

2998 光电二极管阵列检测器

概述和维护指南

常规信息

版权声明

© 2015 – 2017 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，且这些信息不应被视为 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并且准确的。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。有关此文档最新修订版本的信息，请访问 Waters 网站 (waters.com)。

商标

Waters、Waters Quality Parts、“THE SCIENCE OF WHAT’S POSSIBLE.”、ACQUITY、ACQUITY Arc、Alliance、Empower 和 MassLynx 是 Waters Corporation 的注册商标，eSAT/IN 和 TaperSlit 是 Waters Corporation 的商标。

PEEK 是 Victrex PLC 的商标。

TWEEN 是 ICI Americas Inc 的商标。

Tygon 是 Saint-Gobain Performance Plastics Corporation 的注册商标。

所有其他商标均为其各自所有者的资产。

客户意见或建议

Waters 的技术交流组织恳请您报告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。请协助我们更好地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。您可以通过发送电子邮件到 tech_comm@waters.com 与我们联系。

联系 Waters

如果您就使用、运输、移除或处理 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 的网站包括全球范围内 Waters 所在地的联系信息。请访问 www.waters.com 。
电话和传真	在中国境内，请致电 (021) 6156 2666 或发传真至 (021) 6156 2777。 在世界其它国家或地区，请致电或发传真至 Waters 网站上公布的号码。
传统邮件	Waters Corporation 全球支持服务 上海市浦东新区金海路 1000 号金领之都 13 栋 邮编：201206

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、生物或放射性危险（或几种危险兼而有之）。必须了解您使用的所有物质的潜在危险。请始终遵守“优良实验室规范”（GLP），并遵循所在组织的标准操作程序和当地的安全要求。

安全危险符号声明

无论何时，文中出现  符号用以标示潜在危险的性质以及必须采取的任何行动时，需参阅相关文档。

2998 光电二极管阵列检测器的相关注意事项

电源线更换危险



警告：为避免电击，在美国请使用 SVT 型电源线，在欧洲请使用 HAR 型（或更好的）电源线。更换主电源线时必须仅使用前述其中一种适用额定功率的电源线。有关在其他国家/地区使用何种电源线的信息，请联系当地的 Waters 分销商。

FCC 辐射干扰声明

用户若未经有关法规认证部门明确允许而进行改变或改装，将失去合法使用本设备的权利。本设备符合 FCC 规则第 15 款之规定。设备操作受下列两个条件限制：(1) 本设备不得产生有害干扰，(2) 本设备可接受任何接收到的干扰，包括可能会影响正常操作的干扰。

电源安全声明

不要将该仪器放在不方便断开电源线的位置。

设备不当使用声明

如果设备未按照制造商所指定的方式进行使用，则设备设计中固有的个人防护作用可能无效。

安全忠告

请参阅[附录 A](#) 查看警告提示和注意事项综合列表。

操作本仪器

操作本设备时，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
	制造商
	生产日期
	欧盟授权代表
	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	澳大利亚 EMC 认证
	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
	请参阅使用说明
	交流电

符号	定义
	具有此符号的电气及电子设备可能含有有害物质，不应作为一般废弃物处理。 为符合《报废电子电气设备指令》(WEEE) 2012/19/EU，请联系 Waters Corporation 获取有关正确处理和回收的说明。
	序列号
	部件号、目录号

对象与目的

本指南供安装、操作和维护 Waters 2998 光电二极管阵列 (PDA) 检测器的人员使用。

2998 光电二极管阵列检测器的设计用途

Waters 设计的 2998 PDA 检测器可用于分析和监测多种类型的化合物。2998 PDA 检测器不适用于体内诊断应用。

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包括质量控制样本、典型标本和非典型标本的全部范围。

质量控制

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。如果样品盘相同或非常相似，可改变样品盘中 QC 样品的位置。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采集的数据可能无效。在确定仪器的运行状态满足要求前，请勿报告这些数据。

EMC 注意事项

加拿大光谱管理放射性声明

本 A 类数字产品仪器符合加拿大 ICES-001 的要求。

Cet appareil numérique de la classe A est conforme à la norme NMB-001.

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需的。

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。

EC 授权代表



Waters Corporation
Stamford Avenue
Altrincham Road
Wilmslow SK9 4AX UK

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

目录

常规信息	iii
版权声明	iii
商标	iii
客户意见或建议	iii
联系 Waters	iv
安全注意事项	iv
安全危险符号声明	iv
2998 光电二极管阵列检测器的相关注意事项	iv
FCC 辐射干扰声明	iv
电源安全声明	v
设备不当使用声明	v
安全忠告	v
操作本仪器	v
适用符号	v
对象与目的	vi
2998 光电二极管阵列检测器的设计用途	vi
校正	vi
质量控制	vi
EMC 注意事项	vii
加拿大光谱管理放射性声明	vii
ISM 分类：ISM 第 1 组 B 类	vii
EC 授权代表	vii
1 2998 PDA 检测器的光学原理	15
1.1 检测器光学组件	15
1.1.1 计算吸光度	16
1.2 流通池操作原理	17
1.3 解析光谱数据	18
1.4 测量光电二极管阵列上的光	19
1.4.1 优化信噪比	19
1.4.2 选择适当的采样速率	19
1.4.3 过滤数据	20

1.5	计算吸光度数据点	22
1.5.1	暗电流.....	22
1.5.2	参比光谱	22
1.5.3	平均数据	22
1.5.4	参比波长补偿	24
2	安装检测器	25
2.1	安装前须知	25
2.2	拆箱检查	25
2.3	选择实验室场地	26
2.4	堆叠系统模块	26
2.5	连接到电源	27
2.6	连接信号电缆	28
2.6.1	连接以太网线缆	29
2.6.2	网络安装原则	30
2.6.3	连接到其它设备	32
2.7	连接 2998 PDA 检测器的管路	37
2.7.1	连接检测器至气体供应	38
2.8	启动和关闭 2998 PDA 检测器	39
2.8.1	启动检测器	39
2.8.2	监视 LED	39
2.8.3	关闭检测器	40
2.9	使用比色皿	40
2.9.1	在开始之前	41
2.9.2	比色皿测量步骤	41
3	维护检测器	43
3.1	联系 Waters 技术服务	43
3.2	维护注意事项	43
3.2.1	安全和处理	43
3.2.2	备件	44
3.3	日常维护	44
3.4	维护流通池	44
3.4.1	冲洗流通池	45
3.4.2	更换流通池	45

3.5	更换灯	48
3.6	更换保险丝	49
4	诊断测试和故障排除	51
4.1	诊断测试	51
4.1.1	验证检测器校正	51
4.1.2	如何读取灯能量	52
4.1.3	执行钨校正	52
4.1.4	如何读取校正值	52
4.1.5	显示后面板接口连接	53
4.1.6	更改后面板接口连接	54
4.2	一般故障排除	54
4.2.1	灯故障排除	54
4.2.2	电涌	54
4.2.3	清除流通池中的气泡	55
4.2.4	检测器故障排除	55
5	光谱对比原理	57
5.1	比较吸光度光谱	57
5.2	将光谱表示为向量	58
5.2.1	由两个波长生成的向量	58
5.2.2	由多个波长生成的向量	59
5.3	谱差角	59
5.3.1	不同形状的光谱	60
5.3.2	同一化合物光谱间的差异	61
5.4	不良影响	61
5.4.1	检测器噪音	61
5.4.2	测光误差	62
5.4.3	溶剂变化	62
5.4.4	阈值角度	62
A	安全忠告	63
A.1	警告符号	63
A.1.1	特定警告	64
A.2	注意	65
A.3	溶剂瓶禁止符号	65
A.4	必要保护措施	65

A.5	适用于所有 Waters 仪器和设备的警告	66
A.6	实施保险丝更换的警告	66
A.7	电气和搬运符号	67
A.7.1	电气符号	67
A.7.2	搬运符号	68
B	规格	69
B.1	物理规格	69
B.2	环境规格	69
B.3	电气规格	70
B.4	性能规格	70
B.5	光学组件规格	72
B.6	流通池规格	72
C	溶剂注意事项	73
C.1	引言	73
C.1.1	洁净溶剂	73
C.1.2	溶剂质量	73
C.1.3	准备审核表	73
C.1.4	水	73
C.1.5	使用缓冲液	73
C.1.6	四氢呋喃	74
C.2	溶剂混溶性	74
C.2.1	如何使用混溶性值	75
C.3	缓冲溶剂	76
C.4	泵头高度	76
C.5	最小管路弯曲半径	76
C.6	溶剂粘度	77
C.7	流动相溶剂脱气	77
C.7.1	气体溶解度	77
C.8	溶剂脱气方法	78
C.8.1	喷射法	78
C.8.2	真空脱气法	78
C.8.3	溶剂脱气注意事项	78

C.9	波长选择	79
C.9.1	常见溶剂的 UV 截止值	79
C.9.2	混合流动相	80
C.9.3	用于发色团检测的波长选择	80
C.9.4	流动相吸光度	82

1

2998 PDA 检测器的光学原理

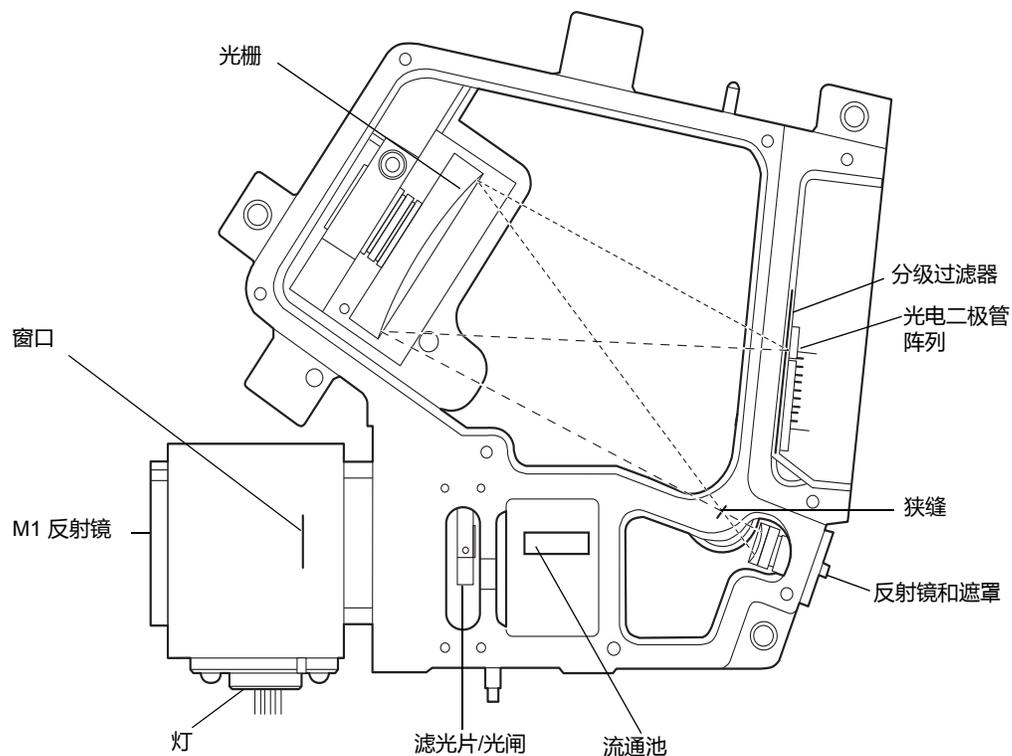
要有效使用 2998 光电二极管阵列 (PDA) 检测器，必须了解检测器的光学组件和电子学操作原理。

1.1 检测器光学组件

检测器是一套紫外 / 可见光 (UV/Vis) 分光光度计。检测器装配了一个具有 512 个光电二极管的光电二极管阵列，光学分辨率达到 1.2 nm/像素，可以在 190 到 800 nm 的范围内进行操作。

下图示出了通过检测器光学装置的光路。

图 1-1: 光学组件的光路



下表介绍了检测器光学装置的组件。

表 1-1: 光学装置的组件

组件	功能
灯	氘源灯。
M1 反射镜	汇聚氘灯发出的光。
窗口	用于最大限度地减少渗入灯罩的空气。
滤光片/光闸	标记测量打开（样品）和阻挡（暗电流）的光束能量以及波长校验的位置。
流通池	承载液体流路（包括洗脱液和样品）的部分，同时多色光也从这部分透过。
反射镜和遮罩	反射镜将通过流通池的光聚集到光学元件摄谱仪部分入口的狭缝上。反射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 50 μm。
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	减少紫外光（小于 370 μm）的二次衍射对可见波长（大于 370 μm）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 μm）和 50 μm 的狭缝相配合，可产生 1.2 nm 的单波长分辨率。

1.1.1 计算吸光度

检测器通过从参比光谱（参比能量）和采集光谱（样品能量）中扣除暗电流（请参阅第 22 页上的“暗电流”）来计算吸光度。吸光度的原理是比尔定律。

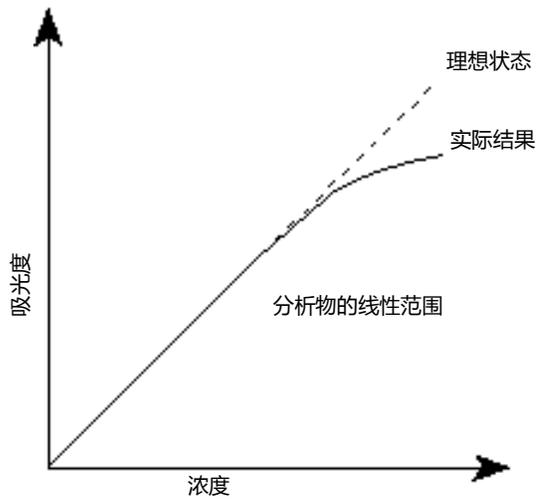
1.1.1.1 比尔定律

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通池的样品浓度之间的关系。比尔定律的表达式为 $A = \epsilon l c$ ，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 cm 为单位的光程（检测器的普通流通池为 1.0 cm）
- c = 浓度 (mol/L)

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、光为单色光，并且无漫射光到达检测器元件。随着浓度的增加，可能会无法满足比尔定律对化学和仪器的要求，从而导致吸光度与浓度的线性偏差。流动相的吸光度会缩小线性范围。

图 1-2: 吸光度与浓度的函数关系

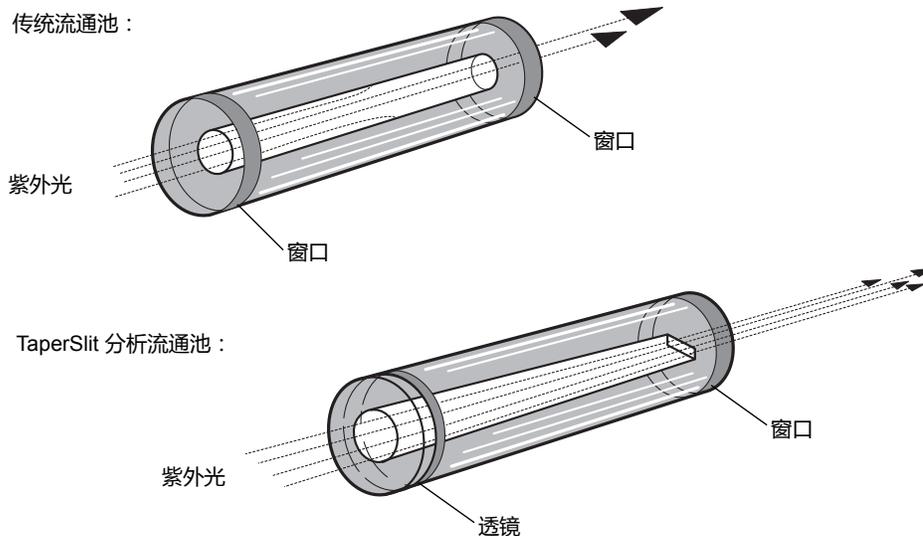


1.2 流通池操作原理

PDA 检测器使用的 Waters® TaperSlit™ 流通池可以显著降低流动相折射率 (RI) 变化对检测器基线的影响。RI 变化出现在梯度分离时，或者源自温度或泵引起的压力波动。

为获得稳定的 RI，组合使用球面镜、流通池入口处的透镜以及流通池内孔的锥度，以防止光线投射到流通池的内壁上。Waters TaperSlit 流通池的名称来源于流通池出口的形状，它与摄谱狭缝的形状相匹配。与传统的圆柱形入口流通池相比，对于给定的光谱分辨率，采用 TaperSlit 池设计的 PDA 检测器可获得更高的光通量。

