ACQUITY UPLC
光电二极管阵列检测器
入门指南

71500108703_ZH/修订版 B

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

版权所有 © Waters Corporation 2005–2009
保留所有权利

版权声明

© 2005–2009 WATERS CORPORATION。在美国和爱尔兰印刷。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文档或其中的任何部分。

本文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 对本文档中可能出现的任何错误不承担任何责任。本文档在出版时被认为是完整和准确的。任何情况下，对与使用本文档有关或因使用本文档而导致的直接或间接损失， Waters Corporation 不承担任何责任。

商标

ACQUITY、 ACQUITY UPLC、 PIC 和 Waters 是注册商标， MassLynx 和 “THE SCIENCE OF WHAT’S POSSIBLE.” 是 Waters Corporation 的商标。

PEEK 是 Victrex® Corporation 的商标。

Teflon 是 E.I. duPont de Nemours and Company 的注册商标。

TORX 是 Textron Corporation 的注册商标。

Triton 是 Rohm & Hass Company 的注册商标。

Tween 是 ICI Americas, Inc. 的商标。

其它注册商标或商标均为其各自所有者的专有资产。

客户意见或建议

Waters 的技术交流部门恳请您告诉我们您在使用该文档时所遇到的任何错误或向我们提出改进建议。请协助我们了解您最希望从文档中获得什么内容，让我们可以不断改进其准确性及可用性。

我们会认真对待收到的每条客户意见。您可以通过发送邮件到 tech_comm@waters.com 与我们联系。

联系 Waters

如果您就使用、运输、移除或丢弃 Waters® 的任何产品有更高要求或技术问题，请联系 Waters。可以通过 Internet、电话或传统邮件联系我们。

Waters 联系信息

联系方式	信息
Internet	Waters 的 Web 站点包括全球范围内 Waters 所在地的联系信息。请访问 www.waters.com 并单击 Waters Division（Waters 分部）。
电话和传真	电话：(021) 6879 5888　传真：(021) 6879 4588。 在世界其它国家或地区，请致电或发传真至 Waters Web 站点上公布的号码。
传统邮件	上海市浦东新区张东路 1387 号 41 栋 01 室

安全注意事项

用于 Waters 仪器及设备的某些试剂和样品可能会产生化学、生物和放射性危险。必须了解您使用的所有物质的潜在危险。始终遵守“优良实验室规范”，并咨询所在组织的安全代表。

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”。此方案包含实现系统性能和方法性能所需的完善操作步骤和方法。

安全忠告

请参阅附录 A 查看警告和注意事项综合列表。

操作本仪器

操作本仪器时，请遵循本节介绍的标准质量控制 (QC) 程序和指导原则。

适用符号

符号	定义
EC REP	欧盟授权代表
CE	确认生产的产品符合所有对其适用的欧盟指令
ABN 49 065 444 751	通过澳大利亚 C-Tick EMC 认证
ETL INTERTEK LISTED C US	确认生产的产品符合所有对其适用的美国和加拿大的安全要求
C 1	已经根据 CAN/CSA-C22.2 No. 61010-1，第二版（包括修订版 1），或较新版本相同标准（包括相同级别的测试要求）的要求对本产品进行了测试
IVD	供体外诊断使用

对象与目的

本指南供那些安装、操作和维护 ACQUITY UPLC® 光电二极管阵列 (PDA) 检测器的人员使用。

ACQUITY UPLC PDA 检测器的设计用途

IVD 根据欧盟体外诊断设备指令 98/79/EC，Waters 的 ACQUITY UPLC PDA 检测器获得了 CE 认证。

Waters 设计的 ACQUITY UPLC PDA 检测器可用于分析多种化合物，包括诊断指示剂和疗效监测性化合物。

校正

要校正 LC 系统，请遵照可接受的使用至少五个标准样生成标准曲线的校正方法。标准样的浓度范围必须覆盖 QC 样本、典型标本和非典型标本的全部范围。

校正质谱仪时，请参阅要校正仪器操作员指南的校正部分。如果仪器随附的是概述和维护指南，而未附有操作员指南，请参阅仪器在线帮助系统上的校正说明。

质量控制

定期运行三个 QC 样本，分别代表正常水平以下、正常水平和正常水平以上的化合物。确保 QC 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。 QC 样本的结果超出范围时搜集的数据可能无效。在确定仪器的运行状态令人满意之前，请勿报告这些数据。

分析来自复杂基质 （如土壤、组织、血清/血浆、全血及其它来源）的样品时，请注意基质组份可能对 LC/MS 结果产生不良影响、增强或抑制离子化。为将此类基质效应降至最低，Waters 建议采用以下措施：

- 进行仪器分析之前，通过适当的样品预处理（例如蛋白质沉淀、液/液萃取 (LLE) 或固相萃取 (SPE)）消除基质干扰。
- 尽可能使用与基质一致的校正液和质量控制样品校验方法的准确性和精确度。
- 使用一种或多种内标化合物，最好是同位素标记的分析物。

IVD 授权代表信息

IVD 授权代表

EC REP

Waters Corporation (Micromass UK Limited) 已在位于 Market Towers, 1 Nine Elms Lane, London, SW8 5NQ 的英国药物及保健产品管理局 (MHRA) 注册。参考号为 IVD000167。

Waters Corporation (Micromass UK Ltd.)
Floats Road
Wythenshawe
Manchester M23 9LZ
United Kingdom

电话：	+44-161-946-2400
传真：	+44-161-946-2480
联系人：	质量经理

ISM 分类

ISM 分类：ISM 第 1 组 B 类

该分类是根据 CISPR 11 工业、科学与医学（Industrial Scientific and Medical，ISM）仪器要求确定的。第 1 组产品适用于有意生成的和/或使用的传导性耦合射频能量，它是设备实现内部功能所必须的。B 类产品同时适用于商业区和居住区，而且可以直接连接到低压供电网络。

目录

版权声明 ii

商标 ii

客户意见或建议 iii

联系 Waters iv

安全注意事项 iv
- 安全忠告 iv

操作本仪器 v
- 适用符号 v
- 对象与目的 v
- ACQUITY UPLC PDA 检测器的设计用途 v
- 校正 vi
- 质量控制 vi

IVD 授权代表信息 vii
- IVD 授权代表 vii

ISM 分类 vii
- ISM 分类：ISM 第 1 组 B 类 vii

1 ACQUITY UPLC PDA 检测器的光学原理 1-1

检测器光学元件 1-2
- 计算吸光度 1-4

光导流动池工作原理 1-5

解析光谱数据 1-7

测量光电二极管阵列上的光 1-8
- 曝光时间 1-8
- 使用 Auto Exposure（自动曝光）参数 1-9
- 使用曝光时间参数 1-9
- 优化信噪比 1-10
- 优化过滤器常数 1-10
- 选择适当的采样率 1-10

计算吸光度数据点 1-10
分辨率 1-11
过滤数据 1-12
中值基线过滤器 1-12

2 安装检测器 2-1

开始操作前 2-2

安装检测器 2-2

安装检测器管路 2-4
安装多检测器滴盘 2-6

建立以太网连接 2-7
I/O 信号连接器 2-8

连接到电源 2-9

3 检测器操作前的准备 3-1

启动检测器 3-2
监视检测器 LED 3-3
关于检测器控制面板 3-4

关闭检测器 3-5
不足 24 小时关闭 3-5
超过 24 小时关闭 3-6

4 确认检测器运行正常 4-1

准备检测器 4-2

创建测试方法 4-3
创建仪器方法 4-4

执行梯度性能测试 4-7

5 维护检测器 5-1

联系 Waters 技术服务 5-2

维护注意事项 5-3
安全和处理 5-3
正确的操作程序 5-3
冲洗检测器 5-4

维护渗漏传感器 5-4
解决检测器的渗漏传感器问题 5-4
更换检测器的渗漏传感器 5-8

维护流动池 5-10
清洗流动池 5-11
对系统执行酸清洁冲洗 5-13
更换流动池 5-14

更换灯 5-17

更换保险丝 5-19

清洁仪器外部 5-20

6 光谱对照原理 6-1

比较吸光度光谱 6-2

将光谱表示为向量 6-3
由两个波长生成的向量 6-3
由多个波长生成的向量 6-4

光谱对照角 6-4

不良影响 6-7
检测器噪音 6-7
测光误差 6-8
溶剂变化 6-8
阈值角度 6-8

A 安全忠告 A-1

警告符号 A-2
特定任务的危险警告 A-2
特定警告 A-3

注意符号 A-4

应用于所有 Waters 仪器的警告 A-5

电气和搬运符号 A-6
电气符号 A-6
搬运符号 A-7

B 规格 B-1

ACQUITY UPLC PDA 检测器规格 B-1

C 流动相吸光度 C-1

索引 索引-1

1 ACQUITY UPLC PDA 检测器的光学原理

为高效使用检测器的操作软件 （Empower™ 或 MassLynx™），必须了解检测器的光学和电子学工作原理。

内容

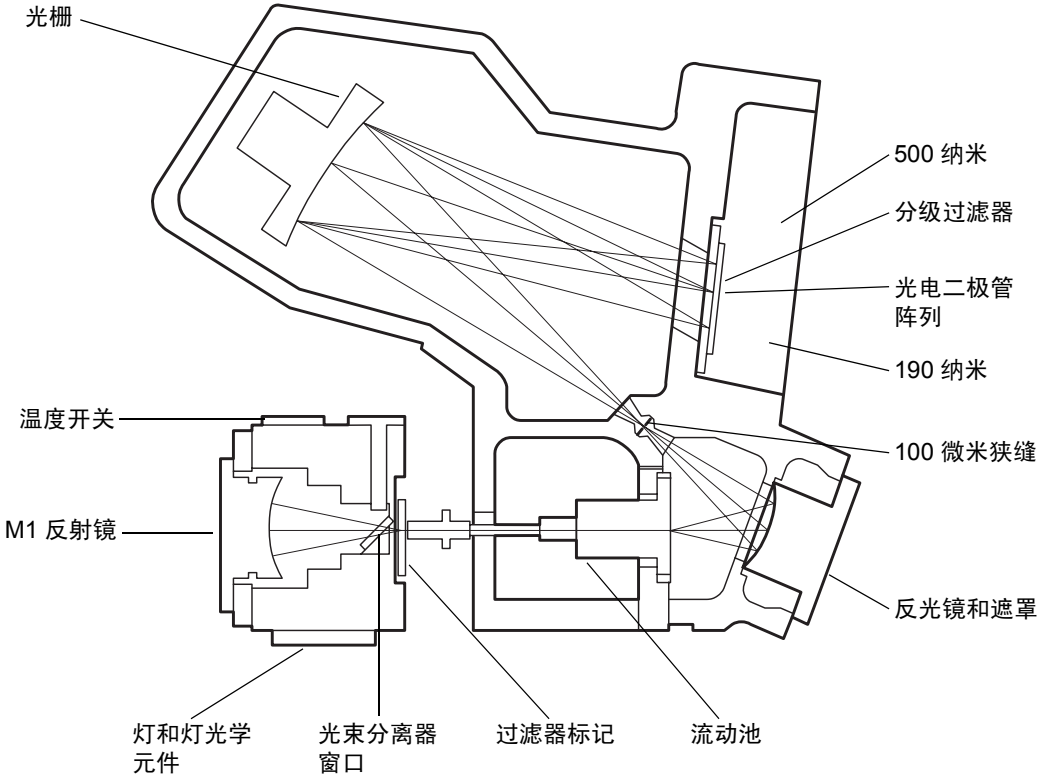
主题	页码
检测器光学元件	1-2
光导流动池工作原理	1-5
解析光谱数据	1-7
测量光电二极管阵列上的光	1-8
计算吸光度数据点	1-10

检测器光学元件

检测器是一套紫外/可见光 (UV/Vis) 分光光度计。检测器装配了一个包含 512 个光电二极管的光电二极管阵列，光学分辨率达到 1.2 纳米，可以在 190 纳米和 500 纳米范围内工作。

下图显示了通过检测器光学装置的光路。

光学装置的光路



下表介绍了检测器光学装置的组件。

光学装置的组件

组件	功能
灯和灯光学元件	汇聚氘灯发出的光，并通过反射镜使光通过光束分离器进入流动池。
光束分离器窗口	用于最大限度减少进入灯罩的空气。
过滤器标记	影响进入流动池的光。标记设置包括 • 光闸 – 阻止光进入流动池。处于光闸位置时，在每个像素处测量暗计数，然后从观测信号计数中将其减去，得到真实的信号计数。 • 打开 – 允许光进入流动池。执行运行时，它是正常设置。 • 钕 – 将钕过滤器插入光束，以便对波长校正进行检查或更新。 • UV 阻挡过滤器 – 将 UV 阻挡过滤器插入光束，使波长小于大约 210 纳米的光降至最少。
流动池	放置多色光束通过的流路 （包含洗脱液和样品）段。
分流器	诊断工具，用于代替光导流动池以模拟无液体流动的光传输。
反光镜和遮罩	反光镜将通过流动池的光聚集到光学元件的摄谱仪部分的入口狭缝上。反光镜遮罩可确定光栅处的光束尺寸。
狭缝	确定投射到光电二极管的波长分辨率和光强度。狭缝的宽度为 100 微米。
光栅	将光分散为波长谱带，并将它们聚焦到光电二极管阵列平面。
分级过滤器	减少 UV 光 （小于 340 纳米）的二次衍射对可见波长 （大于 340 纳米）处观察到的光强度的影响。
光电二极管阵列	512 个线性排列的光电二极管阵列。二极管宽度 （50 微米）和 100 微米狭缝相配合，可产生 1.2 纳米的单波长分辨率。

计算吸光度

检测器通过从采集光谱中减去暗电流（请参阅第 1-10 页上的“暗电流”）和参比光谱来计算吸光度。吸光度的原理是比尔定律。

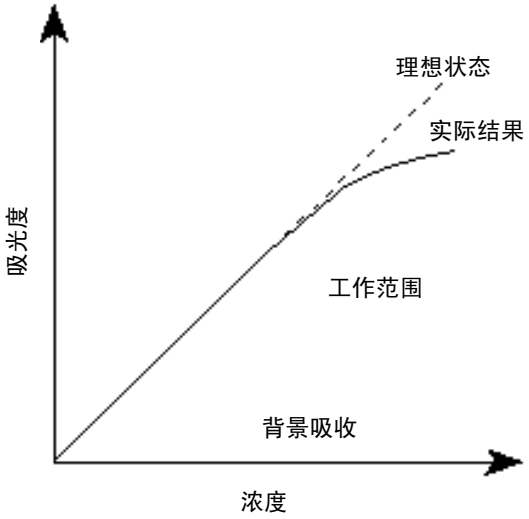
比尔定律

朗伯 – 比尔定律（通常称为比尔定律）描述了到达光电二极管的特定波长的光强度与通过流动池的样品的浓度之间的关系 比尔定律可表示为 $A = \varepsilon lc$，其中

A = 以吸光度单位测量的无量纲量
ε = 比例常量，又称为摩尔吸光系数
l = 以厘米为单位的光程（检测器的普通流动池为 1.0 厘米）
c = 浓度（摩尔/升）

比尔定律只适用于平衡良好的稀释溶液。它假定样品折射率保持恒定、单色光且无漫射光到达检测器元件。随着浓度的增加，比尔定律的化学和仪器要求可能无法满足，从而导致吸光度与浓度的线性偏差。流动相的吸光度可能会缩小线性范围，其数量如附录 5所示。

吸光度与浓度的函数关系

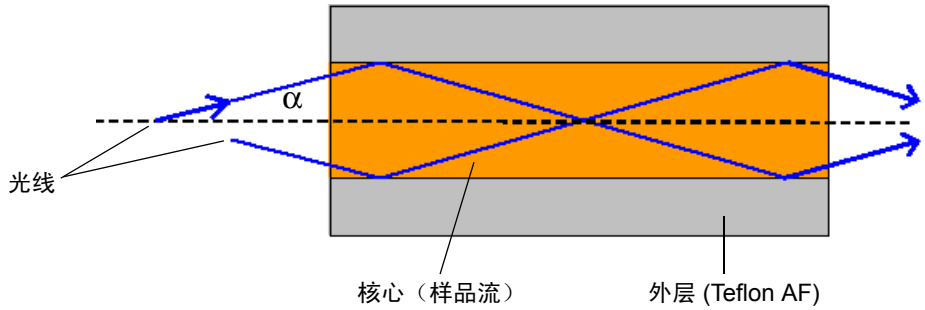


光导流动池工作原理

微孔高容量色谱柱（如 UPLC 中使用的色谱柱）可产生小容量峰。为避免频带扩展并保持浓度，必须相应地缩小检测器流动池的体积。最好将流动池的体积保持为峰容量的 1/10 或更小。为实现降低传统吸光度检测器流动池体积的要求，必须缩短光程以避免光通量大幅降低。根据比尔定律，缩短光程会降低分析的灵敏度，但要保持高信噪比又需要较高的光级。

幸运的是，可以设计出具有最佳光程和较高光通量的小容量光导流动池。这种流动池类似于光纤，其核心是流体样品，外层是 DuPont 生产的 Teflon® AF，这是一种独特的化学惰性非晶态含氟聚合物。 Teflon AF 的折射率低于水和其它 HPLC 流动相。光线以锥形半角 α 进入流体核心，遇到 Teflon AF 边界时在内部进行完全反射。除了样品的吸收外，这些光线通过流动池时在理论上是没有损耗的。

光导流动池中光的传输



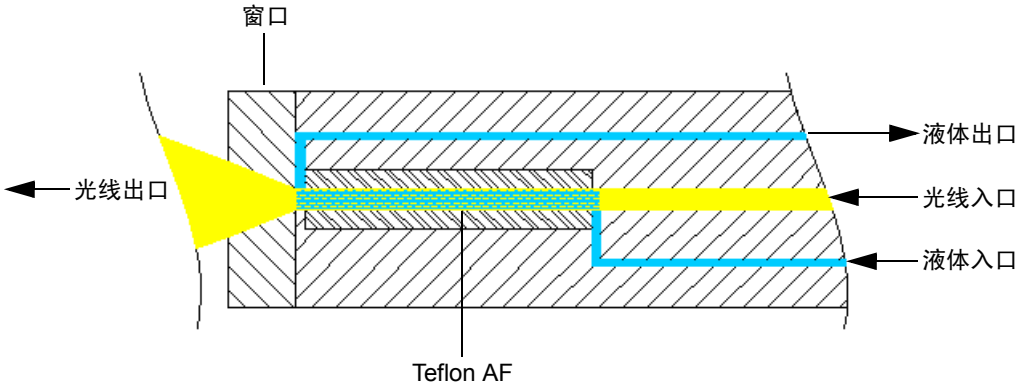
以下信息是对上述说明的补充：

- 光导核心是折射率为 n_1 的流体样品。
- 外层是折射率为 n_2 的 Teflon AF 管。折射率 $n_2 < n_1$。
- 管的横截面面积为 A，长度为 d。池的体积 = Ad。

