

PERKIN — ELMER

系 列 3 B 泵 部 件

仪 器 手 册 译 文

广 西 药 检 所 印

1 9 6 5

目录表

1	功用	1
A	手册范围	1
B	系列3B仪器组件结构	1
C	混合器	2
D	进样器	2
2	停放和安装	3
A	初步安装	3
B	提供的零件	3
C	电学联结	6
1	后面接线板	8
2	交流电输入板(位于仪器后面接线板上)	9
D	准备	10
E	泵的灌注	10
1	灌注步骤#1	10
2	灌注步骤#2	11
3	特殊的实验室要求	12
A	准备场地	12
B	电源要求	12
4	操作原理	13
A	概述	13
B	单泵方式	13
C	溶剂程序	13
D	流量程序	15
E	修改运行时间	16
5	工作特性	16
6	规格	19
A	泵规格	19

II

B	泵部件规格	19
7	操作仪器	20
A	控制器和指示器	20
1	控制器面板	20
2	显示器	28
3	边板	29
4	泵面板	31
B	准备	32
C	单泵操作	33
1	手动操作	33
2	设定程序	34
D	流量程序	35
1	一般知识	35
2	程序设定	35
E	溶剂程序	38
1	一般知识	38
2	设定程序	38
F	混合溶剂操作	40
G	泵的变换	40
H	进样	40
I	换溶剂	41
1	一般知识	41
2	相互可混的溶剂	41
3	不可混溶性溶剂	43
J	停机步骤	43
	操作概要	44
	A 概述	44
	B 计时钟	45

	C 显示实际值和设定值	45
	D 修改设定值	46
8	系列 3B 与 P-E Sigma 型系列控制台的使用	46
	A 装配	46
	1 装配系列 3B	46
	2 装配 Sigma 10 控制台	48
	B 操作系统	49
	1 要求	49
	2 启动顺序	50
9	操作预防和局限性	51
	A 预防	51
	1 腐蚀	51
	2 系统中增长的过量压力	51
	3 空气	52
	B 泵送系统的局限性	52
	C 溶剂	53
	D 溶剂输入过滤器	53
10	事故	54
	A 移去面板	54
	B 电源连接	54
11	检修和保养	54
	A 泵部件	54
	1 泵	54
	2 泵面板过滤器	64
	3 单向阀	68
	4 导管	68
	5 更换保险丝	71

B	故障排除	71
1	泵试验	72
2	移去俘获的空气	74
3	气泡试验	74
C	保养计划表	76
D	推荐的备用零件	77
E	过滤器清洗操作步骤	78
F	简略图和线路图	78
12	附件和选择	79
A	填充柱	79
B	进样器	80
1	调进样器	80
2	Rheodyne 进样器	80
C	检测器	82
D	记录器	82
E	有各种特点的附件	83
F	品质保证声明	84
附录 I	液体色谱溶剂极性和特性表	86
附录 II	普通发色团的紫外吸收带	88
附录 III	柱 + 溶剂选择指南	90
附录 IV	普通液相色谱试剂	91
附录 V	一般洗脱问题和它的解决法	92
附录 VI	液相色谱的基本概念	93
附录 VII	溶剂梯度的使用	104

1 功用 (FUNCTION)

1 A. 手册的范围

本仪器手册是供用户了解系列 3B 泵部件之用。用户应具有液相色谱法原理和应用知识。这些原理应用知识包括：

- a) 知道液相色谱系统中主要组成部分的作用；
- b) 在待进行分析类型的基础上选用柱的能力；
- c) 懂得选择溶剂和制备样品的原则；
- d) 懂得“紫外截止” (UV cutoff) 的概念；

用户若需要关于这些概念的介绍，则在本说明书末尾附录处载有证明有用的基本知识。说明书范围以外的进一步的知识，也可在 Snyder & Kirkland 所著 “Introduction to Modern Liquid Chromatography” 一书中找到。

