化学危险，在操作系统时，请务必遵守实验室的安全规定。

C.1 简介

干净溶剂

干净溶剂可：

- 提供结果的可重复性
- 使操作时所需的仪器维护达到最少

不干净的溶剂会导致：

- 基线噪音及漂移
- 所含的颗粒物阻塞溶剂过滤器

溶剂质量

使用 HPLC 级溶剂可确保获得最佳结果。使用溶剂前要经过 0.45 μm 的过滤器过滤这些溶剂。经过蒸馏的溶剂通常保持不同批次溶剂之间的纯度，使用它们能够确保获得最佳的结果。

准备清单

为确保获得稳定的基线和良好的分辨率，请遵守以下溶剂制备原则：

- 使用 0.45 μm 的过滤器过滤溶剂。
- 脱气和 / 或喷射溶剂。
- 搅拌溶剂。
- 将溶剂保存在不通风且免受震动的位置。



水

请仅使用来源于高质量水净化系统的水。如果水净化系统提供的水未经过滤，使用前要经过 0.45 μm 膜式过滤器的过滤。

缓冲剂

使用缓冲剂时，首先溶解盐，调整 pH 值，然后过滤以去除不溶解的物质。

四氢呋喃 (THF)

使用不稳定的 THF 时，请确保溶剂是新鲜的。先前打开过的 THF 瓶含有过氧化物杂质，将导致基线漂移。



注意：如果浓缩或干燥 THF 杂质（过氧化物）可能有爆炸的危险。

C.2 溶剂兼容性

“Waters 2695 分离单元”由优质的 (316) 不锈钢部件构成，可与所有溶剂一起使用，只是有一些很小的限制。本节将列出已批准和尚未批准与该“分离单元”一起使用的溶剂。

要避免使用的溶剂

以下溶剂会腐蚀或溶解 PerformancePLUS 在线脱气器中的 Teflon AF 管路：

- 由 3M 生产的商标为 Fluorinert™ 的所有全氟溶剂
- 由 Ausimont 生产的商标为 Galden™ 和 Fomblin™ 的所有全氟溶剂



注意：脱气管路因接触全氟溶剂而受到的损害是直接且不可恢复的。

长期在静态下接触卤化物盐（例如氟化物、溴化物、氯化物和碘化物），会导致不锈钢部件出现点蚀和其它腐蚀情况。使用这些盐后，如果泵闲置两天以上，则请用水彻底冲洗系统。请参阅第 4.4.2 节，执行湿灌注。

要使用的溶剂

“分离单元”中所用的构造材料与大多数的酸、碱、盐和有机溶剂不发生反应。

表 C-1 到表 C-4 中列出的溶剂已获得批准，可与“分离单元”一起使用。其中包括浓度最大为 1 M 的盐、酸和碱（除非另行说明），以及浓度最大为 100% 的有机溶剂（除非另行说明）。在很多情况下可以使用更高的浓度。

有关使用本手册中未列出的特殊溶剂或浓度的信息，可通过联系 Waters 获得。

表 C-1 与分离单元一起使用的水缓冲剂

水缓冲剂			
醋酸盐	K ₂ SO ₄	Na ₂ S	七氟丁酸
Al ₂ SO ₄	K ₃ Fe(CN) ₆	Na ₂ CO ₃	NH ₄ Cl
Ca(OCl) ₂	K ₄ Fe(CN) ₆	Na ₂ SO ₄	磷酸盐
CaCl ₂	KBr	NaCl	酒石酸盐
柠檬酸盐	KCl	乙酸钠	柠檬酸三锂
H ₂ O ₂ , 最多 10%	KHCO ₃	NaH ₂ BO ₃	Tris
HIBA	KMnO ₄	NaHCO ₃	4-(2-吡啶偶氮) 一水间苯二酚钠盐
K ₂ CO ₃	KNO ₃	NaHSO ₄	
K ₂ Cr ₂ O ₃	LiClO ₄	NaNO ₃	
K ₂ S	Na ₂ B ₄ O ₇	NaOCl	

表 C-2 与“分离单元”一起使用的酸

酸		
冰醋酸	盐酸	高氯酸
苯甲酸	乳酸	磷酸
铬酸	甲磺酸	吡啶-2,6-二羧酸
柠檬酸	硝酸, 最多 37.5% (6 N)	硫酸, 最多 0.20 M
甲酸	辛烷磺酸	三氟乙酸 (TFA), 最多 10%
甘油酸	草酸	