图 1-3: 流通池特征的比较：



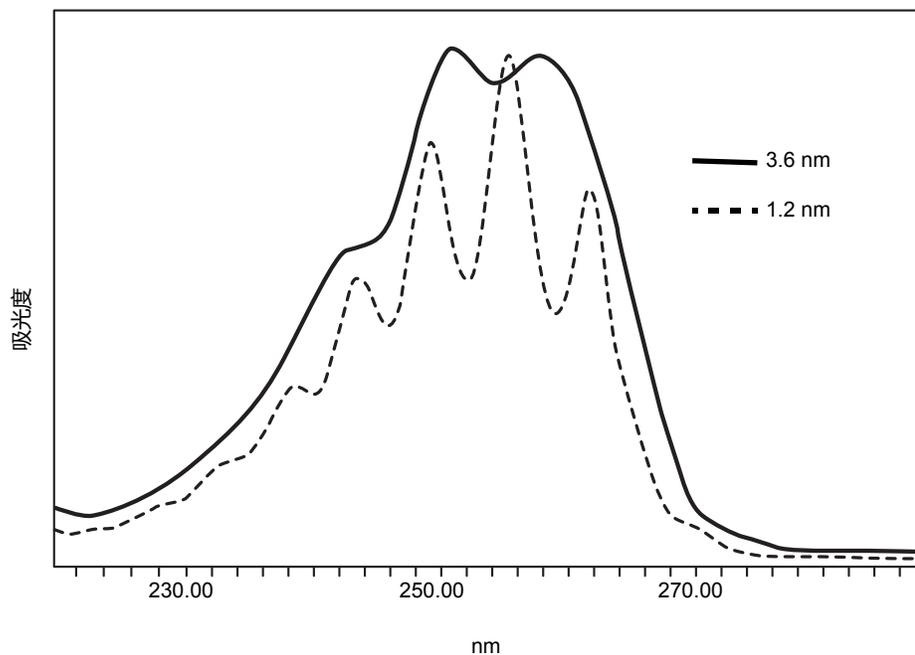
1.3 解析光谱数据

50 μm 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。降低带宽可以提高检测器的分辨能力。从而更有效地区分相似的光谱。

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图。请注意，波长分辨率足以分辨五个主要吸收峰。

图 1-4: 不同分辨率的苯光谱图



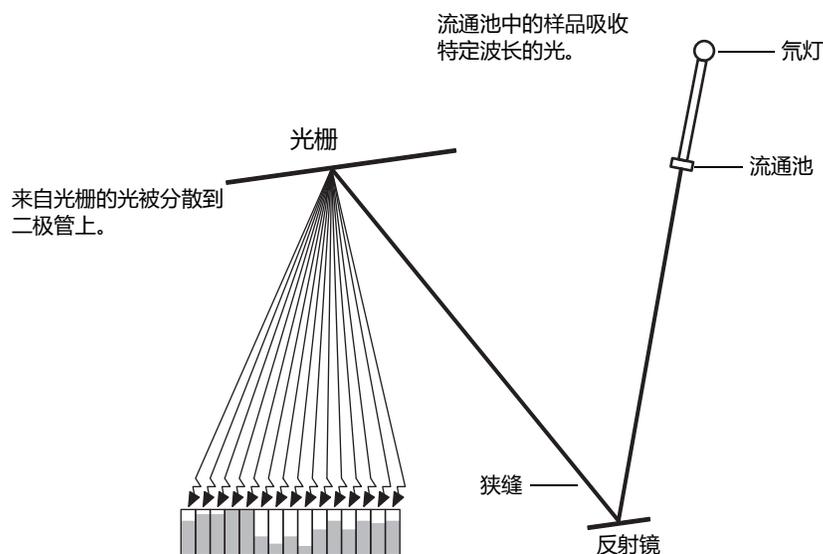
1.4 测量光电二极管阵列上的光

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通池中样品的吸光度。

阵列由一排 512 个光电二极管组成。每个光电二极管都充当一个电容器，最初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量。

图 1-5: 光电二极管被光放电



检测器测量每个光电二极管再充电所需的电荷数。此电荷数与在由二极管曝光时间确定的间隔中通过流通池的光强度成正比。

1.4.1 优化信噪比

要优化信噪比，请选择仅包含目标波长的采集波长范围。流动相在该波长范围内吸收极少这一点同样也很重要。用户还可以通过增大光谱分辨率值来改善信噪比。例如，可选择 3.6 nm 代替 1.2 nm 的分辨率进行操作。信噪比也会受到过滤时间常数和采样速率的影响。

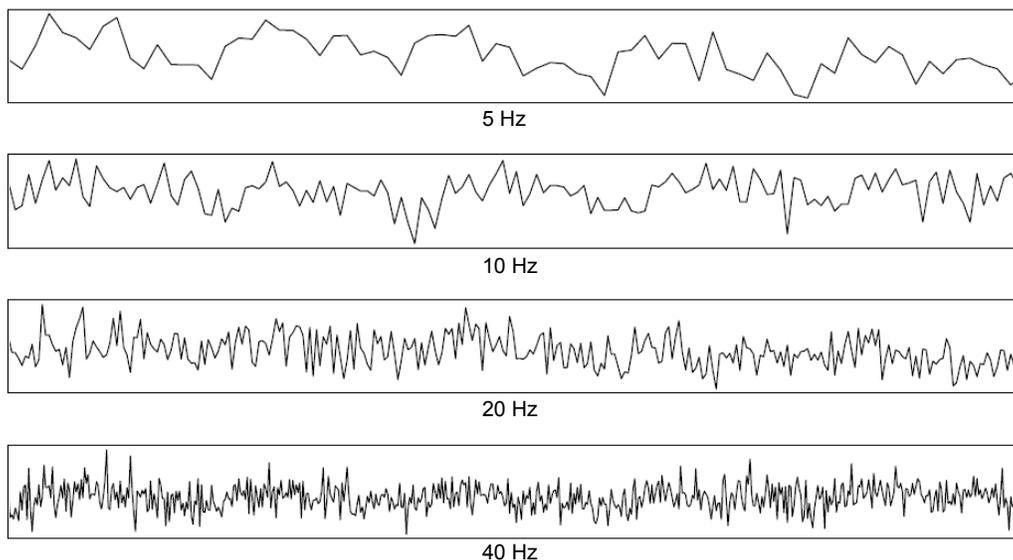
1.4.2 选择适当的采样速率

为确定峰的形状，必须有足够的点落在峰内。因此，如果采样速率很低，则无法定义峰。Empower® 将使用结束时间减去开始时间，计算色谱中每个积分峰的“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“峰内点数”复选框，然后单击“确定”。

如果目标最窄峰的峰内点数值小于 25，请在仪器方法中指定更高的采样速率。如果该值大于 50，则在仪器方法中指定一个较低的采样速率。

图 1-6: 基线噪音随着采样速率增大而增加的示例



1.4.3 过滤数据

在“PDA 仪器方法编辑器”的“常规”选项卡上，可将可选的噪音过滤器应用到采集的数据。

另请参阅： Empower 或 MassLynx[®] 在线帮助。

检测器将使用海明过滤器最大限度降低噪音。该过滤器是一种有限脉冲响应数字过滤器，它可衰减峰高，并增强高频噪音的过滤效果。

过滤器性能取决于选择的过滤时间常数。增加过滤时间常数会降低基线噪音，提高信噪比。但是，该常数增加过多会人为地造成峰展宽，从而降低色谱图的分离度。

设定过滤时间时，可在以下选项中选择：“快”、“慢”、“正常”或“其它”。如果选择“快”、“慢”或“正常”的过滤时间，则不必输入值，因为过滤常数由采样速率确定。如果选择“其它”选项，则可指定值。然而，系统会根据采样速率对指定的值进行四舍五入。选择“其它”并输入值 0.0，禁用所有过滤。

下表列出了允许的数据采集速率的数字过滤器设置：

表 1-2: 数据采集速率的数字过滤器设置

采样速率	慢速	正常	快速
1	4.000	2.000	1.000
2	2.000	1.000	0.500
5	0.800	0.400	0.200
10	0.400	0.200	0.100
20	0.200	0.100	0.050
40	0.100	0.050	0.025
80	0.050	0.025	0.0125

较低过滤时间常数设置将产生以下影响：

- 窄峰，失真和延时均达到最小
- 非常小的峰与基线噪音可能会难以区别
- 较小的基线噪音被排除在外

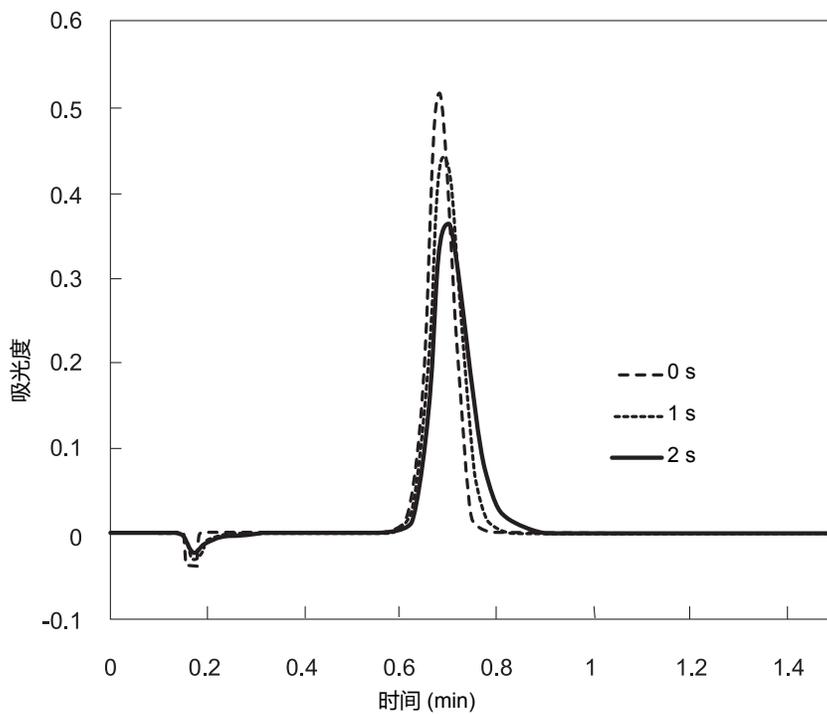
较高的过滤时间常数设置将产生以下影响：

- 大大减少基线噪音
- 峰形变矮变宽

要获取最高的分离度，请选择适当的采样速率并选择较快的过滤时间常数。要获取最高的灵敏度，请选择适当的采样速率并选择正常的过滤时间常数。

下图显示了增加的过滤时间常数和吸光度之间的关系。

图 1-7: 过滤时间常数比较



提示：尽管峰形有些失真，且不同过滤时间常数的信号输出有所延迟，但峰面积仍保持不变。

1.5 计算吸光度数据点

检测器计算出吸光度数据点，然后传输到数据库（MassLynx 或 Empower 软件）。

吸光度计算公式

$$\text{吸光度}_{t,\lambda} = \text{Log}_{10} \left[\frac{R_{\lambda} - D_{\lambda}}{S_{t,\lambda} - D_{\lambda}} \right]$$

其中

S = 样品能量

D = 暗电流能量

R = 参比能量

t = 开始进样后的运行时间

λ = 波长

然后按照说明过滤该值。

1.5.1 暗电流

即使未曝光，光电二极管也会放电。这种放电称为暗电流。可通过关闭光闸读取获取每个二极管暗电流的读数来更新暗电流。更新完成后，检测器将打开光闸，再减去上方等式中所示的暗电流值。

1.5.2 参比光谱

参比光谱用于在初始条件下测量灯强度和流动相吸光度。每次进样开始时检测器会记录参比光谱。系统会以相同的过滤时间常数作为吸光度数据来计算该光谱的值。

1.5.3 平均数据

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，检测器将根据要求的光谱分辨率计算吸光度的平均值。

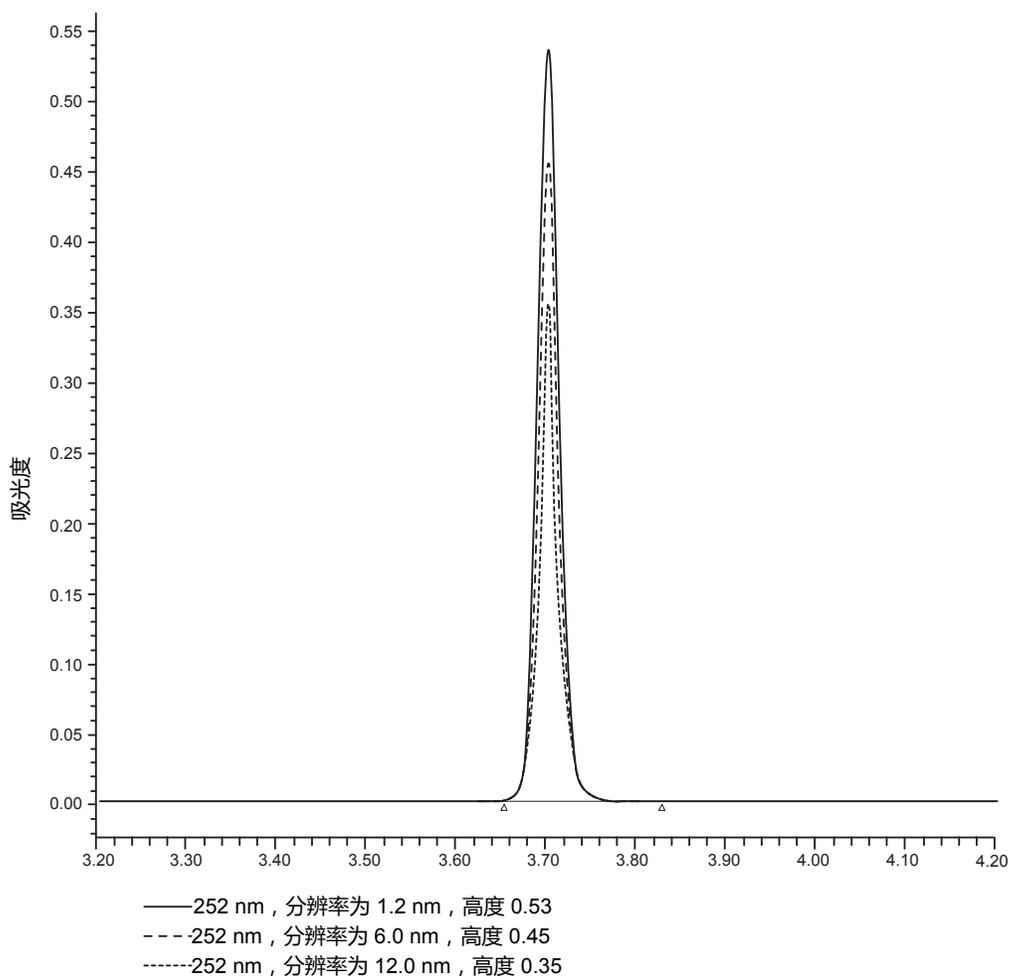
1.5.3.1 平均光谱分辨率

检测器可同时采集两类数据通道：光谱 (3D) 和色谱 (2D)。将 3D 分辨率设置为 1.2 nm，谱库匹配和峰纯度分析结果会更好。

对于色谱（2D 数据），可选择分辨率来优化信号幅度、基线噪音和线性动态范围。当分析物的监控波长达到峰的波长最大值时，增加带宽会降低峰的高度，同时减小基线噪音和线性动态范围。

提示： 4.8 nm 的分辨率适合多种分析物。

图 1-8: 意的分辨率比较



1.5.3.2 平均色谱采样速率

采样速率是每秒采集的数据点数。采样速率间隔期间读取给定像素的次数取决于它的曝光时间。例如，如果曝光时间为 25 ms，采样速率为 20 Hz，那么曝光/样品为：

$$20 \text{ 样品/s} = \frac{(1000 \text{ ms/s})}{(20 \text{ 样品/s}) (25 \text{ ms/次曝光})} = 2 \text{ 次曝光/样品}$$

计算读数的平均值并作为单个数据点报告。曝光/样品数增加时，基线噪音将降低。

提示：数据存储量取决于波长范围、光谱分辨率、运行时间和采样速率。这些参数值将在 PDA “仪器方法编辑器”的“常规”选项卡中指定。有关详细信息，请参阅 Empower 或 MassLynx 在线帮助。

