

SHIMADZU

紫外 - 可见检测器
SPD-10A_{VP}/10AV_{VP}

岛津 - 高效液相色谱仪
使用说明书

USER'S MANUAL

岛津—高效液相色谱仪

SPD-10A_{VP}/10AV_{VP}

紫外—可见检测器

使用说明书

在使用仪器前,请阁下认真阅读本使用说明书,并且妥善保管此说明书,希望你今后的工作提供帮助。



岛津制作所

分析仪器事业部

引言

在使用仪器前,请阁下认真阅读本使用说明书

衷心感谢你购买岛津高效液相色谱 SPD-10A_{VP}单元。本使用说明书主要包括:引言,操作和硬件校正,使用注意事项及附件和选件备细。在使用本单元之前,请阁下认真阅读本使用说明书,并且按照使用说明书正确使用仪器。妥善保管此说明书,希望你今后的工作提供帮助。

注意:

- * 在没有完全理解使用说明书内容之前,请你不要使用此仪器单元。
- * 若将使用说明书转给另一位使用者,意味着此仪器单元借出或改变此仪器单元使用权。
- * 若使用说明书或仪器单元的警告标签损坏或丢失,请尽快与本公司当地办事处或代理商联系更换。
- * 为了保证安全操作,使用本仪器单元前请认真阅读使用说明书的安全介绍,并且按照使用说明书的步骤进行工作,否则此单元的安全将不能保证。

版权:

- * 使用说明书(1997年)版权归 **Shimadzu Corporation** 所有。未经岛津公司书面许可,本出版物不得全部或部分再版。由于岛津的产品是不断更新和改进的,本使用说明书所包括的信息可能会随时改变,若有变动恕不另行通知。对于出现的错误或遗漏会另行通知。

备件可供期限： 此仪器备件的有效供应期限为 10 年,此后备件不能保证供应。注意,非岛津公司生产的仪器单元备件的供应期限取决于相应的生产商。

硬件认证： 为了保证仪器功能正常,分析数据可靠,本单元及其所在的系统应进行定期检查。为此,必须进行周期性的硬件认证并且保存认证记录。硬件认证包括两种类型—部件认证和系统认证。部件认证的目的是检查系统单个部件的功能是否正常,而系统认证是检查整个系统(几个部件相连在一起)的功能是否正常。出厂之前,仪器单元已经过严格检查,结果见所附检验单。硬件认证的详细内参阅“8.硬件认证”。

硬件认证合同： 在此合同下,岛津公司认可的一名工程师进行定期部件及系统检查并且提供结果报告,具体合同请从当地办事处或代理商处获得。

保证和售后服务

保证：

1.关于保修书

在保修期内,必须出示本仪器单元的保修书才可要求保修。阅读后请妥善保存此保修书。

2.有效期

保修书的有效期为自安装之日起一年(此项只限于日本,其他地区请与当地的办事处或代理商协商)

3.条款

保修期内,由于制造商的原因造成的仪器单元任何部件的损坏,制造商将免费更换配件并且免费维修。

4.免费保修不包括内容

下列原因造成的仪器损坏不包括在保修范围内:

- a.)由于误操作造成;
- b.)由于非制造商或非本公司指定的人员维修或调试而造成;
- c.)由于本仪器单元以外的因素引起的;
- d.)由于在恶劣环境条件下使用如:高温,高湿度,腐蚀型气体,振动等造成;
- e).由于火灾,地震或其他不可抗拒的因素引起的;
- f.)由于安装后的移动或运输而引起的;

免费保修不包括易耗件的更换。

售后服务：

本仪器单元如果出现故障,请认真检查并且依据“9.故障”的步骤进行正确处理,如仍然不能正常工作,或在“故障”一节中没有相关的描述,请与当地的办事处或代理商联系。

目录

1 安全指南

1.1 安全操作注意事项	1-2	1.2 关于静电的注意事项	1-7
1. 关于应用的注意事项	1-2	1. 导致静电事故的原因	
2. 关于安装地点的注意事项	1-3	(典型实例)	1-7
3. 安装注意事项	1-4	2. 防止静电事故的措施	1-8
4. 操作注意事项	1-5	1.3 选择和使用流动相	
5. 检查、维护、调试及管理		的注意事项	1-10
本仪器单元的注意事项	1-6	1.4 警告标签	1-11

