# 目 录

1	简介				
	1.1	ELSE	D 2000ES 介绍	3	
	1.2	ELSE	O 2000ES 随机附件	3	
	1.3	操作	原理	4	
2	安装	Ļ Č			
	2.1	必需约	组件	5	
	2.2	拆箱		5	
	2.3	仪器	外观和功能键	6	
		2.3.1	前面板	6	
		2.3.2	左面板	6	
		2.3.3	右面板	7	
		2.3.4	后面板	7	
	2.4	电路流	连接和流路连接	8	
3	仪器	<b>路控制</b>			
	3.1	ELSE	D 控制的选择	10	
	3.2	使用	ELSD 2000ES 控制面板	10	
	3.3	窗口间	间的切换	10	
	3.4	接通	电源	11	
	3.5	操作	窗口	11	
	3.6	仪器	状态	11	
		3.6.1	等待	11	
		3.6.2	运行	11	
	3.7	菜单	窗口	12	
	3.8	建立一	一次运行运行	12	
	3.9	方法的	窗口	12	
	3.10	方法法	选项	13	
		3.10.1	选择以前保存方法	13	
		3.10.2	编辑现有方法	13	
		3.10.3	建立新方法	14	
	3.11	配置	窗口	14	
	3.12	配置:	选项	15	
		3.12.1	设置声音报警	15	
		3.12.2	选择满量程电压	15	
		3.12.3	设置出错继电器超驰	15	
	2 12	沙阳		15	

# 4 日常操作

	4.1	安全	<u> </u>	16
	4.2	操作	注意事项	16
	4.3	重要	的操作参数	16
	4.4	选择	初始操作条件	18
		4.4.1	撞击器'关'的模式	18
		4.4.2	撞击器'开'的模式	19
	4.5	开始	ì程序	19
	4.6	关机	L程序	20
	4.7	优化	.程序	21
		4.7.1	撞击器'关'的模式	21
		4.7.2	撞击器'开'的模式	22
5	诊图	断和排	除故障	
	5.1		· 错误的信号	22
	5.1	+	· 街 庆 D / 同 夕 · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
	5.3		·窗口 ···································	
	5.5	5.3.1	诊断测试	
		5.3.2	光源测试	
		5.3.3	雾化器气体压力测试	
		5.3.4	流量计测试	
		5.3.5	通讯测试	
	5.4		」控制窗口	
	5.5		·记录	
	5.6		· 基线噪音	
	5.7		检修表	
6	附表	录		
	6.1	规格	, 	32
	6.2		-货号	
	6.3	联系		33
	6.4	挥发	性流动相改性剂	34
	6.5	漂移	8管和雾化器清洁程序	35
	6.6	电压	模块的调节	37
		6.6.1	改变输入电压	37
		6.6.2	保险丝的调换	37

# 1. 简介

### 1.1 ELSD 2000ES 介绍

Alltech 2000ES 型蒸发光散射检测器 (Evaporative Light Scattering Detector 2000 Enhanced Sensitivity)设计用于高效液相色谱系统,分析任何挥发性低于流动相的化合物。ELSD ELSD 的应用范围包括:碳水化合物,药物,脂类,甘油三脂,未衍生的脂肪酸和氨基酸,聚合物,表面活化剂,营养滋补品,及组合分子库等。

蒸发光散射检测器消除了常见于其他 HPLC 检测器的问题。示差检测受溶剂前沿峰的干扰使 得分析复杂化,并且由于对温度极其敏感使得基 线很不稳定,与梯度洗脱不相容。另外,示差检 测器的响应不如 ELSD 灵敏。而低波长紫外检测 器在急变梯度条件下受基线漂移的困扰,并要求 被分析化合物带有发色团。ELSD 则不受这些限 制。不同于这些检测器,ELSD 能在多溶剂梯度的 情况下获得稳定的基线,使得分辨率更好、分离 速度更快。另外,因为 ELSD 的响应不依赖于样 品的光学特性,所以 ELSD 检测时样品不要求带 有发色团或荧光基团。