在第 1-5 页的图上，显示了两条在核心 – 外层界面上反射的光线。流动池中光线 “反弹” 的次数取决于 Teflon AF 管的长度、内径 （管腔）和光的角度 “α” 。光束 （代表通过流动池的能量）包含很多此类光线，最大数量的角度在理论上是由核心和外层的折射率设定的。在 ACQUITY UPLC PDA 检测器中，这个角度是通过流动池的外部部件进行机械控制的，可确保因流动相不同而导致的折射率变化不会严重影响传输能量的效率。

下面的流动池示意图显示了流动池装置内部流动池的光导部分。

流动池的光导部分



样品流体通过 PEEK™ 管进出流动池。来自灯源的光汇聚在形成流动池一端的光纤输入面上。光沿着光纤到达由 Teflon AF 管内径形成的流体通道。然后离开光纤，进入充满流体的 Teflon AF 管。经过该管时，光与样品流互相进行作用。液体的吸收使光的强度减弱。随后将这种减弱转化为吸光度。光通过一个熔融硅窗口离开流动池，该窗口也是光投射到摄谱仪狭缝的地方。之后，凹面光栅将光分散并投射到光电二极管阵列上。

提示：光导流动池与其它流动池的设计不同，其它流动池的设计都要防止光束投射到流动池内壁上，而光导流动池却要利用 Teflon AF 管壁的内壁反射。因此，按照第 5 章中介绍的推荐步骤来保持流动池的清洁就很重要。如果保护得当，仪器和流动池可长期保持检测灵敏度。

注意：为确保正确校准和校正检测器池，必须在开启检测器电源之前使流动池充满流动的溶剂。空流动池将导致校正错误。有关详细信息，请参阅第 5 章中介绍的推荐步骤。

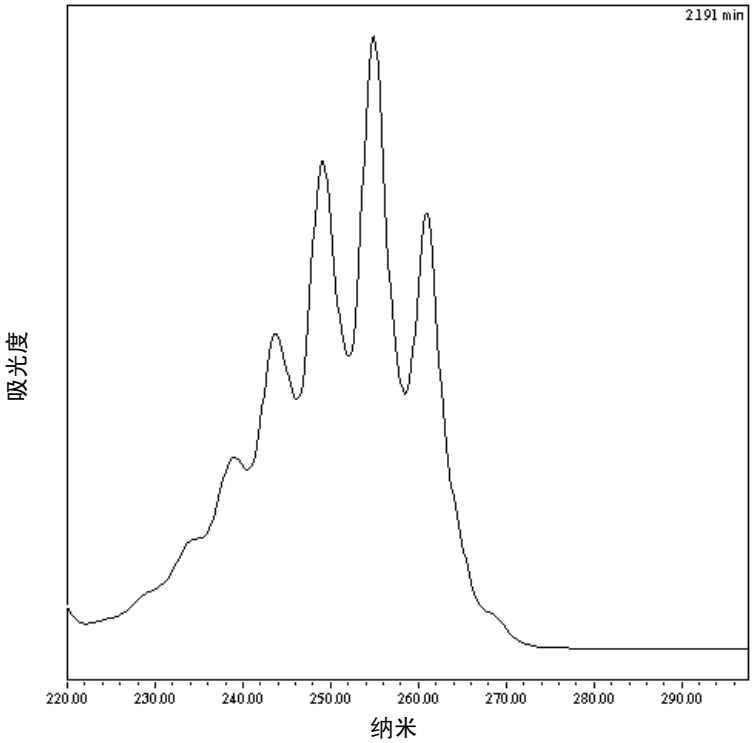
解析光谱数据

100 微米宽的检测器狭缝与光电二极管的间距相配合，可以确定投射到光电二极管阵列的光的强度和带宽。强度和带宽的变化可用于区分相似的光谱。

光栅使狭缝在光电二极管阵列上形成图像。光栅的衍射角确定投射到阵列中特定光电二极管的波长。

下图显示了苯的吸收光谱。请注意，波长分辨率足以分辨五个主要吸收峰。

分辨率为 1.2 纳米的苯光谱



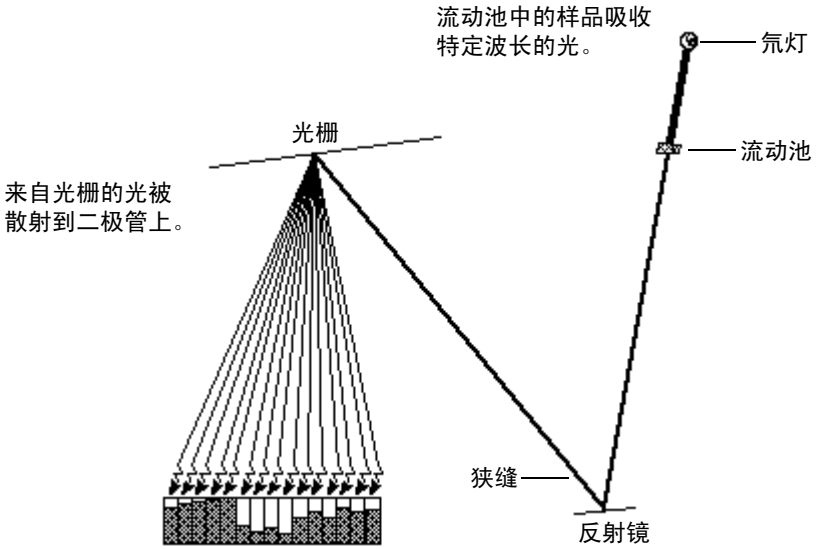
测量光电二极管阵列上的光

光电二极管阵列检测器通过测量投射到光电二极管阵列的光强度来确定流动池中样品的吸光度。

该阵列由排成一排的 512 个光电二极管组成。每个光电二极管都充当一个电容器，保持有固定的电荷数。

投射到光电二极管的光使二极管放电。放电的强度取决于投射到光电二极管的光强度。

光电二极管受光放电



检测器测量每个光电二极管再充电所需的电流。在二极管曝光时间间隔内，所产生的电流与通过流动池的光量成正比。

曝光时间

检测器对每个二极管进行再充电，同时读取每个二极管的再充电电流。一个二极管两次电流读取间的时间间隔即为曝光时间。检测器顺序读取一次阵列的所有二极管并处理数据所需的时间少于 5 毫秒。最小的曝光时间为 5 毫秒。可将曝光时间设置为 5 到 500 毫秒。例如，如果曝光时间设置为 50 毫秒，则检测器可执行以下功能：

1. 对二极管 1 进行再充电，并读取二极管 1 再充电所需的电流。
2. 对二极管 2 进行再充电，并读取二极管 2 再充电所需的电流。

3. 继续对所有剩余的 510 个光电二极管进行再充电，并读取再充电所需的电流。

4. 对所有二极管进行再充电并读取数据后，在对二极管 1 开始再充电和读取顺序前，等待大约 45 毫秒。

可在 “PDA 仪器方法编辑器” 的 “常规” 选项卡中设置曝光时间参数。可指定 Auto Exposure （自动曝光）或 Exposure Time （曝光时间）有关详细信息，请参阅 Empower 或 MassLynx 在线帮助。

提示：为获得最好的信噪比性能，请调整波长范围以优化自动曝光计算。有关详细信息，请参阅 Empower 或 MassLynx 在线帮助。

使用 Auto Exposure （自动曝光）参数

Auto Exposure（自动曝光）参数允许检测器的光学元件根据灯的能量、灯的光谱、流动相的吸光度以及使用单一氘灯从 190 到 500 纳米选择的波长范围，来计算对二极管进行再充电所需的最佳曝光时间。为了使检测器的噪音最小化，Auto Exposure（自动曝光）可将曝光时间调整为大约全刻度的 85%，使得二级管可在所选波长范围内生成最高信号。

启用 Auto Exposure （自动曝光）后，检测器可执行以下功能：

- 生成尽可能高的信号，与因过度曝光而产生的不饱和保持一致
- 能够在样品组开始时根据选定波长范围内的最大光强度计算曝光时间
- 能够限制曝光，以使所有二极管在给定波长范围内放电不会超过大约 85%
- 为每次运行提供适当的信噪比和动态范围设置

Auto Exposure （自动曝光）时间设置可能不会优化分析所需的采样速率、波长范围或过滤时间常数设置的特定组合的性能。如果出现这种情况，可在仪器编辑器中手动设置曝光时间。

使用曝光时间参数

使用 Exposure Time （曝光时间）参数可以手动设置光电二极管读取前的曝光时间长度。支持的范围为 5 到 500 毫秒。

提示：更改一组样品的曝光时间可能引起基线噪音的改变。

请注意，延长曝光时间可能能会使二极管达到饱和，而导致检测器失去特定波长的信号。要避免信号丢失，请选择一个能在分析的波长范围内提供最佳信噪比设置的曝光时间值 （请参阅下一节 “优化信噪比”）。

优化信噪比

为了优化信噪比，请选择仅包含感兴趣波长的采集波长范围。流动相在该波长范围内具有极低的吸收 （请参阅附录 C）同样也很重要。也可通过增加 “光谱分辨率” 参数来提高信噪比。例如，可选择 3.6 纳米而不是 1.2 纳米的分辨率进行操作。

优化过滤器常数

选择的过滤常数会影响峰强度。为提高灵敏度，应降低过滤器时间常数。

选择适当的采样率

为定义峰的形状，必须有足够的点落在峰内。因而，如果采样率很低，则无法定义峰。Empower 用最接近结束时间的数据点的指数减去最接近开始时间的数据点的指数，来计算色谱图中的每个积分峰的 “峰内点数” 值。

提示：“峰内点数” 值会显示在 “查看主窗口” 底部的 “峰” 表中。如果 “峰内点数” 字段不可见，请右键单击表格中的任意位置，然后单击 “表属性” 。单击 “列” 选项卡，然后向下滚动找到 “峰内点数” 字段。清除该复选框，然后单击 “确定”。

如果感兴趣的最窄峰的 “峰内点数” 值少于 15，则必须在仪器方法中指定更高的采样率。如果该值大于 30，则应在仪器方法中指定一个较低的采样率。

将采样率设置为在最窄峰内获得 15 或更多个点所需的最小值。如果采样率过高，由于产生的数据超过了分析所需的数据，可能会导致系统运行速度降低。

计算吸光度数据点

检测器在将数据传输到数据库 （Empower 或 MassLynx）前计算吸光度值。检测器按以下方式计算吸光度：

- 用暗电流和参比光谱计算每个二极管的吸光度（请参阅第 1-4 页上的 “计算吸光度”）。
- 计算在光谱每秒采样率中指定的、特定波长处吸光度的平均值，并将此平均值报告为一个数据点 （请参阅第 1-11 页上的 “分辨率”）。
- 另外，检测器在计算吸光度时可使用过滤器（请参阅第 1-12 页上的 “过滤数据”）。

暗电流

即使未曝光，光电二极管也会产生热激发态电荷。产生的热激发态电荷的电流称为暗电流。

需要更新暗电流时，检测器将关闭光闸以获取每个二极管的暗电流读数。计算曝光时间后，光闸关闭，并且保持与曝光时间相同间隔的关闭状态。

检测器从测量样品和参比光谱的吸光度时记录的电流值中减去暗电流的值。

参比光谱

检测器在测量暗电流之后和洗脱任何组分之前快速记录参比光谱。参比光谱用于度量灯强度和流动相吸光度。光闸打开后，在曝光时间的指定间隔内确定参比光谱。

提示：

- 为得到最佳结果，参比光谱应代表初始流动相。
- 对于极长的曝光时间，完成暗电流和参比光谱的读取可能需要数秒时间。

吸光度

每次曝光时间结束时，ACQUITY UPLC PDA 检测器都会用以下方程计算每个二极管的吸光度：

$$\text{吸光度}_n = \log\left[\frac{(Sn - Dn)}{(Rn - Dn)}\right] \quad \text{其中}$$

S = 样品分析时得到的数据
D = 暗电流测试时得到的数据
R = 从参比光谱中得到的数据
n = 二极管编号

分辨率

检测器向数据库（Empower 或 MassLynx）报告的数据可能是多个数据点的平均值。计算吸光度后，检测器根据光谱分辨率和采样率计算吸光度的平均值。

根据分辨率计算光谱数据的平均值

光谱分辨率（或带宽）是采集光谱中的数据点之间的波长间隔（纳米）检测器的最小分辨率设置为 1.2 纳米。例如，在 3D 模式中，如果在软件中将光谱分辨率设置为 3.6 纳米，则检测器将为每个报告波长计算六个相邻二极管的平均值。在 2D 模式中，根据带宽设置计算吸光度值。

根据采样率计算色谱数据的平均值

采样率是每秒采集的数据点数。采样率间隔期内，读取光电二极管的次数取决于曝光时间例如，如果曝光时间为 25 毫秒，采样率为 20 Hz，那么每个数据点的读数次数为：

$$\frac{1\ \text{秒}}{20\ \text{样品}} \times \frac{1\ \text{曝光}}{25\ \text{毫秒}} \times \frac{1000\ \text{毫秒}}{1\ \text{秒}} = 2\frac{\text{曝光}}{\text{样品}}$$

计算读数的平均值并作为单个数据点报告。

结合光谱分辨率和采样率

较高的光谱分辨率参数值和采样率对噪音和光谱细节具有相反的影响。正常使用时，较高的光谱分辨率表明光谱分辨率参数的数值较小。

提示：数据存储率的根据是波长范围、光谱分辨率和采样率。在 “PDA 仪器方法编辑器” 的 “常规” 选项卡中指定这些参数值。有关详细信息，请参阅 Empower 或 MassLynx 在线帮助。

过滤数据

在 “PDA 仪器方法编辑器” 的 “常规” 选项卡 （有关详细信息，请参阅 Empower 或 MassLynx 在线帮助，或 ACQUITY UPLC 控制台在线帮助）中，可将可选的噪音过滤器（通过 “数字过滤” 参数）应用到采集的数据中。下表列出了允许的数据率的数字过滤器设置。

数据速率的数字过滤器设置

数据速率	慢	正常	快
1	10.000	4.000	1.000
2	5.000	2.000	0.500
5	2.000	0.800	0.200
10	1.000	0.400	0.100
20	0.500	0.200	0.050
40	0.250	0.100	0.025
80	0.125	0.050	0.0125

中值基线过滤器

通过降低基线的曲率，中值基线过滤器可增强检测器的基线稳定性，从而促进积分方法的开发。过滤器的主要目的是降低流动相梯度分离的影响，这种分离表现为成分的逐渐变化。请注意，对于明显的突然性梯度变化 （如多级梯度变化），不能使用此过滤器。

通常情况下，过滤器不会显著改变峰面积、峰高、峰宽或保留时间。但在很宽的峰附近，它可能会造成基线失真，而基线失真可能会影响峰面积。因此，在峰宽 （在高度的 5% 处测量）大于运行时间的 5% 时，建议不要使用。

在 ACQUITY UPLC PDA 检测器中，此过滤器仅用于 2D 通道。不能用于 3D 通道或提取的 2D 通道。如果为通道选择 MBF 数据模式，实时数据显示图将按运行时间的一定比例（最高 25%）延迟数据显示。仪器控制面板内的倒计时时钟将指示延迟的长度。

2 安装检测器

内容

主题	页码
开始操作前	2-2
安装检测器	2-2
安装检测器管路	2-4
建立以太网连接	2-7
连接到电源	2-9

开始操作前

要求：要安装检测器，通常应当了解安装和操作实验室仪器和计算机控制设备的方法，以及溶剂的处理方法。

提示：结合 ACQUITY UPLC 系统文档和在线帮助使用本指南。

安装检测器前，请确保

- 系统不在热风或冷风口
- 所需组件齐备
- 包装箱或拆包物品没有损坏

检查纸箱内物品时，如发现有损坏或不符，请速与货运代理商及当地 Waters 代表联系。

美国和加拿大的客户应将损坏和不符之处报告给 Waters 技术服务 (800 252-4752)。其他客户请拨打当地 Waters 分公司电话或致电位于马萨诸塞州米尔福德市 （美国）的 Waters 公司总部，或者访问 http://www.waters.com，然后单击 Offices （办事处）。

有关报告运输损坏和提出索赔的详细信息，请参阅 *Waters Licenses, Warranties, and Support Services* （《Waters 许可、担保和支持服务》）。

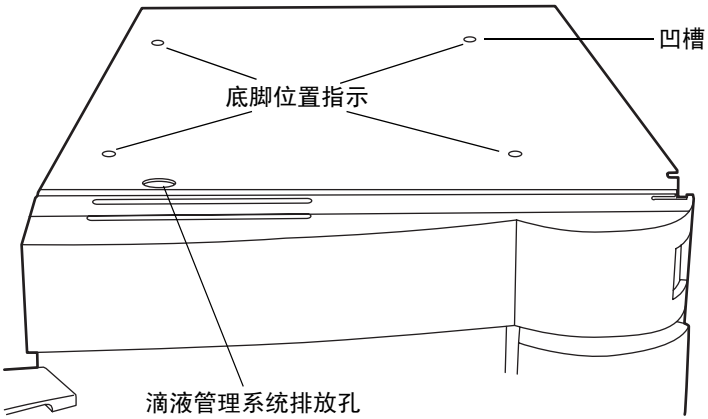
安装检测器

要安装 ACQUITY UPLC PDA 检测器

警告：如果只有一个人安装检测器，则应使用机械起重设备进行安装。

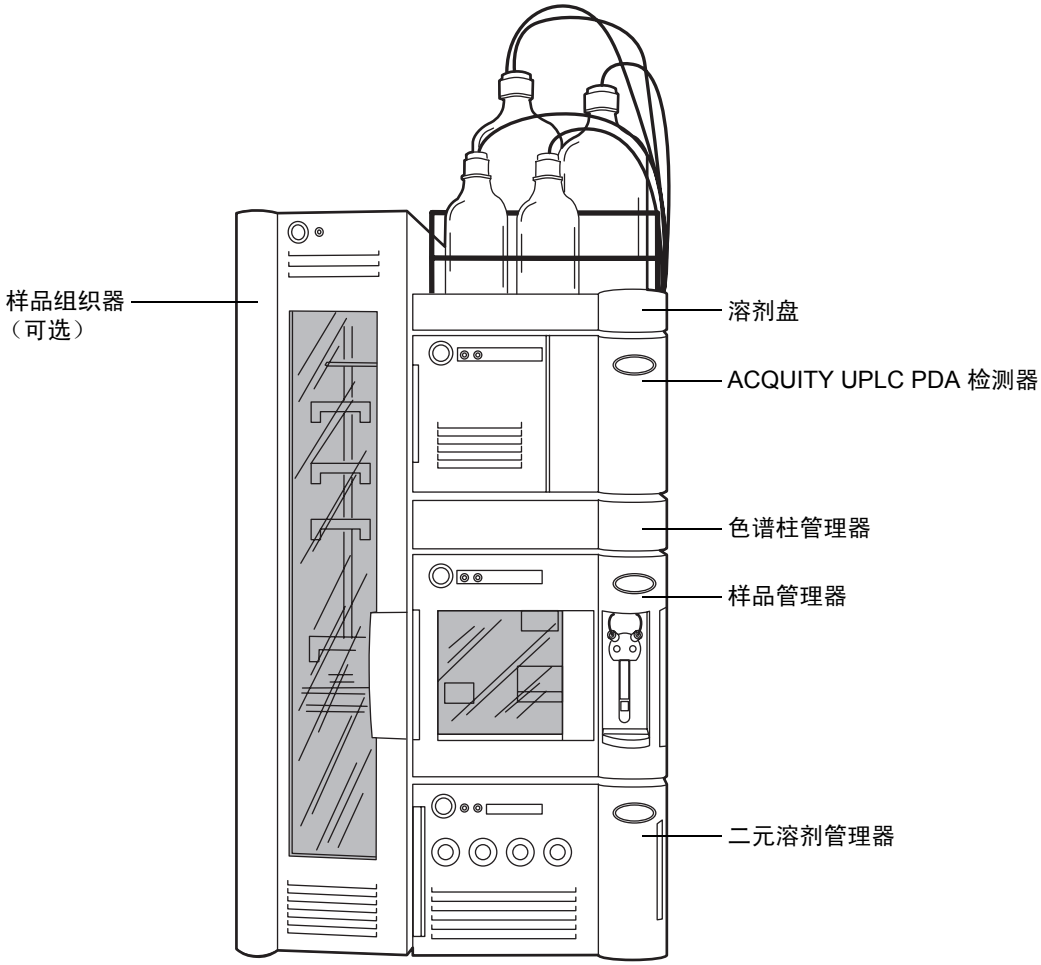
1. 将检测器置于色谱柱管理器的顶部，确保底脚正确插入色谱柱管理器的凹槽。这样即可将检测器滴盘置于色谱柱管理器的左侧顶部的排放孔上方。