表 C-3 与“分离单元”一起使用的碱

碱	
Ba(OH) ₂	NaOH, 最多 10 M
KOH	NH ₄ OH, 最多 3 M
LiOH	四甲基氢氧化铵

表 C-4 与“分离单元”一起使用的有机溶剂

有机溶剂			
4- 氰基苯酚	三氯甲烷	乙二醇	二氯甲烷
丙酮	环己烷	甲醛	正丙醇
乙腈	环己酮	庚烷	苯酚
乙酸戊酯	邻苯二甲酸二丁酯	己烷	四氢呋喃 (THF)
苯甲醛	二甲基甲酰胺	异辛烷	甲苯
苯	二甲亚砜	异丙醇	Waters PIC™ 试剂
苯甲醇	乙醇	盐酸赖氨酸	二甲苯
丁醇	乙酸乙酯	甲醇	
四氯化碳	二氯乙烯	丁酮	

C.3 溶剂混溶性

改换溶剂之前，请参阅表 C-5 以确定所用溶剂的混溶性。改换溶剂时，应注意：

- 可以直接进行涉及两种可混溶溶剂的改换。改换两种不完全混溶的溶剂（例如，从三氯甲烷改为水）时，需要一种中间溶剂（如甲醇）。
- 温度会影响溶剂的混溶性。如果运行高温度的应用程序，需考虑较高温度对溶剂溶解性的影响。
- 溶解在水中的缓冲剂与有机溶剂混合时可能会沉淀。

当从强缓冲剂转换为有机溶剂时，应在添加有机溶剂前用蒸馏水冲洗系统外部的缓冲剂。

表 C-5 溶剂混溶性

极性指数	溶剂	粘度 CP, 20 °C	沸点 °C (@1 atm)	混溶性编号 (M)	λ 截止值 (nm)
-0.3	正癸烷	0.92	174.1	29	—
-0.4	异辛烷	0.50	99.2	29	210
0.0	正己烷	0.313	68.7	29	—
0.0	环己烷	0.98	80.7	28	210
1.7	二丁醚	0.70	142.2	26	—
1.8	三乙胺	0.38	89.5	26	—
2.2	异丙醚	0.33	68.3	—	220
2.3	甲苯	0.59	100.6	23	285
2.4	对二甲苯	0.70	138.0	24	290
3.0	苯	0.65	80.1	21	280
3.3	苯丙烯	5.33	288.3	—	—
3.4	二氯甲烷	0.44	39.8	20	245
3.7	氯乙烯	0.79	83.5	20	—
3.9	丁醇	3.00	117.7	—	—
3.9	丁醇	3.01	177.7	15	—
4.2	四氢呋喃	0.55	66.0	17	220
4.3	乙酸乙酯	0.47	77.1	19	260
4.3	1- 丙醇	2.30	97.2	15	210
4.3	2- 丙醇	2.35	117.7	15	—
4.4	乙酸甲酯	0.45	56.3	15, 17	260
4.5	丁酮	0.43	80.0	17	330
4.5	环己酮	2.24	155.7	28	210
4.5	硝基苯	2.03	210.8	14, 20	—
4.6	苯基氰	1.22	191.1	15, 19	—
4.8	二氧杂环己烷	1.54	101.3	17	220
5.2	乙醇	1.20	78.3	14	210
5.3	嘧啶	0.94	115.3	16	305
5.3	硝基乙烷	0.68	114.0	—	—
5.4	丙酮	0.32	56.3	15, 17	330



表 C-5 溶剂混溶性（续）

极性指数	溶剂	粘度 CP, 20 °C	沸点 °C (@1 atm)	混溶性编号 (M)	λ 截止值 (nm)
5.5	苯甲醇	5.80	205.5	13	—
5.7	甲氧基乙醇	1.72	124.6	13	—
6.2	乙腈	0.37	81.6	11, 17	190
6.2	乙酸	1.26	117.9	14	—
6.4	二甲基甲酰胺	0.90	153.0	12	—
6.5	二甲亚砜	2.24	189.0	9	—
6.6	甲醇	0.60	64.7	12	210
7.3	甲酰胺	3.76	210.5	3	—
9.0	水	1.00	100.0	—	—