ELSD 2000ES 提供当今最先进的蒸发光散射 检测技术。2000ES 改进了光路和电路设计,为 HPLC 分析提供更高的灵敏度。以连接闭合为基础 的磁性联锁开关提供重要的安全保障, 当光路元 件连接完成后防止激光光源的泄漏。雾化器设计 为坚固耐用和重现性良好。数字气体流量计令用 户可直接从面板上或者通过 PC 机调节气体流量。 现在有两种操作模式供用户选择: 撞击器开 (Impactor On) 和撞击器关 (Impactor Off)。撞击 器关模式最适用于高有机含量的流动相或者高水 含量/低流量的流动相(≤1.0mL/min)时分析非挥 发性样品。由于将所有雾化后的样品全部送到光 检测池检测,所以对于这些应用这种模式具有最 佳灵敏度。撞击器开模式最适用于高流量或者高 含水量流动相时(最高可达 5.0mL/min,包括急变 梯度时)分析非挥发性样品,以及分析半挥发性 样品。在撞击器开模式下,气溶胶中较大液滴被 旁路除去,因而在漂移管温度很低情况下获得最 佳此流动相蒸发。只有 ELSD 2000ES 能够同时提 供两种操作模式, 使得所有可能的流动相和样品 均能获得最佳检测灵敏度和基线稳定性。

ELSD 2000ES 有几种仪器控制方式可供选择。仪器参数直接显示在前面板上,并可通过前面板上的触摸键和数字键盘直接控制。内置的软件可提供一系列直观的屏幕用于存储和编辑最多十种方法;设置声音报警,故障继电器,和满量

程电压设置;及诊断测试和故障排除功能。ELSD 2000ES 亦能用仪器附带的控制软件通过计算机来操作。

### 1.2 ELSD 2000ES 附件清单

Alltech 2000ES 型 ELSD 必须包括以下部件:

- ELSD 2000ES 检测器主机
- ELSD 2000ES 操作手册
- 电源线
- 信号线
- 工具:

开口扳手, 3/8"×7/16" 开口扳手, 1/4"×5/16" 六角球型螺丝刀, 3/32"(长柄) 六角球型螺丝刀, 3/32"(短柄) 漂移管清洁刷

- 备用保险丝: 3A & 6A (各一个)
- 伸缩 PEEK 管,1"×0.005"ID
- 雾化气体连接线:

PTFE 管,10'×1/8" 1/8"铜螺帽和卡套(各 2 个)

• 废液收集装置:

Tygon 废液管, 4'×3/8"OD 不锈钢螺帽和 PTFE 卡套 不锈钢废液管 6"×3/8"OD 3/8"不锈钢螺帽和 3/8"不锈钢卡套 500mL 废液收集瓶和盖

排气冷阱:

排气管,20'500mL 收集瓶(带接头)排气弯管 铅质收集瓶固定环

• ELSD 2000 PC 控制软件:

ELSD 2000 控制软件光盘 ELSD 2000 仪器控制线 ELSD 2000 控制软件操作手册

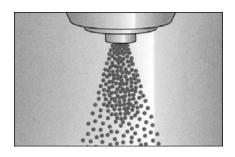
注意: ELSD 2000ES 检测器必须包含一个同控制 软件相当的 EPROM 芯片。更详细的内容 请参考 ELSD 2000 控制软件操作手册。

如需查寻以上部件的货号,以便订购备件用于替换,请参见6.2节。

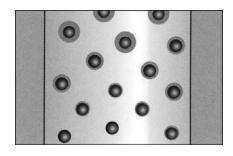
### 1.3 操作原理

蒸发光散射检测器的独特检测原理为,首先 将柱洗脱液雾化形成气溶胶,然后在加热的漂移 管中将溶剂蒸发,最后余下的不挥发性溶质颗粒 在光散射检测池中得到检测。

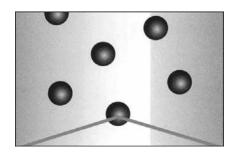
步骤 1: 雾化



步骤 2: 蒸发



步骤 3: 检测



### 雾化

经 HPLC 分离的柱洗脱液进入雾化器,在此与稳定的雾化气体(一般为氦气)混合形成气溶胶。气溶胶由均匀分布的液滴组成,液滴大小取决于分析中采用的气体流量。气体流量越低形成的液滴越大,液滴越大则散射的光越多,从而提高了分析灵敏度,但是越大的液滴在漂移管中越难蒸发。每种方法均存在产生最佳信号噪音比率的最优化气体流量。