除了给用户提供有关泵部件操作的知识外，本手册还包括安装和维修的操作步骤，也包括可用附件方面有用的资料 and 知识。

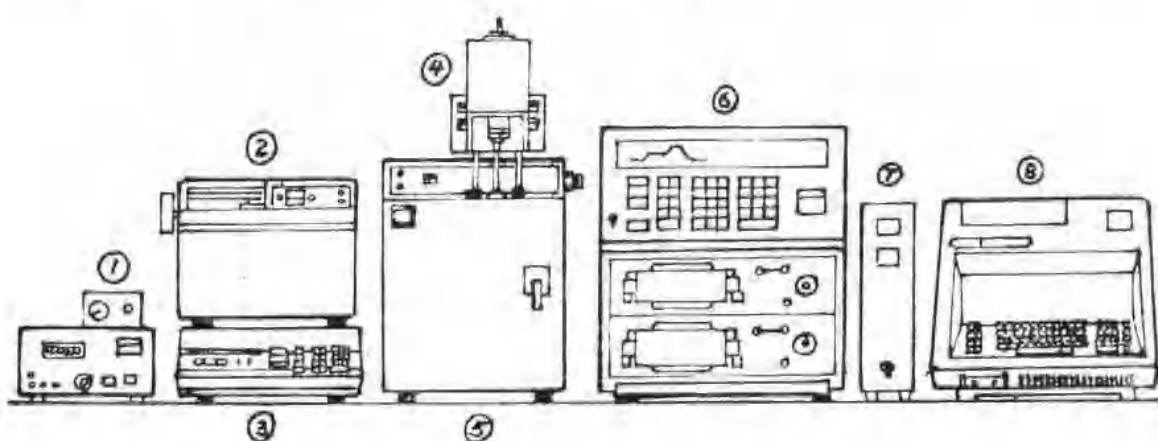
1 B. 系列 3B (SERIES 3B) 仪器组件结构

系列 3B 族仪器是组件结构，让用户从种* 仪器组合中选择。最完整型的液相系统是由 Series 3B 泵部件，LC-100 型柱温箱，自动控制的 LC-75 型检测器，P.E. Sigma 10 型控制台以及 LC-420 型自动进样器（见图 1）。本手册一般只阐述泵部件，但在第 8 节中对系列 3B 与控制台的使用作了详细报导。

系列 3B 由 2 个 6000 psi (磅/吋²) 的往复泵组成。这两个泵焊接到柱温箱和可调波长紫外检测器上。泵部件包含一个微型电子计标机部件用以控制泵。用户通过接合在部件上的键板和控制器或通过一个可选控操作的外接计标机来控制此往复泵系统。数据处理需要应用数据处理装置（例如，P.E Sigma 10 型控制台）。

基本仪器是一个泵送系统，由两个通过微型计标机控制流速的往复泵组成。两个泵泵送不同溶剂时，混合流动相的组成可以随着时间而变化，

然而流速保持恒定(溶剂程序)。同样地浓度固定而总流量可加程序(流量程序)。两个泵单独连接时,这个系统就提供两种单泵输出,这两种单泵输出能独立地选择流速输送溶剂(单泵方式)。



1 LC-420 Auto Sampler

5 LC-100 Column Oven

2 LC-75 Detector

6 Series 3B Pump Module

3 LC-75 Autocontrol

7 3001 Interface

4 Auto Sampler Injection Unit 8 Sigma 10 Console

Figure 1-1 - Typical Series 3B Chromatography System
(典型的系列3B液相色谱系统)

1C. 混合器

在附件柱接板上提供10呎(304 cm)蛇形管^{混合器}和常规的“T”形混合管接双通通用。见12节以及附件价目单供货参考。

动力液体混合器(254-0984)可作为系列3B的附件。这个混合器是分开安放的。

1D. 进样器

注射器针头最好用 2 吋 (5.08 cm) 长和 25 号或小于 25 号的。更大号针头有移动针套隔膜材料的趋势并堵住溶剂管路或针头本身。

建议采用 10 μ l Hamilton 注射器 (023-0113) 和 10 μ l SGE 69.0 MPa (10,000 psi) 注射器。

整个系列 3B 泵部件是用有空隙的方槽板安装起运的。供单通道或双通道用的柱接板附件可用于系列 3B。每一个柱接板装有一个 Rheodyne 进样器 (7105, 7010 或 7125 型)。7105 型阀进样器 (089-0932) 包括在柱接板用具 (Column Panel Kits) 0254-0515 和 0254-0525 内, 7125 型阀 (990-3557) 包括在 0254-0715 和 0254-0725 内, 7010 型阀包括在 0254-0615 和 0254-0625 内。作为分开附件的柱上隔膜进样器是可用的。查阅这些附件的价目单和可用隔膜的说明以及它们的特性。