如何使用混溶性编号（M-编号）

使用混溶性编号（M 编号）可预测某液体与标准溶剂的混溶性（请参阅表 C-5）。

要预测两种液体的混溶性，请用较大的 M 编号值减去较小的 M 编号值。

- 如果两个 M 编号差值小于或等于 15，则两种液体可在 15 °C 时以任何比例相混溶。
- 差值为 16 则表示临界溶液温度在 25 到 75 °C 之间，以 50 °C 作为最佳温度。
- 如果差值大于或等于 17，则液体不可混溶或者临界溶液温度在 75 °C 以上。

事实证明，某些溶剂与处于亲油性表两端的溶剂都不能混溶。这些溶剂具有双重 M 编号：

- 第一个编号通常低于 16，表示与高亲油性溶剂的可混溶度。
- 第二个编号适用于表的另一端。如果两个编号间的差值较大，则表示混溶性的范围有限。

例如，某些碳氟化合物与任何标准溶剂都不能混溶，且具有 M 编号 0 和 32。具有双重 M 编号的两种液体通常可以相混溶。

通过用一系列标准溶剂测试液体的混溶性，在 M 编号系统中对其进行分类。然后在混溶性的截止点上加上或从中减去 15 个单位的修正项。

C.4 缓冲溶剂

如果使用缓冲剂，请使用高质量的试剂并通过 0.45 μm 的过滤器过滤它。

使用后切勿使缓冲剂留存在系统中。关闭系统前，用 HPLC 级水冲洗所有流路通道，并使蒸馏水留在系统中（系统预计关闭一天以上时，用 90% 的 HPLC 级水对 10% 的甲醇进行冲刷）。如果是喷射型装置，则最少使用 15 毫升；如果是配备有在线真空脱气器的装置，则最少使用 45 毫升。

C.5 头高度

将溶剂容器定位于高于“分离单元”之处或“分离单元”顶部（具有足够的溢出保护）。

C.6 溶剂粘度

通常，只用一种溶剂或者在低压下进行操作时粘度并不重要。但是，如果要运行梯度，则当以不同比例混合溶剂时所发生的粘度变化可能导致运行期间的压力变化。例如，水和甲醇的 1:1 混合物所产生的压力是水或甲醇单独产生压力的两倍。

如果不知道压力改变将对分析的影响程度，请使用“图形输出”终端在运行期间对压力进行监控。

C.7 流动相溶剂脱气

流动相的难题占有所有液体色谱问题的 70% 或更多。使用脱气溶剂很重要，尤其在波长小于 220 nm 时。脱气可以提供：

- 稳定的基线和增加的灵敏度
- 洗脱峰的可再现保留时间
- 定量进样体积的可再现性
- 稳定的泵操作

本节介绍的信息包括气体的溶解度、溶剂脱气方法和溶剂脱气注意事项。

C.7.1 气体溶解度

一定体积液体内只可溶解有限的气体量。此气体量取决于：

- 气体与液体的化学亲合性。
- 液体的温度。
- 对液体施加的压力。

更改流动相的组成、温度或压力可导致除气过程的发生。

分子间力的影响

与极性溶剂相比，非极性气体（ N_2 、 O_2 、 CO_2 、He）更易溶于非极性溶剂。通常，气体更易溶解于具有与气体相似的分子间吸引力的溶剂（“相似相溶”）。

温度的影响

温度影响气体的溶解度。如果加热的溶液放热，则加热溶剂时气体的溶解度会减少。如果加热的溶液吸热，则加热溶剂时气体的溶解度会增加。例如，温度升高时氦气在 H_2O 中的溶解度会降低，而在苯中的溶解度会增加。

分压的影响

溶解在一定体积溶剂内的气体量与该气体在此溶剂内的气体分压成正比。如果减少气体分压，则溶液内溶解的气体量也会减少。

C.7.2 溶剂脱气方法

可通过以下任何一种方法对溶剂进行脱气：

- 氦气喷射法
- 真空脱气法

喷射法

喷射法采用更不易溶的气体（通常是氦气）取代溶解在溶剂中的气体以达到除气的目的。经过良好喷射处理的溶剂能改善泵的性能。氦气喷射法能使溶剂达到平衡状态，通过慢速喷射或在溶剂液面上覆盖一层氦气可保持这种平衡状态。用气体覆盖溶液表面可抑制其重吸收空气中的气体。