1.5.4 参比波长补偿

补偿参比波长用于在一个没有已知分析物的光谱区域内采集宽频带吸光度数据。它用于降低影响积分质量的检测器漂移和偏离。

检测器将所选波长范围内的吸光度值进行平均，从而计算出补偿值。然后从吸光度值中减去补偿值：

$$\text{Abs-Comp}(t) = \text{Abs}(t) - \text{CRef}(t)$$

其中

Abs-Comp = 补偿吸光度

Abs = 吸光度

CRef = 补偿参比

t = 开始进样后的运行时间

开始波长和结束波长用于定义补偿参比。补偿参比带宽必须 ≥ 40 nm 且 ≤ 100 nm，并处于 190 至 800 nm 的范围内。

提示：选择没有预期分析物的补偿参比范围。因为将从吸光度值中减去响应，所以补偿参比范围内的任何响应都可能错误地影响定量数据。

2 安装检测器

本章介绍安装 2998 PDA 检测器所需的信息。

2.1 安装前须知

要求：要安装 2998 PDA 检测器，通常必须了解安装和操作实验室仪器和计算机控制的设备的方法，以及溶剂的处理方法。

安装检测器前，请确保

- 所需组件齐备；
- 外包装箱或已拆包物品未有损坏。

2.2 开箱检查



警告：为避免伤害，Waters 建议由两个人抬动 2998 PDA 检测器。

检测器采用纸箱运输，其中包括以下物品：

- 结构完整性证书
- 2998 PDA 检测器
- 《2998 光电二极管阵列检测器概述和维护指南》（本文档）
- 启动套件
- 发行说明

拆开运输纸箱时，请逐一核对，确保箱中物品与装箱单所列物品对应一致。

建议：将装运纸箱保存好，以备将来运输时使用。

检查纸箱内物品时，如发现损坏或不符，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或与订单不符之处报告给 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 许可、质保和支持服务》。

请确保仪器后面板标示牌上或前门内侧的序列号和仪器检验证书上的序列号一致。

2.3 选择实验室场地

为保证检测器可靠运行，请遵守以下预防措施：

- 请勿将其放在热风或冷风口。
- 将检测器连接到接地的交流电源（100 到 240 VAC）。
- 后部至少保留 12.7 cm (5 in) 的间隙用于通风

！ 注意：为避免损坏检测器，堆叠在它顶部的物品重量不得超过 18.1 kg (40 lb)。

请将检测器置于色谱柱的出口附近以使谱带增宽最小，谱带增宽会降低色谱的分辨率。

要求：将检测器安装在水平表面上以使其滴液管理系统（排放管）能够正常工作，可以将其连接到废液容器以便转移流通池内渗漏出来的溶剂。

2.4 堆叠系统模块

此步骤适用于配备有连锁功能的系统模块。



警告：为避免脊柱和肌肉损伤，请勿在没有帮助的情况下尝试抬升系统模块。

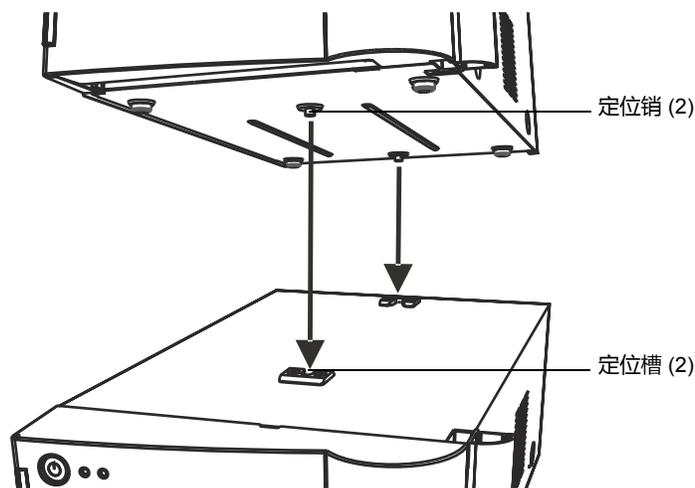


警告：在系统机架中安装模块时，应格外注意避免在系统模块下方或模块之间挤压到手。

要堆叠模块：

1. 将所添加模块的后部底脚置于系统机架中之前所添加模块的顶部，并向后滑动直到新模块后部定位销卡入之前所添加模块的后部定位槽中。

图 2-1: 定位销和定位槽



2. 放低所添加模块的前部，使其前部定位销卡入之前所添加模块的前部定位槽中。
3. 对其余的系统模块重复步骤 1 和 2。

2.5 连接到电源

2998 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：避免电击：

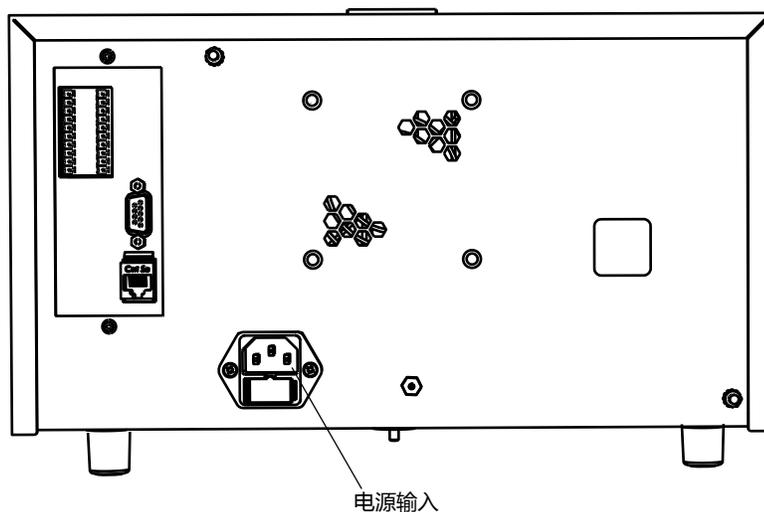
- 在美国使用 SVT 型电源线，在欧洲使用 HAR 型或更好的电源线。对于其他国家 / 地区，请联系当地的 Waters 分销商。
- 对仪器进行任何维护前，请关闭检测器的电源并拔下电源线。
- 将检测器连接到同一根地线。

要连接到电源：

建议：连接到电源后，为获得最佳的长期稳定输入电压，请使用线路调节器或不间断电源 (UPS)。

1. 将电源线的外接头插入检测器后面板上的插座中。

图 2-2: 检测器后面板上电源输入的位置



2. 将电源线的内接头连接到适当的墙壁插座。
3. 按下前门上的 On/Off 开关，打开检测器电源。

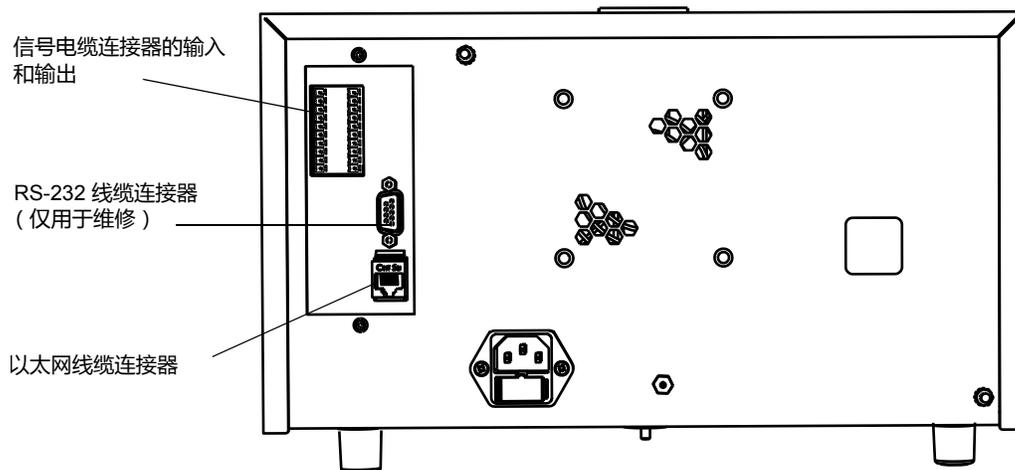
结果：检测器将运行一系列的启动诊断测试，同时灯 LED 闪烁绿色。当灯点亮后，灯 LED 为稳定绿色。

2.6 连接信号电缆

另请参阅：《Waters 以太网仪器入门指南》。

下图显示了用外部设备操作 2998 PDA 检测器时所用的连接器在后面板上的位置。

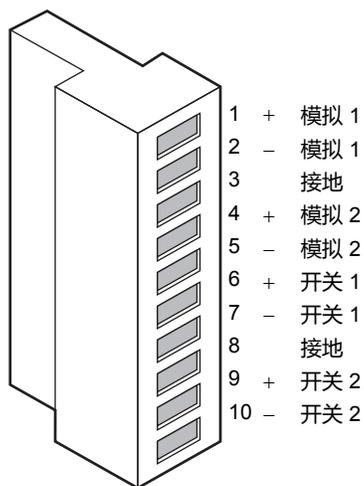
图 2-3: 2998 PDA 检测器后面板上连接器的位置



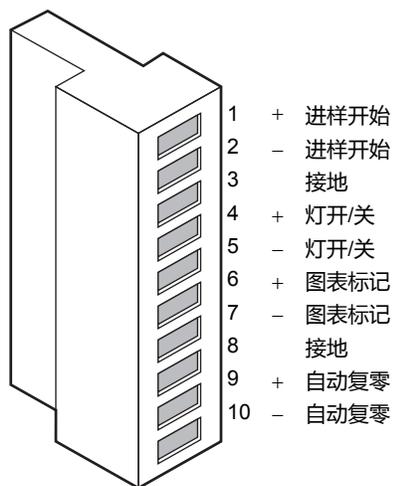
必须连接的线缆取决于系统中其它仪器上可用的连接。

图 2-4: 2998 PDA 检测器后面板模拟输出/事件输入连接器

连接器 B (输出)



连接器 A (输入)



下表说明了检测器的 I/O 连接。

表 2-1: 2998 PDA 检测器模拟输出/事件输入连接

信号连接	说明
进样开始	通过触发运行时钟激活定时事件以启动。
灯开/关	启用输入后，灯将熄灭。只有向检测器发送新方法（使用灯按钮或重启检测器）才能点亮灯。
图表标记	将图表标记（以全尺寸的 10%）添加到一个或两个模拟输出通道（信号输出 1 和信号输出 2），并且可配置。
自动复零	计算一个偏移值，将该值添加到样品信号时，将使得到的基线信号复零。
模拟 1 和模拟 2	方法可编程模拟输出。 最小输出电压范围：-0.1 至 2.1 Vac。 采样速率为 10、20、40 或 80 Hz 时，输出速率为选中的采样速率。 对于 1、2 或 5 Hz 的采样速率，此输出会以固定的 10 Hz 运行。
开关 1	控制定时事件或阈电平，它是用户可编程的辅助输出。
开关 2	控制定时事件或阈电平，它是用户可编程的辅助输出。

必备工具和材料

- 小号平头螺丝刀
- 电绝缘层剥离工具

要将其它 HPLC 系统设备的信号线缆连接到 2998 PDA 检测器后面板的 A 端子和 B 端子：

1. 拆下端子 A 或端子 B（请参阅第 28 页）。
2. 拧开连接的定位销端子。
3. 使用剥离工具，将电线从其末端剥皮约 3 mm (1/8 in)。
4. 将剥掉皮的电线插入相应连接器。
5. 拧紧螺钉直到电线牢牢固定在适当位置。
6. 重新插入端子。
7. 用力按下端子以确保将端子完全插入。

2.6.1 连接以太网线缆

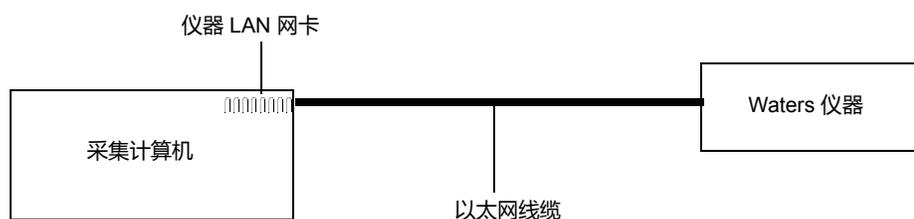
Waters 仪器通过专用局域网 (LAN) 与采集计算机通讯。在采集计算机上，仪器网卡提供了进行通讯的接口。

必须在采集计算机上安装 Waters 仪器软件驱动程序，计算机才能够控制该仪器。请参阅与仪器控制软件一起提供的软件安装说明。

2.6.1.1 单台 Waters 仪器的连接

在单台 Waters 仪器系统配置中，连接硬件仅需启动套件中的一根标准的以太网线缆。

图 2-5: 单台 Waters 仪器的连接



2.6.1.2 多台 Waters 仪器的连接

在配置有多台 Waters 以太网仪器的系统中，必须有一个以太网交换机来控制 Waters 仪器和采集计算机之间多种信号的通讯。

每台 Waters 仪器的连接硬件只需要一根标准的以太网线缆，连接网络交换机和采集计算机还需要一根标准的以太网线缆。

必须在采集计算机上安装 Waters 仪器组件软件，该计算机才能够控制 Waters 仪器。请参阅与仪器软件驱动程序磁盘随附的软件安装说明。

2.6.2 网络安装原则

使用一个专用 LAN 配置多台 Waters 仪器，此专用 LAN 要求的设计基于以下原则：

- 以太网线缆
- 最大距离 100 m (328 ft)

要求：对于多台以太网仪器，必须使用网络交换机。不支持网络集线器。

图 2-6: IEEE 和以太网仪器的混合系统

2998 PDA 检测器需要进样开始触发器。

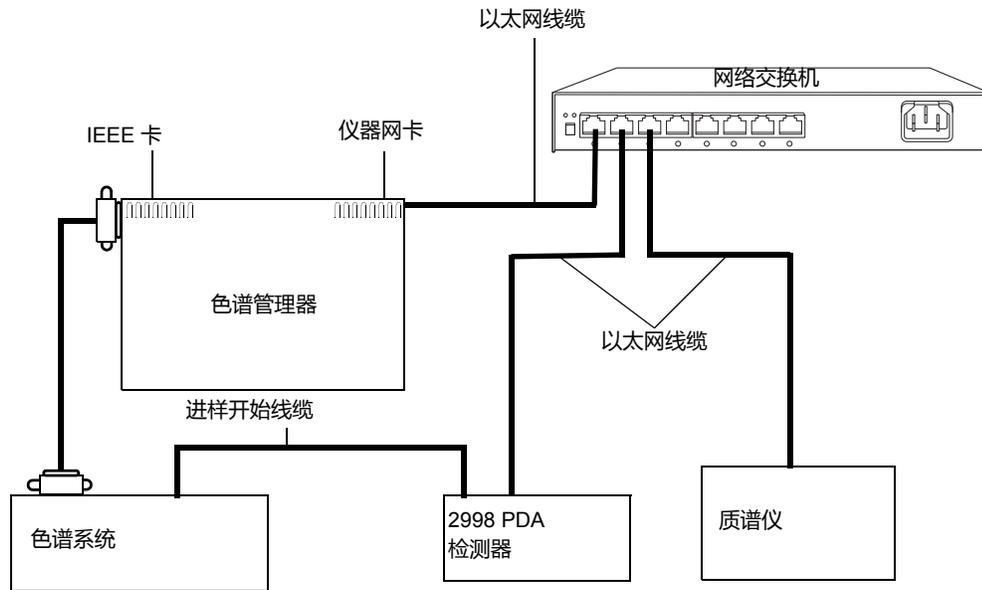
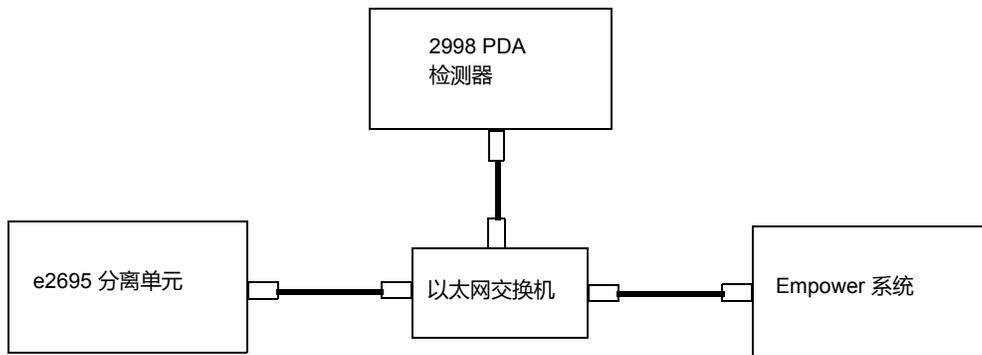


图 2-7: 所有以太网系统

不需要进样开始触发器。



2.6.2.1 建立进样开始信号连接

将以太网数据系统用于 2998 PDA 检测器时，数据系统或控制器必须从手动进样器接收一个进样开始信号，之后才能开始数据收集和启动基于时间的程序。

下表汇总了不同系统配置的进样开始连接。

表 2-2: 2998 PDA 检测器进样开始连接

进样开始输出源	进样开始输入连接（在 2998 PDA 检测器上，连接器 A）
Waters Alliance® 分离单元	进样开始 + / -
Waters 手动进样器或第三方手动进样器	进样开始 + / -