2 停放和安装 (INSTALLATION AND SETUP)

2A. 初步安装

1. 拆开泵部件箱, 并将泵安放在工作台上。
2. 由用户提供洁净的溶剂罐, 安放在仪器顶端托盘面上。
3. 手边放一个适宜的废液貯放罐。
4. 阅读手册第 8 和第 9 节事故和预防。

2B. 提供的另件

下述的另件项目与仪器一起起运, 收到时如有短缺或损坏, 立即通知运输部门和 Perkin-Elmer 有限公司。

<u>P-E 另件编号</u>	<u>说明</u>	<u>数量</u>
254-0034	High Pressure Seal Insertion Tool	1
990-2128	Retaining Collar PTFE O-Ring	4

990-2232	Piston and Check Valve PTFE O-Ring	8
990-7324	High Pressure Seal for Retaining Collar	4
087-9078	30 ml Priming Syringe	1
990-3243	1/8-in. Collar	4
990-3269	1/8-in. Tube Gland Nut .	2
254-1173	1/8-in. O.D. PTFE Tubing, 1.52 m (5 ft)	2
990-7225	Slot-type Screwdriver	1
990-7233	1/4-in. - 5/16-in. Open End Wrench	1
990-7274	5/8-in. - 3/4-in. Open End Wrench	1
990-7284	7/8-in. - 1-in. Open End Wrench	2
990-7239	1/2-in. - 9/16-in. Open End Wrench	1
990-7238	3/8-in. - 7/16-in. Open End Wrench	1
990-8511	Molykote Grease (2 oz.)	1
254-2077	Back-up Ring Insertion Rod	1

990-7219	Allen Key Set	1
993-9040	Instruction Manual	1
998-1761	6.25 A, 125 V, Slo Blo Fuse	2
998-1773	3 A, 230 V, Slo Blo Fuse	2
254-0943	Recorder Cable	1
254-0949	Recorder Cable for Pressure Display	2
254-2076	Piston Seal Back-up Ring	4
990-7207	9/64-in. Allen Key	1
990-3270	1/16-in. Gland Nut	2
990-3250	1/16-in. Collar	4
089-0815	5-component Normal Phase Test Kit	1
087-2213	Solvent Polarity Scale	1
089-0702	Silica-A Column	1

2C. 电学联结 (见图 2-1)

接到系列 3B 的全部电学联结, 都在右边接板处进行。在这个接板上, 联结器和电极板是标记清楚的, 并随系统组件结构加以使用。最为完整的组件结构包含 LC-42 自动进样器, 具有自动控制器的 LC-75 型柱测器, LC-100 型柱温箱, 系列 3B 泵部件和 P-E Sigma 型系列控制器。根据图 2-2, 可内连成包含若干个组件项目的两部液相色谱系统。其他合适的组件结构也是可以的, 但提供的这两种最为普通。系列 3B 可接受的和所发生的输入输出信号分别概括于下列说明中, 供参考。