流动相流速越低要求适当雾化的气体流量也越低。用内径为 2.1mm 的微径柱代替内径为 4.6mm 标准型分析柱,能大大降低流动相流速,因而提高分析的灵敏度。

### 蒸发

气溶胶中挥发性成分在加热的不锈钢漂移管中蒸发。为特定应用设置适当的漂移管温度,取决于流动相组成和流速,以及样品的挥发性。高有机含量流动相比高含水量流动相要求蒸发的漂移管温度低。流动相流速越低比流动相流速越高要求蒸发的漂移管温度越低。半挥发性样品要求采用较低的漂移管温度,以获得最佳灵敏度。最佳温度需要通过观察各温度时的信号噪音比率来确定。

为了能使所有的应用均获得最佳灵敏度,ELSD 2000ES 设计了两种不同的操作模式。根据不同的应用,决定 PTFE 涂层的不锈钢撞击器是平行于(撞击器关,IMPACTOR OFF)气溶胶的流路,或垂直于(撞击器开,IMPACTOR ON)气溶胶流路。在撞击器关的模式下,撞击器并不干扰气溶胶流入漂移管。这样全部样品流都到达光检测池以获得最佳灵敏度。此种模式最适用于分析非挥发性样品,和/或使用挥发性流动相(大部分为有机相)时的样品分析。在撞击器开的模式下,气溶胶与撞击器相遇,大的液滴从废液管排出。余下的液滴从撞击器周围通过并通过漂移管。此种模式最适用于分析半挥发性样品,或使用高流速(5.0mL/min,包括急变梯度)或高含水的流动相时分析样品。

流动相和雾化气体中的非挥发性杂质会导致噪音。采用高品质的气体,溶剂和挥发性缓冲液(经过过滤的),会很大程度上降低基线噪音。若流动相没有完全挥发会导致基线噪音上升。仔细选择设置检测器的参数保证流动相完全挥发。

### 检测

悬浮于流动相蒸汽中的样品颗粒从漂移管进入到光散射检测池。在检测池中,样品颗粒散射激光光源发出的光而蒸发的流动相不散射。散射光被硅光电二极管检测,产生电信号输送模拟信号输出端口,被用于模拟输出的数据采集。ELSD 2000ES 光路元件的改进设计为您的 HPLC 分析提供优异的灵敏度。

# 2. 安装

### 2.1 必需组件

除了 Alltech 2000ES 型 ELSD 及其配件,用户需要以下设备来配置完整的色谱系统。

### 排气系统:

 靠近检测器的地方应有通风橱或其它通风设备,将排出的气体从实验室中抽除。请使用随 仪器的附件-排气冷阱。

### 气源:

• 请使用纯净,干燥的气体,最好是氮气,压力调节为 65-80 psig, 99.9%或以上的纯度为好。 气源可以是高压气体钢瓶,高压液化气罐,或 是氮气发生器。

### HPLC 系统组件:

- HPLC 泵,非梯度或者梯度的,在至少 3000 psig 压力和 0.1-1.5 ml/min 流速下,应能保持低脉冲溶剂输送。对于微孔柱,低流速输送能力是必须的。
- 自动进样器或手动进样阀。
- 分离相关组份的分析柱,若您不能确定使用何 种类型的柱子,您可和奥泰各办事处联络。
- 推荐使用与分离柱匹配的预柱帮助延长分析 柱的使用寿命。
- 柱温箱,在需要时选用。
- 数据处理系统,积分仪或记录纸型记录仪,能接收模拟输出信号,0-10mV或0-1000mV都可。