要求：如果进样器是在以太网模式下运行 e2695 分离单元，则不得连接进样开始线缆。但是，如果进样器是在 IEEE 模式下运行的 e2695 分离单元，则必须连接进样开始线缆。

2.6.2.2 连接到手动进样器

如果使用手动进样器，请按照下表中所示，将信号电缆从 2998 PDA 检测器后面板上的连接器连接到进样器。

表 2-3: 将 2998 PDA 检测器连接到手动进样器

2998 PDA 检测器（连接器 A）	手动进样器
进样开始 +（红色）	一套铲形接线片进样开始端子
进样开始 -（黑色）	

2.6.3 连接到其它设备

本节介绍 2998 PDA 检测器的后面板与以下设备之间的信号连接：

- Waters Alliance 分离单元
- Waters eSAT/IN™ 模块
- Waters 或其它手动进样器
- 其他制造商的积分器或 A/D 接口设备。



警告：为避免电击，请在建立任何电路连接之前，关闭设备的电源。

要求：为符合规章要求，以免外部电气干扰影响此仪器的性能，当连接到 I/O 连接器时，请勿使用长于 3 m (9.8 ft) 的电缆。此外，还要确保仅在一台仪器上将电缆的屏蔽层接地。

要将检测器连接到其它设备，可使用两个模拟输出 / 事件输入 (I/O) 连接器及其在后面板上的配套连接器。

2.6.3.1 生成进样开始功能

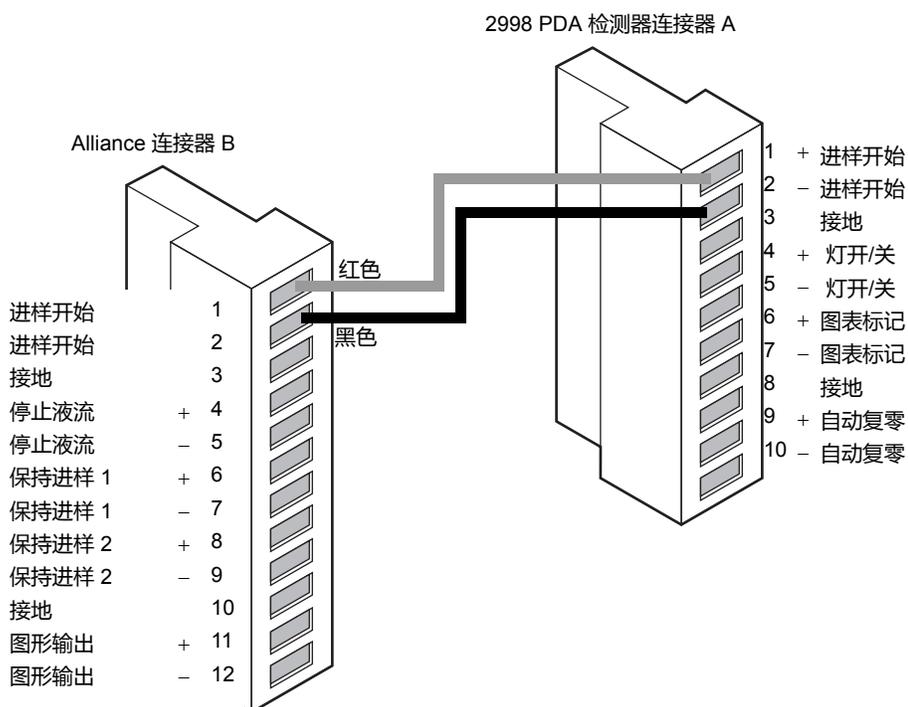
要在进样开始时生成检测器的进样开始功能，请按照下文的图表所示连接线缆。

提示：固件缺省为“进样时自动复零”。

表 2-4: 将 2998 PDA 检测器连接到 Alliance 分离单元

Alliance 分离单元 (连接器 B)	2998 PDA 检测器 (连接器 A)
针 1 进样开始 (红色)	针 1 进样开始 + (红色)
针 2 进样开始 (黑色)	针 2 进样开始 - (黑色)

图 2-8: Alliance 分离单元和 2998 PDA 检测器之间的进样开始连接



2.6.3.2 生成停止液流信号

检测器配有由阈值或定时事件控制的可编程开关输出。

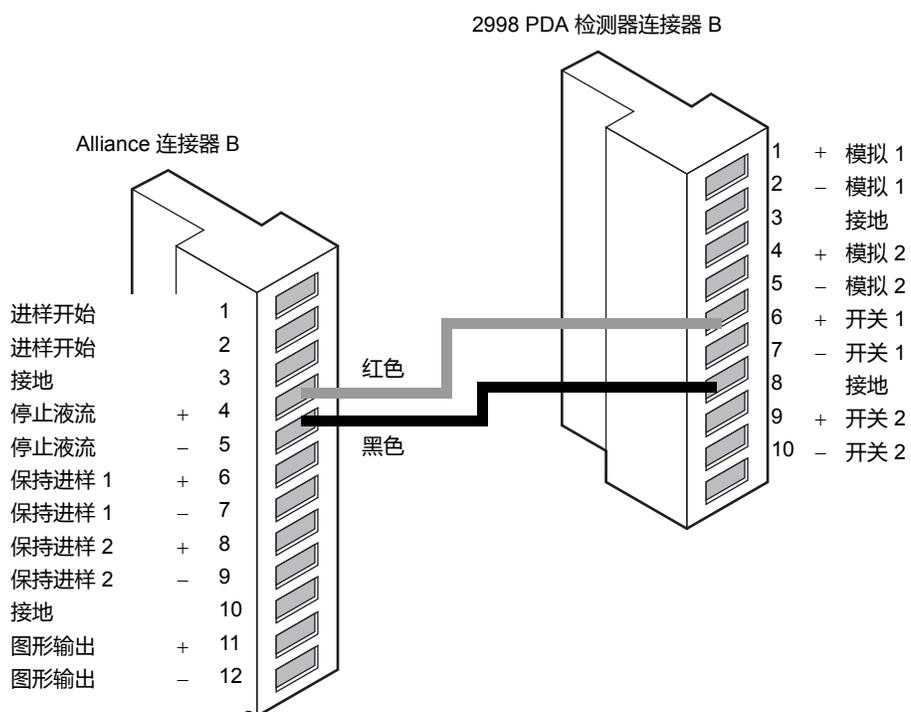
要开始生成停止液流信号，请按照下文的图表所示连接线缆。

要求：要在发生错误或硬件故障时自动停止系统内的溶剂液流，必须将停止液流信号发送到系统泵。

表 2-5: 将 2998 PDA 检测器连接到 Alliance 分离单元

Alliance 分离单元 (连接器 B)	2998 PDA 检测器 (连接器 B)
针 4 停止液流 + (红色)	针 6 开关 1 + (红色)
针 5 停止液流 - (黑色)	针 7 开关 1 - (黑色)

图 2-9: Alliance 分离单元和 2998 PDA 检测器之间的停止液流连接



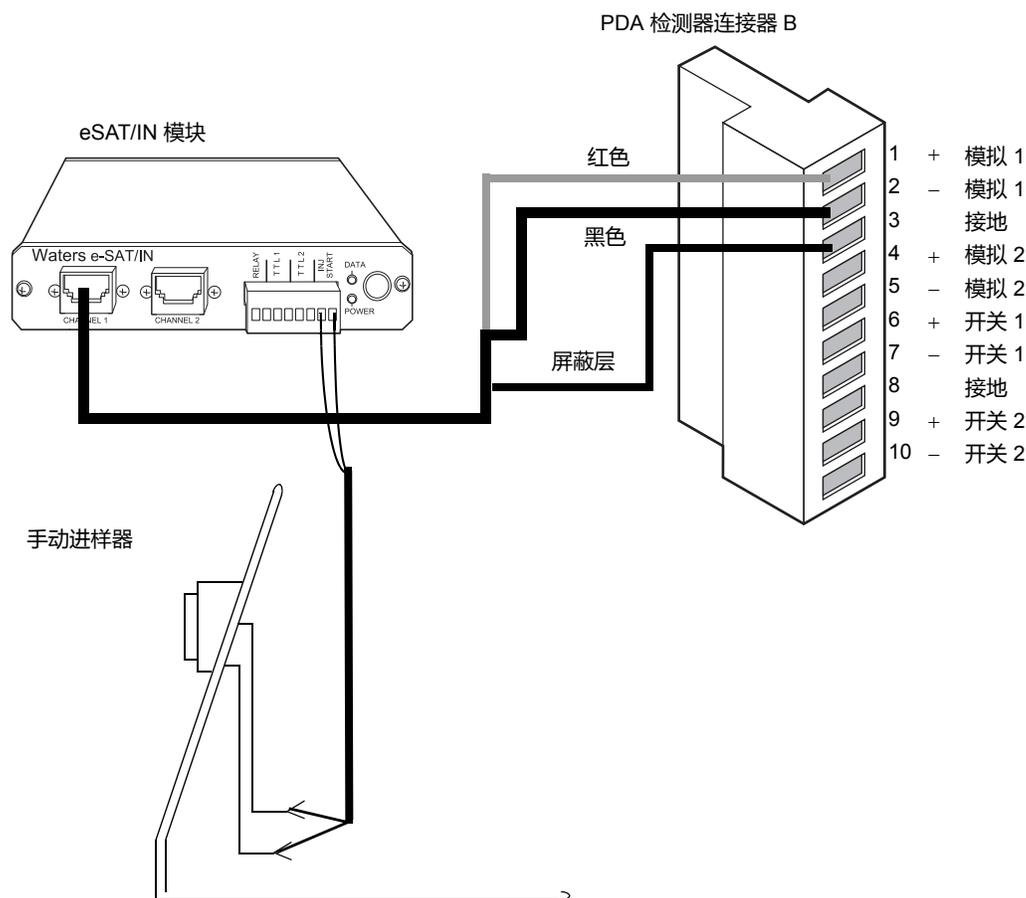
2.6.3.3 通过 eSAT/IN 模块连接到 Empower 或 MassLynx 数据系统

要从 2998 PDA 检测器向 Empower 或 MassLynx 系统（通过双通道 eSAT/IN 模块）发送一个积分器模拟输出信号（-0.1 到 +2.1 V），请按照下文的图表所示连接线缆。

表 2-6: 2998 PDA 检测器到 eSAT/IN 模块的连接

eSAT/IN 模块连接器	2998 PDA 检测器（连接器 B）
通道 1	针 1 信号输出 +（白色）
	针 2 信号输出 -（黑色）

图 2-10: 到 eSAT/IN 模块的模拟输出连接



2.6.3.4 连接进样触发信号

检测器接受来自手动进样器的以下进样触发信号：

- 每次进样时，来自接线端子信号的进样开始信号
- 每次进样器进样时，调整检测器零补偿的自动复零信号

检测器每次从进样器接收信号时，都将执行相应的“自动复零”或“进样开始”功能。

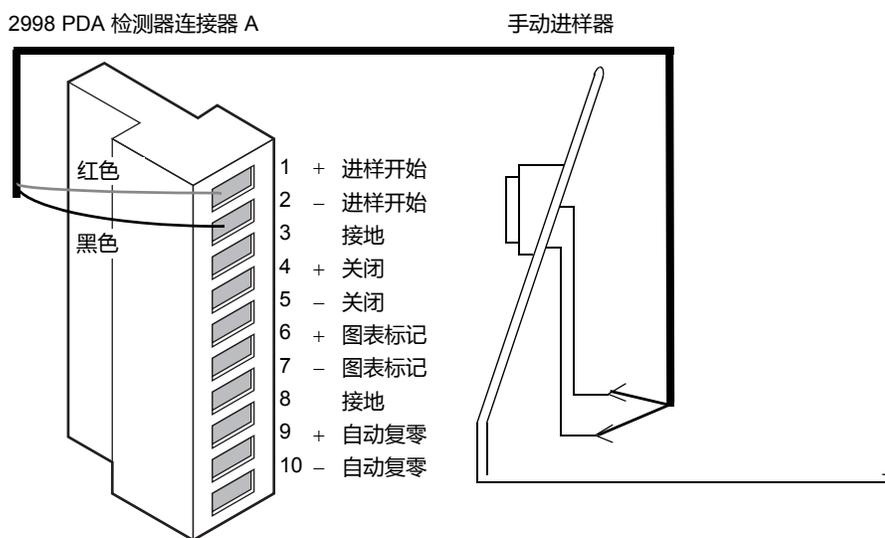
要从进样器向检测器发送一个自动复零或图表标记信号，请按照下文的图表所示连接线缆。

提示：固件缺省为进样时自动复零。

表 2-7: 到进样器的进样开始连接（脉冲持续时间 0 到 10 s）

2998 PDA 检测器（连接器 A）	进样器的连接器
针 1，进样开始 +（红色）	端子连接器
针 2，进样开始 -（黑色）	

图 2-11: 到进样器的进样开始连接



2.7 连接 2998 PDA 检测器的管路

例外：如果正在设置 ACQUITY Arc® 或 ACQUITY Arc Bio 系统，请忽略本节。Waters 将连接所有必需的管路。

另请参阅：第 76 页上的“最小管路弯曲半径”。



警告：

- 为避免化学危险，操作系统时请始终遵守“优良实验室规范”。有关处理溶剂方面的信息，请参阅溶剂附带的“材料安全数据表”。
- 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。



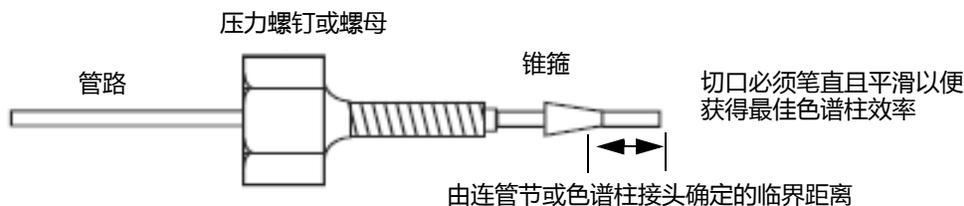
注意：为防止污染，请在安装检测器管线时佩戴无粉尘的非乳胶手套。

必备工具和材料

- 5/16 in 开口扳手
- 用于 Alliance HPLC 系统的管路，0.009 in (0.23 mm) 内径不锈钢管路（包含在启动套件中）
- 不锈钢管路切割器或划线锉
- 带塑料护套或布料护套的钳子
- 压力螺丝配件 (3)

要将管路连接到检测器：

1. 测量连接色谱柱出口和检测器入口所需的管路长度。
提示：尽量缩短此管路的长度，以免增宽谱带。
2. 测量连接检测器出口和废液收集瓶所需的管路长度。
提示：确保此管路的长度至少为 30 至 60 cm（1 至 2 ft），以免流通池中形成气泡。
3. 按以下方式切割两段管路：
 - a. 使用 Waters 1/16 in 不锈钢管路切割器或带切刃的锉刀在所需断点处沿管路圆周刻化一圈。
 - b. 使用带有布料护套或塑料护套的钳子夹住管路划出标记的两端（以防损伤表面），然后轻轻前后掰动管路直至断开。
 - c. 将管路切口锉磨光滑、整齐，尽量减少死体积和谱带增宽。



4. 在色谱柱出口管路的两端和检测器出口管路的一端装上可重复使用的手紧接头。

5. 将色谱柱出口管路的一端接入色谱柱出口的接头，用手指尽可能拧紧可重复使用的手紧接头直至密合，然后再转动四分之一圈。
6. 将色谱柱出口管路的自由端插入检测器入口的接头，然后如第 5 步所述拧紧可重复使用的手紧接头。
7. 将检测器出口管路的一端接入检测器出口接头处的可重复使用手紧接头，用手指尽可能拧紧接头，然后再转动四分之一圈。
8. 将检测器出口管路的自由端插入废液容器。

! **注意：**为防止损坏流通池，请避免使流通池达到其允许的最大压力 6895 kPa (69 bar , 1000 psi) (70 kg/cm²)。

9. 将启动套件中的 3/8 in 外径 Tygon[®] 管路滑到滴盘的倒钩排液接头上，然后将管路引至适当的废液容器中。

提示：有关安装多检测器滴盘的说明，请参阅滴盘随附的安装说明。

2.7.1 连接检测器至气体供应

用户可以将检测器连接到氮气源以改善低波长条件下的运行状态。

要求：只能使用压力介于 28 到 41 kPa (0.28 到 0.41 bar , 4 到 6 psi) 的恒定干燥无油、经过滤的氮气供应。



警告：为避免爆炸和起火，请勿使用可支持易燃溶剂燃烧的气体。请始终使用惰性气体。

要连接检测器至气体供应：

1. 将塑料管的一端连接到氮气源。
提示：可能需要使用适配器连接塑料管与氮气源。
2. 将氮气接头的自由端连接到检测器的后面板上。

2.8 启动和关闭 2998 PDA 检测器



警告：

- 当使用此设备并处理溶剂和测试溶液时，请遵守“优良实验室规范”。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”。
- 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。