2 系统性能和特点

2.1 HPLC 系统梗概	2-2	4. 配有手动进样器的	
1. 简单系统组合实例	2-2	高压梯度组合实例	2-5
2. 配有手动进样器的		5. 配有自动进样器的	
低压梯度组合实例	2-3	高压梯度组合实例	2-6
3. 配有自动进样器的		2.2 概述及性能	2-7
低压梯度组合实例	2-4		

3 部件的位置及功能

3.1 前面板	3-2	3.3 右侧及底部	3-4
3.2 顶部、左侧及前盖的内部	3-2	3.4 后面板	3-5

4 附件及可选件

4.1 附件	4-2	4.2 可选件	4-3
--------------	-----	---------------	-----

5 安装过程

5.1 安装地点	5-2	拆卸	5-4
1. 合适的地点及准备	5-2	2. 安装	5-4
2. 安装空间	5-3	3. 仪器单元的固定	5-5
5.2 安装	5-4	5.3 电源的连接	5-6
1. 运输过程固定螺钉的		1. 电源线的连接	5-7

5.4 管路安装的准备	5-8	5.7 流动相流动管路	5-19
1. 管子及接头的型号	5-8	1. 手动进样器的管路	5-19
2. 管子的切割	5-8	2. 泵单元与手动进样器	
3. 管子的连接	5-9	间的管路	5-20
4. 保护塞的维护	5-10	3. 手动进样器与色谱柱	
5.5 管路	5-11	间的管路	5-21
1. 废液瓶的准备	5-12	5.8 线路	5-22
2. 池入口管路	5-13	1. 连接终端	5-22
3. 池出口管路	5-14	2. 光缆线的连接	5-23
4. 管路的固定	5-15	3. 系统控制器的连接	5-24
5. 漏液管路的		4. 色谱处理机的连接	5-25
连接	5-16	5. 记录仪的连接	5-26
5.6 手动进样器和色谱柱的		6. 溶剂循环阀(可选件)	
安装	5-18	的连接	5-27

6 操作

6.1 操作注意事项	6-2	3. 记录比例信号	6-24
6.2 显示单元及按键的名称		6.7 光谱扫描模式的操作程序	6-28
和功能	6-3	1. 光谱扫描模式下流动相流路	6-28
1. 显示板	6-3	2. 扫描操作	6-29
2. 键板	6-4	3. 输出光谱数据	6-31
6.3 开关电源 ON/OFF	6-6	6.8 编写和执行时间程序	6-33
6.4 显示板	6-9	1. 程序命令	6-33
1. 屏幕显示内容	6-10	2. 时间程序的基本编辑操作	6-34
2. 设定的屏幕显示	6-11	3. 编写时间程序的流程	6-35
3. VP 功能的屏幕显示	6-12	4. 编写一个典型的时间程序	6-36
6.5 基本设定	6-15	5. 编辑一个当前的时间程序	
1. 设定测定波长	6-15	(观看、删除和插入步骤)	6-38
2. 设定测量范围	6-16	6. 循环命令	6-38
3. 记录仪调零	6-19	7. 执行一个时间程序	6-39
4. 响应(RESPONSE)的设定	6-20	8. 自动关灯	6-39
6.6 双波长模式的操作程序	6-22	6.9 辅助功能	6-40
1. 选择测量模式	6-22	1. 辅助功能概述	6-40
2. 双波长模式的信号输出	6-23	2. 辅助功能的详述	6-41

6.10 VP 功能	6-49	3. 设定 VP 功能	6-51
1. VP 功能概述	6-49	6.11 清洗	
2. 使用 VP 功能	6-51	1. 仪器外壳的清洗	6-61

7 外部设备控制

7.1 由 SCL-10A 控制	7-2	2. DET 控制	7-4
1. 基本参数	7-2	3. 时间程序	7-5
2. DET 控制	7-2	4. 光谱扫描	7-5
3. 时间程序	7-3	7.3 连接外部控制器的终端	7-6
4. 光谱扫描	7-3	1. 所用信号线及连接终端	7-6
7.2 由 SCL-10Avp 控制	7-4	2. 连接事件电缆	7-7
1. 基本参数	7-4		