### 其它:

• HPLC 级流动相溶剂。

注意:流动相中只可以使用挥发性的缓冲液, 含有缓冲液流动相必须过滤以防止噪 音。参见 6.4 节, 挥发性流动相改性 剂,选用适当的缓冲液列表。

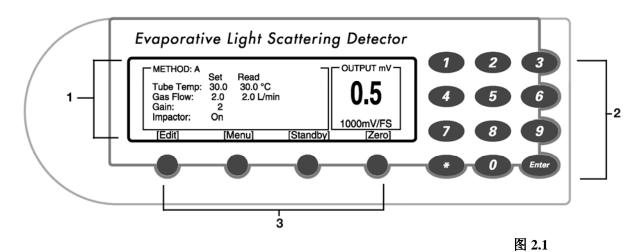
 溶剂瓶,连接管,入口过滤器,打印纸,打印 笔等用于泵和数据处理系统的配件。参看有关 操作手册。

### 2.2 拆箱

Alltech 2000ES型ELSD检测器和附件用同一箱子运输。小心拆开所有部件,确认装箱单上的所有物品都包括在内,并且完好无损。保留所有的纸箱和包装材料以备日后使用。

ELSD 2000ES 被小心运输,确保到达用户手中时 包装完好,如有任何损坏请立即与奥泰各办事处 联系,详情参见 6.7 节。

### 2.3 仪器外观和功能键



### 2.3.1 前面板 (图 2.1)

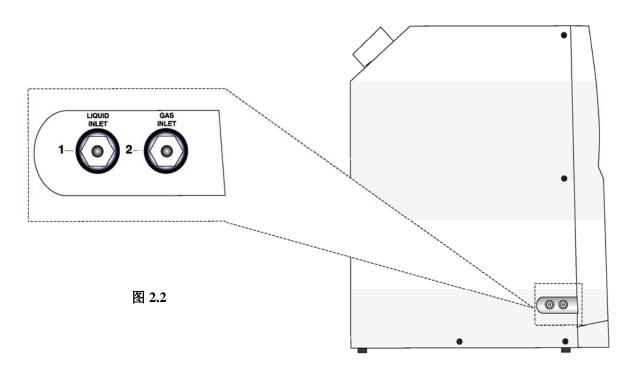
ELSD 2000ES 的所有仪器参数均能在前面板上显示和控制:

- 1. LCD(液晶显示): 在仪器使用中液晶屏显示的主窗口为操作窗口。操作窗口列出了仪器的状态和参数,如方法的名称,漂移管温度,气体流量,撞击器位置,增益,信号输出,满量程输出设置,和操作错误总数(如发生)。液晶屏也显示所有相关的子窗口: 方法窗口,参数设置窗口,和诊断窗口。
- **2. 数字键盘:** 触摸键盘提供 0-9 数字, '\*'(星号), 和 'Enter'键调整仪器参数。

3. **窗口键:** 前面板上有四个圆型触摸窗口键。每个窗口键的功能是基于屏幕。如果该键在当前窗口中是可执行的,当前的功能会显示在该键上方的窗口屏幕上。

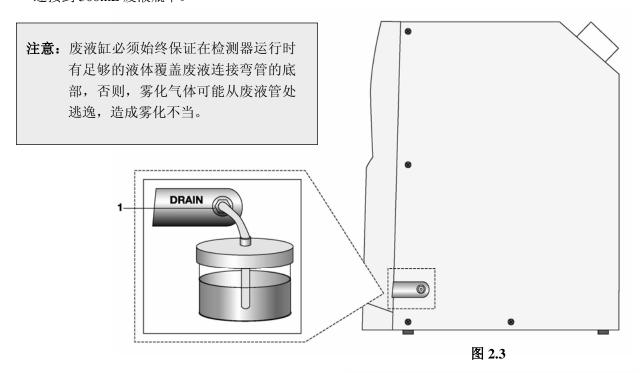
### 2.3.2 左面板 (图 2.2)

- 1. 液体输入接口(LIQUID INLET): 柱洗脱液输出管用 1/16"手拧阳性接头连接到液体输入接口。
- 2. 气体输入接口 (GAS INLET): 气体输入接口包括 1/8" CPI PARKER 接头用于接受雾化气体连接线。



### 2.3.3 右面板 (图 2.3)

1. 废液出口 (DRAIN) 的接头可接受 3/8"外径的 Tygon 管 (用于标准流动相),或 3/8"外径的不 锈钢管 (用于腐蚀性的流动相,如四氢呋喃),连接到 500mL 废液瓶中。