检测器启动过程需要不到一分钟的时间。完成此步骤后，让检测器至少预热一个小时，然后再执行分析。请按本节所述过程操作，以确保可靠的检测器性能。

2.8.1 启动检测器

要启动检测器：

- 在仪器方法中，将溶剂输送系统或泵设置为输送 10 mL HPLC 级甲醇或流动相。

提示：有关详细信息，请参阅 Empower 或 MassLynx 在线帮助。

指导原则：

- 仅使用彻底脱气的 HPLC 级溶剂。流动相中的气体可能在流通池中形成气泡，并导致参比能量诊断测试失败。
 - 确保溶剂的组成正确，质量较高并且能够与系统中使用的其它溶剂混溶。在所有溶剂容器中使用过滤器，并确保溶剂的体积足以完成灌注。
- 开启检测器的电源。
 - 观察检测器前门上的灯和电源提示灯 LED，LED 的变化如下所示：
 - 初始化期间，电源 LED 闪烁绿色。
 - 检测器成功通电后，电源和灯 LED 显示稳定绿色。
 - 采集数据前请等待一个小时，以使检测器稳定。

注：如果检测器无法稳定，请参阅第 4 章。

2.8.2 监视 LED

检测器上的发光二极管将提示其工作状态。

2.8.2.1 电源 LED

电源 LED 位于 2998 PDA 检测器前门上，提示仪器电源的状态。仪器正常工作时，将显示稳定绿色。

2.8.2.2 灯 LED

灯 LED 位于电源 LED 的左侧，提示灯的状态。



警告：为避免电击，灯 LED 闪烁红色时请勿触摸灯连接器。接触灯的连接前，应关闭检测器并拔下电源线。

下表列出了每种 LED 模式及其相应的检测器灯状态。

表 2-8: 2998 PDA 检测器 LED 提示

LED 模式和颜色	说明
熄灭	提示检测器灯已熄灭。
稳定绿色	提示检测器灯已点亮。
闪烁绿色	提示检测器正在初始化或校验校正。
闪烁红色	提示错误导致检测器停止。有关错误的信息，请参阅控制台。
稳定红色	提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 仍为稳定红色，请将问题报告给 Waters 技术服务。

2.8.3 关闭检测器

要关闭检测器：

1. 设置溶剂输送系统或泵，输送 10 mL 的 HPLC 级水（如果流动相包含缓冲液）或 10 mL 已脱气的甲醇（如果流动相不含缓冲液）。
2. 关闭检测器的电源。

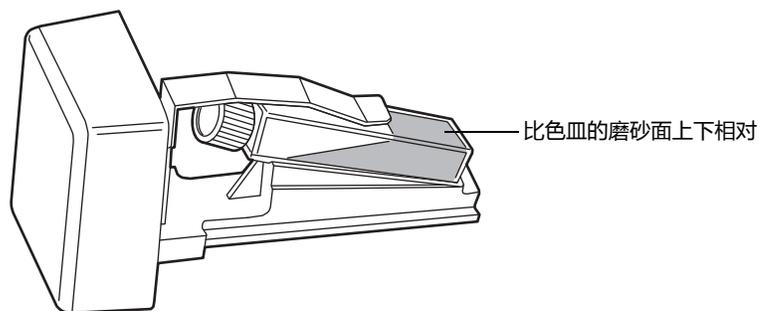
2.9 使用比色皿

使用 2998 PDA 检测器的比色皿选件，可以更方便地进行：

- 样品处理
- 仪器检验和检定
- 台面型分光光度计步骤

检测器使用标准的 10 mm 光程光谱光度测量池（石英比色皿）。将比色皿插入比色皿架中，磨砂面向上，然后将比色皿架置于流通池装置中。

图 2-12: 比色皿架，已插入比色皿



限制：因为测量事实上是比色皿和流通池中物质的组合，所以必须在相同的流通池条件下执行比色皿测量。如果存储光谱并采集用于减去的新光谱，应注意流通池条件中的差异（如果有）。

理想情况下，应在 HPLC 仪器处于空闲或静态状态时，在相同的流通池条件下使用比色皿执行零测量和样品测量。

！ **注意：**只能轻轻握住比色皿的磨砂面。透明石英上的指纹会干扰光路，影响比色皿测量操作的完整性。

2.9.1 在开始之前

建议：为确保获得精确的结果，对于零测量和样品测量，请使用相同生产批次的匹配石英比色皿对（10 mm 光程）。

使用比色皿开始测量前：

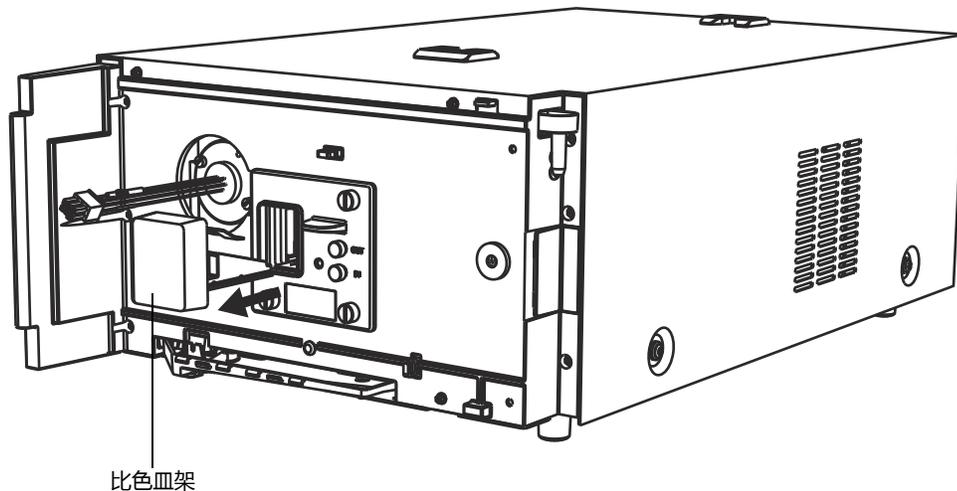
1. 用 10 mL 即将用于比色皿测量步骤的溶剂冲洗并注满流通池。
2. 使用起毛少、非磨蚀的薄纸擦拭比色皿的透明部分。

2.9.2 比色皿测量步骤

要开始比色皿测量：

1. 打开检测器的门。
2. 要取下比色皿架，将其向身体方向滑动。

图 2-13: 比色皿架位置



3. 使用面向身体的弹簧导向器，轻轻将比色皿（装有洗脱液）头朝上插入到导向器下边，盖朝下（插入支架中），比色皿的磨砂面向上。（请参阅第 40 页上的图）。

建议：

- 确保比色皿中有足够的液体（3 mL），从而可以在插入支架后看到液体通过比色皿支架的狭缝（即，液体完全盖住狭缝）。
- 由于比色皿架成一定角度，请用拇指或食指将比色皿固定在插槽中，且不会向前滑动。
- 确保在更换比色皿支架时比色皿不会移位。

4. 轻轻将比色皿架放回流通池装置中，直到其牢牢固定为止。
5. 关闭门：
 - 为避免后续获得无效的色谱结果，比色皿测量完成后，请从检测器上取下比色皿，然后重新安装空的比色皿架。
 - 关闭门后再恢复正常运行，以维持最佳系统性能。
6. 插入盛有标准流动相的参比比色皿，并进行零测量。
7. 用盛有流动相中所溶解分析物的比色皿更换参比比色皿，并运行样品测量。
8. 使用存储、查看、减去并查看和重放等功能分析获得的数据。

3 维护检测器

本章将介绍维护 2998 PDA 检测器的良好运行状态必须定期执行的维护步骤。

3.1 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。Waters 的网站包括全球范围内 Waters 所在地的电话号码和电子邮件地址。请转到 www.waters.com，然后单击 About Waters（关于 Waters）。

联系 Waters 时，请准备好提供以下信息：

- 故障现象性质
- 仪器序列号
- 溶剂
- 方法参数（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

有关报告运输损坏和提出索赔的详细信息，请参阅《Waters 许可、质保和支持服务》。

3.2 维护注意事项

3.2.1 安全和处理

对 2998 PDA 检测器进行维护时，请遵守以下警告和注意事项。

 **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，

- 请勿打开检测器的盖子；检测器中没有需要用户维护的组件。
- 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。

! **注意：**为避免损坏电气组件，请勿断开仍连接在交流电源上的仪器或设备的电气装置。要完全断开检测器的电源，请将电源开关置于“关”位置。然后从装置的后面板或从墙壁插座中断开并拔下电源线。断开电源后，请等待 10 秒钟后再断开装置。

3.2.2 备件

Waters 建议只更换本文档提到的零部件。有关备件的详细信息，请参阅下列来源：

- Waters 网站 Services/Support (服务/支持) 页上的 Waters Quality Parts[®] Locator
- 2998 PDA 检测器备件列表 (部件号 71500121906)

3.3 日常维护

2998 PDA 检测器需要的日常维护很少。

为获得最佳性能，请按下列方法操作：

- 定期更换 HPLC 系统中的溶剂容器过滤器。
- 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。
- 每次关闭检测器时，先用 HPLC 级水，然后用 5% 到 10% 的甲醇溶液将缓冲流动相从检测器中冲洗掉。这样做可以防止出现下列问题：
 - 堵塞溶剂管路和流通池
 - 损坏检测器组件
 - 微生物生长

3.4 维护流通池

2998 PDA 检测器流通池出现下列情况时需要进行维护：

- 参比光谱发生变化。
- 池液渗出排放管。
- 检测器无法初始化，但灯可以维护。
- 检测器产生高反压。

提示：除流通池有污物外，其它情况可能导致灯光强度降低。有关详细信息，请参阅第 4 章。

维护流通池包括下列任务：

- 冲洗
- 拆卸
- 拆分和清洗
- 安装备件

3.4.1 冲洗流通池

必备工具和材料

- HPLC 级水
- HPLC 级甲醇

如果需要清洁流通池，应首先用溶剂进行冲洗。

要冲洗流通池：

1. 请选择与之前所用样品和流动相混溶的溶剂。如果使用了缓冲液，则用 10 mL HPLC 级水冲洗流通池，然后再用 10 mL 表面张力较低的溶剂（如甲醇）进行冲洗。

要求：请确保溶剂能够与前一种流动相混溶。

2. 通过执行“读取”能量诊断测试来测试能量（请参阅第 51 页）。

注：如果诊断测试失败且使用时间不超过 2000 小时或自购买之日起 1 年（以先到者为准），请致电 Waters 技术服务（请参阅第 43 页）。

3.4.2 更换流通池

必备工具和材料

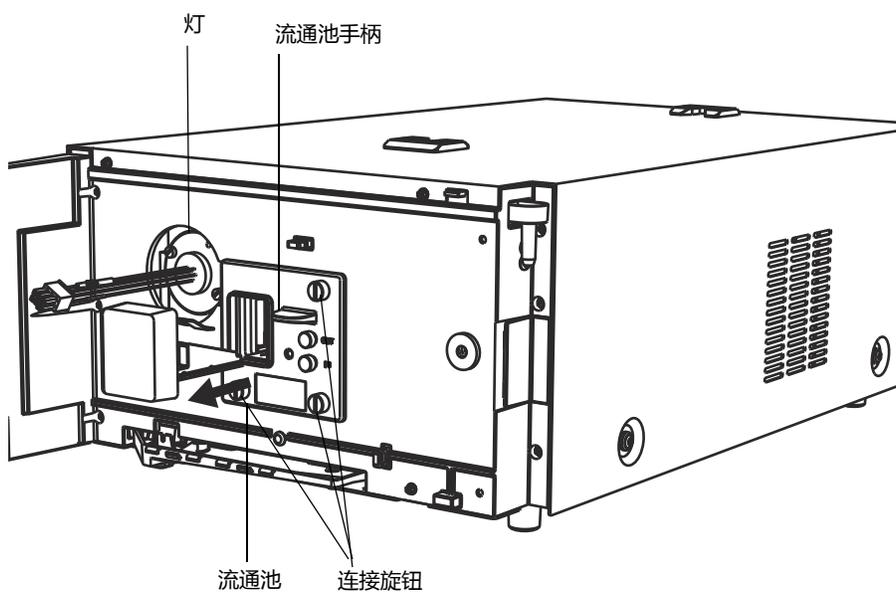
- 1/4 in 平头螺丝刀
- 流通池

要更换流通池：

1. 关闭检测器的电源。
2. 停止溶剂液流。
3. 打开门。
4. 断开色谱柱出口管路与流通池入口的连接。

5. 断开废液管与流通池出口的连接。

图 3-1: 2998 PDA 检测器的分析流通池

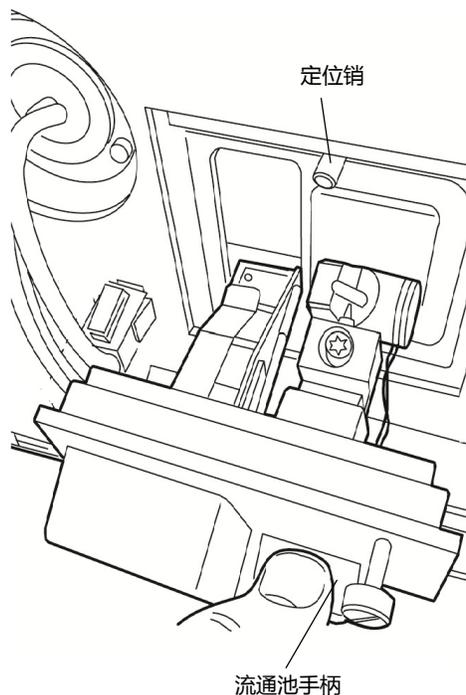


6. 拆卸流通池：
 - 使用 1/4 in 平头螺丝刀拧松流通池装置前样品板上的三个连接旋钮。
 - 抓住手柄并将流通池装置朝身体方向轻轻拉动。
7. 拆开包装并检查新的流通池。
8. 让流通池装置对准开口，然后将其插入光学台。

提示： 请注意，流通池使用光学台上的定位销。

9. 轻轻推动装置的前部直到对准前定位销。

图 3-2: 安装分析流通池装置：



10. 继续插入流通池，直至三颗连接旋钮与隔板中相应的孔对齐。
注：为防止流通池受到束缚，并确保其正确安装在隔板中，请一边紧固装配螺钉一边将流通池向前推。
11. 用手尽可能拧紧连接旋钮，然后再用 1/4 in 平头螺丝刀稍稍紧固。
12. 将色谱柱出口管路连接到流通池入口。
13. 将废液管连接到流通池出口。
14. 关闭门。
15. 在打开检测器电源之前，用溶剂灌注系统以使流通池充满，从而排除所有空气。

3.5 更换灯

如果灯连续多次不能点亮或者 2998 PDA 检测器不能校正，请更换灯。

检测器的光源灯保证可以点亮并通过 2000 小时或自购买之日起 1 年（以先到者为准）的启动诊断测试。



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



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：

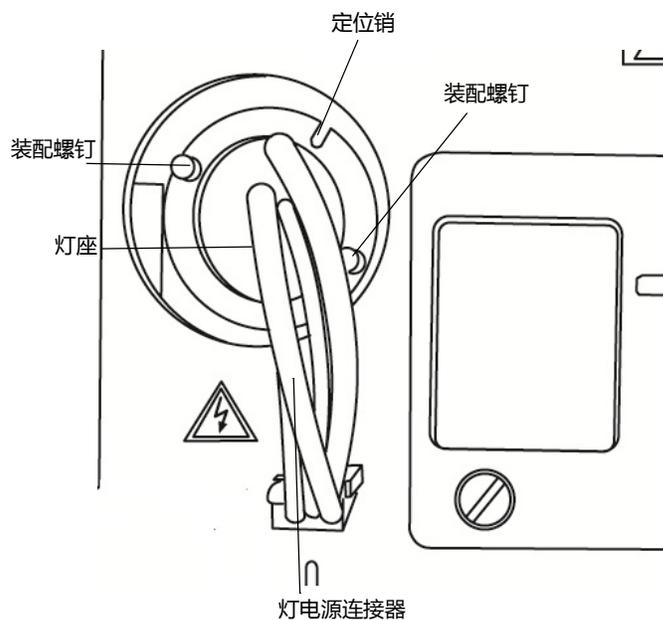
1. 关闭灯的电源。
2. 关闭检测器的电源，并从后面板处断开电源线。
3. 让灯冷却 30 分钟。