注意：喷射法可能会更改混合溶剂的组成。

真空脱气法

在线真空脱气器采用亨利定律的原理除去溶剂内溶解的气体。根据亨利定律，气体溶解在液体内的摩尔分数与该气体在液面上部的气体分压成正比。如果液体表面气体分压减少（例如真空处理），则相应数量的气体会离开溶液。请参阅下面的“真空脱气法”讨论以及第 1.5 节中的“PerformancePLUS 在线脱气器”讨论。

注意：真空脱气法可能会更改混合溶剂的组成。

C.7.3 溶剂脱气注意事项

选择最有效的脱气操作方法以供应用。要迅速除去溶解的气体，需要注意下列事项。

喷射法

氦气喷射法会提供稳定的基线和比超声波更强的检测灵敏度，并防止重吸收空气中的气体。此法可延缓 THF 或其它过氧化物构成溶剂的氧化过程。

真空脱气法

溶剂暴露在真空中的时间越长，其溶解气体被除去的越多。两个因素影响着溶剂暴露在真空中的时间：

- **流量** - 流量低时，大部分溶解的气体在溶剂通过真空室时被除去。流量高时，每单位体积溶剂内除去的气体量减少。
- **脱气膜的表面积** - 在每个真空室内脱气膜的长度都是固定的。要增加膜长度，可将两个或多个真空室串联起来。

在线脱气器可以作为选件，也可在出厂时安装在 2695 XE 型号中。请参阅第 1.5 节中的“PerformancePLUS 在线脱气器”讨论。

C.8 波长选择

本节中的表格提供了下列各项的 UV 截止值：

- 常见溶剂
- 常见混合流动相
- 发色团

常见溶剂的 UV 截止值

表 C-6 显示了一些常见色谱溶剂的 UV 截止值（即溶剂的吸光度等于 1 AU 处的波长）。在截止值附近或以下的波长进行操作时，会由于溶剂的吸光度而增加基线噪音。

表 C-6 常见色谱溶剂的 UV 截止波长

溶剂	UV 截止值 (nm)	溶剂	UV 截止值 (nm)
1- 硝基丙烷	380	乙二醇	210
2- 丁氧基乙醇	220	异辛烷	215
丙酮	330	异丙醇	205
乙腈	190	2- 氯丙烷	225
戊醇	210	异丙醚	220
戊基氯	225	甲醇	205
苯	280	乙酸甲酯	260
二硫化碳	380	丁酮	330
四氯化碳	265	甲基异丁基酮	334
三氯甲烷	245	二氯甲烷	233
环己烷	200	正戊烷	190
环戊烷	200	正丙醇	210
二乙胺	275	1- 氯丙烷	225
二氧杂环己烷	215	硝基甲烷	380
乙醇	210	石油醚	210
乙酸乙酯	256	噻啉	330
乙醚	220	四氢呋喃	230
二乙硫	290	甲苯	285
二氯乙烯	230	二甲苯	290

混合流动相

表 C-7 提供了一些其它溶剂、缓冲剂、去污剂和流动相的近似波长截止值。所显示的溶剂浓度都是最常用的。如果要使用不同的浓度，则可以根据“比尔定律”确定近似的吸光度，因为吸光度与浓度成正比。

表 C-7 不同流动相的波长截止值

流动相	UV 截止值 (nm)	流动相	UV 截止值 (nm)
乙酸, 1%	230	氯化钠, 1 M	207
醋酸铵, 10 mM	205	柠檬酸钠, 10 mM	225
碳酸氢铵, 10 mM	190	十二烷基硫酸钠	190
BRIJ 35, 0.1%	190	甲酸钠, 10 mM	200
CHAPS, 0.1%	215	三乙胺, 1%	235
磷酸氢二铵, 50 mM	205	三氟醋酸, 0.1%	190
EDTA, 磷酸氢二钠, 1 mM	190	TRIS HCl, 20 mM, pH 7.0, pH 8.0	202, 212
HEPES, 10 mM, pH 7.6	225	Triton-X™ 100, 0.1%	240
盐酸, 0.1%	190	Waters PIC 试剂 A, 1 样品瓶 / 升	200
HEPES, 10 mM, pH 6.0	215	Waters PIC 试剂 B-6, 1 样品瓶 / 升	225
磷酸钾, 一元, 10 mM	190	Waters PIC 试剂 B-6, 低 UV, 1 样 品瓶 / 升	190
二元, 10 mM	190		
乙酸钠, 10 mM	205	Waters PIC 试剂 D-4, 1 样品瓶 / 升	190