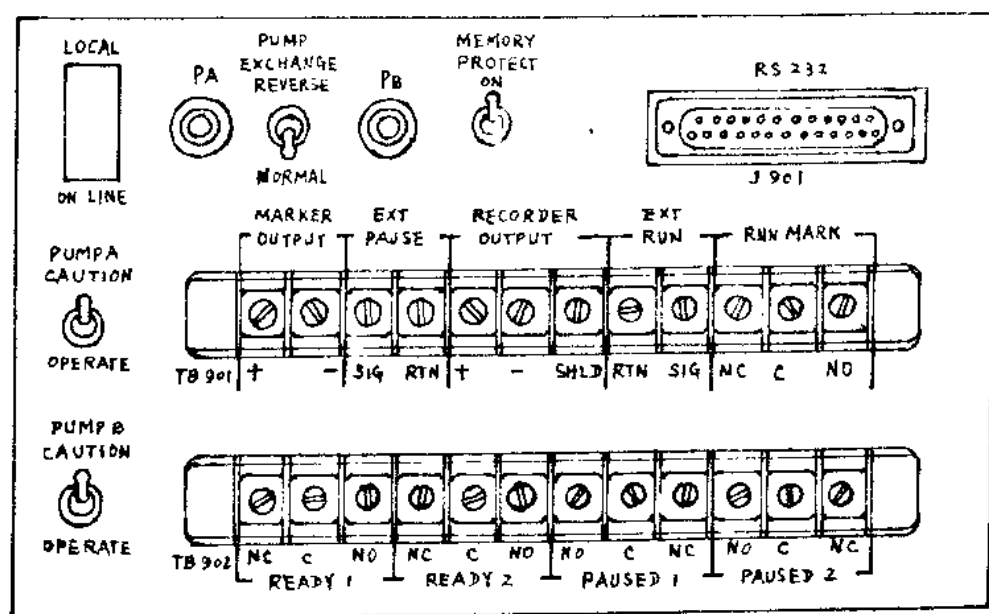
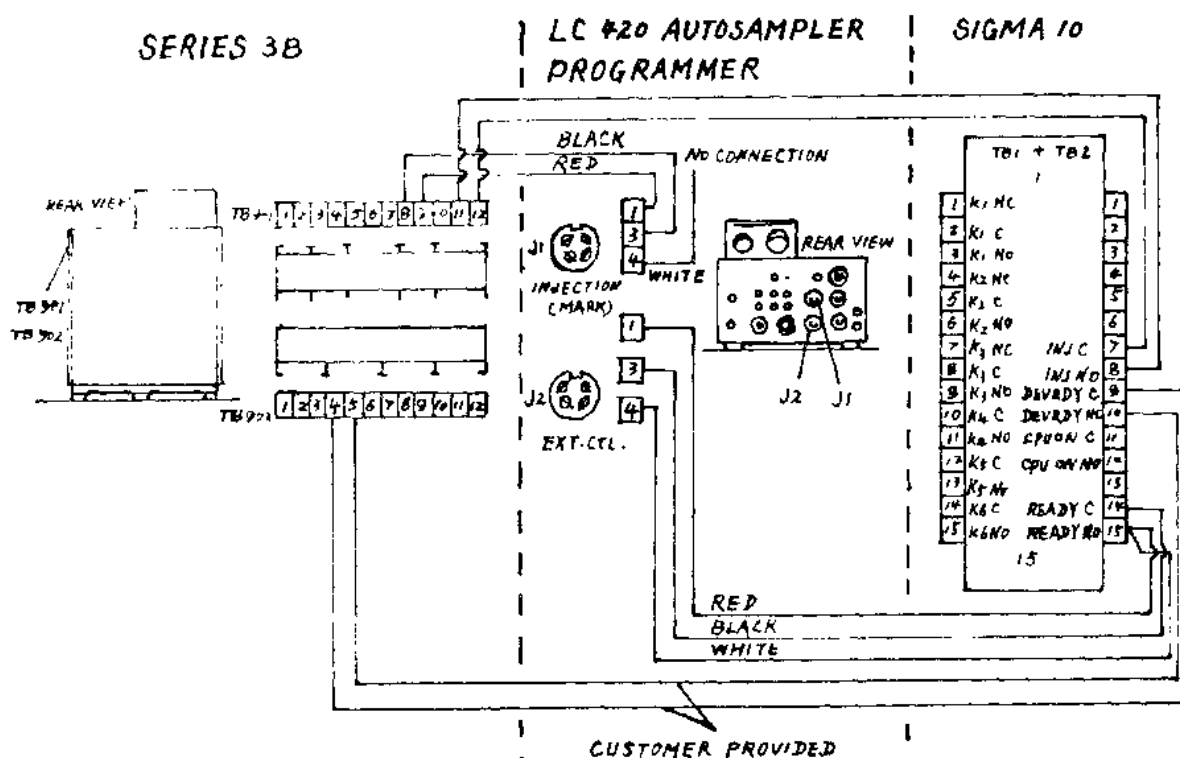
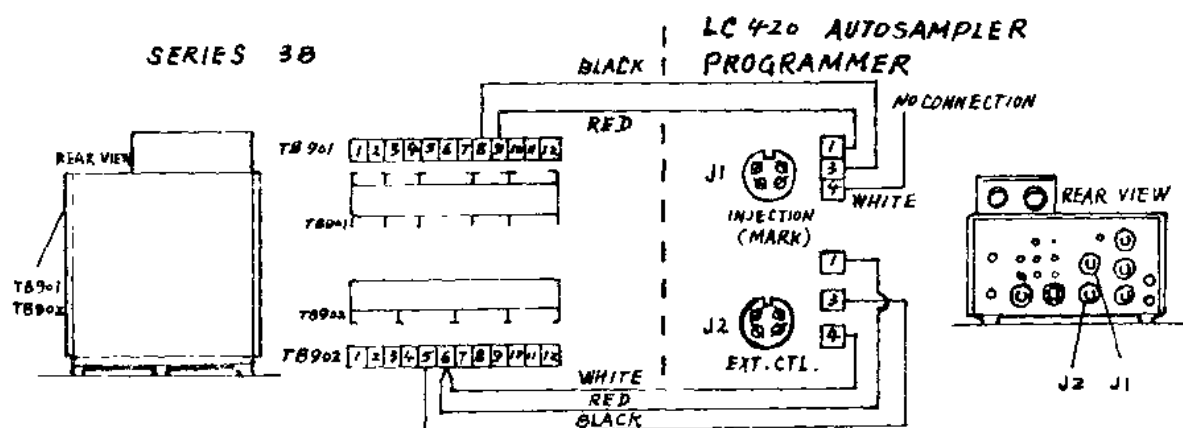