### 2.3.4 后面板 (图 2.4)

**1. 电源部份:**包括一个插座用于连接电源线,它能在 120V 和 240V 之间转换。另有用于整个系统的电源开关的主电源开关和在线保险丝。

注意: 在错误的输入电压下运行会导致检测器损坏。参见 6.6 节,电源电压的调节,电压设置的调节和在线保险丝的更换。保险丝的大小取决于在线电压大小(6A 用于 120V, 3A 用于 240V)。

2. **十二针串口:** 输出 TTL/接触闭合信号,或接受外围设备的信号。现仅有针 1-7 已经指定了程序功能。

	至气体 三关	自动	J调零	出年 NO	借继□ C	电器 NC
-	+	-	+	+	-	+
1	2	3	4	5	6	7

**遥控气体开关:** 针 1: 接地(-), 针 2: 信号(+)。 瞬时 TTL/接触闭合输入信号开关气体供应电磁阀。

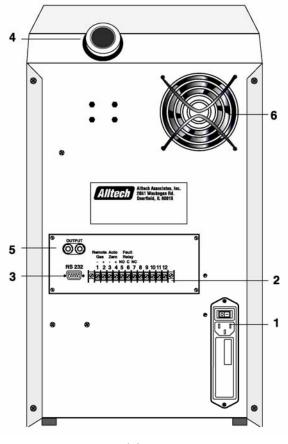


图 2.4

自动调零: 针 3: 接地(-), 针 4: 信号(+)。 瞬时的 TTL/接触闭合输入信号激活自动调零功能。它的功能和[Zero]键一致。

出错继电器: 针 5: 一般为开(NO) (+) 针 6: 共用端 (-) 针 7: 一般为关(NC) (+)。当仪器发生错误时,输出 TTL/接触闭合信号关闭泵。根据仪器可选择常开(NO)或者常关(NC)。

注意:使用出错继电器超驰能防止在检测器 出错时泵被关停。详情请参见 3.12.3 节,设置出错继电器超驰。

- 3. **RS-232 通讯口:** RS-232 电缆连接到此通讯口用于计算机控制 ELSD 2000ES。计算机控制 ELSD 2000ES 需要随机附赠的控制软件。
- 4. **排气口:** 分析过程中产生的雾化气体,流动相蒸汽,和溶质颗粒从此检测器出口排出。排气管和排气口匹配,必须连接到排气冷阱装置和通风柜。
- 5. **信号输出:** 信号线连接到仪器后面板上的输出 (OUTPUT)上,用于向用户的数据采集设备 输出模拟信号。
- 6. **排风扇:** 为整个仪器提供冷却的空气流。请勿 堵塞。

### 2.4 电路连接和流路连接:

- 1. **拆箱:** 从运输包装中取出 ELSD, 放置在 HPLC 系统的分析柱出口附近。保证 ELSD 的底部以及 ELSD 后面板上的冷却扇处有自由流通的空气。如有需要让仪器和室温平衡。保存包装纸盒以备将来使用。
- 2. **电路连接:** 将电源插头插入检测器后面板上的电源部分。确保电压设置正确。运行电压在120V(美国标准)和240V(欧洲标准)之间是可选择的。