滴液管理系统的正确放置



2. 将溶剂盘模块置于检测器顶部。

安装在 ACQUITY UPLC 系统中的 ACQUITY UPLC PDA 检测器



安装检测器管路

警告：使用不兼容的溶剂可能严重损害仪器并导致操作员受到伤害。有关详细信息，请参阅 《ACQUITY UPLC 系统操作员指南》的附录 C。

安装检测器管路，包括连接流动池和安装返压调节器 （如果必要）。

尽管串联脱气器从溶剂中去除了大多数气体（空气），但在不充满定量环进样期间仍有一些气体会再次进入系统。在压力作用下，气体会保留在溶液中。但是，由于柱后压力通常比柱前压力低得多，所以气体会从溶液中排出，并产生以意外大尖峰为特征的基线。

返压调节器可将最小柱后压力保持在 1724 kPa （17 巴， 250 psi），从而消除柱后除气现象并确保基线平滑。

要求：如果 ACQUITY PDA 检测器是系统中的最后一个检测器，则需要安装返压调节器以获得最佳性能。

提示：如果质谱仪或其它检测器连接在该检测器的下游，则不应安装返压调节器。连接质谱仪或其它检测器的管路长度有助于维持流动池的返压。

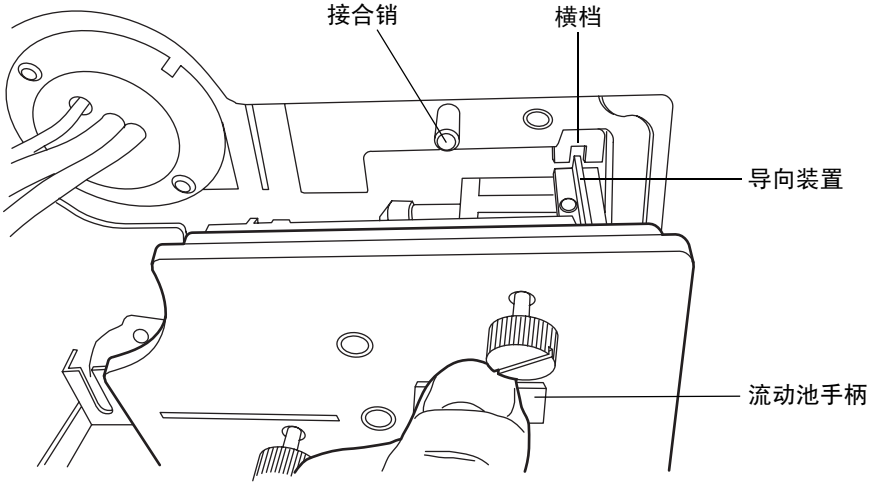
建议：为防止流动池中的微粒污染，在将任何色谱柱连接到检测器前，必须冲洗这些色谱柱。

另请参阅：《ACQUITY UPLC 系统操作员指南》。

要安装检测器管路

建议：如果已打开检测器电源，从控制台的系统树中，选择 PDA Detector （PDA 检测器）并单击 （灯关闭）以熄灭灯。

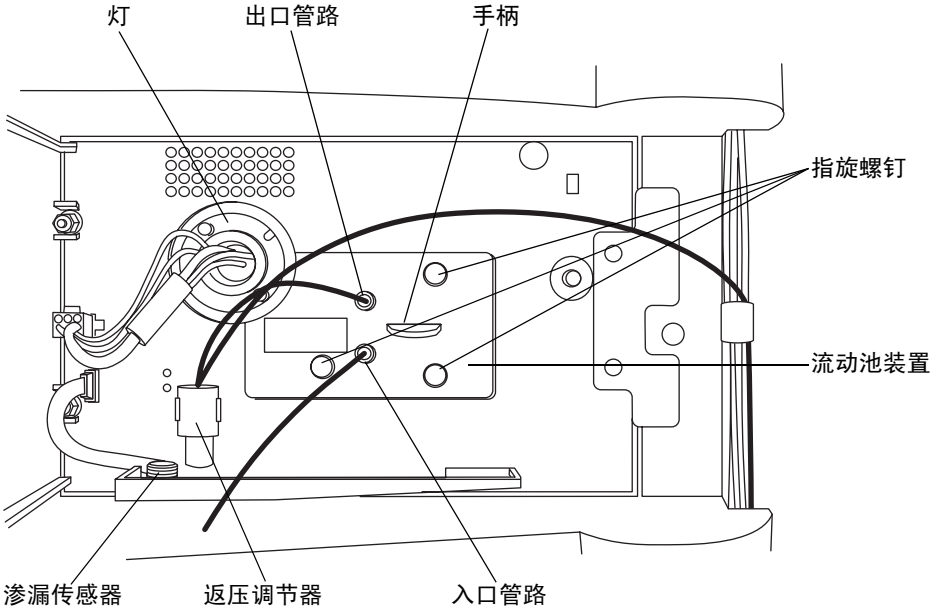
1. 打开检测器前面板门并安装流动池装置：握住流动池使其与开口对正，然后再缓慢插入，以便流动池法兰前端的导向装置与样品池储存室的导轨啮合。



2. 在法兰与导轨啮合后，继续插入流动池，直至检测器上的接合销与流动池托架上的对应孔相啮合。

3. 继续插入流动池，直至三颗指旋螺钉与隔板中相应的孔对齐。

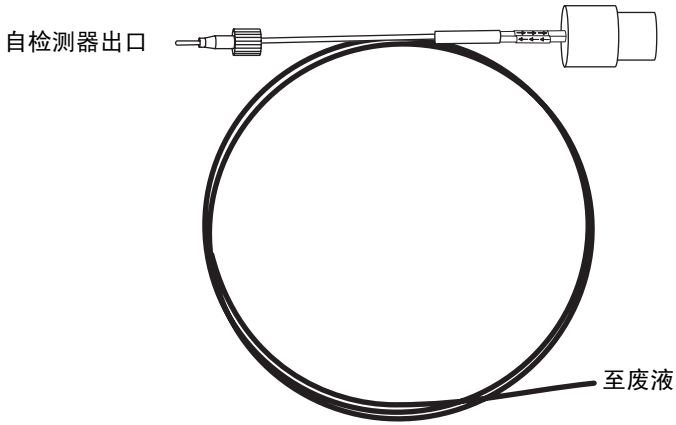
4. 用手拧紧指旋螺钉。



5. 从 PEEK 池入口管拆下保护盖，并将管路连接到流动池入口，同时确保管路上的标签与系统中检测器和流动池的类型相匹配。

6. 将返压调节器较短的出口管连接到流动池的出口。

返压调节器



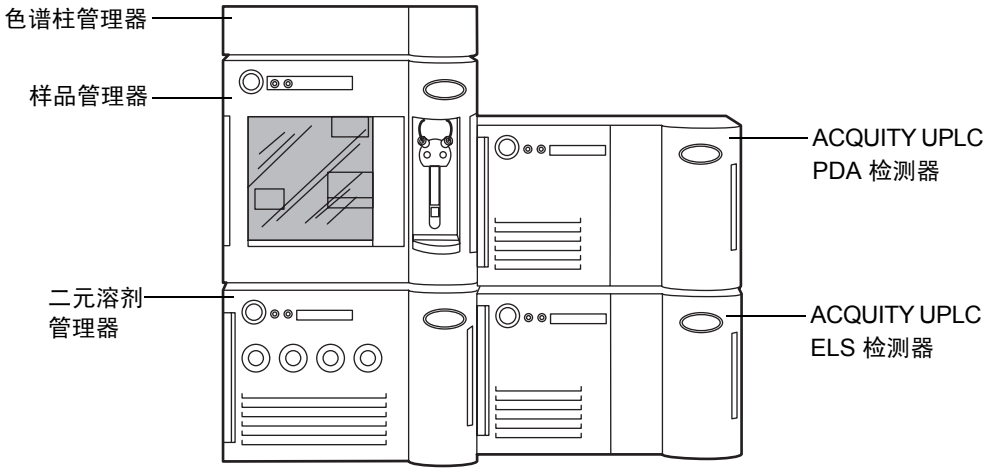
7. 将出口管路的长端从返压调节器，通过系统右前侧的通道夹，引至合适的废液容器。

   提示：如果质谱仪或其它检测器连接在该检测器的下游，则不应安装返压调节器。连接质谱仪或其它检测器的管路长度有助于维持流动池的返压。

安装多检测器滴盘

如果 ACQUITY UPLC 系统具有多个检测器，则必须安装多检测器滴盘。

安装在 ACQUITY UPLC 分流系统中的 ACQUITY UPLC PDA 检测器



必备材料

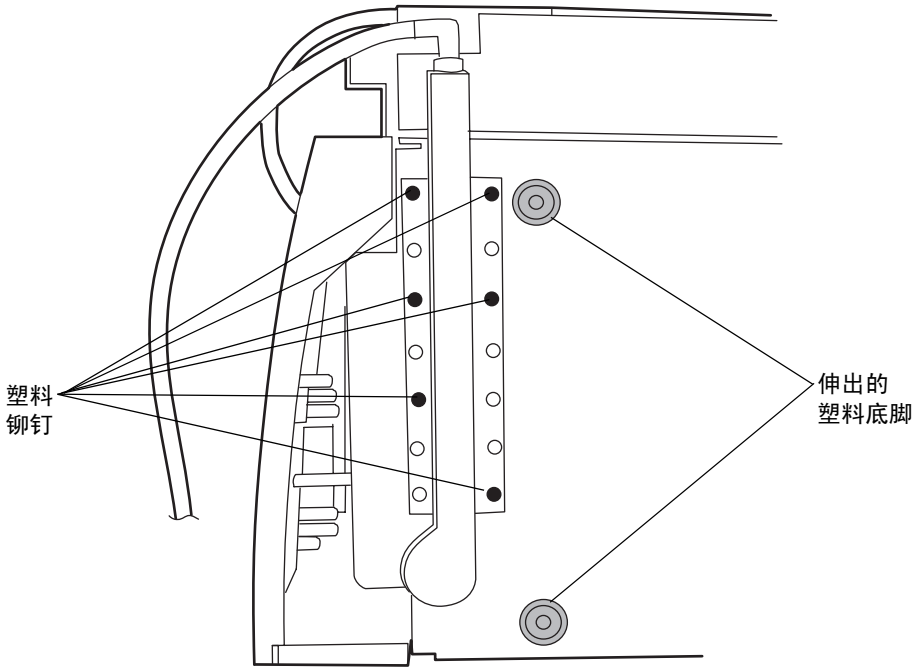
多检测器滴盘套件

要安装滴盘

1. 调整 ACQUITY PDA 检测器位置，使其以左侧为支撑面放置。
2. 将伸出的塑料底脚安装在检测器的底部，然后再将防滑板固定在伸出的塑料底脚上。

3. 利用多检测器滴盘套件中附带的六颗塑料铆钉将滴盘固定在检测器的底部。

安装多检测器滴盘



4. 将 ACQUITY PDA 检测器放回到初始位置（其它检测器的顶部）。

建立以太网连接

要建立以太网连接

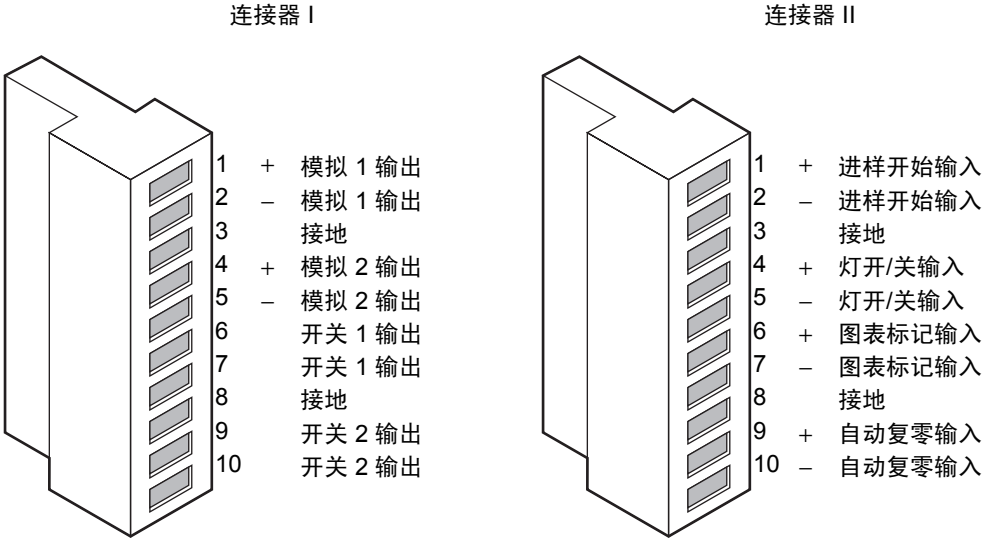
1. 打开包装，安装预先配置的 ACQUITY 工作站。
2. 将一条以太网电缆的一端连接到网络交换机，然后将另一端连接到工作站的以太网卡。

   提示：在预先配置的系统中，以太网卡标识为 “仪器 LAN” 卡。
3. 将一条以太网电缆的一端连接到检测器的背面，然后将另一端连接到网络交换机。

I/O 信号连接器

检测器的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。这些连接器只能以一种方式插入，因此只要信号电缆能插入，即为正确的连接方式。

I/O 信号连接器



ACQUITY UPLC PDA 检测器模拟输出/事件输入连接

信号连接	说明
模拟 1（出）	用于模拟图形输出功能。
模拟 2（出）	用于模拟图形输出功能。
开关 1（出）	受阈值和定时事件控制。
开关 2（出）	受阈值和定时事件控制。
进样开始（入）	不能使用。
灯开/关（入）	触发后，系统会点亮或熄灭灯。
图表标记（入）	用 0.1 AU tick 标记来标记所有数据。
自动复零（入）	计算一个偏移值，当将该值添加到样品信号时，会使所有波长产生的基线信号复零。

连接到电源

ACQUITY UPLC PDA 检测器需要单独、接地的电源。电源插座的接地连接必须相同，并连接到系统附近。

警告：为避免电击，请遵守以下预防措施：

- 在美国使用 SVT 型电源线，在欧洲使用 HAR 型（或更好的）电源线。有关其它国家电源线的使用情况，请联系当地的 Waters 分销商。
- 对仪器进行任何维护前，请关闭检测器的电源并拔下电源线。
- 将 ACQUITY UPLC 系统的所有部件连接到同一根地线。

要连接到电源

建议：为获得最佳的长期稳定输入电压，请使用线路调节器和不间断电源 (UPS)。

1. 将电源线的外接头插入检测器后面板上的插座中。
2. 将电源线的内接头连接到适当的墙壁插座。

   或者：如果系统包括可选的 FlexCart，请将 Flexcart 电缆（包含在启动套件中）的外接头连接到检测器后面板上的插座。将 Flexcart 电缆有罩盖的内接头连接到车后的电源板。最后，将电源板的电缆连接到以独立电路运行的墙壁插座。

3 检测器操作前的准备

内容

主题	页码
启动检测器	3-2
关闭检测器	3-5

启动检测器

警告：使用不兼容的溶剂可能严重损害仪器并导致操作员受到伤害。有关详细信息，请参阅 《ACQUITY UPLC 系统操作员指南》的附录 C。

启动检测器需要单独打开检测器、每个系统仪器以及 ACQUITY 工作站的电源。还包括启动操作软件 （Empower 或 MassLynx）。

注意：

- 为确保延长光导流动池的寿命以及正确初始化检测器，请使用已完全脱气的洗脱液并确保洗脱液流动，然后再接通检测器电源。
- 要将可能会在流动池壁上留下沉积物的杂质减到最少，在将新色谱柱连接到流动池前，应先冲洗新色谱柱 15 分钟。

如果必须在洗脱液流动前启动检测器，请熄灭灯。可通过在“仪器方法编辑器”（Empower 或 MassLynx）的 “事件”表中指定 “灯开启”事件熄灭灯。也可用以下方法熄灭灯：

- 如果是 Empower 软件控制系统，在“运行样品”窗口底部的控制面板中单击 （灯关闭）。
- 如果是 MassLynx 软件控制系统，在 Inlet Editor （入口编辑器）窗口底部的控制面板中单击 （灯关闭）。
- 在控制台的系统树中，选择 PDA Detector（PDA 检测器），然后单击 （灯关闭）。

另请参阅：《ACQUITY UPLC 系统操作员指南》。

要启动检测器

1. 打开工作站的电源。
2. 按下位于二元溶剂管理器门和样品管理器门左上部的电源开关。每台系统仪器都会发出“嘟嘟声”，并运行一系列的启动测试。

   电源和灯 LED 将进行如下变化：

   - 每个系统仪器的电源 LED 均显示绿色。
   - 初始化期间，每个系统仪器的状态 LED 都闪烁绿光。
   - 仪器成功启动后，所有 LED 均显示常绿。二元溶剂管理器的流量 LED 和样品管理器的运行 LED 仍然不亮。
3. 启动 Empower 或 MassLynx。可监视 ACQUITY 控制台中是否有信息和 LED 指示。