警告：灯和灯罩可能很热。请先关闭检测器的电源并让这些组件冷却 30 分钟，然后再触摸它们。

4. 打开门。
5. 从检测器中取下灯电源连接器。

图 3-3: 灯组件





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。Waters 建议在处理旧灯之前将其置于其替换灯的包装中，使其得到适当的缓冲。

6. 拧松灯座中的两颗装配螺钉，然后轻轻从灯罩中取出灯。

要安装灯：



注意：为避免灯性能受影响，请勿触摸玻璃灯泡。如果灯泡需要清洁，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。

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. 将灯放置到位，使灯座底板上的开口位于 1 点钟位置，并且与灯罩中的定位销对齐。
4. 轻轻将灯向前推动，直至其底部固定到位，并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。

5. 拧紧两颗装配螺钉，然后重新连接灯电源连接器。
6. 关闭门。
7. 接通检测器电源，然后先等待 1 小时使灯预热，再继续操作。

提示：开关检测器的电源（即，关闭仪器的电源然后再打开）会启动检验过程。

8. 在控制台中，选择“维护” > “更换灯”。
9. 在“更换灯”对话框中，单击“新灯”。
10. 在“新灯”对话框中，键入新灯的序列号（参阅灯连接器线上附带的标签），然后单击“确定”。

3.6 更换保险丝



警告：为避免电击，在检查保险丝之前，请关闭 PDA 检测器的电源并拔掉插头。为了防止发生火灾，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。

2998 PDA 检测器需要两根 100 到 240 Vac、50 到 60 Hz、F 3.15 A、250 V（快熔）、5 × 20 mm (IEC) 的保险丝。

出现以下事件时，应怀疑保险丝断开或存在故障：

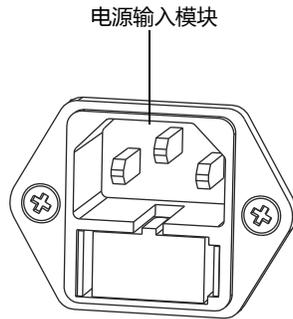
- 检测器电源无法打开。
- 风扇不运行。

要更换保险丝：

要求：即使只有一根保险丝断开或出现故障，也请更换两根保险丝。

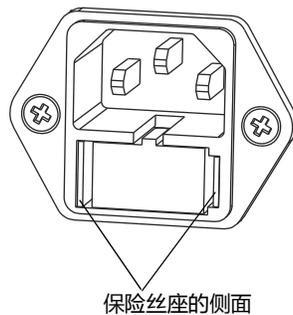
1. 关闭检测器的电源，并从电源输入模块中断开电源线。

图 3-4: 电源输入模块



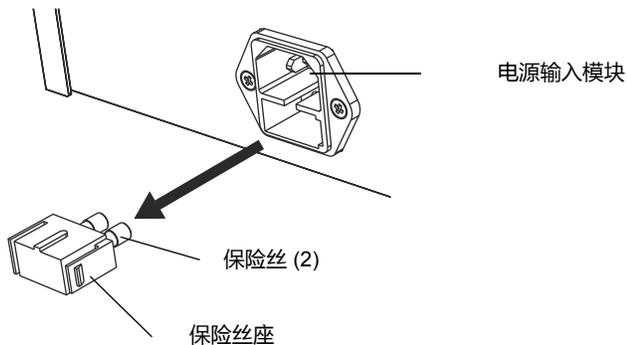
2. 捏住弹簧式保险丝座的侧面，该保险丝座位于检测器后面板的电源输入模块下方。

图 3-5: 弹簧式保险丝座的侧面



3. 用最小的压力抽出弹簧式保险丝座。

图 3-6: 拆卸保险丝座



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

4 诊断测试和故障排除

排除 2998 PDA 检测器的故障时，请参阅本章。但请记住，检测器只检测系统的综合属性。因此，明显的检测器故障很有可能来源于色谱或其它的系统仪器。

4.1 诊断测试

检测器会在启动时自动运行一系列内部诊断。检测器前面的提示 LED 和色谱数据软件工作站中的信息将显示测试结果。

如果必须确定检测器运行期间产生故障的原因，可在色谱数据软件工作站上运行相同的内部诊断测试。PDA 控制台（从色谱数据软件访问）中也可获取有关检测器性能的详细信息。

4.1.1 验证检测器校正

请先拆下流通池并更换，然后再验证检测器校正。在打开检测器电源之前，用溶剂灌注系统以使流通池充满，从而排除所有空气。为确保正确校准和校正检测器，在开启检测器电源之前请使用溶剂填充流通池。空流通池会导致校正错误。

建议：流通池中的杂质可能会影响波长验证结果。在进行校正之前，请确保流通池清洁。

要检验检测器的校正情况：

1. 请选择与之前所用样品和流动相混溶的溶剂。
要求：如果使用了缓冲液，则用 10 mL HPLC 级水冲洗检测器，然后再用 10 mL 表面张力较低的溶剂（如甲醇）进行冲洗。溶剂必须与之前的流动相易于混溶。
2. 在控制台的系统树中，选择“2998 PDA 检测器”。
3. 在“PDA 检测器”信息窗口中，单击“维护” > “检验校正” > “开始”。
结果：测试时间会显示在“运行时间”柱形图中。
4. 查看“结果”窗格中的测试结果，确认检测器是否通过测试。
规则：最大偏差必须在标准校正的 ± 1 nm 范围内。
提示：如果测试返回失败结果，请冲洗流通池，然后再次执行此步骤。
5. 单击“关闭”。

4.1.2 如何读取灯能量

建议：流通池中的杂质可能会影响灯能量的读取。在读取灯能量前，请确保流通池清洁。

要读取灯能量：

1. 在控制台的系统树中，选择“2998 PDA 检测器”。
2. 在“PDA 检测器”信息窗口中，单击“维护” > “读取能量” > “读取”。
结果：出现“读取能量”对话框。
3. 单击“关闭”。

4.1.3 执行钨校正

建议：流通池中的杂质可能会影响波长校正。在进行校正之前，请确保流通池清洁。

开始此过程前，必须按第 2 章所述设置并配置检测器。

在启动验证序列过程中，2998 PDA 检测器将执行钨校正，也可以手动启动此程序。

注：

- 该程序会对谱库匹配和峰纯度校正产生负面影响。
- 每次执行任何校正程序时都需重新采集谱库。有关详细信息，请参阅第 5 章。

要启动手动钨检验：

1. 在控制台的系统树中，选择“2998 PDA 检测器”。
2. 在“PDA 检测器”信息窗口中，选择“故障排除” > “钨校正”。
3. 在“钨灯校正”对话框中，单击“优化曝光”，然后单击“开始”。
结果：检测器将过滤器移至钨过滤器位置，找到 256.5、378.9、521.4 nm 处的钨吸光度峰和 656.1、486.1 nm 处的氙发散线。
要求：最大偏差必须在 ± 1 nm 范围内。
4. 单击“停止”。
结果：钨过滤器移回原位置。
5. 单击“保存” > “确定” > “关闭”。

4.1.4 如何读取校正值

要读取校正正常数：

1. 在控制台的系统树中，选择“2998 PDA 检测器”。
2. 单击“故障排除” > “校正值”。
3. 在“校对值”对话框中，单击“读取”，然后关闭。

4.1.5 显示后面板接口连接

使用控制台可以确定检测器后面板上输入/输出信号连接或接线端子的状态。此屏幕可显示仪器信号连接的实时状态。绿色 LED 符号提示信号线缆已连接到端子。红色 LED 符号提示信号线缆未连接到端子。



要显示 2998 PDA 检测器后面板接口连接：

1. 在控制台的系统树中，选择“2998 PDA 检测器”。
2. 在 PDA 检测器信息窗口中，单击“故障排除” > “后面板”。

结果：出现“PDA 检测器后面板”对话框。

下表描述了 2998 PDA 检测器的 I/O 连接：

表 4-1: 2998 PDA 检测器模拟输出/事件输入连接

信号连接	说明
模拟 1 (出)	方法可编程模拟输出。
模拟 2 (出)	方法可编程模拟输出。
开关 1 (出)	控制定时事件或阈电平，它是用户可编程的辅助输出。
开关 2 (出)	控制定时事件或阈电平，它是用户可编程的辅助输出。
进样开始 (入)	通过触发运行时钟激活定时事件以启动。
灯开/关 (入)	触发输入后，灯将熄灭。
图表标记 (入)	将图表标记 (以全尺寸的 10%) 添加到一个或两个模拟输出通道 (信号输出 1 和信号输出 2)，并且可配置。
自动复零 (入)	计算一个偏移值，将该值添加到样品信号时，将使得到的基线信号复零。

4.1.6 更改后面板接口连接

通过后面板屏幕，可以打开和关闭某些输出连接。需要排除系统连接性问题时，打开或关闭输出连接会有帮助作用。

要更改 2998 PDA 检测器后面板接口连接：

1. 在控制台的系统树中，选择“2998 PDA 检测器”。
2. 在 PDA 检测器信息窗口中，单击“故障排除” > “后面板”。
3. 单击断开连接符号  关闭连接，然后 LED 将从红色变为绿色，也可根据需要打开连接。

限制：在“PDA 检测器后面板”对话框中，只有开关 1 和开关 2 输出可以修改。

4.2 一般故障排除

本节将给出可能的错误原因并建议排除故障的操作。切记检测器明显故障的实际原因可能是色谱，或者与其它系统部件有关。

相比较而言，大多数检测器故障较易于纠正。如果运行与故障对应的诊断并排除检测器的故障后，仍然不能纠正错误情况，请联系“Waters 技术服务”部门。

4.2.1 灯故障排除

流通池中存在气泡或灯安装不正确可能造成与灯相关的明显问题。在更换灯之前，请确保检测器池中盛满溶剂并且不含气泡，并且当前灯的安装正确。

如果检测器运行时间未达到 2000 小时或以上，冲洗流通池有时可以纠正灯强度过低这一明显问题。

流动相的吸光度会影响灯光外观强度。例如，水或乙腈在小于 220 nm 的波长下比甲醇更加透明。

4.2.2 电涌

电涌、线尖峰和暂态能源会对检测器操作产生负面影响。确保检测器使用的电源已正确接地，并且没有上述任何一种情况。

4.2.2.1 电源 LED

电源 LED 位于检测器前门上，提示仪器电源的状态。仪器正常工作时为稳定绿色。

4.2.2.2 灯 LED

灯 LED 位于电源 LED 的左侧，提示灯的状态。

表 4-2: 灯 LED 提示

LED 模式和颜色	说明
熄灭	提示检测器灯已熄灭。
稳定绿色	提示检测器灯已点亮且检测器通过了启动诊断测试序列。

表 4-2: 灯 LED 提示 (续)

LED 模式和颜色	说明
闪烁绿色	提示检测器正在初始化或正在验证波长校正。
闪烁红色	提示错误导致检测器停止。控制台的日志记录了可能造成操作失败的错误相关信息 另请参阅： 2998 PDA 检测器在线帮助
稳定红色	提示阻止进一步操作的检测器故障。重新开启检测器。如果 LED 仍为稳定红色，请联系 Waters 服务代表。

4.2.3 清除流通池中的气泡

能量偏低导致的灯点亮失败或参比光谱的改变会使流通池中产生气泡。气泡会导致基线异常，例如出现毛刺和漂移。

要从流通池清除气泡：

对于后续的分析，确保流经流通池的液体为已脱气的乙腈或甲醇，且流速在预期范围内。

4.2.4 检测器故障排除

表 4-3: 2998 PDA 检测器故障排除

故障现象	可能原因	纠正措施
两个 LED 不亮	无电源	1. 检查电源线连接情况。 2. 测试电源插座。
	保险丝断开 (失效) 或故障	更换保险丝 (请参阅第 49 页)。
参比光谱发生变化	流动相包含气体或被污染	准备新鲜的流动相并彻底脱气。
	流通池中滞留了一些气泡	复位流通池并检查其校准情况。 冲洗流通池 (请参阅第 45 页)， 或对检测器废液出口施加较小的反压 207 到 345 kPa (2 到 3 bar、 30 到 50 psi)。例如，请将一个长为 1 到 2 ft (30 到 60 cm)，内径 为 0.009 in (0.23 mm) 的管路连接到 检测器废液出口。
持续发出声响	检测器故障	重新开启检测器。
检测器未对控制台作出响应	线缆有故障或已断开	检查线缆连接、紧固连接器或更换 线缆。
	配置问题	检查以太网配置。有关详细信息， 请参阅 Empower 在线帮助。
灯的提示灯闪烁绿色且电源 提示灯为稳定绿色	检测器正初始化	无需任何纠正措施。等待初始化完 成 (两个提示灯均为稳定绿色)。

表 4-3: 2998 PDA 检测器故障排除 (续)

故障现象	可能原因	纠正措施
灯的提示灯闪烁红色且电源提示灯为稳定绿色	启动诊断测试失败	重新安装并检查流通池的定位 (请参阅第 47 页)。
		冲洗流通池 (请参阅第 45 页)。
	流通池污物导致光闸诊断测试失败	冲洗流通池 (请参阅第 45 页)。
	由于存在气泡, 到达光电二极管阵列的能量不足	冲洗流通池 (请参阅第 45 页), 或对检测器废液出口施加较小的反压 207 到 345 kPa (2 到 3 bar、30 到 50 psi)。例如, 请将一个长为 1 到 2 ft (30 到 60 cm), 内径为 0.009 in (0.23 mm) 的管路连接到检测器废液出口。
	灯光暗淡	更换灯 (请参阅第 48 页)。
光闸故障信息	光闸出故障	1. 从流通池中清除气泡 (请参阅第 55 页)。 2. 重新开启检测器。
排液管中有溶剂	流通池密封垫出现渗漏	更换流通池 (请参阅第 45 页)。
	流通池入口和出口接头出现渗漏	检查接头是否拧得过紧或未拧紧, 必要时更换接头。

5 光谱对比原理

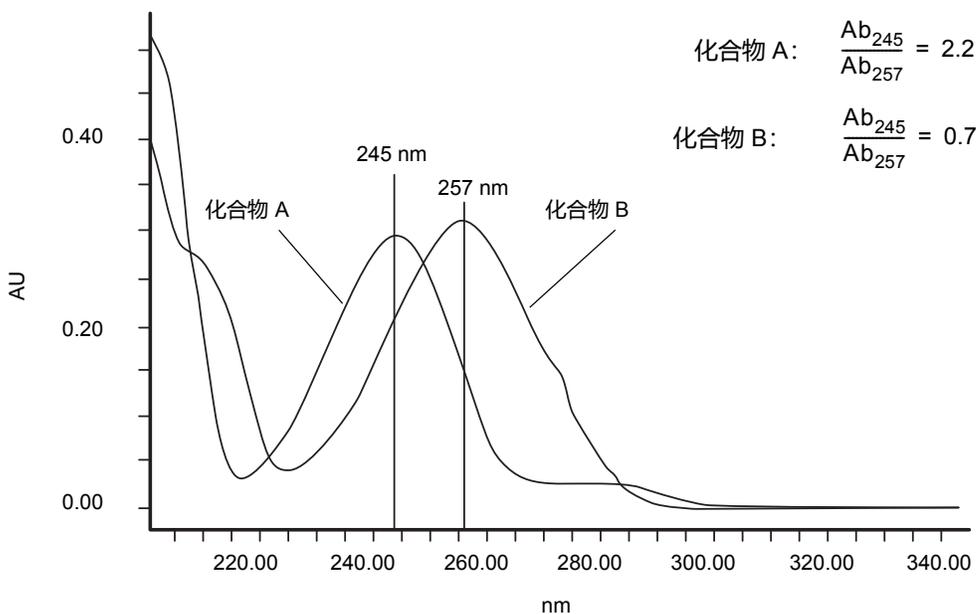
光谱对照算法将对检测器采集的样品的紫外/可见光吸光度光谱进行比较。本章将介绍该算法的原理，说明其如何利用吸光度光谱的形状差异。此外，还将说明光谱对比如何将光谱表示为向量，以确定光谱间的差异是由相同峰（共流出物）中存在多种化合物引起的，还是由噪音、测光误差或溶剂影响等不理想条件引起的。

5.1 比较吸光度光谱

在特定的溶剂和 pH 条件下进行测量时，可以使用化合物的吸收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图。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。