常见溶剂的折射率

表 C-8 列出了一些常用色谱溶剂的折射率。使用该表可以检验要用于分析的溶剂是否具有与样品组份的折射率 (RI) 相差很大的 RI。

表 C-8 常见色谱溶剂的折射率

溶剂	RI	溶剂	RI
氟代烷	1.25	四氢呋喃 (THF)	1.408
六氟异丙醇 (HFIP)	1.2752	戊醇	1.410
甲醇	1.329	二异丁烯	1.411
水	1.33	正癸烷	1.412
乙腈	1.344	戊基氯	1.413

表 C-8 常见色谱溶剂的折射率 (续)

溶剂	RI	溶剂	RI
乙醚	1.353	二氧杂环己烷	1.422
正戊烷	1.358	溴乙烷	1.424
丙酮	1.359	二氯甲烷	1.424
乙醇	1.361	环己烷	1.427
乙酸甲酯	1.362	乙二醇	1.427
异丙醚	1.368	<i>N, N</i> -二甲基甲酰胺 (DMF)	1.428
乙酸乙酯	1.370	<i>N, N</i> -二甲替乙酰胺 (DMAC)	1.438
1-戊烯	1.371	二乙硫	1.442
乙酸	1.372	三氯甲烷	1.443
2-氯丙烷	1.378	二氯乙烯	1.445
异丙醇	1.38	四氯化碳	1.466
正丙醇	1.38	二甲亚砜 (DMSO)	1.477
甲乙酮	1.381	甲苯	1.496
二乙胺	1.387	二甲苯	~1.50
1-氯丙烷	1.389	苯	1.501
甲基异丁基甲酮	1.394	吡啶	1.510
硝基甲烷	1.394	氯苯	1.525
1-硝基丙烷	1.400	<i>o</i> -氯酚	1.547
异辛烷	1.404	苯胺	1.586
环戊烷	1.406	二硫化碳	1.626

索引

数字

- 2410 和 410 检测器
 - 参数 159
- 2487 检测器
 - 参数 157
 - 操作 161
- 3 个色谱柱选择阀 34
- 486 检测器
 - 参数 158
 - 操作 161
- 6 个色谱柱选择阀 35

A

- AutoStartPLUS 88
 - 操作设置 90
 - 访问 90
 - 分离方法 92
 - 启动过程 88
 - 要求 90
- 按键
 - 计算机 xxiv
 - 仪器 xxiv
- 安装
 - 3 个色谱柱选择阀 34
 - 6 个色谱柱选择阀 35
 - 色谱柱再生阀 36
- 安装场地要求 20

B

- 帮助键 53
- 保持进样端子 40
- 保存方法到磁盘 168, 169
- 报告, 定义 62

- 备用零件
 - 溶剂管理系统 253
 - 样品管理系统 254, 256
- 本地控制。参阅独立工作模式
- 泵头, 移除 176
- 泵柱塞
 - 更换 183
 - 清洗 182
- 变化率和衰减诊断 219
- 波长选择 268

C

- 菜单 / 状态键 54
- 参数
 - 2410 和 410 检测器 159
 - 2487 检测器 157
 - 486 检测器 158
 - I/O 151
 - I/O 时间表 152
 - 检测器 154
 - 检测器事件 161
 - 流动相 141
 - 配置 58
 - 色谱柱 149
 - 梯度表 144
 - 压缩检查 66
 - 样品 146
 - 自动进样器 148
- 侧面板
 - 安装 46
 - 取下 44
- 拆除分离单元的包装 23
- 场地要求 20
- 除霜, 样品加热器 / 冷却器 230