4. 用经过过滤、脱气并喷射的 HPLC 级甲醇或乙腈冲洗系统。

5. 在控制台中设置二元溶剂管理器，为系统中的流动池输送合适的液流。

   提示：仅使用彻底脱气的 HPLC 级溶剂。流动相中的气体可能在流动池中形成气泡，并导致 “参比能量” 诊断测试失败。

6. 用泵抽吸流动相至少 15 分钟。

7. 确保检测器池充满溶剂并且无气泡。

   注意：如果池中含有空气，检测器无法正确初始化。为避免损坏光导流动池，在没有溶剂流过流动池或当它处于干燥状态时，请勿点亮检测器灯。

8. 请按下前面板上的电源开关以打开检测器电源。

   结果：检测器运行一系列的启动诊断测试，同时灯 LED 闪烁绿光。当灯点亮后，灯 LED 显示常绿。

9. 当灯 LED 为常绿时，启动 Empower 或 MassLynx 软件，并下载仪器方法或入口方法。

   结果：ACQUITY 控制台将显示信息和可视信号。

10. 为获得最佳结果，请在采集数据前等待一个小时，以使检测器稳定。

监视检测器 LED

检测器上的发光二级管指示其工作状态。

电源 LED

电源 LED 位于检测器前面板的左侧，指示检测器何时打开电源或关闭电源。

灯 LED

灯 LED 位于电源 LED 的右侧，指示灯的状态。

灯 LED 指示

LED 模式和颜色	说明
熄灭	指示检测器灯已熄灭。
常绿	指示检测器灯已点亮。
闪烁绿色	指示检测器正在初始化或校正。
闪烁红色	指示错误导致检测器停止。与导致故障的错误有关的信息可以在控制台中找到。
常红	指示阻止进一步操作的检测器故障。关闭检测器电源，然后再打开电源。如果 LED 仍为常红，请联系 Waters 服务代表。

关于检测器控制面板

如果是 Empower 软件控制系统，检测器的控制面板将显示在“运行样品”窗口的底部。如果是 MassLynx 软件控制系统，检测器的控制面板将显示在 Inlet Editor （入口编辑器）窗口的底部。

检测器控制面板

检测器控制面板显示采集状态和光闸位置。系统处理样品时不能编辑检测器参数。

下表列出了检测器控制面板中的项目。

可修改的检测器控制面板项目

控制面板项目	说明
灯开/关 LED	该图像模拟实际的灯开/关 LED 模式，除非失去与检测器的通信。单击该图像将打开灯控制窗口。
状态	显示当前的运行状态。
光闸	显示光闸位置（打开、关闭、铒或 UV 阻挡）。
（灯开启）	点亮检测器灯。
（灯关闭）	熄灭检测器灯。

在检测器控制面板中右键单击任意位置可访问其它功能：

检测器控制面板中的其它功能

控制面板功能	说明
自动复零	重置检测器的补偿值。
重设 PDA	出错后显示时，重置检测器。
帮助	显示控制台“帮助”。

关闭检测器

不足 24 小时关闭

如果距下次进样有几个小时，将此期间的流量减小为零点几毫升/分以节省溶剂。在此期间，使检测器持续运行并使色谱柱加热器保持在运行温度。

要将检测器不足 24 小时关闭

1. 继续向色谱柱泵送初始流动相混合物。这样做可以维持获得理想保留时间再现性所必需的色谱柱平衡。

2. 为延长灯的使用寿命，请通过单击检测器控制面板中的（灯关闭）熄灭检测器灯。

   要求：如果是在 MassLynx 的控制下运行，确保已禁用关闭方法中的 Auto-Shutdown（自动关闭）功能。

超过 24 小时关闭

要将检测器超过 24 小时关闭

1. 请通过单击检测器控制面板中的 （灯关闭）熄灭检测器灯。
2. 通过用水冲洗去除缓冲剂盐和添加剂。
3. 用 100% 纯有机溶剂冲洗色谱柱和流动池。

   另请参阅： Waters ACQUITY UPLC BEH Column Care and Use Instructions（《Waters ACQUITY UPLC BEH 色谱柱保养与使用说明》）或 ACQUITY UPLC HSS Column Care and Use Instructions（《ACQUITY UPLC HSS 色谱柱保养与使用说明》）。

   警告： 电击危险。每套系统仪器上的电源开关都控制着该仪器的基本运行状态。但是，关闭仪器后，某些仪器电路仍然带电。要完全断开系统仪器的电源，请将电源开关置于关闭位置，然后从交流电源插座中拔出仪器的电源线。

4. 关闭系统电源。

   或者： 如果您选择将系统保持为打开状态，请关闭色谱柱加热器或将色谱柱加热器的温度设置为 40 °C (104 °F)。

   注意： 使用任何已经在建议条件下关闭的系统或仪器之前，确保新流动相和溶剂能够与推荐的存储溶剂相混溶：水/甲醇或水/乙腈。如果它们与推荐的存储溶剂不能直接混溶，应使用与存储溶剂和新分析溶剂均能混溶的中间溶剂，将存储溶剂从系统中冲洗出来。

5. 盖上流动池的入口和出口。

4 确认检测器运行正常

内容

主题	页码
准备检测器	4-2
创建测试方法	4-3
执行梯度性能测试	4-7

本章介绍如何运行梯度性能测试，以确认检测器运行是否正常。用于此测试的样品包括在系统启动套件中。

开始此过程前，请按照《Waters ACQUITY UPLC 系统操作员指南》中所述的方法安装和配置检测器。

准备检测器

无论检测器是由 Empower 数据系统还是 MassLynx 数据系统控制的，准备过程均相同。

要准备检验检测器的运行情况

警告：当使用此设备并处理溶剂和测试溶液时，请务必遵守实验室的安全操作规程。了解所用溶剂和测试溶液的化学及物理性质。请参阅所用的每种溶剂及测试溶液的 “材料安全数据表”。

1. 制备 10:90 乙腈/水流动相：
   a. 在 100 毫升量筒中量取 100 毫升过滤后的乙腈。
   b. 将乙腈小心地转移至一个 1 升的储液瓶中。
   c. 在 1000 毫升量筒中量取 900 毫升过滤后 HPLC 级水。
   d. 将这些水小心地转移至同一个 1 升的储液瓶中。
   e. 盖上储液瓶盖，然后充分混合。
   f. 将储液瓶标记为 10:90 乙腈/水。
   g. 将 A1、 B2、密封清洗、弱清洗和强清洗管路浸没在盛有 10:90 乙腈/水混合物的储液瓶中。
   h. 将储液瓶置于溶剂盘中。
2. 制备含 100% 乙腈的流动相：
   a. 将约 1 升过滤后的乙腈倒入 1 升的储液瓶中。
   b. 将该储液瓶贴上乙腈标签。
3. 将管路 A2 和 B1 浸没在乙腈储液瓶中。
4. 将储液瓶置于溶剂盘中。

注意：切勿在不混溶的洗脱液间或在缓冲溶液和有机洗脱液间直接进行转换。不混溶的洗脱液会在流路中形成乳状液。缓冲溶液和有机洗脱液相结合会在梯度比例阀、泵头、止回阀或系统的其它部位造成盐沉淀。确认系统中的所有液体均与乙腈相混溶。如果需要有关灌注系统的详细信息，请参阅《ACQUITY UPLC 系统操作员指南》。

5. 在色谱柱管理器中安装 ACQUITY UPLC hybrid 色谱柱。关上塔盘，然后重新盖上色谱柱管理器的前盖。如果需要有关安装色谱柱的详细信息，请参阅《ACQUITY UPLC 系统操作员指南》。

6. 在将色谱柱连接到检测器流动池前，先用溶剂冲洗色谱柱，再使溶剂流出至废液，以确保没有可能会损坏流动池的色谱柱颗粒物。

7. 访问控制台并执行以下任务：

   a. 湿灌注泵管路 A1 和 B2 5 分钟。

   b. 湿灌注泵管路 A2 和 B1 5 分钟。

   c. 灌注密封清洗泵。

   d. 灌注样品管理器 20 分钟。

   e. 校正系统体积。

8. 使用 10/90 乙腈：水准备样品说明中所列的样品。

9. 将样品置于样品瓶板中（注意样品瓶位置），然后将样品板放在“样品管理器”的位置 2 处。

创建测试方法

无论是 Empower 还是 MassLynx 软件控制系统，梯度性能测试方法参数均相同。按照以下步骤创建方法，设置参数值使其与屏幕演示图中所表示的值匹配。

提示：在选项卡页上单击 ? 显示在线“帮助”。

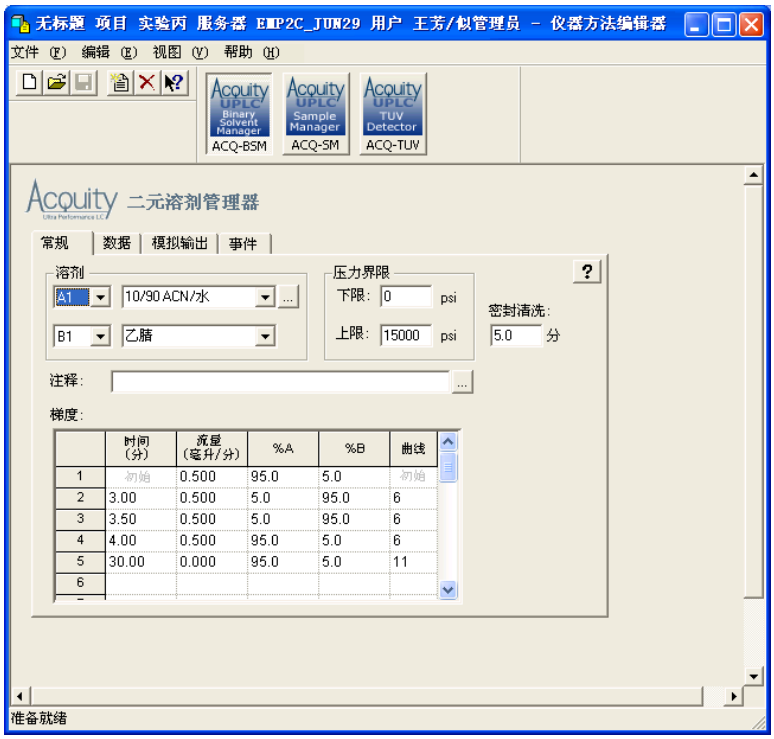
创建仪器方法

要创建仪器方法

1. 使用以下屏幕演示图中所示的二元溶剂管理器参数，创建仪器方法。

   提示：对于 Empower 和 MassLynx，二元溶剂管理器参数是相同的。

二元溶剂管理器仪器参数



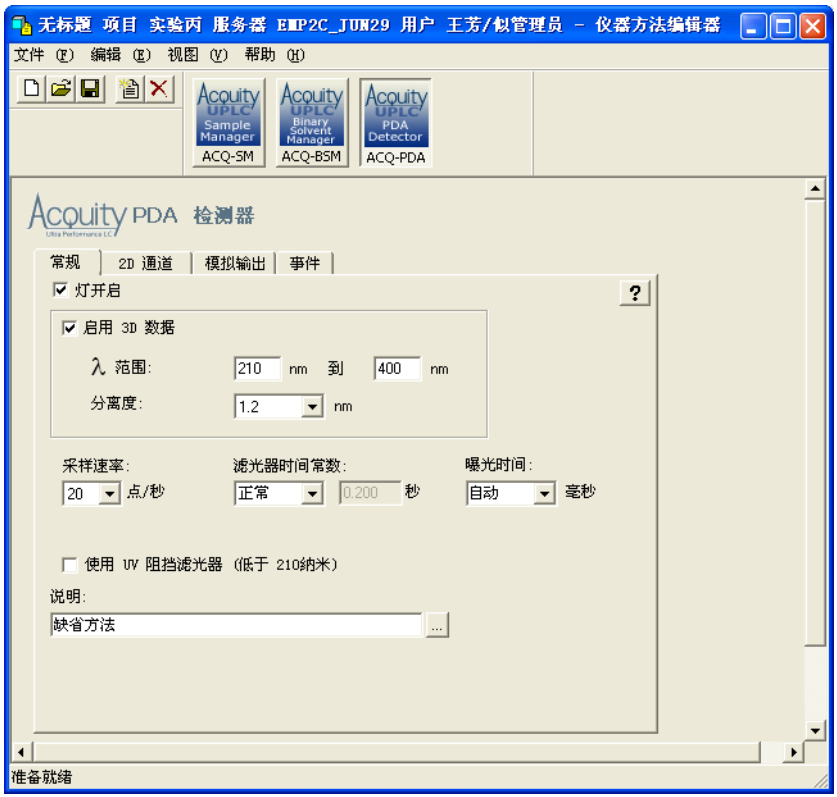
2. 按照下面屏幕演示图中所示，设置样品管理器的仪器方法参数。

样品管理器仪器参数

3. 在“常规”选项卡上单击“高级”，并按以下方式设置这些参数：
   - 吸取速度设为 100 微升/分。
   - 预吸气值和后吸气值空气间隙设为 4 微升。

4. 按照以下屏幕演示图中所示，设置 PDA 检测器的仪器方法参数。

PDA 检测器仪器参数



5. 保存仪器方法。

执行梯度性能测试

系统准备就绪并且创建测试方法后，即可开始运行梯度性能测试。运行测试的步骤略有不同，这取决于是使用 Empower 还是 MassLynx 软件控制系统，但所需的结果是相同的。

要执行测试

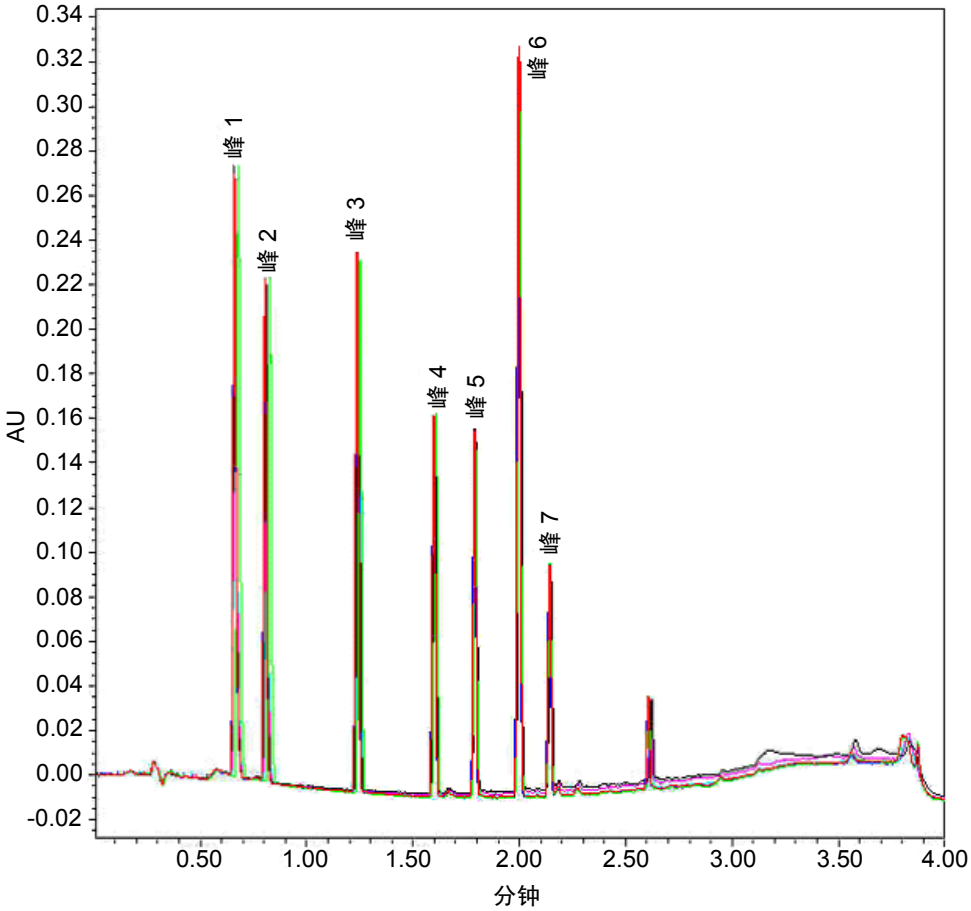
1. 开始运行：
   - 如果系统是由 Empower 软件操作，则在“运行样品”中打开项目，选择梯度性能测试样品组，然后选择“运行并报告”。
   - 如果系统是由 MassLynx 软件操作，则访问 MassLynx 主页，并从 Run（运行）菜单中选择 Start（开始）。
2. 样品组完成后，在下表中输入相应的结果。

保留时间再现性 （重复三次）

峰	组份	峰保留时间平均值	%RSD	可接受的 %RSD
1	乙酰基呋喃			
2	乙酰替苯胺			
3	苯乙酮			
4	苯基乙基酮			
5	对羟基苯甲酸丁酯			
6	苯甲酮			
7	苯戊酮			

3. 查看梯度性能报告。满足以下条件时，梯度性能测试结果为 “通过”：
   - 峰形对称，积分和标识正确。（请将报告中的色谱与下面的样品色谱进行比较来确定该条件。）
   - 峰保留时间显示的标准差小于或等于 2.0 秒。（请查看已完成的表格来确定该条件。）

样品梯度性能测试色谱



请注意，这是一个具有代表性的色谱。由您的系统产生的结果可能稍有不同。

5 维护检测器

内容

主题	页码
联系 Waters 技术服务	5-2
维护注意事项	5-3
维护渗漏传感器	5-4
维护流动池	5-10
更换灯	5-17
更换保险丝	5-19
清洁仪器外部	5-20

联系 Waters 技术服务

如果您在美国或加拿大，请将故障或其它问题报告给“Waters 技术服务”(800 252-4752)。如果不在，请致电位于马萨诸塞州米尔福德市 （美国）的 Waters 公司总部，或者联系当地 Waters 分公司。我们的 Web 站点包括全球范围内 Waters 所在地的电话号码和电子邮件地址。请转到 www.waters.com 并单击 Waters Division （Waters 分部）。

联系 Waters 时，请准备好提供以下信息：

- 所有错误信息
- 故障现象性质
- 仪器序列号
- 流速
- 操作压力
- 溶剂
- 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
- Empower 或 MassLynx 软件版本和序列号
- ACQUITY 工作站型号和操作系统版本

有关报告运输损坏和提出索赔的详细信息，请参阅 *Waters Licenses, Warranties, and Support Services* （《Waters 许可、担保和支持服务》）。

维护注意事项

安全和处理

对检测器进行维护时，请遵守以下警告和注意。

警告：为防止受伤，在处理溶剂、更换管路或操作系统时，请始终遵守优良实验室规范。了解所用溶剂的物理和化学性质。有关所用溶剂的信息，请参阅 “材料安全数据表”。

警告：为避免电击，请不要取下检测器的顶盖。内部没有任何用户可维修的零件。

注意：

- 为避免损坏电气部件，请勿在检测器接通电源时断开电气装置。要完全中断检测器的电源，请将电源开关设置为 Off（关），然后从交流电源插座拔下电源线。切断电源后，请等待 10 秒钟然后再断开装置。
- 为防止由于静电荷而对电路造成损坏，请不要触摸集成电路芯片或无需手动调整的其它系统仪器。

正确的操作程序

为确保系统有效运行，请遵循第 3 章中的操作程序和指导原则。

备件

只更换本文档提到的零件。有关备件的详细信息，请参阅 Waters 网站的 Services & Support （服务和支持）页上的 Waters Quality Parts Locator。

建议：

- 为防止灰尘进入光学装置，无论检测器内是否安装了流动池，请务必关闭检测器门。
- 过滤溶剂并对其进行脱气以延长色谱柱的使用寿命，减小压力波动以及降低基线噪音。
- 为延长灯的使用寿命，请在让检测器处于运行状态但却空闲时将灯熄灭。但请注意，仅当灯熄灭 4 小时以上时才这样做。
- 如果使用缓冲流动相，请在关闭电源前将其从检测器中冲洗掉，以防出现下列情况
  - 堵塞溶剂管路和流动池
  - 损坏仪器组件
  - 微生物生长