图 5-1: 比较两种化合物的光谱



5.2 将光谱表示为向量

光谱对比算法将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 吸光度单位 (AU) 的峰的浓度无关。

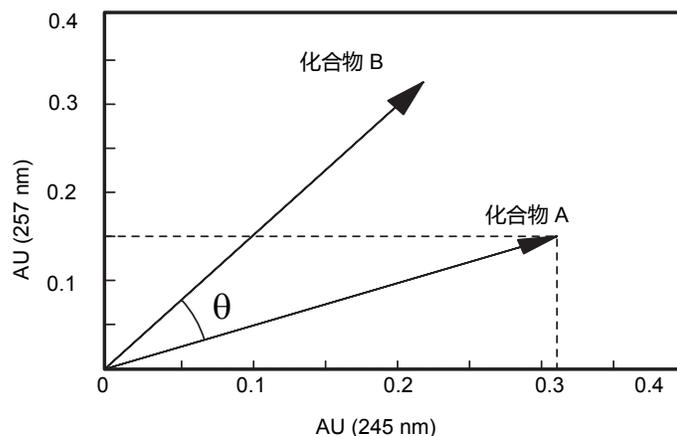
向量方向有助于标识化合物，因为方向是化合物吸收光谱的函数。光谱向量区分化合物的能力取决于光谱功能的分辨率。随着波长范围和光谱分辨率的提高，得到的光谱向量的精度也随之提高。由检测器得到的向量可包括 190 nm 到 800 nm 范围内的吸光度。要提高光谱的灵敏度，请将工作台分辨率设定为 1.2 nm。

提示：不包括没有分析物吸光度的波长。

5.2.1 由两个波长生成的向量

光谱对比算法使用向量来定性光谱。要理解向量的原理，请参阅包含两个向量（从前面图中的光谱获得）的下图。

图 5-2: 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。谱差角 (θ) 的差异反映了两种化合物在 245 nm 和 257 nm 波长处吸光度比率之间的差异。谱差角大于零表明光谱的形状存在差异（请参阅第 59 页上的“谱差角”）。

最后请注意，向量的长度与浓度成正比。

5.2.2 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，光谱对比算法将使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。系统通过数学方法比较两个光谱向量，计算谱差角。

与双波长比较一样， n 维空间中的零谱差角表示所有对应波长吸光度的比率都相同。相反，如果有任何一对吸光度的比率不同，则对应向量的指向也不同。

5.3 谱差角

相同形状光谱的向量指向相同的方向。不同形状光谱的向量指向不同的方向。任意两个光谱向量间的夹角，即谱差角，表示两个光谱的光谱向量方向差异。

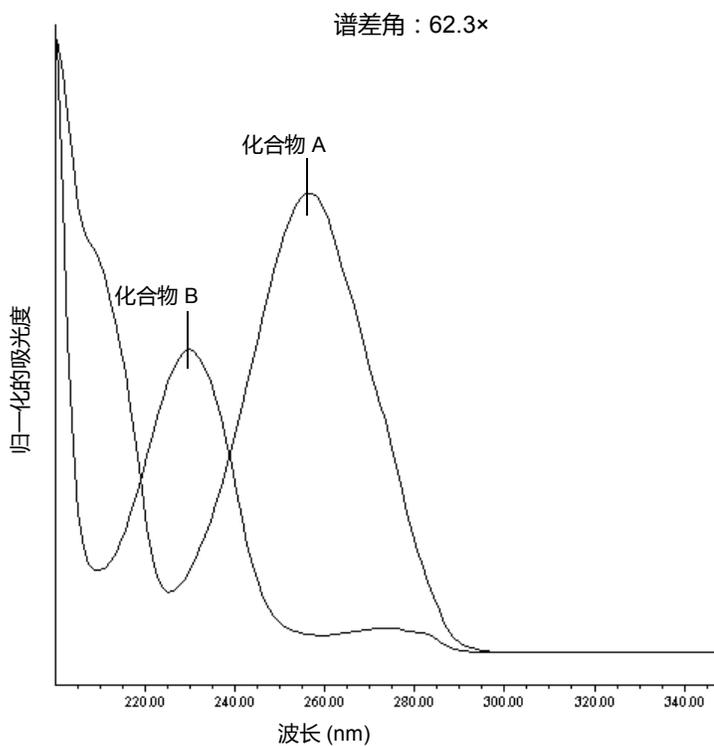
谱差角可在 0° 到 90° 之间变化。接近 0° 的谱差角表示比较的光谱在形状上几乎不存在差异。比较同一光谱得到的谱差角刚好为 0° 。最大为 90° 的谱差角表示两个光谱在任意波长均不重叠。

为了说明谱差角与光谱形状差异间的关系，考虑以下三幅图中所示的光谱对。

5.3.1 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。因此产生很大的谱差角 (62.3°)。

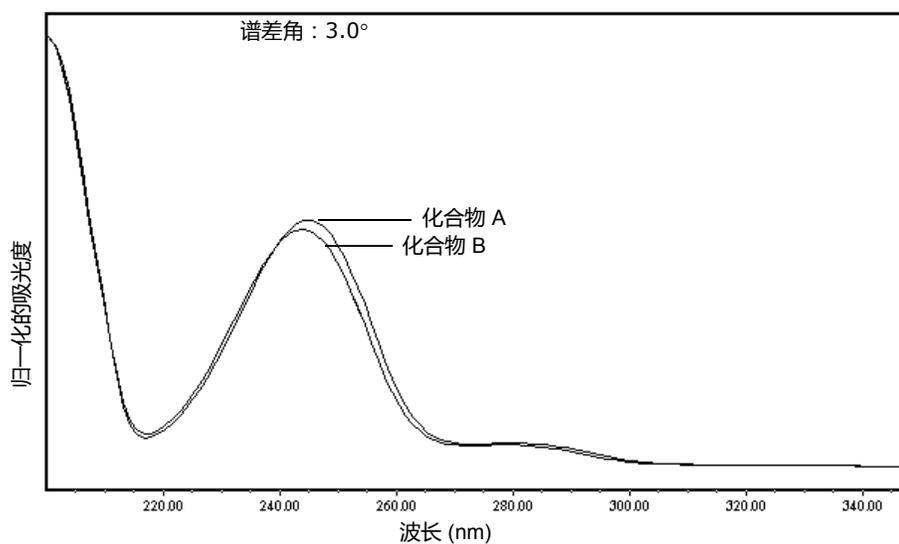
图 5-3: 产生很大谱差角的光谱



5.3.1.1 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。因此产生很小的谱差角 (3.0°)。

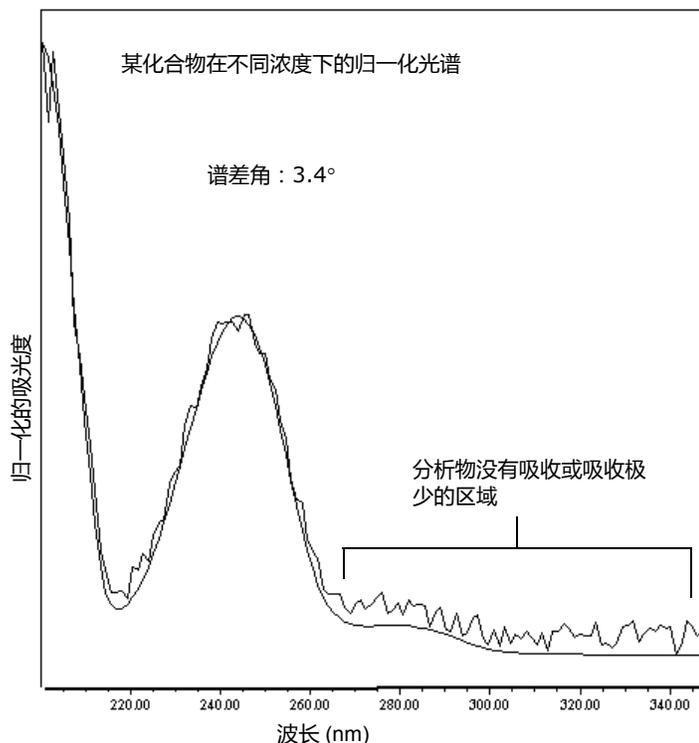
图 5-4: 具有较小谱差角的光谱



5.3.2 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（有高低两种浓度）的吸收光谱形状的影响。请注意：该化合物吸收光谱间的谱差角仅为 3.4° 。

图 5-5: 某化合物在两种浓度下的归一化吸光度光谱



5.4 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

此类来源的光谱变化可影响化学纯度、基线分离峰而呈现出小幅度的光谱不均。通过比较谱差角与阈值角（请参阅第 62 页），可以评估光谱不均的程度。

5.4.1 检测器噪音

统计变化及热变化会增加检测器吸光度测量的电子噪音。噪音表现为基线波动，也称为基线噪音。统计变化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。

5.4.2 测光误差

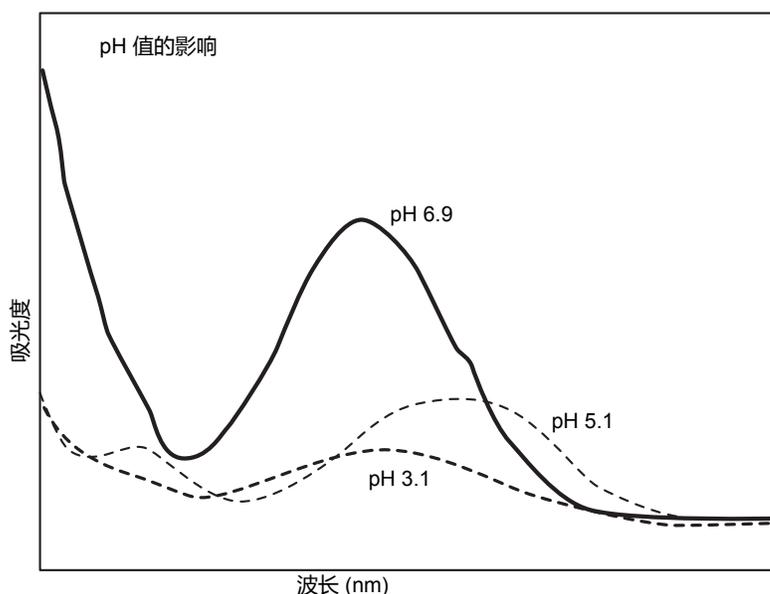
在高吸光度（通常大于 1 AU）下，测光误差引起的混合影响会使结果略微（约为 1%）偏离比尔定律。尽管这一水平的测光误差对定量的影响可以忽略，但它们却可能成为光谱不均的重要来源。为了将所有光谱对比操作的测光误差影响降至最低，应将化合物的最大光谱吸光度控制在 1 AU 以下。请注意，流动相的吸光度会缩小现行的线性动态范围，减少量为流动相在每个波长的吸光度。有关流动相吸光度的示例，请参阅附录 C。

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

5.4.3 溶剂变化

如果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，请参阅下图。

图 5-6: pH 值对对氨基苯甲酸吸光度光谱的影响



5.4.4 阈值角度

除了计算谱差角外，光谱对比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谱差角。

比较谱差角及其阈值角有助于确定光谱间的形状差异是否显著。通常，谱差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重大差异。谱差角大于其阈值角表明形状差异是由光谱间的重大差异引起的。在进行自动光谱对比时，光谱的最大吸光度不得超过 1 AU。

A 安全忠告

Waters 仪器及设备会显示危险符号，这些符号用于警示用户与产品的操作和维护相关的潜在危险。这些符号还会显示在产品手册中，并带有介绍这些危险以及告诉您如何避免这些危险的文字说明。本附录介绍的安全符号和说明适用于 Waters 提供的所有产品。

A.1 警告符号

警告符号将提醒用户注意与仪器或设备的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、维修或操作任何 Waters 仪器或设备时，请注意所有警告。对于安装、维修或操作任何仪器或设备的人员不执行安全预防措施而导致的伤害或财产损失情况，Waters 不承担任何责任。

以下符号提醒用户注意在操作或维护 Waters 仪器或设备或其组件时可能出现的危险。当以下符号出现在手册的叙述部分或步骤中时，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：**（尖头刺伤的危险。）

 **警告：**（手部挤压受伤的危险。）

 **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。）



警告：（倾倒危险。）



警告：（爆炸危险。）



警告：（高压气体释放危险。）

A.1.1 特定警告

以下警告（符号和文字）可能出现在特定仪器和设备的用户手册中，以及粘贴在这些仪器或其组件上的标签中。

A.1.1.1 爆裂警告

该警告适用于安装有非金属管的 Waters 仪器和设备。



警告：为避免因非金属管材爆裂而受伤，此类管材加压时，在其附近工作请注意做好以下预防措施：

- 佩戴护目镜。
- 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与之化学不相容的化合物：例如，四氢呋喃、硝酸以及硫酸。
- 请注意，某些化合物（例如二氯甲烷和二甲基亚砷）会导致非金属管材的膨胀，膨胀管材的抗压能力将显著降低，更容易破裂。

A.1.1.2 生物危害警告

以下警告适用的 Waters 仪器和设备可处理可能造成生物危害的材料：含有能对人体造成危害的生物制剂的物质。



警告：为避免具有潜在传染性的人体来源产品、去活的微生物和其它生物材料造成传染，请将处理的所有生物液体都视为具有传染性。

最新版本的美国家卫生研究院 (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。

请始终遵守“优良实验室规范 (GLP)”，尤其是在使用有害物质时，并就有关正确使用和处理传染性物质的方法咨询所在组织的生物危害安全代表。

A.1.1.3 生物危害和化学危险警告

这些警告适用于可处理生物危害性物质、腐蚀性材料或有毒材料的 Waters 仪器和设备。



警告：为避免人员受到生物危害性物质、有毒物质或腐蚀性物质的污染，必须知晓与处理相关的危害。

最新的“国家研究委员会”出版物 *Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards*（《实验室谨慎操作：化学危险品的处理与管理》）中提供了正确使用和处理此类材料的指导原则。

请始终遵守“优良实验室规范 (GLP)”，尤其是在使用有害物质时，并就有关处理此类物质的方案咨询所在组织的安全代表。

A.2 注意

在使用或不当使用仪器或设备可能会对其造成损坏或影响非临床样品完整性的位置，将标有注意事项。惊叹号及其相关说明文字提醒用户此类风险。

！ 注意：为避免损坏仪器外壳，请勿使用磨蚀性材料或溶剂清洗。

A.3 溶剂瓶禁止符号

“溶剂瓶禁止”符号用于提醒用户注意溶剂溢出导致设备损坏的危险。



禁止：为避免溢出溶剂导致设备损坏，请勿将溶剂瓶直接放置于仪器、设备顶部或其前部边缘。应将溶剂瓶放置在溶剂瓶托盘内，该托盘可在发生溢出时充当第二层保护。

A.4 必要保护措施

“佩戴护目镜”和“穿戴防护手套”符号用于提醒用户需要穿戴个人防护装备。请根据所在组织的标准操作程序选择适当的防护装备。



要求：重新填装或更换溶剂瓶时，请佩戴护目镜。



要求：处理样品时，请戴上干净、耐化学物质的无粉手套。

A.5 适用于所有 Waters 仪器和设备的警告

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砷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。

A.6 实施保险丝更换的警告

以下警告适用于配备有用户可更换保险丝的仪器和设备。说明保险丝类型和额定值的信息有时（并非始终）会标注在仪器或设备上。

仪器或设备上标注有信息时请按照如下所述查找保险丝的类型和额定值



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。

仪器或设备上未标注有信息时请按照如下所述查找保险丝的类型和额定值



警告：为了避免火灾，应更换“维护步骤”一章的“更换保险丝”一节中介绍的相同类型和规格的保险丝。

A.7 电气和搬运符号

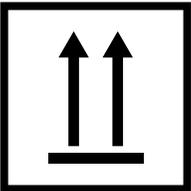
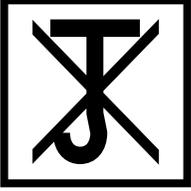
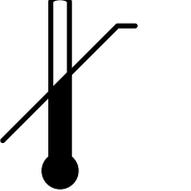
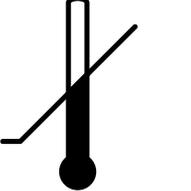
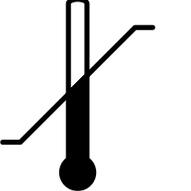
A.7.1 电气符号