8 硬件认证

8.1 硬件认证概述	8-2	2. 过程	8-22
1. 认证功能	8-2	3. 使用常规流通池可接收的标准	8-23
2. 硬件认证功能	8-2	8.7 自动波长校正功能：参考数据	8-24
8.2 使用硬件认证的时间	8-3	8.8 自动波长准确性检查功能：参考数据	8-25
1. 在安装时	8-3	8.9 UV 波长范围内波长准确度检查方法及显示的吸光度值检查：参考数据	8-26
2. 日常检查	8-3	1. 低压汞灯 UV 波长准确度的检查	8-26
3. 周期性认证	8-4	2. 使用咖啡因最大吸收波长检查 UV 波长的准确度	8-30
8.3 认证注意事项	8-5	8.10 显示的吸光度值与输出电压的关系检查	8-34
1. 环境	8-5	8.11 系统认证	8-36
2. 安装地点	8-5	1. 简单 LC 系统的认证	8-36
8.4 认证设备	8-6	2. 梯度 LC 系统的认证	3-40
1. 部件认证设备	8-6	8.12 如果设备不能通过认证	15
2. 系统认证设备	8-6		
8.5 部件认证方法	8-7		
1. 波长准确度检查	8-7		
2. 灯强度检查	8-11		
3. 漂移/噪声的检查	8-15		
8.6 使用常规流通池认证注意事项	8-22		
1. 流通池安装前	8-22		

9 故障

- 9.1 现象、原因和排除办法..... 9-2
- 9.2 错误信息 9-4

10 维护

- 10.1 周期性检查和维护 10-2
 - 1. 检查/维护的准备..... 10-2
 - 2. 维护操作及其时间间隔..... 10-21
 - 3. 检查/维护后的漏液检查..... 10-3
- 10.2 清洗透镜上污点 10-4
 - 1. 卸下和检查流通池 10-4
 - 2. 清洗流通池 10-5
 - 3. 重新安装流通池 10-7
- 10.3 清洗透镜上严重污垢
及透镜/密封垫的更换..... 10-8
- 10.4 灯的更换..... 10-10
 - 1. 卸下顶盖、发射板组件 10-10
 - 2. 更换氙灯..... 10-13
 - 3. 更换钨灯..... 10-13
- 10.5 保险丝的更换..... 10-16

11 其它

- 11.1 主要技术指标 11-2
- 11.2 更换件 11-4
 - 1. 易损件一览表 11-4
 - 2. 其它更换件 11-4
- 11.3 流动相的特性 11-6

1

安全指南

1.1 安全操作注意事项

- * 为了正确操作本单元,使用前请认真阅读安全指南。
- * 务必遵守本节的所有警告和告诫,其对安全是非常重要的。
- * 在本使用说明书中,所有的警告和告诫都表示如下:

! 警告

如若不遵守本指南,预示着严重的损伤或死亡危险。

! 告诫

如若不遵守本指南,预示着轻度的损伤或损坏物品。

- + “轻度损伤”: 指不需要医院治疗或长期去医院治疗的损伤。
- + “损坏物品”: 指损坏本仪器单元或建筑物、家具及附近的其它物品。

注意

请务必注意这些信息,它将有助于提高操作效率或帮助理解本内容。

请注意本使用说明书使用的其它符号如下:

其它符号的标记

-  表示电源“开”
-  表示电源“关”
-  表示交流电压
-  表示接地线
-  表示保险丝

1.关于应用的注意事项

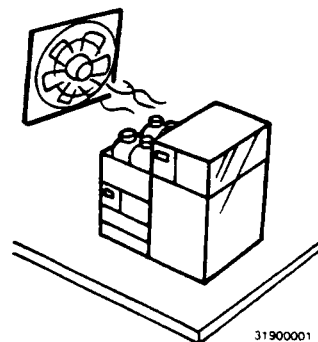
! 警告

此单元是高效液相色谱系统使用的检测器。本单元只可用于预计目的,用于其他目的将会引起事故。

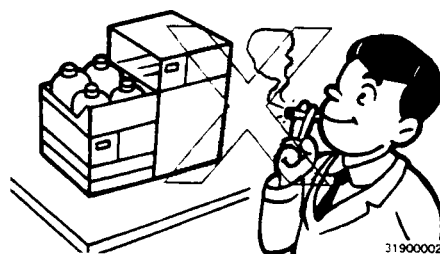
2. 关于安装地点的注意事项

！ 警告

- * 高效液相色谱仪所使用的溶剂是易燃并且有毒的, 安装设备的房间应彻底通风, 否则会引起中毒或刺激, 也会引起火灾。



- * 高效液相色谱仪使用大量易燃的有机溶剂, 严格禁止在本单元附近使用明火或其他火源。安装本仪器单元的房间内禁止再安装其他任何能发射或可能发射火花和设备, 因为火花会引起火灾。房间内应配备灭火器, 以防止火灾的发生。