Figure 2-1 - Right Side Interconnection Panel



在此组件结构中, 3001 Interface 转为 READY, 使得 LC-420 开始将进样信息排成顺序。当实际进样的瞬间, LC-420 Autosampler 通过 INJECT MARK 信号到 Series 3B EXTERNAL RUN, 导致样度在 Series 3B 上开始。Series 3B RUN MARK 依此通知 Sigma 10 运行已经开始。

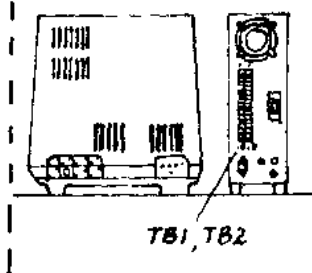


Figure 2-2- Sample Diagrams, System Interconnection.

2.C.1. 后面接线板

PA和PB模拟压力信号 (PA and PB Analog Pressure Signals):

来自各个泵的压力传感器信号是可得到的, 并通过分路电缆 (P-E 254-0949) 加以利用。仪器供有2条分路电缆, 用以把泵的压力显示在记录器上。这些信号对诊断泵的性能很有用。任一情况中,
 $10 \text{ mV} \equiv 20 \text{ MPa}$ 。

RS232 联结器 (RS232 Connector):

如将用 RS232 适合的装置 (例如 P-E Sigma 10 型控制仪), 可用 RS232 联结器来联结此数据处理装置。使用之前, 要通读此说明书 8A 节。

标记输出, TB901-1(+) 和 TB901-2(-) (MARKER OUTPUT, TB901-1(+) and TB901-2(-)):

当系列 3B 前面面板上按了 RUN 指令或从外接装置发出 EXTERNAL RUN 指令, 系列 3B 就在检测器上提供相一致的进样标记信号。标记输出独特地联到 LC-65T 温箱/检测器部件。

外接暂停, TB901-3(SIG) 和 TB901-4(RTN) (EXTERNAL PAUSE, TB901-3(SIG) and TB901-4(RTN)):

从外接装置输入的信号将闭锁 TB901-3 和 TB901-4 的接触, 以引起系列 3B 两个泵停止泵送。此外整个系列 3B 内 (软件) 时钟/计时器将停止工作直到开放接触。

记录器输出, TB901-5(+), TB901-6(-), TB901-7 (SHLD) (RECORDER OUTPUT, TB901-5(+), TB901-6(-), TB901-7 (SHLD)):