以下电气符号及其相关说明文字可能显示在仪器手册中，以及仪器的前后面板上。

符号	说明
	电源打开
	电源关闭
	待机
	直流电
	交流电
	交流电（3相）
	安全接地
	框架或底盘，接线端
	保险丝
	功能接地
	输入
	输出

A.7.2 搬运符号

以下搬运符号及其相关文字说明可能显示在仪器、设备及组件发货外包装所粘贴的标签上。

符号	说明
	向上！
	防潮！
	易碎！
	请勿用钩！
	温度上限
	温度下限
	温度限制

B 规格

本附录列出了 2998 PDA 检测器的各项操作规格。

注：在开始执行性能测试前，请等待检测器预热至少 2 个小时，达到平衡状态（获得稳定基线）。

B.1 物理规格

下表列出了 2998 PDA 检测器的物理规格。

表 B-1: 物理规格

属性	规格
高度	20.8 cm (8.2 in)
宽度	34.3 cm (13.5 in)
深度	61.0 cm (24.0 in)
重量	14.5 kg (32.0 lb)

B.2 环境规格

下表列出了 2998 PDA 检测器的环境规格。

表 B-2: 环境规格

属性	规格
操作温度范围	4 至 40 °C (39 至 104 °F)
操作相对湿度	20% 到 80% , 无冷凝
运输及存储温度范围	-30 至 60 °C (-22 至 140 °F)
运输及存储湿度范围	20% 到 85% , 无冷凝
听得见的噪音 (源自仪器)	≤58 dBA

B.3 电气规格

下表列出了 2998 PDA 检测器的电气规格。

表 B-3: 电气规格

属性	规格
保护类别 ¹	I 类
过压类别 ²	II
污染程度 ³	2
防潮 ⁴	常规 (IPXO)
 线电压, 额定	接地 AC
AC 线电压	100 到 240 Vac, 额定
频率	50 到 60 Hz
保险丝	两根保险丝: 100 到 240 VAC, 50 到 60 Hz F 3.15 A 250 V 快熔, 5 × 20 mm (IEC)
功耗	195 VA, 额定

- I 类防护** - 仪器内使用的绝缘方案可预防电击。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针 (地针)。
- II 类过压** - 属于使用本地级电源的仪器 (如墙壁电源插座)。
- 2 级污染** - 电路污染的量度, 电路污染可能会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。
- 防潮** - 常规 (IPXO), IPXO 表示没有用于防止任何滴落或溅射的水珠的“入口保护”。X 为占位符, 表示防尘保护 (如果适用)。

B.4 性能规格

下表列出了 2998 PDA 检测器的性能规格。

表 B-4: 性能规格

属性	规格
波长范围	190 到 800 nm
带宽	1.2 nm
光电二极管	512
数字分辨率	1.2 nm/像素
波长准确度	±1.0 nm (通过获得专利的铟 ¹ 过滤器)
波长重复性	±0.1 nm
数字过滤器	随采样速率变化
次级过滤器	固定, 371 nm 到 800 nm

表 B-4: 性能规格 (续)

属性	规格
基线噪音, UV (干燥) ²	$\leq 10 \times 10^{-6}$ AU, 峰到峰 过滤器 = 1 s, 30 s 区间 波长 = 254 nm 带宽 = 3.6 nm (3 像素组) 流通池 = 干分析池, 10 mm 采样速率 = 2 pt/s
基线噪音, UV (潮湿 ³) ^b	$\leq 10 \times 10^{-6}$ AU, 峰到峰 过滤器 = 1 s, 30 s 区间 波长 = 254 nm 带宽 = 3.6 nm (3 像素组) 流通池 = 分析, 10 mm 采样速率 = 2 pt/s 流速 = 0.5 mL/min 溶剂 = 水/乙腈, 90:10
漂移, UV (干燥) ^b	$\leq 1.0 \times 10^{-3}$ AU/h 过滤器 = 1 s, 30 s 区间 波长 = 254 nm 带宽 = 3.6 nm (3 像素组) 预热时间 = 60 min 环境稳定性 = ± 2 °C/h 流通池 = 干燥分析型, 10 mm 采样速率 = 2 pt/s
线性 ^b	<5%, 2.0 AU, 羟苯甲酸丙酯系列, 257 nm, 分析型流通池
采样速率	1、2、5、10、20、40 和 80 Hz

1. 美国专利号 6,423,249 和 6,783,705

2. 不同于记录的偏差, 遵循 ASTM 1657-98

3. 潮湿测试应使用 90:10 的水/乙腈溶液, 以便将 230 nm 处的氧气影响降至最低。90:10 的水/甲醇可以用合适的溶剂条件代替。

B.5 光学组件规格

下表列出了 2998 PDA 检测器的光学组件规格。

表 B-5: 光学组件规格

属性	规格
光源	氙弧灯, 2000 小时或 1 年质保 (以先到者为准), 从前面更换
流通池设计	TaperSlit™ ¹
氮气清除	清除接头安装在底盘的后面
光程	10 mm (分析型流通池)
池体积	8.4 µL (分析型流通池)
压力限制	6895 kPa (69 bar, 1000 psi)
潮湿材料	<ul style="list-style-type: none"> 标准: 316 不锈钢、含氟聚合物、熔融石英、PEEK™ ACQUITY Arc® Bio: 含氟聚合物、熔融石英、MP35N、PEEK、钛

1. 美国专利号: 5,883,721

B.6 流通池规格

下表列出了 2998 PDA 检测器的流通池规格。在 ACQUITY Arc 系统中, 低扩散分析型流通池是标准配置。在 ACQUITY Arc Bio 系统中, 惰性、低扩散分析型流通池是标准配置。在 Alliance® HPLC 系统中, 分析流通池是标准配置; 而自动净化型、微孔型和半制备型为可选流通池。

表 B-6: 2998 PDA 检测器流通池规格

说明	体积 (µL)	光程 (mm)	管路内径 (in)		压力额定值 (kPa/bar/psi)
			入口	出口	
分析型	8.4	10.0	0.010	0.010	6895/69/1000
低扩散分析型	8.4	10.0	0.005	0.005	6895/69/1000
惰性、低扩散性分析型	8.4	10.0	0.005	0.005	6895/69/1000
自动净化型					
• 分析型	12.3	0.5	0.010	0.040	13,790/138/2000
• 制备型			0.040		
微孔型	2.7	8.0	0.005	0.005	6895/69/1000
半制备型	16.3	3.0	0.020	0.020	6895/69/1000
比色皿	不适用	10.0	不适用	不适用	不适用

C

溶剂注意事项

本附录包含操作或维护 2998 PDA 检测器时必须考虑的某些溶剂注意事项。



警告：为避免化学危险，操作系统时请始终遵守“优良实验室规范”。

C.1 引言

C.1.1 洁净溶剂

使用洁净溶剂能提供可重现的结果，并可最大程度减少仪器维护的工作量。

脏溶剂会导致基线噪音和漂移，且其中所含的颗粒物还会堵塞溶剂过滤器。

C.1.2 溶剂质量

使用 HPLC 级溶剂可获得可能的最佳结果。溶剂使用前应经过 0.45 μm 的过滤器过滤。经过蒸馏的溶剂不同批次之间的纯度通常保持不变，使用它们能够确保获得最佳的结果。

C.1.3 准备审核表

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。
- 根据需要搅拌缓冲液和混合流动相。
- 将溶剂保存在不通风且免受震动的位置。

C.1.4 水

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过滤，使用前应采用 0.45 μm 膜式过滤器进行过滤。

C.1.5 使用缓冲液

使用缓冲液时，首先溶解盐，调整 pH 值，然后过滤以去除不溶解的物质。

C.1.6 四氢呋喃

使用不稳定的四氢呋喃时，请确保溶剂是新鲜的。先前打开过的瓶装四氢呋喃含有过氧化物杂质，将导致基线漂移。



警告：如果浓缩或干燥四氢呋喃杂质（过氧化物）可能有爆炸的危险。

C.2 溶剂混溶性

更换溶剂之前，请参阅下表确定所用溶剂的混溶性。更换溶剂时，应注意以下混溶性原则：

- 更换两种相溶性溶剂时可以直接进行，但更换两种不能完全相溶的溶剂（例如，由三氯甲烷更换为水）时，则需要使用中间溶剂（如，异丙醇）。
- 温度会影响溶剂的混溶性。如果运行高温度的应用，需考虑较高温度对溶剂溶解性的影响。
- 溶解在水中的缓冲液与有机溶剂混合时可能会产生沉淀。

从强缓冲液转换为有机溶剂时，应在添加有机溶剂前用蒸馏水冲洗系统，以便彻底除去缓冲液。

表 C-1: 溶剂混溶性

极性指数	溶剂	粘度 CP, 20 °C	沸点 °C (1 atm)	混溶性值 (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	二苄醚	5.33	288.3	--	--
3.4	二氯甲烷	0.44	39.8	20	245
3.7	氯化乙烯	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

表 C-1: 溶剂混溶性 (续)

极性指数	溶剂	粘度 CP, 20 °C	沸点 °C (1 atm)	混溶性值 (M)	λ 截止值 (nm)
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	吡啶	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
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	二甲基亚砷	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	--	--

C.2.1 如何使用混溶性值

使用混溶性值 (M 值) 可预测某液体与标准溶剂的混溶性 (请参阅第 74 页)。

要预测两种液体的混溶性, 请用较大的 M 值减去较小的 M 值。

- 如果两个 M 的差值小于或等于 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 °C 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 值:

- 第一个值通常低于 16, 表示与高亲油性溶剂的可混溶度。
- 第二个值适用于表的另一端。如果两个值间的差值较大, 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 值 0 和 32。具有双重 M 值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，可在 M 值系统中对该溶剂进行分类。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.3 缓冲溶剂

如果使用缓冲液，请使用高质量的试剂并通过 0.45 μm 的过滤器进行过滤。

使用后切勿使缓冲液留存在系统中。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% HPLC 级水：10% 甲醇的混合溶液进行冲洗）。如果是喷射型设备，则最少使用 15 mL 冲洗液，如果设备安装有在线真空脱气机，则最少使用 45 mL 冲洗液。

C.4 泵头高度

将溶剂容器放在高于 HPLC 设备的水平处，或者放在泵或检测器顶部（带有适当的溢出保护）。

C.5 最小管路弯曲半径

弯曲管路时，请参考下表。管路弯曲半径不得小于所示的弧度。图示比例为 1:1，因此本图可作为模板使用。

图 C-1: 不锈钢管路的最小弯曲半径

管路大小（外径）	最小弯曲半径
1/16 in 或更小的管路	1/4 in 
1/8 in 管路	1/2 in 

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。

如果不清楚压力改变对分析的影响程度，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

流动相方面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。

通过脱气可以提供

- 稳定的基线和增强的灵敏度；
- 洗脱峰的保留时间重现性；
- 定量进样体积的重现性；
- 稳定的泵操作。

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。

C.7.1.1 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该气体相似的分子间吸引力的溶剂内（相似相溶）。

C.7.1.2 温度的影响

温度影响气体的溶解度。如果溶解热是放热，则加热溶剂时气体的溶解度会减少。如果溶解热是吸热，则加热溶剂时气体的溶解度会增加。例如，温度升高时氦气在水中的溶解度会降低，而在苯中的溶解度会增加。

C.7.1.3 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相分压成正比。如果减少气体分压，则溶液内溶解的气体量也会减少。

C.8 溶剂脱气方法

本节介绍将有助于获得稳定基线的溶剂脱气技术。脱气溶剂也会改善重现性和泵的性能。

用户可以使用以下任意一种方法对溶剂进行脱气：

- 氦气喷射法
- 真空脱气法

C.8.1 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。气封可抑制空气的重吸收。

喷射法会更改混合溶剂的组成。

C.8.2 真空脱气法

在线真空脱气机采用亨利定律的原理除去溶剂内溶解的气体。亨利定律表明，气体溶解在液体内的摩尔分数与该气体在液面上部的气相分压成正比。如果液体表面气体分压降低（例如真空处理），则相应比例的气体量会离开溶液。

真空脱气法可能会更改混合溶剂的组成。

C.8.3 溶剂脱气注意事项

请为应用选择最有效的脱气操作方法。要迅速除去溶解的气体，需要注意下列事项。

C.8.3.1 喷射法

在检测器中，氦气喷射法会提供稳定的基线和比超声波更强的灵敏度，并抑制吸收空气中的气体。此法可延缓 THF 或其它过氧化物型溶剂的氧化过程。

C.8.3.2 真空脱气法

溶剂暴露在真空中的时间越长，其溶解的气体被除去的越多。两个因素影响溶剂暴露在真空中的时间：

- 流速 - 流速低时，大部分溶解的气体会在溶剂通过真空室时被除去。在更高流速时，每单位体积溶剂内除去的气体量会减少。
- 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。

C.9 波长选择

本节说明了以下各项的 UV 截止值范围

- 常见溶剂；
- 常见混合流动相；
- 发色团。

C.9.1 常见溶剂的 UV 截止值

下表显示了一些常见色谱溶剂的 UV 截止值（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-2: 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	吡啶	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

C.9.2 混合流动相

下表包含其它一些溶剂、缓冲液、去污剂和流动相的近似波长截止值。所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-3: 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 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/L	200
MES, 10 mM, pH 6.0	215	Waters PIC 试剂 B-6, 1 样品瓶/L	225
磷酸钾, 一元碱, 10 mM 二元碱, 10 mM	190 190	Waters PIC 试剂 B-6, 低 UV, 1 样品瓶/L	190
乙酸钠, 10 mM	205	Waters PIC 试剂 D-4, 1 样品瓶/L	

C.9.3 用于发色团检测的波长选择

大多数化合物中找到的某些功能团会选择性地吸收光。这些功能团（称为发色团）及其行为可以用于对样品分子的检测进行分类。

下表列出了一些常见的发色团及其检测波长 (λ_{\max}), 以及每个基团的摩尔吸光系数 (ϵ_{\max})。此信息可用作对特定分析选择最佳操作波长的指南。由于给定样品中可能存在差异, 因此可能有必要在波长范围内进行扫描, 以确定特定分析的最佳波长。

表 C-4: 典型发色团的电子吸光度范围 *

发色团	化学构造	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)
乙醚	—O—	185	1000		
硫醚	—S—	194	4600	215	1600
胺	—NH ₂	195	2800		
硫醇	—SH	195	1400		

表 C-4: 典型发色团的电子吸光度范围 (续) *

发色团	化学构造	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)	λ_{\max} (nm)	ϵ_{\max} (L/m/cm)
二硫化物	-S-S-	194	5500	255	400
溴化物	-Br	208	300		
碘化物	-I	260	400		
腈	-C≡N	160	-		
乙炔化物	-C≡C-	175-180	6000		
砜	-SO ₂ -	180	-		
肟	-NOH	190	5000		
叠氮基	>C=N-	190	5000		
乙烯	-C=C-	190	8000		
酮	>C=O	195	1000	270-285	18-30
硫酮	>C=S	205	强		
酯	-COOR	205	50		
乙醛	-CHO	210	强	280-300	11-18
羧基	-COOH	200-210	50-70		
亚砷	>S-O	210	1500		
硝基	-NO ₂	210	强		
腈	-ONO	220-230	1000-2000	300-400	10
偶氮	-N=N-	285-400	3-25		
亚硝基	-N=O	302	100		
硝酸盐	-ONO ₂	270 (肩峰)	12		
丙二烯	-(C=C) ₂ - (脂肪族)	210-230	21,000		
丙二烯	-(C=C) ₃ -	260	35,000		
丙二烯	-(C=C) ₄ -	300	52,000		
丙二烯	-(C=C) ₅ -	330	118,000		
丙二烯	-(C=C) ₂ - (脂环族)	230-260	3000-8000		
乙烯基/乙炔基	C=C-C≡C	219	6,500		
乙烯基/氨基	C=C-C=N	220	23,000		
乙烯基/羰基	C=C-C=O	210-250	10,000- 20,000		
乙烯基/硝基	C=C-NO ₂	229	9,500		

*Willard, H. H. 等. *Instrumental Methods of Analysis*, 6th ed. Litton Educational Publishing, Inc., 1981. 经 Wadsworth Publishing Co., Belmont, California, 94002 允许再版。

C.9.4 流动相吸光度

本节列出了常用流动相多个波长处的吸光度，仔细选择流动相可以减少基线噪音。

最适用的流动相是在选定检测波长处为透明的流动相。使用这种流动相，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”的吸光度。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。

提示：下表中的吸光度基于 10 mm 的光程长。

表 C-5: 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 (nm)									
	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), 新鲜的	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
缓冲液和盐										
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

表 C-5: 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 (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
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, 单碱 (KH ₂ PO ₄), 10 mM	0.03	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—
磷酸钾, 二元碱, (K ₂ HPO 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
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/L	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/L	2.46	2.50	2.42	2.25	1.83	0.63	0.07	<0.01	—	—
PIC B6 , 低 UV , 1 样品瓶/L	0.01	<0.01	—	—	—	—	—	—	—	—
PIC D4 , 1 样品瓶/L	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01

表 C-5: 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 (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
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