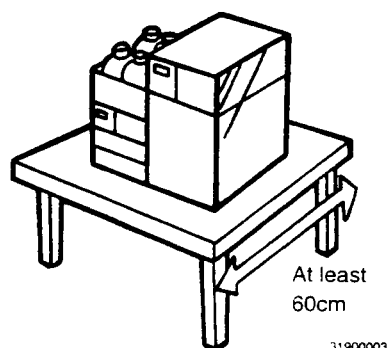


- * 本仪器单元附近应配备冲洗设备

如果溶剂进入眼睛或有毒的溶剂溅到皮肤上, 立即用水冲去, 配备的冲洗设备离本仪器单元越近越好。

！ 告诫

- * 安装本仪器单元的实验台或其它台面应是水平的、稳固的、并且足以支撑本仪器单元的重量, 其至少有 60cm 的宽度, 否则, 本仪器单元可能会翻倒或掉下台面。
- * 避免在有腐蚀性气体或大量灰尘的地方安装本仪器单元, 否则, 会影响仪器的正常运转并且缩短仪器的寿命。



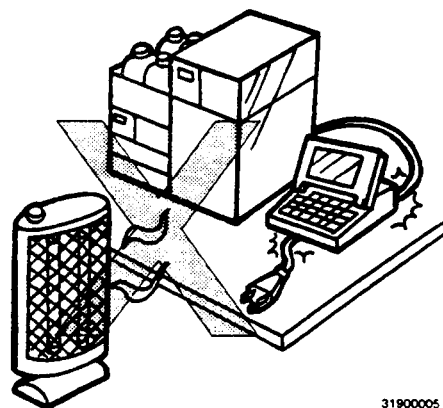
3. 安装注意事项

！ 警告

- * 采取措施以防止发生地震或其它灾害时,本仪器单元滑落。强烈的振动会引起本仪器单元滑落,损坏仪器。
- * 本仪器单元电源电压及功率消耗如下表所示。你的仪器电源电压显示在仪器右侧固定的标签上。只能连接具有本单元标出电压的电源,否则,将会引起火灾和电击。检查电源电压是否稳定,电流容量是否足够,如果不能满足要求,本仪器单元将不能以其额定水平正常工作。同时,也要保证电源具有足够的电流容量,使系统的其它部件正常工作。

部件编号		电源电压	电源功率	频率
SPD-10A _{VP}	SPD-10A _{VVP}			
228-39300-91	228-39301-91	AC100V	150VA	50-60Hz
228-39300-92	228-39301-92	AC120V	150VA	50-60Hz
228-39300-38	228-39301-38	AC230V	150VA	50-60Hz

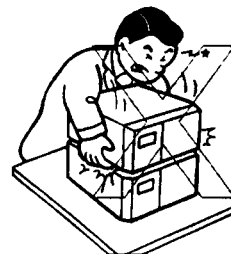
- * 本仪器单元的接地。仪器接地对于防止事故或由于电泄漏而引起电击是必要的,同时对仪器正常工作也是重要的。
- * 电源线上不要放置重物,并且保持任何发热的仪器远离它,否则将会损坏电源线而引起火灾、电击或断裂。如果电源线损坏,请立即与当地的办事处或代理商联系。
- * 禁止任何方式改换电源线。同时不要过度弯曲或拉伸电源线,否则将会损坏电源线而引起火灾或电击。如果电源线损坏,请立即与当地的办事处或代理商联系。