在任一种程序方式中, 模拟信号显示出 %A 或 flow。在溶剂程序 (SOLVENT PROGRAM) 方式中, $10 \text{ mV} = 100\% A/A+B$ 。在流量程序 (FLOW

PROGRAM)方式中, $10\text{ mV} = 100\text{ ml/min}$ 。

外接运行, TB901-8 (RTN) 和 TB901-9 (SIG) (EXTERNAL RUN, TB901-8 (RTN) and TB901-9 (SIG)):

从外接装置输入的信号闭锁 TB901-8 和 TB901-9 的接触。这个外接信号是逻辑性和功能性的, 相当于激活了前面面板上的 RUN 键。

运行标记, TB901-10 (NC), TB901-11 (C), TB901-12 (NO) (RUN MARK TB901-10 (NC), TB901-11 (C), TB901-12 (NO)):

这个信号是绝缘的接触闭合, 它发生在 RUN 的起点并维持闭合约 1 秒钟。

准备要 1, TB902-1 (NC), TB902-2 (C), TB902-3 (NO) 和准备要 2, TB902-4 (NC), TB902-5 (C), TB902-6 (NO) (READY 1, TB902-1 (NC), TB902-2 (C), TB902-3 (NO) and READY 2, TB902-4 (NC), TB902-5 (C), TB902-6 (NO)):

这些信号与前面板 T END/READY 指示平行, 并激活 T END 指示到外接装置, 表明系列 3B 已经平衡, 准备供下一次进样。

暂停 1, TB902-7 (NO), TB902-8 (C), TB902-9 (NC) 和暂停 2, TB902-10 (NO), TB902-11 (C), TB902-12 (NC) (PAUSED 1, TB902-7 (NO), TB902-8 (C), TB902-9 (NC) and PAUSED 2, TB902-10 (NO), TB902-11 (C), TB902-12 (NC)):

这些信号在程序方式 PAUSE 期间起作用, 不论 PAUSE 是用键激活的或者通过外接 PAUSE 起作用的。

2C, 2. 交流电输入板 (位于仪器右边接线板上)

1) 交流电缆联到板上与 AC INPUT 联结器连接。在电缆联结器上拧

紧，使它紧固到联轴器上。必要时把橡皮罩拉直些。

2) 把 AC 电缆插进带有适宜接地的 AC 输出口 (电源插座)。

2D. 准备 (见图 2-1 调泵控制器)

- 1) 置 LOCAL/ONLINE 开关于 LOCAL 位置。
- 2) 置 PUMP EXCHANGE 开关于 NORMAL 位置。
- 3) 置 MEMORY PROTECT 开关于 ON 位置。
- 4) 置 PUMP A CAUTION 开关于 OPERATE 位置。
- 5) 置 PUMP B CAUTION 开关于 OPERATE 位置。

2E. 泵的灌注

Series 3B 泵部件在装运时已装有正己烷、氯仿混合物。假如这个溶液与您的色谱柱要求不一致，在灌注合适的溶液入此系统之前，要移去柱。应用去气的、过虑的异丙醇灌注这些泵。甲醇、乙醇或四氢呋喃可代替作为灌注溶液。

提出两种灌注手续。Series 3B 每个泵面板有一个孔 (Vent) 和一个三通道放空阀 (DRAIN)。在单泵方式 (INDEPENDENT mode) 一个泵可灌注而另一个泵在泵送。完成此步骤并不干扰所进行的分析，不影响运转泵。总是要让 25 ml 溶液流经每个泵中。

2E. 1. 灌注步骤 #1

- 1) 安置灌注注射器于选用泵面板上的孔处。把这个注射器固定到 Luer-Lok 配件上，旋转注射器直到拧紧。要使用清洁的注射器。
- 2) 反时钟方向旋转 1 或 2 圈，打开放空阀。
- 3) 用灌注注射器抽出 25 ml 溶剂。25 ml 的溶剂量将使引出的溶剂通过系统到达泵的出口端。