注意：

- 为确保光导流动池具有最佳性能，请确保洗脱液流动，然后再接通检测器电源。不过，如果必须在洗脱液流动之前接通检测器电源，请先将灯熄灭。
- 如果一段时间内不使用光导流动池，请用清洁流动相（如水/乙腈混合液或水/甲醇混合液）冲洗流动池，然后将液流出口盖好或用纯净的氮气或纯净的氦气将流动池干燥 5 到 10 分钟。
- 为避免损坏检测器或色谱柱，请在冲洗系统前取下色谱柱并断开检测器。

冲洗检测器

要冲洗检测器

注意：为避免损坏检测器，请不要超过流动池的压力限制：6895 千帕（69 巴，1000 psi）。

1. 从系统中拆下色谱柱。
2. 用 100% 的 HPLC 级水以 1.0 毫升/分钟的流量对系统冲洗 10 分钟，冲洗液排入废液。
3. 用 90:10 甲醇/水溶液冲洗系统 10 分钟。

维护渗漏传感器

滴盘中的渗漏传感器可持续监视检测器是否存在渗漏。当渗漏传感器检测到容器中有渗漏液累积时，它将停止系统液流，并在 ACQUITY UPLC 控制台中显示一条说明问题的错误信息。

解决检测器的渗漏传感器问题

在渗漏传感器的容器中积聚大约 1.5 毫升液体后，系统将发出报警，指示渗漏传感器检测到渗漏。

警告：渗漏传感器及其容器有可能被生物危害性物质和 / 或有毒物质污染。执行此过程时，务必戴上干净、耐化学物质、没有粉尘的手套。

注意：为防止擦刮或损坏渗漏传感器

- 请勿使缓冲溶剂积聚在传感器上并在传感器上擦干。
- 请勿将传感器浸入清洗池。

必备材料

- 干净、耐化学物质、没有粉尘的手套
- 棉签
- 非磨蚀、不起毛的薄纸

要解决检测器的渗漏传感器问题

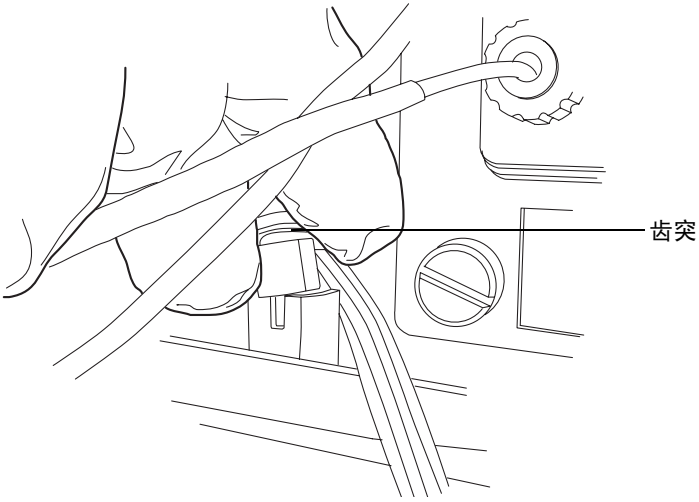
1. 检查 ACQUITY UPLC 控制台的 “渗漏传感器” 对话框以确定渗漏传感器是否检测到渗漏。

   提示：如果检测到渗漏，则会出现 “检测到渗漏” 错误信息。

2. 轻轻将检测器门右边缘朝身体方向拉，以打开检测器门。
3. 找到渗漏源并进行必要的维修以使渗漏停止。

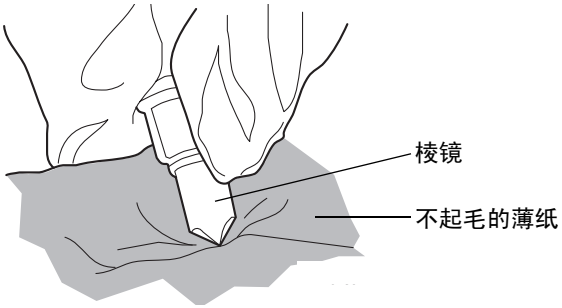
   注意：为避免损坏渗漏传感器，请勿拉扯带状电缆。

4. 夹住渗漏传感器的齿突，将其从渗漏传感器容器中向上拔出。

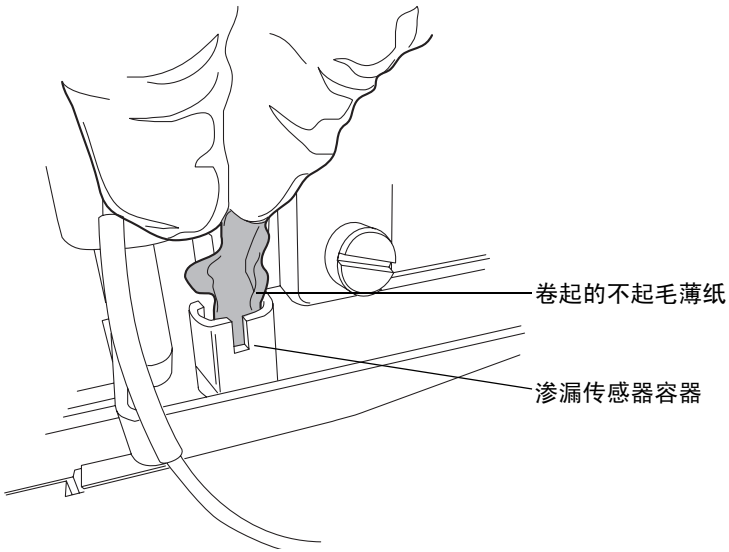


   提示：如果渗漏传感器从容器中取出后不方便操作，请从仪器前面取下连接器 （请参阅第 5-8 页）。

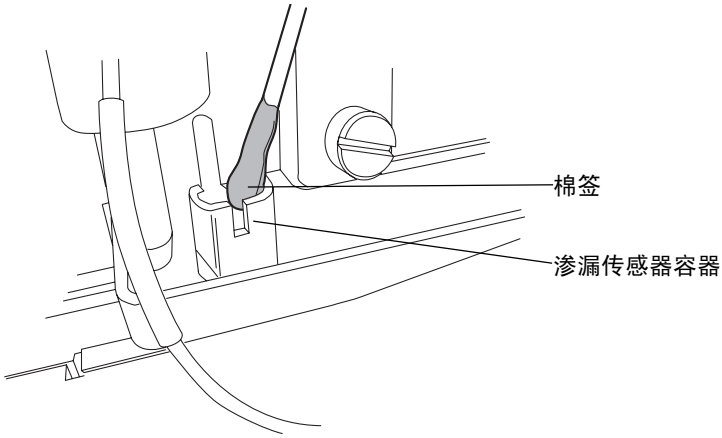
5. 使用非磨蚀、不起毛的薄纸擦干渗漏传感器的棱镜。



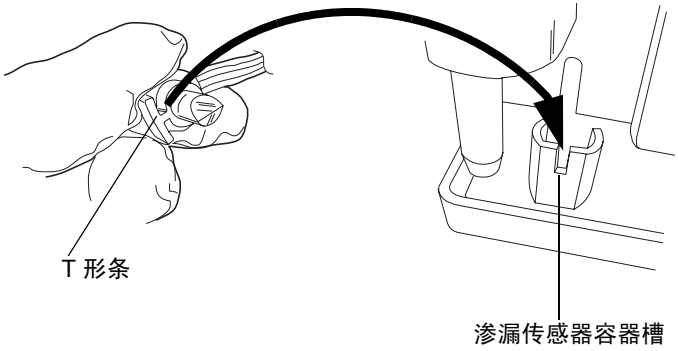
6. 将非磨蚀、不起毛的薄纸卷起来，并用它吸收渗漏传感器容器及周围区域的液体。

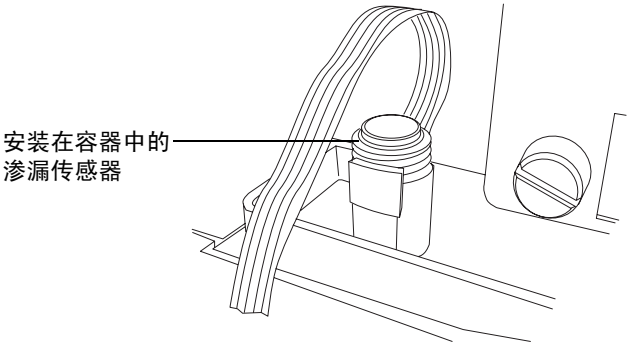


7. 用棉签吸收渗漏传感器容器角落及周围区域的剩余液体。



8. 将渗漏传感器的 T 形条与渗漏传感器容器侧面的槽对齐，并将渗漏传感器滑入到位。





9. 如果已从仪器前面取下连接器，请重新连接。
10. 在 ACQUITY UPLC 控制台的系统树中选择检测器。
11. 在检测器信息窗口中，单击 “控制” > “重置” 以重置检测器。

更换检测器的渗漏传感器

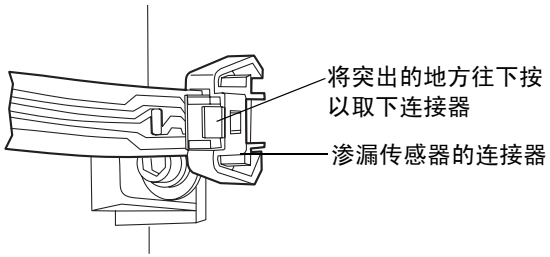
警告：渗漏传感器及其容器有可能被生物危害性物质和/或有毒物质污染。执行此过程时，务必戴上干净、耐化学物质、没有粉尘的手套。

必备材料

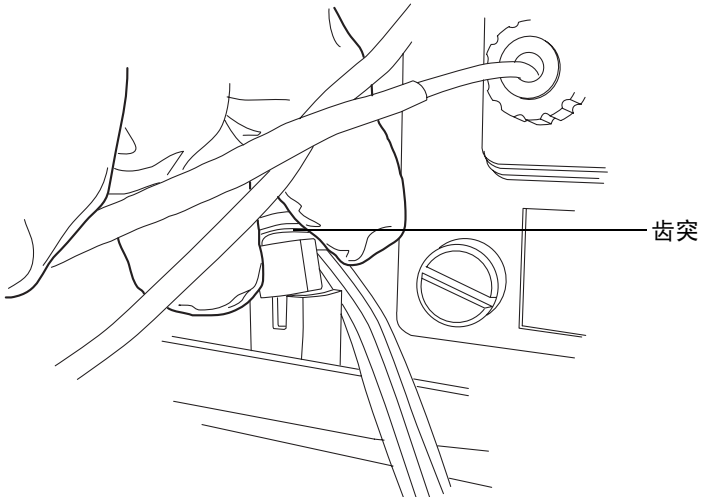
- 干净、耐化学物质、没有粉尘的手套
- 渗漏传感器

要更换检测器的渗漏传感器

1. 轻轻将检测器门右边缘朝身体方向拉，以打开检测器门。
2. 将突出的地方往下按以从仪器前面取下渗漏传感器的连接器。

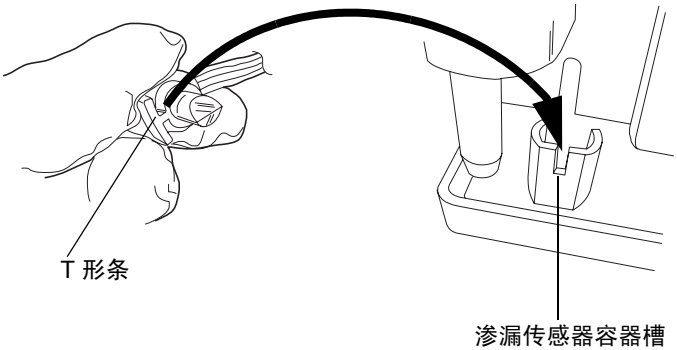


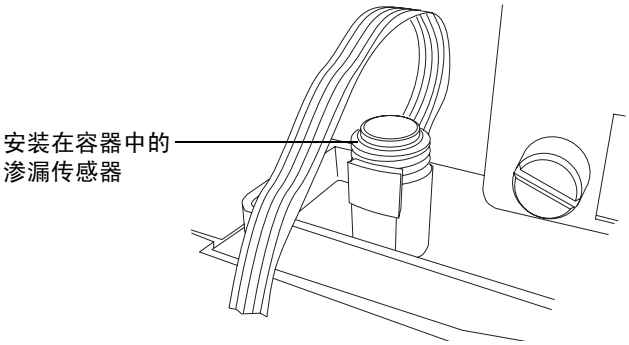
3. 夹住渗漏传感器的齿突，将其从渗漏传感器容器中向上拔出。



4. 取出新的渗漏传感器。

5. 将渗漏传感器的 T 形条与渗漏传感器容器侧面的槽对齐，并将渗漏传感器滑入到位。



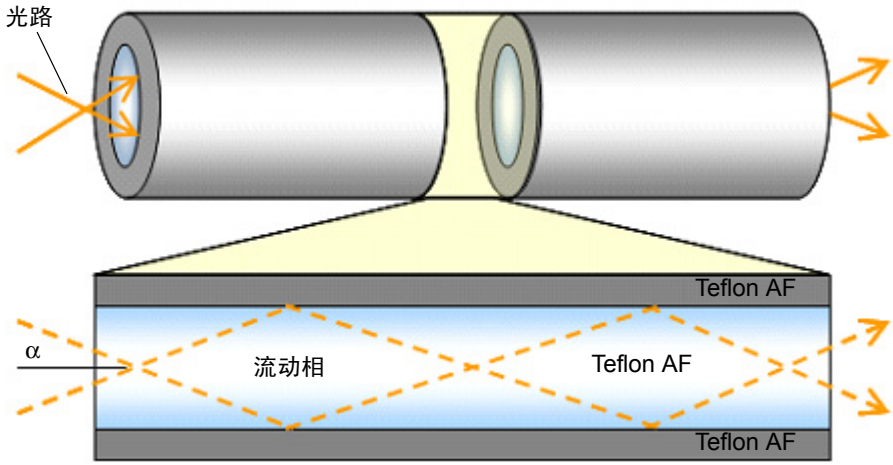


6. 将渗漏传感器的连接器插入仪器前面。
7. 在 ACQUITY UPLC 控制台的系统树中选择检测器。
8. 在检测器信息窗口中，单击 “控制” > “重置” 以重置检测器。

维护流动池

Waters 光导流动池通过 Teflon AF 管路传输光和样品。管路通过小容量流动池传输能量，因而可以提高分析的灵敏度。光按照名为全内反射 (TIR) 的机制在管中高效传输；因为液体的折射率大于 Teflon 管材料的折射率，所以光限制在液流内。

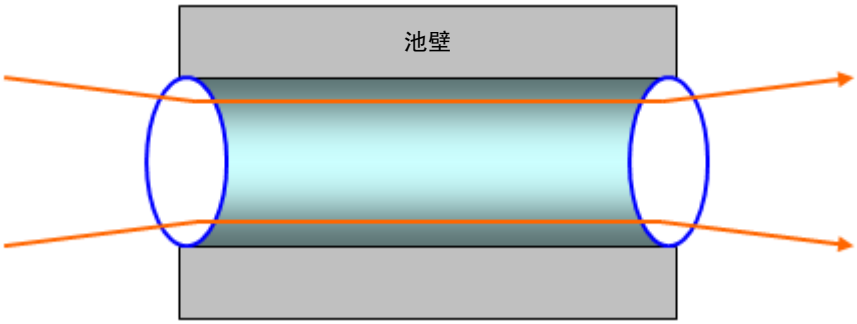
光导流动池中光的传输



在上图中，通过一对在池壁上反射的光线（虚线）来描述通过流动池的光路。每条光线携带的能量在每次反射后保持不变。由于光百分之百反射，因此称为“全内反射”。 Teflon AF 管是流动池光路中的有效组件。

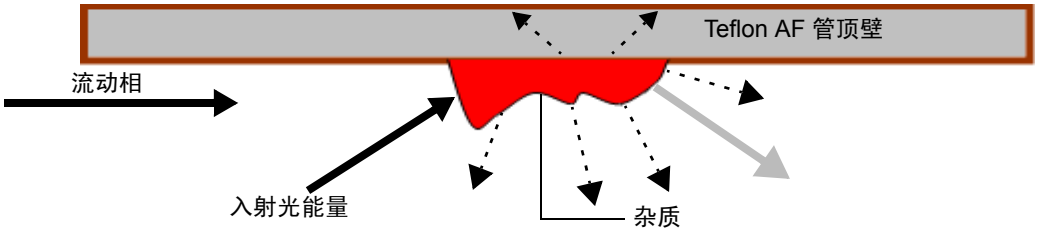
与光导流动池不同，传统流动池通常是两端带有透镜的全金属体。

传统流动池中光的传输



通过传统流动池的光路可以避免接触池壁，主要是为了防止接触池壁的光线影响测量信号。漫射光的能量差异很大，其取决于流动相的成分、池壁的抛光程度（它永远不会是100% 反射的）或污染物的缓慢累积。而 Teflon AF 表面就象镜面一样，并且维护较好的流动池相对较低的 RI 相关性可以忽略不计。如图中的红色部分所示，形状不规则的表面污染物可能会产生不期望的光束作用，如散射 （虚线箭头）或吸收 （灰色粗箭头），它们都会降低入射光（黑色粗箭头）的能量。

光导流动池中不期望的光束作用



光导方法 （光通过与池壁相互作用进行传输）和传统方法 （它可以避免这种相互作用）的运行差异降低了以下维护流体核心流动池的可行措施的有效性：

- 在类似于定性新流动池的条件下，定期测定流动池的传输率。（这样做通常意味着使用清洁的流动相来测定流动池的传输率。）
- 如同连入新色谱柱时的情况一样，通过改变或扰乱上游系统组件来避免流动池污染。

清洗流动池

当流动池被前几次运行的杂质所污染时以及在每次检测器关机后，要对流动池进行清洗。不洁的流动池可能导致基线噪音、样品能量级别降低、校正失败和其它问题。

- 首次尝试解决这些问题时，务必使用流动相冲洗流动池。如果仍然没有效果，则使用纯有机溶剂（如 100% 的乙腈）冲洗流动池。如果问题仍然存在，则用 1% 甲酸冲洗流动池 30 分钟，然后用水冲洗直到除去甲酸或 pH 值为中性。如果用 1% 甲酸冲洗这种解决方案也失败了，则对系统执行酸清洁冲洗（请参阅第 5-13 页上的“对系统执行酸清洁冲洗”）。如果仍然没有效果，请致电“Waters 技术服务”。

注意：

- 为防止出现流动池故障，请不要连接产生的返压可能超出流动池最大额定值 6895 千帕 （69 巴、 1000 psi）的任何管路或设备。
- 经过流动池的压力不得超过 6895 千帕 （69 巴、 1000 psi）。增加流量通常会增加压力。高粘度液流通常会增加通过流动池的压力，因此需要降低流量。允许的流量根据每个流动池能承受的压力限值确定。