31900005

！ 告诫

- * 在安装本单元时,务必小心不要使各单元挤压到你的手指。

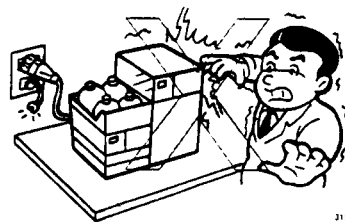


31900009

4. 操作注意事项

！ 警告

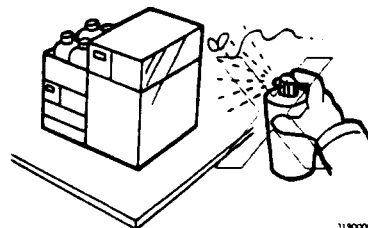
- * 严格采取措施防止静电的聚集。(详细内容请参见 1-7 页“1.2 关于静电的注意事项”)。静电聚集能引起火灾或爆炸。
- * 在处理溶剂时,请务必带防护镜。如果溶剂溅到眼睛里,立即用水冲洗并且用药物保养。
- * 如果使用氦脱气机脱气,将会使储液瓶内部压力增大而产生裂痕。不要使用有裂痕的瓶子,其能炸裂引起损伤。
- * 不要在本仪器单元附近使用易燃的喷雾液(如发胶、杀虫剂等),其能被点燃引起火灾。



31900004



31900006

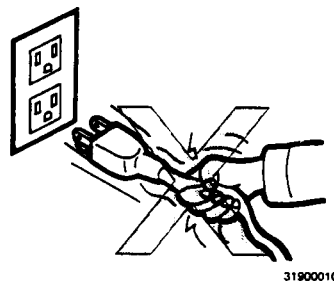


31900007E

5. 检查、维护、调试及管理本仪器单元的注意事项

！ 警告

- * 在进行检查、维护或更换部件时，请不要将电源线插座与电源输出端相连，否则会产生电击或短路事故。



- * 不要取下主盖板，因为这样会使仪器损伤或部件断裂。常规的维护、检查和调试不需要取下主盖板，如若需要取下主盖板维修，请与当地办事处或公司代理商联系维修。



- * 更换的保险丝容量应符合要求，任何其它保险丝都可能会引起火灾。

- * 如果灰尘附着在电源线插头的表面或插头针上，从电源输出端取下电源插头，用干布擦去灰尘，否则，尘土遗留可能引起火灾。

- * 更换的部件必须是在“4.1 附件”或“11.2 更换件”所列出的部件。如果使用任何其它部件，可能导致仪器损坏或不能正常工作。

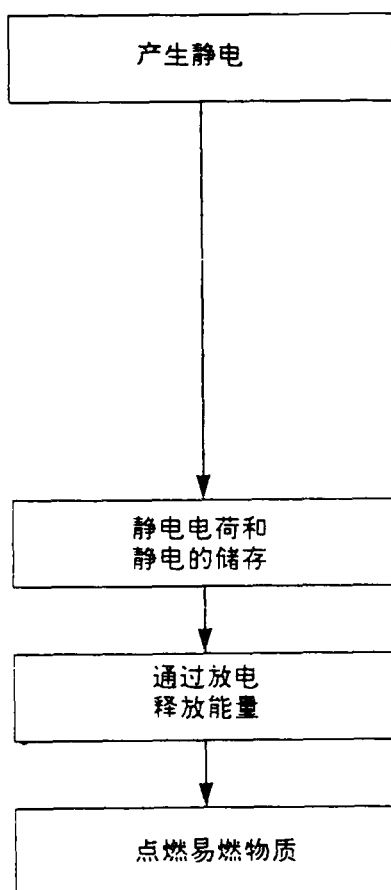
- * 如果水进入本仪器单元，请立即擦干以防止仪器生锈。不要使用乙醇或其它稀溶剂擦洗仪器，因为会导致仪器表面褪色。