磁盘操作

- 保存到磁盘 168, 169

- 从磁盘加载 125, 169

- 存储方法 168, 169

- 从磁盘中加载方法 169

- 错误日志 204

- 错误日志警报 144

D

- 单次输送体积 143

- 导出方法 168, 169

- 导入方法 169

- 导引功能

- 菜单 110

- 调整色谱柱 120

- 干灌注 112

- 喷射循环 118

- 平衡系统 119

- 清除进样器 115

- 湿灌注 114

- 样品进样 121

- 导引控制 110

- 滴盘, 安装 27

- 电机和阀

- 诊断 216

- 电源

- 连接 24

- 要求 23

- 电源选件 14

- 调整密封包 211

- 调整色谱柱 120

- 独立工作模式 10

E

- Enter 键 54

F

- 阀

- 3 个色谱柱选择 34

- 6 个色谱柱选择 35

- 色谱柱选择 33

- 色谱柱再生 36

- 阀和电机诊断 216

- 阀门说明 6

- 阀渗漏诊断 222

- 方法存储 168, 169

- 方法屏幕 136, 138

- 方法。请参阅分离方法

- 废液管连接

- 冷凝废液 30

- 溢出盘 30

- 分离方法

- 编辑 139

- 创建 138

- 存储 168, 169

- 定义 135

- 复制 139

- 恢复 169

- I/O 参数 151

- 检测器参数 154

- 解锁 140

- 流动相参数 141

- 色谱柱参数 149

- 锁定 140

- 样品参数 146

- 自动进样器参数 148

- 服务实用程序 213

G

- 干灌注 112
- 更换
 - 泵头密封 177
 - 泵头正面密封 179
 - 泵柱塞 182
 - 密封清洗装置密封 180
 - 入口止回阀 183
 - 下部针头清洗过滤器（玻璃料）189
 - 在线过滤器 185
 - 针头和密封包 195
 - 柱塞密封 178
 - 注射器 191
- 更新软件 202
- 功能
 - 导引 110
 - 样品组 163
- 功能视图，样品组 127
- 故障排除
 - 基本 236
 - 溶剂管理系统 243
 - 色谱 238
 - 样品管理系统 244
 - 硬件 242
- 关闭
 - 关闭电源 102
 - 自动 59
- 关闭电源 102
- 灌注
 - 干灌注 112
 - 密封清洗 75
 - 湿灌注 114
 - 针头清洗 78
- 规格
 - Waters 2410 和 410 117, 159
 - Waters 2487 157
 - Waters 486 158, 161

- 解锁分离方法 140
 - 电气 248
 - 溶剂管理系统 250
 - 物理 247
 - 样品管理系统 250
 - 仪器控制和通信 251

H

- 氦气规格 74
- 后运行延迟 148
- 缓冲剂，清除 102
- 恢复操作 131

J

- I/O
 - 参数 151
 - 连接器 40
 - 时间表 152
 - 事件开关 41
 - 信号 40
 - 诊断测试 225
- I/O 事件表 152
- IEEE-488 接口
 - 地址 43
 - 连接 43
 - 扫描 59
- 加热器 / 冷却器
 - 禁用 147
 - 设置温度 147
- 加载视图，样品组 127
- 检测器
 - 表格 160
 - 参数 154
 - 滴盘 27
 - 连接 37

进样

- 从前面板 121
- 样品 121
- 自动取标准样 164
- 自动添加 165
- 进样阀, 重建 233
- 进样开始端子 40
- 进样器
 - 清除 115, 194
 - 取下 196
 - 移除 197
 - 重新安装 199
- 进样视图, 样品组 127
- 警报 144

L

- 冷凝废液出口 30
- 链接样品组中的行 166
- 流动相
 - 参数 141
 - 冲洗系统, 用 102
 - 混溶性 262
 - 兼容性 260
 - 脱气 265
 - 粘度注意事项 265
- 流量变化率 142
- 流路
 - 溶剂管理系统 4
 - 样品管理系统 7
- 流路连接 25

M

- MassLynx 控制
 - 配置以使用 13, 70
 - 设置 13
 - 运行分离单元 133

Millennium 色谱管理器

- 配置以使用 13, 69
- 设置 13
- 运行分离单元 132
- 密封包
 - 调整 80, 200
- 密封更换
 - 泵头正面 179
 - 泵头柱塞 177
 - 密封清洗装置 180
- 密封清洗
 - 灌注 75
 - 描述 5
 - 溶剂 76
 - 容器 31
 - 设置时间间隔 143
 - 优点 75
- 密封清洗装置, 更换密封 180
- 密封, 调节 211
- 名称
 - 输入用户 55
 - 添加溶剂 143
 - 选择用户 104