警告：为避免溢出，请定期清空废液容器。

规则：始终使用清洁、良好脱气的洗脱液。

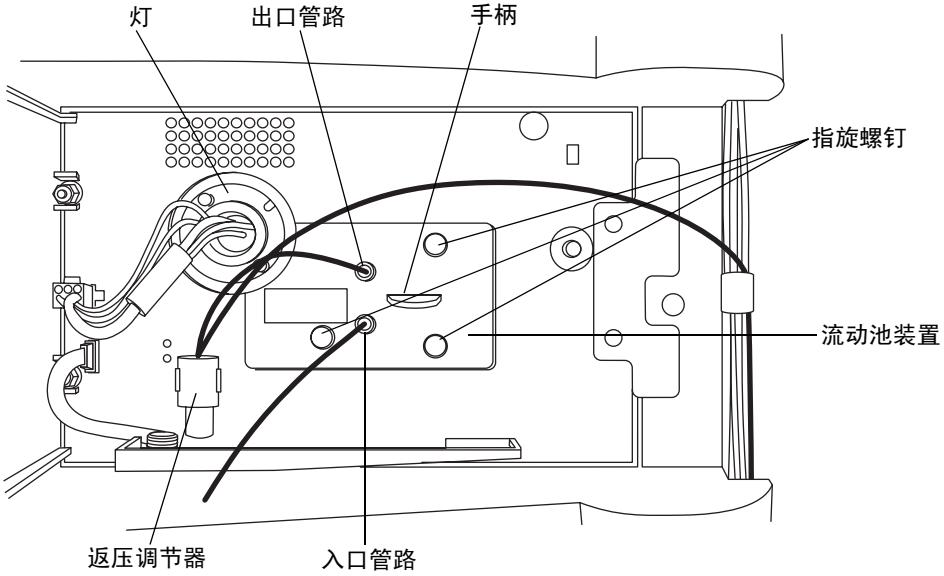
必备材料

- 1% 甲酸
- 干净、耐化学物质、没有粉尘的手套
- 水（用于冲洗缓冲剂）
- 易溶于流动相和水的中间溶剂
- 不锈钢连管节（用于在冲洗过程中替换色谱柱）
- 适用于拆卸和更换色谱柱的扳手

要清洗流动池

1. 在检测器控制面板中，单击 （灯关闭）。
2. 停止溶剂液流并卸下色谱柱。
3. 使用联管节或一段管路替换色谱柱。
4. 如果其它仪器位于流动池出口的下游，则断开该仪器处的连接，并在冲洗时将出口管路引至废液容器。

注意：不要在连接到质谱仪时进行冲洗。



5. 用 HPLC 级水冲洗检测器。

   提示：如果流动相不溶于水，请首先使用中间溶剂冲洗。

6. 泵送 1.0% 甲酸水溶液的酸性清洗成分或 90% 水/10% 有机混合物。

7. 以 0.05 至 0.1 毫升/分的流量冲洗流动池至少 4 小时。

   要求：压力切勿超过 6895 千帕 （69 巴， 1000 psi）。

8. 从系统中拆下仪器的其它在用检测器。
9. 用 HPLC 级水冲洗检测器至 pH 值为中性。

   提示：如果流动相不溶于水，请首先使用中间溶剂冲洗。

10. 重新连接色谱柱。
11. 重新泵送流动相。

    提示：如果流动相不溶于水，请先使用中间溶剂冲洗。

对系统执行酸清洁冲洗

注意：如果要运行质谱仪，请勿对系统执行酸清洁冲洗。而是致电“Waters 技术服务”。

一般系统污染可能会扩散到流动池。如果系统受到污染，请对其执行酸清洁冲洗，该步骤可以清洁二元溶剂管理器、溶剂管理器和流动池。

要制备溶剂

1. 制备 50:50 (v/v) 甲醇/水的混合物：
   a. 用量筒量取 500 毫升水。
   b. 用另一个量筒量取 500 毫升甲醇。
   c. 将甲醇加入水中，混合 5 分钟。
2. 制备 30:70 (v/v) 磷酸/水的混合物：
   a. 用量筒量取 700 毫升水。
   b. 用另一个量筒量取 300 毫升磷酸。
   c. 将磷酸加入水中，混合 5 分钟。
3. 在 1 升流动相容器中注满 100% 水。
4. 在 1 升流动相容器中注满 100% 异丙醇。

   制备好溶剂后，清洁步骤需要大约 6 小时。

要对系统执行酸清洁冲洗

注意：如果不取下瓶过滤器，将会污染流路。

1. 取下样品和溶剂管理器瓶过滤器。
2. 将所有管路 A1、A2、B1 和 B2 的密封清洗、弱针头清洗和强针头清洗放入 50:50 甲醇/水中。

3. 灌注各溶剂管 5 分钟。
4. 灌注密封清洗。
5. 灌注清洗注射器和样品注射器 4 次。
6. 将压力限流器连接到进样器后的流路中，在系统内产生 13,800 千帕 （138 巴，2000 psi）的返压。
7. 将 1 毫升流动相转移到自动样品器样品瓶中，并将该瓶放在位置 1:A,1。
8. 用下列参数值创建仪器方法：
   - 流速 = 0.5 毫升/分
   - 梯度成分 50% A1:50% B1
   - 充满定量环进样
9. 使用装流动相的样品瓶进行 30 次充满定量环进样。
10. 将运行时间设置为 0.5 分钟。

    提示：此步骤需要大约 30 分钟。
11. 以 100% 异丙醇为溶剂，重复步骤 1 至 8。

    要求：禁止该清洗步骤中的排出液流经可选检测器。应从限流器引至废液。
12. 以 100% 水为溶剂，重复步骤 1 至 8。

    注：执行磷酸清洗前，从流动相瓶拆下密封清洗管路。
13. 以 30:70 (v/v) 磷酸/水为溶剂，重复步骤 1 至 8。
14. 再继续泵送磷酸混合物 3 小时。
15. 以 100% 水为溶剂，重复步骤 1 至 8。
16. 以 50:50 (v/v) 甲醇/水为溶剂，重复步骤 1 至 8。
17. 重新装上样品和溶剂管理器瓶过滤器。

更换流动池

注意：

- 为避免污染流动池，在处理、拆卸或更换流动池时，请戴上干净、耐化学物质、没有粉尘的手套。
- 为避免损坏流动池，在取放时应该小心。不要拆卸流动池。

另请参阅：ACQUITY UPLC 系统书架 CD 上的 *Controlling Contamination in Ultra Performance LC/MS and HPLC/MS Systems* （《控制 Ultra Performance LC/MS 和 HPLC/MS 系统中的污染》，部件号 715001307）。

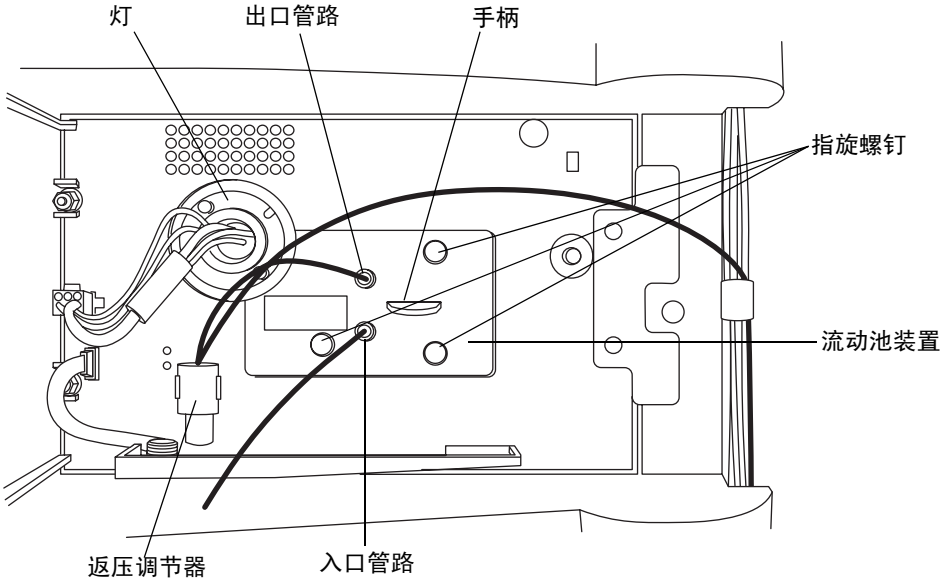
必备材料

- 1/4 英寸平头螺丝刀
- 干净、耐化学物质、没有粉尘的手套
- 流动池

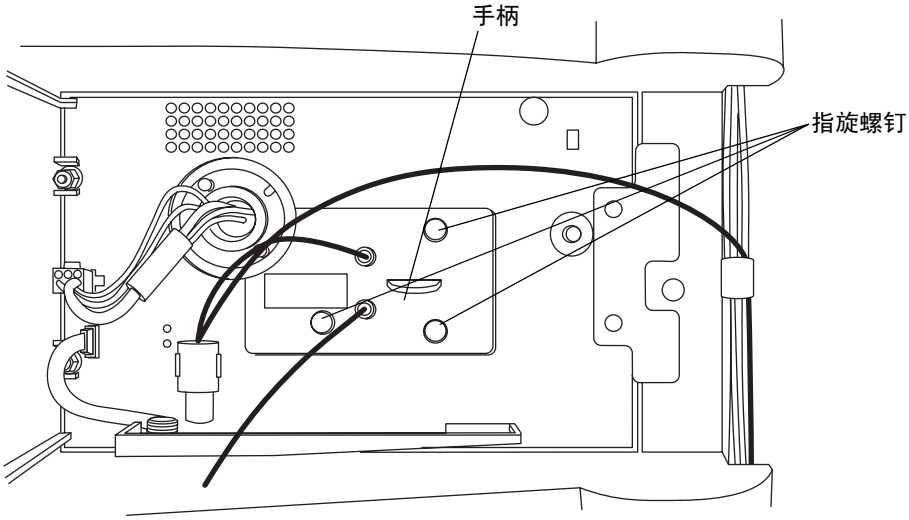
要更换流动池

注意：为避免损坏电气部件，请勿在仪器接通电源时断开电气装置。为彻底切断仪器的电源，请将电源开关置于关闭位置，然后从交流电源插座中拔出电源线。切断电源后，请等待 10 秒钟然后再断开装置。

1. 关闭检测器的电源。
2. 停止溶剂流。
3. 轻轻将检测器门右边缘朝身体方向拉，以打开检测器门。
4. 将检测器入口和出口管路的连接从主色谱柱连接中断开。



5. 移除流动池：
   - 用 1/4 英寸平头螺丝刀拧松流动池装置前样品板上的三颗指旋螺钉。
   - 抓住手柄并朝身体方向轻轻拉动装置。

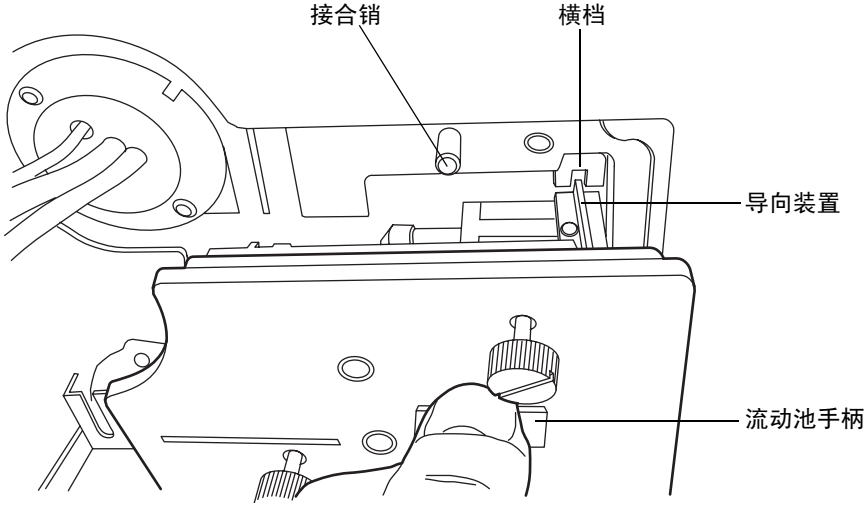


注意：为避免损坏毛细管，请不要触摸它。

6. 拆开包装并检查新的流动池，确保流动池类型适用于应用。

   提示：更换流动池时，用新流动池附带的管路更换流动池的入口管 （请参阅第 2-4 页上的 “安装检测器管路”）。

7. 让流动池装置对准开口，然后将其缓慢插入，以便流动池边缘前端的导向装置与样品池储室的横档啮合。



8. 在法兰与横档啮合后，继续插入流动池，直至仪器上的接合销与流动池托架上的对应孔相啮合。
9. 继续插入流动池，直至三颗指旋螺钉与隔板中相应的孔对齐。
10. 用手拧紧指旋螺钉。
11. 将入口管路连接到主色谱柱连接和流动池入口，并将出口管路连接到流动池出口。
12. 关闭检测器门。
13. 在开启检测器电源前，请确保流动池充满已脱气的透明溶剂 （乙腈或水）并且没有气泡。

更换灯

如果灯连续多次不能点亮或者检测器不能校正，请更换灯。

提示：如果您未在 ACQUITY 控制台中记录新灯的序列号，则上一个灯的安装日期会保留在检测器的存储器中，从而使新灯的担保无效。

Waters 保证灯的使用寿命为 2000 小时或购买之日起一年时间，以先达者为准。

警告：为防止灼伤，请在取下灯之前让其冷却 30 分钟。灯罩在运行期间非常热。

警告：为避免接触到紫外线而使眼睛受伤

- 在更换灯之前关闭检测器的电源。
- 佩戴可过滤紫外线的护目镜。
- 操作期间使灯处在灯罩中。

要拆卸灯

1. 关闭灯的电源：
   - 要手动关闭灯的电源，单击控制台左窗格中的“PDA 检测器”，然后单击 。控制台上的绿色 LED 与门上的灯 LED 一样变暗。
   - 要使用定时事件关闭灯的电源，请参阅 Empower 或 MassLynx 在线帮助中的说明。
2. 关闭检测器的电源，并从后面板处断开电源线

   或者：为节省时间，请在关闭灯的电源后让检测器继续通电 15 分钟。这样做可以让风扇向灯吹冷风，使其冷却得更快。15 分钟过后，请务必要关闭检测器的电源，并从后面板处断开电源线。

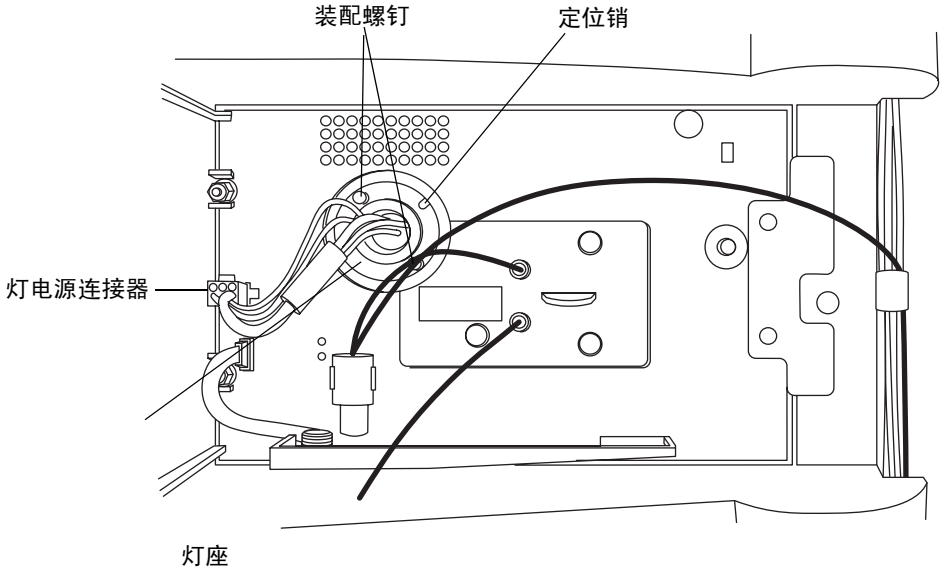
警告：灯和灯罩可能很热。请先等待 30 分钟 （或者用风扇冷却 15 分钟），待这些组件冷却后再触摸它们。

3. 先让灯冷却 30 分钟 （或者用风扇冷却 15 分钟），然后轻轻地将门的右边缘朝身体方向拉动，将其打开。

警告：为避免电击，请在从检测器中取下灯电源连接器之前，先关闭检测器的电源并拔掉插头。

注意：为避免损坏检测器的电子设备，请先关闭检测器的电源并拔掉插头，再从检测器中取下灯电源连接器。

4. 从检测器中取下灯电源连接器。



警告：灯气体处于微负压状态下。为防止玻璃碎片飞溅，处理灯时要谨慎。

注意：不要触摸新灯的玻璃灯泡。污垢或指纹会对检测器运行产生不良影响。如果灯泡需要清洗，请用乙醇和镜头薄纸轻轻擦拭。不要使用具有磨损性的纸。不要施加过大压力。

5. 拧松灯座中的两个装配螺钉。轻轻从灯室中取出灯。

要安装灯

1. 从包装材料中取出新灯，但不要触摸灯泡。
2. 检查新灯和灯罩。
3. 将灯放到位，使灯座底板上的开口位于 1 点钟位置，并且和灯罩中的定位销对齐，然后将灯轻轻向前推，直到灯底部固定到位。确保灯和光学台平齐。

   注意：为防止灯受到束缚，并确保其正确安装在灯罩中，请一边紧固装配螺钉一边将灯向前推。

4. 拧紧两个装配螺钉，然后重新连接灯的电源连接器。
5. 打开检测器的电源，然后等待约 1 小时时间让灯预热，然后继续操作。

   提示：重启检测器的电源 （即，关闭仪器的电源然后再打开）会启动检验过程。

6. 在控制台中，选择 “维护” > “更换灯”。
7. 单击 “新灯”。
8. 键入新灯的序列号 （参阅灯连接器线上附加的标签），然后单击 “确定”。

更换保险丝

警告：为避免电击，在检查保险丝之前，请关闭检测器的电源并拔掉插头。为了防止火灾的发生，请仅使用与原保险丝类型和额定值相同的保险丝进行更换。

检测器需要两根交流 100 到 240 伏、50 到 60 Hz、F 3.15 安、250 伏（快熔）、5 × 20 毫米 (IEC) 的保险丝。

出现以下情况时，应怀疑保险丝断开或存在故障

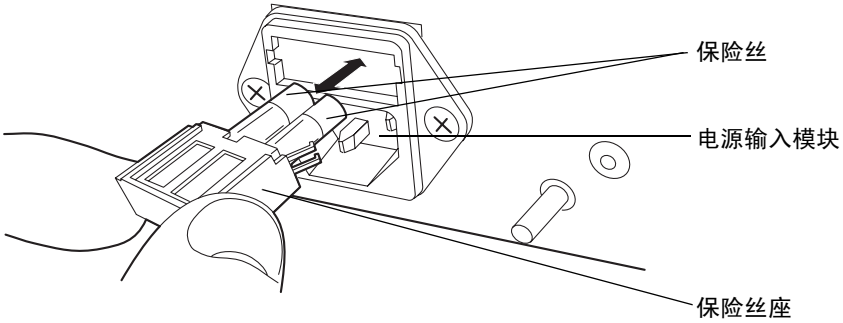
- 检测器电源无法打开。
- 风扇不运行。

要更换保险丝

要求：更换两根保险丝，即使只有一根保险丝断开或出现故障。

1. 关闭检测器的电源，并从电源输入模块中断开电源线。

2. 捏住弹簧式保险丝座的侧面，该保险丝座位于检测器后面板的电源输入模块上方。用最小的压力抽出弹簧式保险丝座。



3. 取下并扔掉保险丝。
4. 确保新保险丝的规格完全符合用户要求，然后将其插入座中，再将座插入电源输入模块中，轻轻推动直到装置锁定到位。
5. 将电源线重新连接到电源输入模块。