1.2 关于静电的注意事项

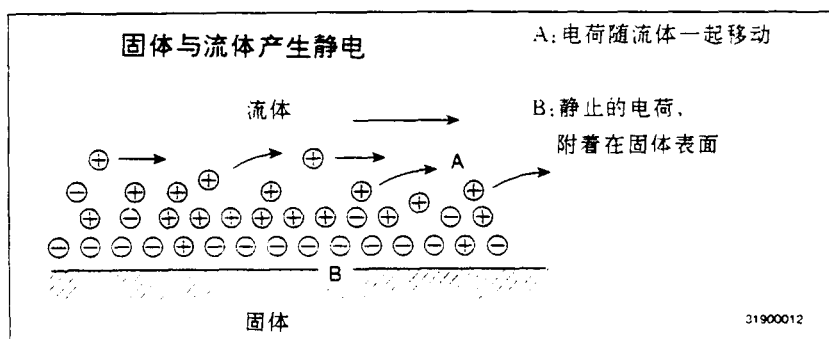
液相色谱 (LC) 使用易燃的有机溶剂作为流动相, 并且 LC 系统常安装在含有大量易燃物质的环境中, 因此, 一旦发生事故, 可能会造成大范围的损失, 所以, 使用者必须经常注意防止火灾或爆炸事故的发生。这类事故的主要原因就是静电。设计防止静电的设备是困难的, 因为, 这类事故发生前的现象是千变万化且难以检测到, 同时, 这类事故的发生可能是几种因素共同作用的结果。下面推荐了防止静电事故的几种方法, 同时介绍了导致静电事故原因, 根据这些信息, 务请阁下采取安全措施。

1. 导致静电事故的原因(典型实例)

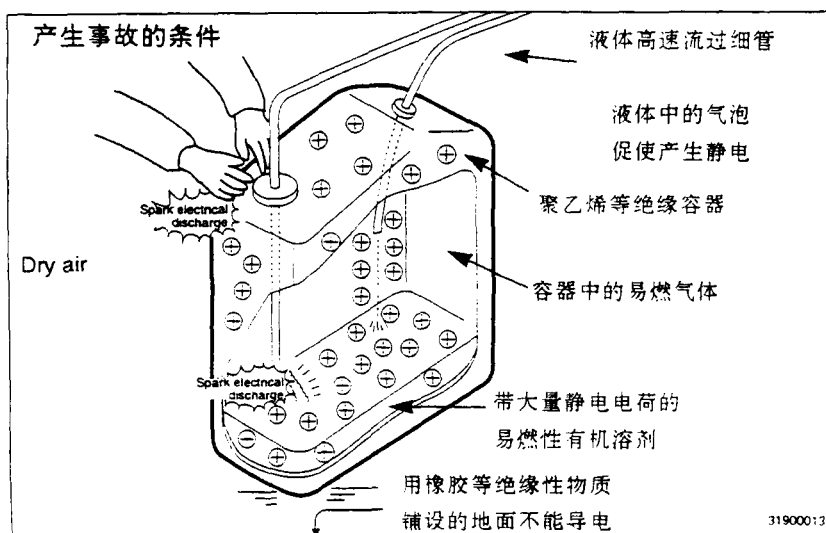
静电事故主要由于下述原因引起:



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



如果带静电的电荷储存在一个电绝缘的容器中, 电荷将会逐渐增加至几千伏, 如果发生了此类事件并且导体接近容器, 将会发生放电, 释放的热能可以点燃仪器附近任何足够密度的易燃气体。



2. 防止静电事故的措施

防止静电事故的主要方法是预防产生静电电荷和静电储存。

注意

- * 联合采用多种预防措施是很重要的。
- * 特别是当大量易燃溶剂存放于大容器中,要执行下述 1,2 和 3 条预防措施。

预防措施 1

使用具有良好接地性能的金属废液容器。这样可以对地释放废液和容器中的电荷。此措施需要采用下列可选部件:

- (1)带夹地线 P/N 228-21353-91
- (2)18 升金属罐 P/N 038-00044
- (3)4 升金属罐 P/N 038-00043-01

注意

- * 要保证金属容器正确接地,不要使用接地不良或不接地的金属容器。
- * 一些金属容器由于表面的氧化而不导电,金属容器接地后要进行测试以确保已经接地。
- * 当几乎不导电的溶剂(10^{-10} s/m 或更小)进入容器内,有必要在容器中混入一些导电的溶剂(这类导电溶剂可以事先放入容器内)。

预防措施 2

密封废液容器的进出口与排液管间存有的缝隙(可以通过固定帽等附件实现)以防止任何火种进入容器。

此措施需要采用下列可选部件:

- (1)18 升或 4 升的容器的盖子(一套组件有 3 个盖可以盖 3mm 直径的瓶口)
P/N 228-21354-91

静电防止措施