P

- PerformancePLUS 在线脱气器 15
 - 绝对压力传感器 15
 - 脱气器注意事项 15
- 排放管路, 安装 30
- 配置 2695 分离单元 57
- 配置, 2695 2
- 喷射
 - 安装容器管 29
 - 概述 74, 266
 - 氦气规格 28
 - 进行连接 28
 - 描述 74
 - 设定喷射循环 118

- 设置初始时间 118
- 设置流量 118
- 优点 74
- 平衡系统 119
- 屏幕对比度键 53
- 屏幕键概述 52
- 屏幕显示
 - 概述 51
 - 模式 51

Q

- 启动
 - AutoStartPLUS 启动过程 88
 - 程序 103
 - 诊断 49
- 启动诊断 49
- 气泡
 - 从注射器中清除 78
 - 警报 142
- 气体溶解度 266
- 前面板控制 110
- 清除
 - 2410 和 410 RI 参比流动池 117
 - 进样器 115, 194
 - 样品管理系统 78
- 清除键 54
 - 准备 73
- 溶剂容器。请参阅容器
- 容器
 - 安装 27, 31
 - 安装盖 74
 - 安装喷射管 29
 - 定位 74, 265
- 软件, 更新 202

S

- 三个色谱柱选择阀
- 清洗样品室 200
- 取下
 - 样品转盘托架 201

R

- RS-232 接口
 - 参数 42
 - 信号连接 42
- RS-232 控制
 - 配置以使用 13, 72
 - 设置 13
- 日期格式, 选择 58
- 溶剂
 - 安装容器 27, 31
 - 管路标识 27
 - 缓冲溶剂 102, 265
 - 混溶性 262
 - 兼容性 260
 - 清除缓冲剂 102
 - 添加名称 143
 - UV 截止值 268
 - 粘度注意事项 265
 - 折射率 269
 - 真空脱气法 15
 - 指南 259
 - 总则 259
- 溶剂的混溶性 262
- 溶剂管理系统
 - 泵头移除 224
 - 概述 174
 - 故障排除 243
 - 灌注 75, 112, 114
 - 静态渗漏诊断 219
 - 流量变化率 142
 - 流路 4

连接 34
 描述 17
 色谱故障排除 238
 色谱柱
 参数 149
 调整 120
 连接 32
 平衡 119
 信息字段 150
 色谱柱加热器
 安装 47
 禁用 149
 描述 14
 设置温度 149
 诊断 231
 色谱柱选择阀
 类型 16
 连接 33
 位置 16
 色谱柱再生阀 18, 36
 设置时钟 59
 湿灌注 114
 时间表, I/O 152
 时间和日期, 设置 59
 事件开关
 初始状态 152
 说明 41
 事件输入, 定义 61
 视图, 样品组
 功能 127
 加载 127
 进样 127
 时钟, 设置 59
 首选的单个输送体积 143
 输出管, 标识 32
 输出信号 41
 数据系统控制。请参阅远程控制
 数字信号连接 42
 锁定分离方法 140

T

梯度比例阀诊断 218
 梯度表 144
 条码阅读器, 描述 14
 停止液流
 端子 40
 键 54
 设定端子 61
 停止运行 131
 图形输出
 参数 40, 152
 端子 40
 脱气
 优点 265, 267
 注意事项 267
 脱气器
 安装排放管路 30
 工作模式 74
 工作原理 15
 平衡 115
 诊断 228
 注意事项 15

W

Waters 2410 和 410 RI 检测器
 参数 159
 清除参比流动池 117
 Waters 2487 检测器
 参数 157
 操作 161
 Waters 486 检测器
 参数 158
 操作 161
 Waters 技术服务, 联系 173, 237
 维护
 安全和处理 171
 备件 172

- 溶剂管理系统概述 174
- 协议 172
- 样品管理系统概述 187
- 文档约定 xxiv
- 文件
 - 保存到磁盘 168, 169
 - 从磁盘加载 125, 169
- 无交互模式 68