清洁仪器外部

使用柔软的湿布清洗检测器的外部。

6 光谱对照原理

光谱对照算法对检测器采集的样品的紫外/可见光吸光度光谱进行比较。本章介绍该算法的原理，说明它是如何利用吸光度光谱的形状差异的。还说明了光谱对照如何将光谱表示为向量，以确定光谱间的差异是由相同峰（共流出物）中存在多种化合物引起的，还是由噪音、测光误差或溶剂影响等不理想条件引起的。

内容

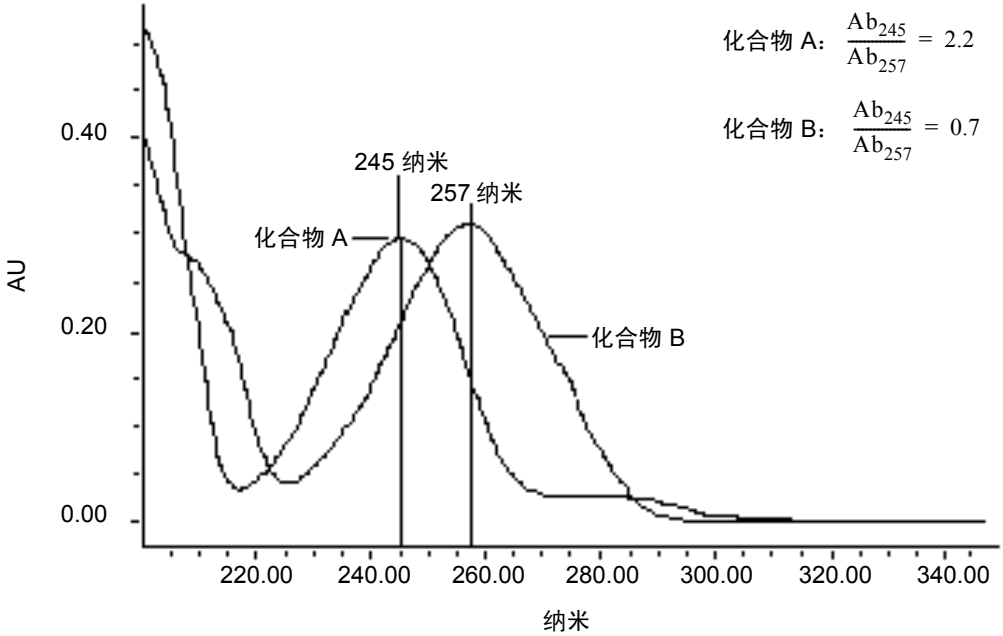
主题	页码
比较吸光度光谱	6-2
将光谱表示为向量	6-3
光谱对照角	6-4
不良影响	6-7

比较吸光度光谱

在特定的溶剂和 pH 条件下进行测量，可以用化合物的吸光度光谱形状定性化合物。在不同波长处产生不同范围的紫外/可见光吸光度可形成唯一的光谱形状。

下图显示了 A 和 B 两种化合物的吸光度光谱。化合物 A 在 245 nm 和 257 nm 波长处的吸光度之比大约为 2.2，化合物 B 则为 0.7。请注意，只比较一个波长对的吸光度比率，产生的有关化合物的信息很有限。要了解更多信息，必须比较多个波长对的吸光度比率。

比较两种化合物的光谱



344.5063 纳米，0.4595 AU

将光谱表示为向量

光谱对照算法使用向量对光谱形状的差异进行定量，将基线校正后的光谱转换为向量，然后再比较向量。光谱向量具有两种属性：

- 长度 – 与分析物的浓度成正比。
- 方向 – 由分析物在所有波长（它的吸收光谱）的相对吸光度确定。方向与整个波长采集范围内浓度低于 1.0 AU 的峰的浓度无关。

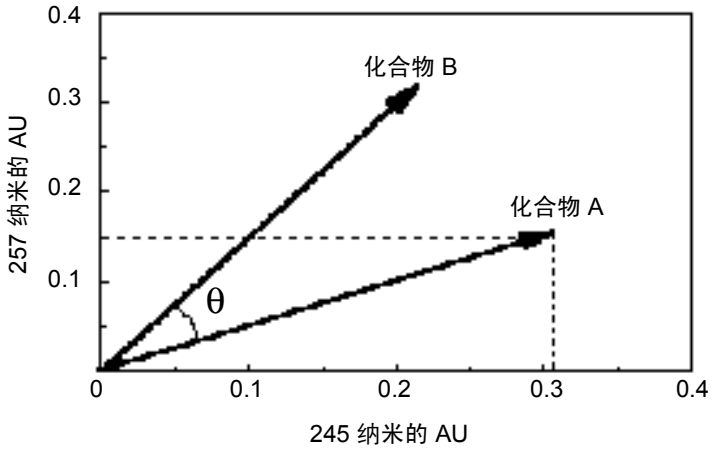
向量方向有助于标识化合物，因为方向是化合物吸收光谱的函数。光谱向量区分化合物的能力取决于光谱功能的分辨率。随着波长范围和光谱分辨率的提高，得到的光谱向量的精度也随之提高。由检测器得到的向量可包括 190 纳米到 500 纳米范围内的吸光度。要提高光谱的灵敏度，请将工作台分辨率设定为 1.2 纳米。

提示：为防止检测器噪音，请勿包括分析物没有吸收或吸收极少的波长。

由两个波长生成的向量

光谱对照算法使用向量来定性光谱。为了理解向量的原理，请考虑下图所示的两个向量（从前面图中的光谱得到）。

绘制两个光谱的向量



图中，坐标轴反映了两个波长的吸光度单位，这两个波长用于计算前面图中的吸光度比率。化合物 A 的向量顶点位于两个坐标轴表示的两个波长下的吸光度值（化合物 A）的交点处。另一个向量按相同的方法由化合物 B 的光谱生成。

化合物 B 的向量与化合物 A 的向量指向不同的方向。光谱对照角 (θ) 的差异反映了两种化合物在 245 nm 和 257 nm 波长处的吸光度比率之间的差异。光谱对照角大于零表明光谱的形状存在差异 （请参阅第 6-4 页上的 “光谱对照角”）。

最后请注意，向量的长度与浓度成正比。

由多个波长生成的向量

相对于用多个波长的吸光度比率进行比较而言，吸光度比率限定为两个波长时，两个不同光谱更有可能具有相同的吸光度比率。因此，光谱对照算法用多个波长的吸光度在 n 维向量空间中构造向量，这里的 n 表示光谱的波长数。

为了比较两个光谱，光谱对照算法将在 n 维空间中为每个光谱构造一个向量。通过数学方法比较两个光谱向量，计算光谱对照角。

与双波长比较一样， n 维空间中的零光谱对照角表示所有对应波长吸光度的比率都相同。相反，如果有任一一对吸光度的比率不同，则对应向量的指向也不同。

光谱对照角

相同形状的光谱的向量指向相同的方向。不同形状的光谱的向量指向不同的方向。两个光谱向量间的夹角，即光谱对照角，从数量上说明了两个光谱间的形状差异的大小。光谱对照角是两个光谱的光谱向量间的方向差异。

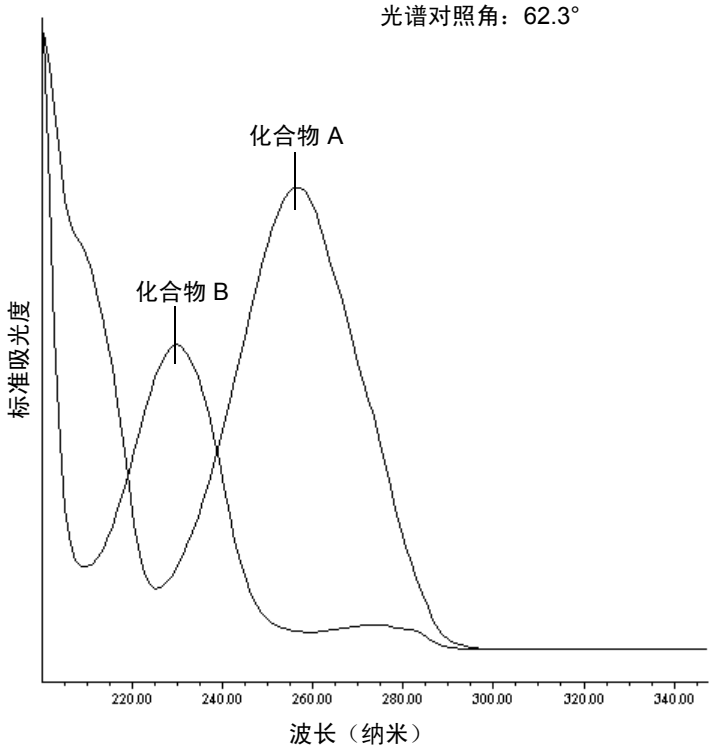
光谱对照角可在 0° 到 90° 之间变化。接近 0° 的光谱对照角表示比较的光谱在形状上几乎不存在差异。比较同一光谱得到的光谱对照角刚好为 0。最大为 90° 的光谱对照角表示两个光谱在任意波长均不重叠。

为了说明光谱对照角与光谱形状差异间的关系，考虑以下三图中所示的光谱对。

不同形状的光谱

在下图中， A 和 B 两种化合物的吸光度光谱完全不同。因此产生很大的光谱对照角 (62.3°)。

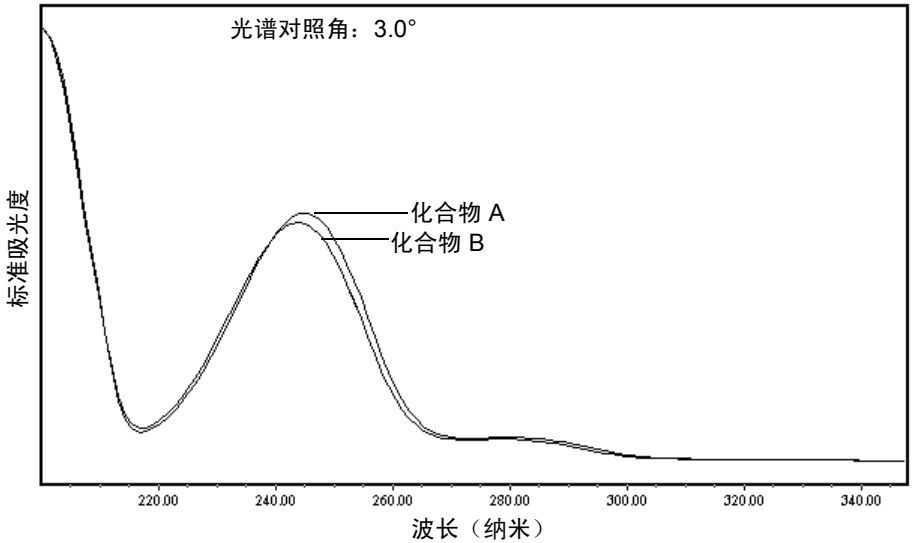
产生很大光谱对照角的光谱



形状相似的光谱

在下图中， A 和 B 两种化合物的吸光度光谱很相似。因此产生很小的光谱对照角 (3.0°)。

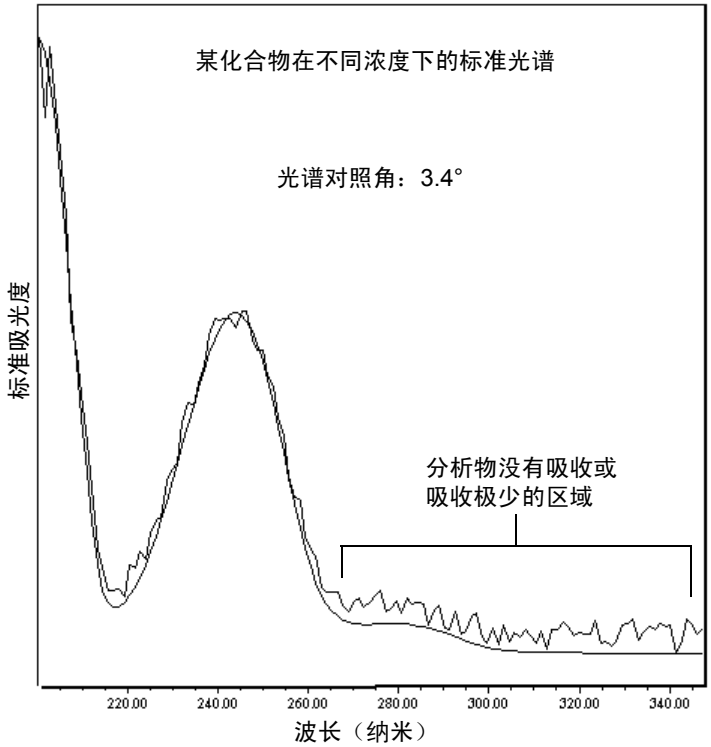
具有较小光谱对照角的光谱



同一化合物光谱间的差异

由于受到不同化合物的吸光度属性以外因素的影响，吸收光谱间可能会出现细微但却很重要的差异。例如，同一化合物的多个光谱可能因检测器噪音、测光误差、高浓度样品或溶剂条件差异等原因而呈现出细微差异。例如，下图中的光谱便说明了仪器噪音对某种化合物的吸收光谱形状的影响。此类影响在信噪比较低的低浓度情况下很容易发生。请注意：该化合物吸收光谱间的光谱对照角仅为 3.4°。

某化合物在两种浓度下的吸光度光谱



不良影响

吸光度光谱的形状差异可由以下不良影响中的一种或多种引起：

- 检测器噪音
- 高浓度样品引起的测光误差
- 溶剂成分改变

此类光谱变化的原因可引起化学纯度、基线分离峰而呈现出小幅度的光谱不均。通过比较光谱对照角与阈值角 （请参阅第 6-8 页上的 “阈值角度”），便可评估光谱不均的程度。

检测器噪音

统计及热变化会增加检测器吸光度测量的电噪音。噪音表现为基线波动，也称为基线噪音。统计及热变化引起的吸光度差异的大小可以从谱图基线区域的仪器噪音来预测。

测光误差

在高吸光度 （通常大于 1 AU）下，测光误差引起的组合影响会使结果略微 （约为 1%）偏离比尔定律。尽管这一水平的测光误差对定量的影响可以忽略，但它们却可能成为光谱不均的重要来源。为了将所有光谱对照操作的测光误差影响降至最低，应将化合物的最大吸光度控制在 1 AU 以下。请记住：流动相的吸光度会缩小现行的线性动态范围，减少量为流动相在每个波长的吸光度。有关流动相吸光度的例子，请参阅附录 C。

另请参阅：有关测光误差曲线影响的详细信息，请参阅 《仪器分析原理》，第三版，Douglas A. Skoog 著， Saunders College Publishing， 1985，第 168 至 172 页。

溶剂变化

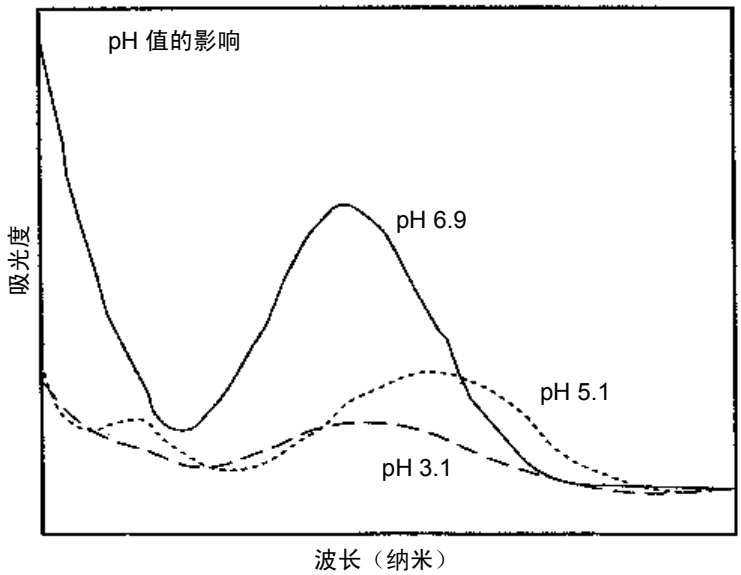
只要溶剂浓度和成分不发生变化（等度操作），则溶剂的背景吸光度（若存在）应为常数。但溶剂 pH 或成分的变化 （如发生在梯度操作中）会影响化合物的固有光谱形状。（请参阅第 6-9 页上的图）。

阈值角度

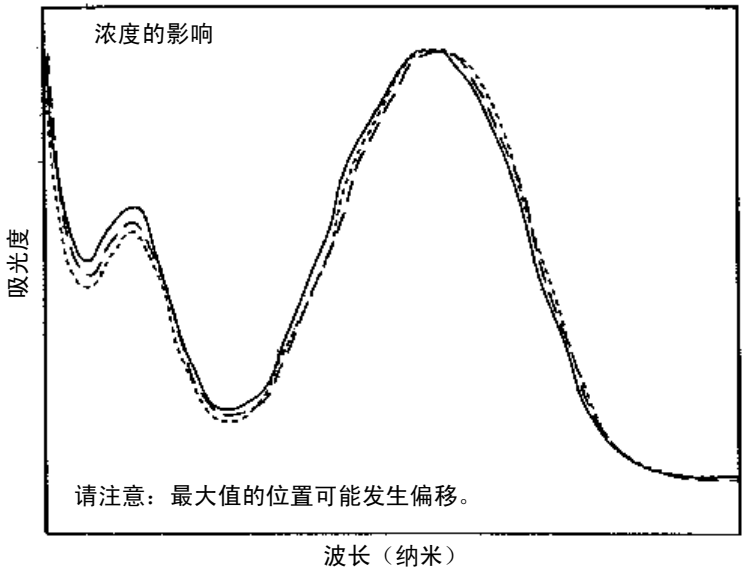
除了计算光谱对照角外，光谱对照算法还可计算阈值角。阈值角是非理想现象引起的光谱间最大的光谱对照角。