注：如果进行灌注是为了消除管路中的空气泡，注视抽出的溶剂，观看全部空气泡抽进注射器。不要再引溶剂经过此孔，因为泵

统会受污染的。

- 4) 移去注射器。如果溶剂从孔口滴出，则泵已注满。如无溶剂滴出，重复2和3步操作。
- 5) 泵注满后，用手指顺时针方向旋转拧紧放空阀。

2E.2. 灌注步骤#2

- 1) 开泵部件电源 (POWER) 开关。
- 2) 在所分配的泵的面板上的孔口处，插入灌注注射器。
- 3) 反时针方向转1或2转打开放空阀。
- 4) 同时按 INDEPENDENT 和 RESET 键。
- 5) 按 A 或 B 键，选择可定的泵。
- 6) 按 FLOW 和 MODIFY 键。用键输入 30 并按 ENTER 键。这样提供了每分钟 30 ml 的流量。
- 7) 同时按 START UP 和 RESET 键。
- 8) 抽去 30 ml 溶剂。然后同时按 SHUT DOWN 和 RESET 键。
从 Luer-Lok 装置上移去注射器。如果溶剂从孔口自由地滴出，表示泵已灌注好。如果不能令人满意地滴出，重复此操作。
- 9) 关放空阀。旋它到手指紧过半圈。
- 10) 对另一泵重复步骤 2-9。
- 11) 两个泵此时注满，如不立即使用，关泵部件。

注：这两种操作步骤是供灌注泵而不是冲洗系统的。每个泵到它的流出口的灌注，要求使用 35 ml 溶剂。此外要加 10 ml 溶剂以冲洗泵到柱，柱以及柱到检测器管路。

3 特殊的实验室要求 (SPECIAL LABORATORY REQUIREMENTS)

A. 准备场地

Series 3B 泵部件(小柱型)尺寸在图 3-1 中表示, 在清洁的具有相对稳定温度和湿度环境中准备一张坚固的工作台。Series 3B 泵部件的重量是 78 kg (172 磅), 工作台必须支持这个重量以及系统中要使用的其他项目的重量。留有空间以容纳顶上的溶剂贮液罐, 还必须提供仪器后面 2.5 cm (1 吋) 间隙以利空气循环。

B. 电源要求

泵部件要求有接地的 117 VAC 或 230 VAC 电源。数据处理装置及其他附件要求分开插座, 见有关手册。

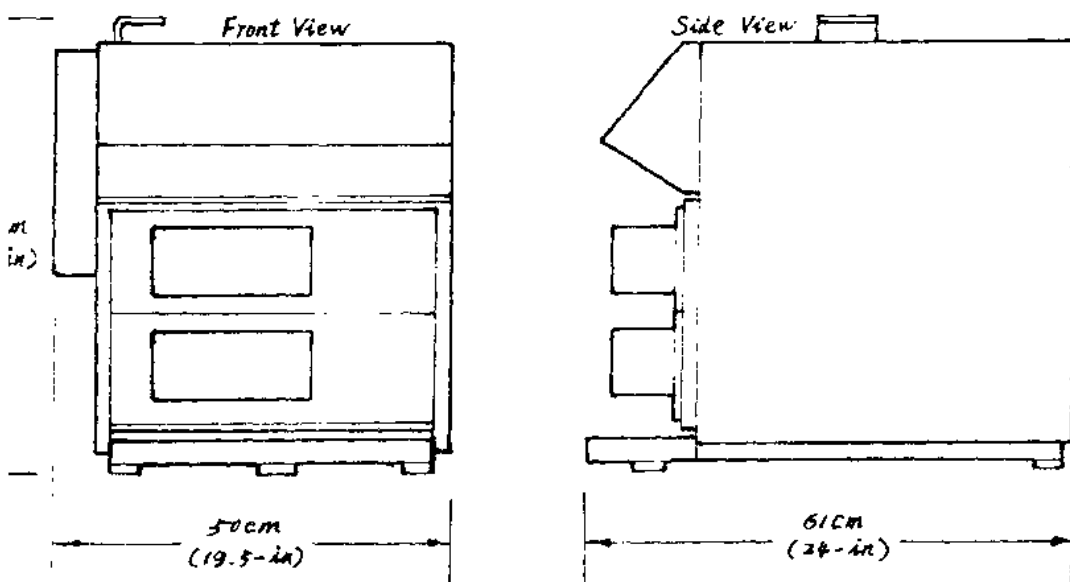


Figure 3-1- Pump Module Dimensions