X

- 系统监视 106
- 系统控制器模式 69
- 显示器诊断 226
- 小键盘
 - 功能 53
 - 诊断 226
 - 变化率和衰减测试 229
 - 除霜 230
 - 描述 14
- 样品模板
 - 创建 167
 - 存储 168, 169
 - 恢复 169
 - 实现运行 129
- 样品瓶
 - 范围 122
 - 规格 105
 - 加载 104
 - 将多个项目分开 163
 - 验证是否存在 58
- 样品瓶, 加载 104
- 样品室
 - 访问 200
 - 清洗 201
- 样品温度, 设置 147
- 样品转盘
 - 加载 80, 105
 - 描述 8

- 字母数字条目 55
- 校验
 - 存在样品瓶 58
 - 样品转盘放置 58
- 信号连接
 - I/O 39
 - IEEE-488 43
 - RS-232 42
- 序列号, 位置 8
- 选件 14
 - 滴盘 27
 - 色谱柱选择阀 33
 - 已安装列表 59
- 选件和附件 14

Y

- 压力单位, 选择 58
- 压缩检查
 - 参数 66
 - 诊断 208
- 样品参数 146
- 样品定量环
 - 安装辅助设备 44
 - 设置尺寸 58
 - 选件 16
- 样品管理系统
 - 调整密封 211
 - 调整密封包 80
 - 概述 187
 - 故障排除 244
 - 灌注针头清洗 78
 - 流路 7
 - 清除 78, 115
 - 样品转盘 80

- 样品加热器 / 冷却器
 - 取下 104
 - 验证是否存在 58
 - 诊断 227
 - 样品组
 - 编辑 162
 - 表格 162
 - 查看 127
 - 创建 162
 - 存储 168, 169
 - 定义 135
 - 功能 163
 - 功能视图 127
 - 恢复 169
 - 加载视图 127
 - 进样视图 127
 - 链接行 166
 - 描述 162
 - 修改 130
 - 运行 125
 - 状态运行 130
 - 自动添加 165
 - 样品, 进样 121
 - 移除
 - 泵头 176
 - 密封清洗装置 176
 - 柱塞 176
 - 溢出盘废液出口 30
 - 硬件选件 44
 - 用户名
 - 输入 55
 - 选择 104
 - 由事件输入操作梯度
 - 配置以使用 14, 71
 - 设置 14
 - 远程控制 13
 - MassLynx 70, 133
 - Millennium 色谱管理器 69, 132
 - 配置 67
 - RS-232 72
 - 由事件输入操作梯度 71
 - 约定, 文档 xxiv
 - 运行
 - 样品模板 129
 - 样品组 125
 - 状态 130
 - 运行样品控制 133
- ## Z
- 在线过滤器, 更换 185
 - 折射率 269
 - 针
 - 更换 198
 - 位置 217
 - 诊断
 - 泵静态渗漏 219
 - 泵头移除和替换 224
 - 电机和阀 216
 - 调整密封 211
 - 阀渗漏 222
 - 服务实用程序 213
 - I/O (输入和输出) 225
 - 静态渗漏 219
 - 启动 49
 - 色谱柱加热器变化率和衰减 231
 - 梯度比例阀 218
 - 脱气器 228
 - 显示 226
 - 小键盘 226
 - 压缩检查 208
 - 样品加热器 / 冷却器变化率和衰减 229
 - 样品加热器 / 冷却器除霜 230
 - 样品转盘 227
 - 针头清洗灌注 210
 - 重建进样阀 233
 - 传感器 218

- 针头清洗
 - 灌注 78
 - 溶剂 78
 - 容器 31
- 针头清洗灌注诊断 210
- 中断 131
- 主屏幕 50
- 柱塞密封清洗。请参阅密封清洗*
- 柱塞密封, 更换 177
- 柱塞, 清洗 / 更换 182
- 注射器
 - 描述 8
 - 配置 192
 - 清除气泡 78
 - 设置尺寸 58
 - 设置大小 192
 - 位置 217
 - 吸取深度 147
 - 吸取速度 147
 - 移除和更换 191
- 传感器诊断 218
- 状态屏幕 106
- 状态运行 130
- 自动关闭 59
- 自动进样器参数 148
- 自动取标准样 164
- 自动添加 165
- 自动运行 123
- 字母数字小键盘项 55