比较光谱对照角及其阈值角有助于确定光谱间的形状差异是否是本征差异。通常，光谱对照角小于其阈值角表明形状差异只是由非理想现象引起的，而不能证明光谱间存在本征差异。光谱对照角大于其阈值角表明形状差异是由光谱间的本征差异引起的。在自动比较光谱对照时，光谱的最大吸光度应小于 1 AU。

pH 值对对氨基苯甲酸吸光度光谱的影响



溶剂浓度对对氨基苯甲酸吸光度光谱的影响



A 安全忠告

Waters 仪器会显示危险符号，这些符号用于警示用户操作和维护仪器过程中的潜在危险。这些仪器的相应用户指南中也包含这些危险符号，并带有介绍这些危险并告诉您如何避免这些危险的文字说明。本附录介绍应用于整个 Waters 产品线的所有安全符号和说明。

内容

主题	页码
警告符号	A-2
注意符号	A-4
应用于所有 Waters 仪器的警告	A-5
电气和搬运符号	A-6

警告符号

警告符号提醒用户注意与仪器的使用或不当使用相关的死亡、伤害或严重不良生理反应的危险。安装、维修和操作 Waters 仪器时，请注意所有警告。对于安装、维修或操作仪器的人员不执行安全预防措施而导致的后果， Waters 概不负责。

特定任务的危险警告

以下警告符号提醒用户注意可能在仪器或仪器组件的操作和维护过程中出现的危险。此类危险包括烧伤、电击、紫外线辐射暴露以及其它危险。

当以下符号出现在手册的叙述或步骤中时，其附带的文字指明了具体的危险并说明了避免的方法。

警告：（常规风险。当此符号显示在仪器上时，请在使用仪器前参考仪器的用户文档以查看重要的安全信息。）

警告：（接触过热表面的灼伤危险。）

警告：（电击危险。）

警告：（火灾危险。）

警告：（针刺危险。）

警告：（移动机械时导致受伤的危险。）

警告：（暴露于紫外线辐射的危险。）

警告：（接触腐蚀性物质的危险。）

警告：（暴露于有毒物质的危险。）

警告：（人员暴露于激光辐射下的危险。）

警告：（暴露于可造成严重健康威胁的生物制剂的危险。）

特定警告

以下警告可出现在特定仪器的用户手册中，以及粘贴在这些仪器或其组件上的标签中。

爆裂警告

该警告应用于安装有非金属管的 Waters 仪器。

警告：压力密封的非金属或聚合物管材可能爆裂。在此类管材周围工作时，请遵守以下预防措施：

- 佩戴护目装备。
- 熄灭附近所有明火。
- 请勿使用 （曾经）受压或弯曲的管材。
- 请勿使非金属管材接触不相容的化合物，比如四氢呋喃 (THF) 和硝酸及硫酸。
- 请注意，某些化合物 （例如二氯甲烷和二甲亚砜）会导致非金属管材的膨胀，膨胀管材的抗压能力显著降低，更容易破裂。

质谱仪易燃溶剂警告

该警告应用于使用易燃溶剂进行操作的仪器。

警告：如需使用大量的可燃溶剂，必需不断向离子源中通入氮气流，以避免封闭空间起火。

在应用易燃溶剂进行分析时，应确保氮气供应压力不低于 690 千帕（6.9 巴、100 psi）。同时应确保连接一个供气失败接头到 LC 系统，使 LC 溶剂流在氮气供应失败时停止。

质谱仪电击危险

该警告应用于所有 Waters 质谱仪。

警告：为防止电击，请不要取下质谱仪的保护面板。保护面板内的组件不需要用户维护。

该警告应用于处于运行模式下的特定仪器。

警告：在操作模式下，质谱仪外表面某些区域可能存在高压。为防止非致命电击，在接触标有此高压警告符号的区域前，请确保仪器处于待机模式。

生物危害警告

该警告应用于处理可能造成生物危害的材料的 Waters 仪器：含有能对人体造成危害的生物制剂的物质。

警告：Waters 仪器和软件可用于分析和处理潜在传染性人体来源产品、钝化的微生物和其它生物材料。为避免这些制剂造成传染，应将所有生物液体都视为具有传染性，遵守 “优良实验室规范” 并就有关正确使用和处理的方法咨询所在组织的生物危害安全代表。最新版本的美国国家卫生研究院 (NIH) 出版物 *Biosafety in Microbiological and Biomedical Laboratories* (BMBL) （《微生物及生物医学实验室生物安全规范》）介绍了具体的防范措施。

化学危险警告

该警告应用于可处理腐蚀性的、有毒的、易燃的或其它类型的危险材料的 Waters 仪器。

警告：Waters 仪器可用于分析或处理具有潜在危险性的物质。为避免任何此类物质造成的伤害，应熟悉这些物质及其危险性，遵守 “优良实验室规范 (GLP)”，并就有关正确使用和处理的方法咨询所在组织的安全代表。最新的 “国家研究委员会” 出版物 *Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Disposal of Chemicals* （《实验室谨慎操作：化学物质处理与丢弃》）为此提供了指导原则。

注意符号

注意符号表示仪器的使用或不当使用可能会损坏仪器或危及样品的完整性。以下符号及其相关说明文字经常出现，用于提醒用户注意损坏仪器或样品的危险。

注意：为避免损坏，请勿使用研磨剂或溶剂清洗仪器容器。

应用于所有 Waters 仪器的警告

操作本设备时，请遵守标准质量控制程序以及本部分提供的设备指导原则。

注意：未经有关法规认证部门明确允许对本设备进行的改变或改装，可能会使使用者丧失操作该设备的合法性。

警告：当有压力的情况下使用管线时，小心注意以下几点：

- 当接近有压力的聚合物管线时一定要戴防护眼镜。
- 熄灭附近所有的火焰。
- 不要使用已经被压瘪或严重弯曲的管线。
- 不要在非金属管线中使用四氢呋喃或浓硝酸或浓硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亚枫会导致非金属管线膨胀，大大降低管线的耐压能力。

警告：使用者必须非常清楚如果设备不是按照制造厂商指定的方式使用，那么该设备所提供的保护将被削弱。

警告：为了避免火灾，应更换与仪器保险丝盖旁边面板上印刷的类型和规格相同的保险丝。

电气和搬运符号

电气符号

这些符号可能显示在仪器的用户手册中，以及仪器的前后面板上。

	电源打开
	电源关闭
	待机
	直流电
	交流电
	保护性导线端子
	框架或底盘，接线端
	保险丝
	回收符号：请勿丢弃于城市垃圾中。

搬运符号

这些搬运符号及其相关文字说明可显示在 Waters 仪器和组件的发货外包装标签上。

	向上！
	防潮！
	易碎！
	请勿用钩！

B 规格

ACQUITY UPLC PDA 检测器规格

物理规格

属性	规格
高度	20.57 厘米 （8.1 英寸）
深度	61 厘米 （24.0 英寸）
宽度	29.21 厘米 （11.5 英寸）
重量	15.6 千克 （34.4 磅）

环境规格

属性	规格
操作温度	4 到 40 °C （39.2 到 104 °F）
操作湿度	<90%，无冷凝
运输及存储温度	–30 到 60 °C （–22 到 140 °F）
运输和存储湿度	<90%，无冷凝
噪音（源自仪器）	<65 dBA

电气规格

属性	规格
保护类别[a]	I 类
过压类别[b]	II
污染程度[c]	2
防潮[d]	常规 (IPXO)

电气规格 （续）

属性	规格
⚠ 线电压，额定	接地交流
电压范围	额定 100 到 240 伏，交流
频率	50 到 60 Hz
保险丝	100 到 240 伏，交流；50 到 60 Hz； F 3.15 安；250 伏速熔保险管； 5 × 20 毫米 (IEC)
功耗	100 伏安，额定

a. **I 类保护** – 仪器内使用的绝缘方案可防止电击。 I 类代表带电部分 （电线）和暴露的导电部分（金属面板）之间的单级绝缘保护，其中暴露的导电部分连接至接地系统。而此接地系统连接至电源线插头上的第三个插脚 （地脚）。
b. **II 类过压** – 属于使用本地级电源的仪器 （如墙壁电源插座）。
c. **2 级污染** – 电路污染的量度，可能导致绝缘强度或表面电阻率的降低。 2 级仅指正常的绝缘污染。然而，有时可能由于冷凝而导致暂时导电。
d. **防潮** – 常规 (IPXO) – IPXO 表示无防止各类水珠滴漏或溅射的“进口保护”。X 为占位符，表示防尘保护 （如果适用）。

性能规格

项目	规格
波长范围	190 到 500 纳米
光学分辨率	1.2 纳米
数字分辨率	1.2, 2.4, 3.6, 4.8, 6.0, 7.2, 8.4, 9.6, 10.8, 12.0
波长准确度	±1.0 纳米
波长重复性	±0.1 纳米
数字过滤器	随数据率变化
分级过滤器	固定的 340 纳米到 500 纳米
噪音 （流动池装有分流器）	10 µAU，峰到峰， 2 秒时间常数， 30 秒间隔 （230 纳米）， 3.6 纳米数字分辨率， 2 Hz，位于 240 微米介质分流器单元中， 60 分钟预热时间
噪音 （10 毫米分析流动池）	14 µAU，峰到峰， 2 秒时间常数， 30 秒间隔 （230 纳米），3.6 纳米数字分辨率，2 Hz，0.5 毫升/分， 10/90 乙腈/水， 60 分钟预热时间

性能规格 （续）

项目	规格
漂移 （介质分流器单元和 10 毫米分析流动池）	1000 µAU/小时， 2 秒时间常数， 30 秒间隔 （230 纳米）， 3.6 纳米数字分辨率， 2 Hz， 60 分钟预热时间。 环境稳定性：±2 °C/小时。 分析流动池条件 0.5 毫升/分， 10/90 乙腈/水混合物。
线性	< 5%， 2.0 AU，羟苯甲酸丙脂系列， 257 纳米
数据速率	1、 2、 5、 10、 20、 40 和 80

C 流动相吸光度

本附录列出了常用流动相多个波长处的吸光度。仔细选择流动相以减少基线噪音。

最适合应用的流动相是在选定检测波长处为透明的流动相。这种流动相可确保任何吸光度只和样品有关。流动相的吸光度还会减少检测器的线性动态范围，减少量为自动复零功能所抵消或“自动复零”的光吸收量。流动相的波长、pH 和浓度会影响其吸光度。下表中给出了几个流动相的示例。

根据空气或水测量出的流动相吸光度

	指定波长处的吸光度 （纳米）									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
溶剂										
乙腈	0.05	0.03	0.02	0.01	0.01	<0.01	—	—	—	—
甲醇 （未脱气）	2.06	1.00	0.53	0.37	0.24	0.11	0.05	0.02	<0.01	—
甲醇 （已脱气）	1.91	0.76	0.35	0.21	0.15	0.06	0.02	<0.01	—	—
异丙醇	1.80	0.68	0.34	0.24	0.19	0.08	0.04	0.03	0.02	0.02
不稳定的四氢呋喃 （THF，新鲜）	2.44	2.57	2.31	1.80	1.54	0.94	0.42	0.21	0.09	0.05
不稳定的四氢呋喃 （THF，旧的）	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	>2.5	2.5	1.45
酸和碱										
乙酸， 1%	2.61	2.63	2.61	2.43	2.17	0.87	0.14	0.01	<0.01	—
盐酸， 0.1%	0.11	0.02	<0.01	—	—	—	—	—	—	—
磷酸， 0.1%	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—	—
三氟乙酸	1.20	0.78	0.54	0.34	0.22	0.06	<0.02	<0.01	—	—
磷酸氢二铵，50 mM	1.85	0.67	0.15	0.02	<0.01	—	—	—	—	—
三乙胺， 1%	2.33	2.42	2.50	2.45	2.37	1.96	0.50	0.12	0.04	<0.01

根据空气或水测量出的流动相吸光度 （续）

	指定波长处的吸光度 （纳米）									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
缓冲剂和盐										
醋酸铵，10 mM	1.88	0.94	0.53	0.29	0.15	0.02	<0.01	—	—	—
碳酸氢铵，10 mM	0.41	0.10	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—
EDTA，二钠盐， 1 mM	0.11	0.07	0.06	0.04	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02
HEPES，10 mM，pH 7.6	2.45	2.50	2.37	2.08	1.50	0.29	0.03	<0.01	—	—
MES，10 mM，pH 6.0	2.42	2.38	1.89	0.90	0.45	0.06	<0.01	—	—	—
磷酸钾，一元碱 (KH_2PO_4)，10 mM	0.03	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—
磷酸钾，二元碱 (K_2HPO_4)，10 mM	0.53	0.16	0.05	0.01	<0.01	—	—	—	—	—
乙酸钠，10 mM	1.85	0.96	0.52	0.30	0.15	0.03	<0.01	—	—	—
氯化钠，1 M	2.00	1.67	0.40	0.10	<0.01	—	—	—	—	—
柠檬酸钠，10 mM	2.48	2.84	2.31	2.02	1.49	0.54	0.12	0.03	0.02	0.01
甲酸钠，10 mM	1.00	0.73	0.53	0.33	0.20	0.03	<0.01	—	—	—
磷酸钠，100 mM，pH 6.8	1.99	0.75	0.19	0.06	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	<0.01

根据空气或水测量出的流动相吸光度 （续）

	指定波长处的吸光度 （纳米）									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
Tris HCl，20 mM，pH 7.0	1.40	0.77	0.28	0.10	0.04	<0.01	—	—	—	—
Tris HCl，20 mM，pH 8.0	1.80	1.90	1.11	0.43	0.13	<0.01	—	—	—	—
Waters® PIC® 试剂										
PIC A，1 样品瓶/升	0.67	0.29	0.13	0.05	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	<0.01
PIC B6，1 样品瓶/升	2.46	2.50	2.42	2.25	1.83	0.63	0.07	<0.01	—	—
PIC B6，低 UV，1 样品瓶/升	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—
PIC D4，1 样品瓶/升	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01
去污剂										
BRIJ 35， 1%	0.06	0.03	0.02	0.02	0.02	0.01	<0.01	—	—	—
CHAPS， 0.1%	2.40	2.32	1.48	0.80	0.40	0.08	0.04	0.02	0.02	0.01
SDS， 0.1%	0.02	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	—
Triton® X-100， 0.1%	2.48	2.50	2.43	2.42	2.37	2.37	0.50	0.25	0.67	1.42
Tween™ 20，0.1%	0.21	0.14	0.11	0.10	0.09	0.06	0.05	0.04	0.04	0.03

索引

A

暗电流 1-10
安全忠告 A-1
安全注意事项，维护 5-3
安装
    灯 5-19
    多检测器滴盘 2-6
    检测器 2-2
安装管路 2-4

B

搬运符号 A-7
爆裂警告 A-3
保险丝，更换 5-19
备件 5-3
比尔定律 1-4, 6-8
波长
    流动相吸光度 C-1
    生成的向量 6-4
不洁的流动池 5-11
不良影响，形状差异 6-7

C

采集
    曝光时间参数 1-9
    自动曝光参数 1-9
参比光谱 1-11
操作规格 B-2
测光误差 6-8
测试方法，创建 4-3
拆卸
    灯 5-17
    流动池，检测器 5-15
沉淀，防止 4-2
冲洗，检测器流动池 3-3, 5-4
创建
    测试方法 4-3
    仪器方法 4-4
纯度角，测光误差影响 6-8

D

打开电源 3-2
灯
    安装 5-19
    拆卸 5-17
    打开 / 关闭控制 3-4
    更换 5-17
    LED 3-5
滴液管理系统，正确放置 2-2
电气符号 A-6
电气规格 B-1
电源，连接 2-9
电源，完全移除 3-6
调节器，返压 2-5
对系统执行酸清洁冲洗 5-13
对象与目的 v
多检测器滴盘，安装 2-6

E

Empower
    检测器测试混合，准备 4-2
    系统测试混合，运行 4-7

F

返压调节器 2-5
    说明 2-4
    图示 2-5
符号
    处理 A-7
    电气 A-6
    警告 A-2
    注意 A-4

G

更换
    保险丝 5-19
    灯 5-17
    流动池 5-15
关闭
    24 小时以上的时间 3-6

不到 24 小时 3-5
光电二极管阵列 1-8
光谱
不同形状 6-5
差异 6-6
光谱形状差异 6-7
生成的向量 6-4
向量 6-3
相同形状 6-6
光谱对照
光谱形状差异 6-7
角 6-4
生成的向量 6-4
向量 6-3
光谱相同，光谱形状差异 6-7
规格
电气 B-1
环境 B-1
物理 B-1

H

化学危险警告 A-4
环境规格 B-1

J

I/O 信号连接器，检测器 2-8
检测器
暗电流 1-10
安装 2-2
安装管路 2-4
保险丝，更换 5-19
参比光谱 1-11
冲洗 5-4
灯 3-4
安装 5-19
拆卸 5-17
打开 / 关闭控制 3-4
更换 5-17
LED 3-5
冷却时间 5-18
电源 LED 3-3
光电二极管阵列概述 1-8
光学元件，概述 1-2–1-3
规格
操作 B-2
I/O 信号连接器 2-8
控制面板，使用 3-4
流动池，更换 5-15
启动 3-2
吸光度计算 1-10
信号连接器 2-8
检测器校验 4-2
监视，系统仪器 LED 3-3
检验，检测器 4-2
警告符号 A-2, A-5

K

控制面板，检测器 3-4

L

LED
灯 3-4, 3-5
电源 3-3
监视 3-3
连接
电源 2-9
以太网，建立 2-7
联系 Waters 技术服务 2-2
流动池
不洁 5-11
更换 5-15
光导，概述 5-10
光导，原理 1-5
清洗 5-11
流动相
准备进行检测器检验 4-2
流动相，波长 C-1

M

目的与对象 v

P

排放孔 2-2
匹配角，测光误差影响 6-8
曝光时间参数 1-9

Q

清洗，流动池 5-11
去污剂 C-3

R

溶剂变化 6-8
溶剂角，测光误差影响 6-8
溶液，改变 4-2

S

色谱，梯度性能测试 4-8
设备指导原则 v, A-5, 5
设计用途 v
渗漏传感器
    更换 5-8
    维护 5-4
生成的向量 6-4
生物危害警告 A-4
试剂 C-3
数据采集
    曝光时间参数 1-9
    自动曝光参数 1-9
数据，过滤 1-12
酸 C-1
损坏，报告 2-2

T

梯度性能测试色谱 4-1, 4-8

W

Waters 技术服务，联系 2-2
维护
    安全注意事项 5-3
    渗漏传感器 5-4
    注意事项 5-3
物理规格 B-1

X

吸光度
    测光误差 6-8
    光谱，比较 6-2
    检测器计算 1-10
    最大 6-8
系统
    测试混合， Empower 4-7
    关闭 3-5, 3-6
    设置 2-2
向量
    光谱对照 6-3
    光谱，表示 6-3
向量，由多个波长生成 6-4

Y

盐，防止沉淀 4-2
仪器方法
    曝光时间参数 1-9
    自动曝光参数 1-9
仪器方法，创建 4-4
易燃溶剂 A-3
以太网连接，建立 2-7
硬件，准备 3-1, 4-1
阈值角度 6-7
运行系统测试混合， Empower 4-7

Z

噪音影响 6-7
质谱仪电击危险 A-3
中值基线过滤器 1-12
重置控制，检测器 3-5
注意符号 A-4
准备，检测器测试混合
    Empower 4-2
自动复零控制 3-5
自动曝光参数 1-9
最大吸光度 6-8