**注意**: 在错误的电压下运行会导致检测器损坏。关于电压调整设置的详情请参见6.6.1 节。

- 3. **气体流路连接:** 将气源(最好是氮气)连接到左面板上的气体输入接口(GAS INLET)。气源压力需调整到 65-80psig。此接口接受 1/8" CPI PARKER 铜接头。稳定的气体流量和压力对于获得良好重复性结果是非常重要的。气体必须无污染,如油,水,颗粒,或任何其他非挥发性物质。仪器内部装备有 0.1um 气体过滤器。
- 4. 液体流路的连接:将柱洗脱液的输出管 1/16"阳性接头连接到液体输入接口(LIQUID INLET)。 柱和检测器之间的连接管的长度和内径尽可能 短小,以避免峰扩散。为获得最佳结果推荐使 用 0.005"内径的连接管。
- 5. 废液流路的设置:对于标准流动相,可使用 Tygon 管。使用割管刀切割适当长度的 3/8"外径 Tygon 管用于废液流路的连接。使用接口处自 带的不锈钢螺母和 PTFE 卡套将 Tygon 管固定 到右侧面板上的废液接口(DRAIN)。将废液管 浸没到废液缸中的液体内,保证废液缸中有足 够的液体(初始为水)以便覆盖连接管的底部, 并盖好盖子以防止溶剂烟雾逃逸。如置于台面 高度时,使用 500mL 废液缸;或者在地面上放 一个更大的容器 (废液管浸没于液体中) 用于 长时间或过夜运行。在撞击器开的模式下,请 随时注意废液缸中液体的高度。当液体接近顶 部时,请倒掉过量液体。记得在任何时候都要 有足够的液体保持管口浸没。记得废液瓶中也 包括了流动相中的溶剂,请进行适当的处理。 对于腐蚀性的流动相,如包括四氢呋喃或氯仿, 应该使用所提供的附件中的不锈钢废液管,它 具有更高的化学耐腐蚀性。使用接口处自带的 不锈钢螺母和不锈钢卡套将不锈钢废液管固定 到右侧面板上的废液接口(DRAIN),保证废液 缸中有足够的液体以便覆盖连接管的底部。请 随时注意废液缸中液体的高度。当液体接近顶 部时,请倒掉过量液体。

注意:废液缸中液体的高度必须低于雾化器的高度以保证废液的排出和检测器的正常运行。为了做到这点,在台面高度上的废液盛器只可以是随机提供的500mL废液瓶。在长时间和/或无人操作时必须用大容量容器代替废液瓶,但是必须将它放置于地面上。

注意: 在撞击器开的模式下,请随时注意废液瓶中液体的高度。当液面接近废液瓶口时,必须倒掉部分液体。在倾倒液体时请记住需留有足够液体浸没管子。在撞击器关的模式下,无须查看液面高度,因为在此模式下无废液排出。

**注意**: 在操作过程中不允许盛废液的容器溢满,这会导致溢出和/或不适当漏液。

- 6. 排气口的连接:将排气弯管连接到检测器后面板的排气口(EXHAUST OUTLET),并将弯管连接到冷凝阱。连接管应保证冷凝液体的平滑流下到冷凝阱中。随机提供的瓶口固定环放置在收集瓶上以保持瓶身稳定。再将管子连接到通风橱或其他通风系统中。要保证管路无低点以收集冷凝液。如果需要的话,可用切刀将管子截断为理想的长度。参见下图 2.5。
- 7. **信号输出:** 将信号线从数据采集设备连接到检测器后面板的信号输出(OUTPUT)。
- 8. **RS-232 连接:** 将 RS-232 电缆线从检测器后面 板的 RS-232 通讯口连接到计算机上(如果需要)。详情请参阅相关操作手册。
- 9. 12 针串口的连接: 如果需要以下的功能,请连接好检测器后面板上的 12 针串口。

**遥控气体开关:** 针 1: 接地(-)

针 2: 信号(+)

ELSD 2000ES 上的针 1、2 能接受 TTL/接触 闭合信号开关气体。尤其可用于在一次运行结束 后关闭气体。这个信号通常来源于自动进样器或 数据采集系统。电缆连接详情请参阅相关操作手 册。

**自动调零:** 针 3: 接地(-) 针 4: 信号(+)

ELSD 2000ES 上的针 3、4 能接受来自于启动信号线的 TTL/接触闭合信号,在每次进样后将检测器自动调零。这个信号通常来源于自动进样器或手动进样阀的位置传感开关。电缆连接详情请参阅相关操作手册。

出错继电器: 针 5: 常开(NO)(+)

针 6: 共用端

针 7: 常关(NC)(+)

ELSD 2000ES 上的针 5、6、7 能输出 TTL/接触闭合信号,在检测器出现任何故障时停止泵的运行。电缆连接详情请参阅相关操作手册。

**注意**: 出错继电器超驰功能能临时性停止出错继电器功能,而无需断开连接的电线。详情请参阅 3.12.3 节,出错继电器超驰。

# 排气冷阱和废液收集的推荐安装

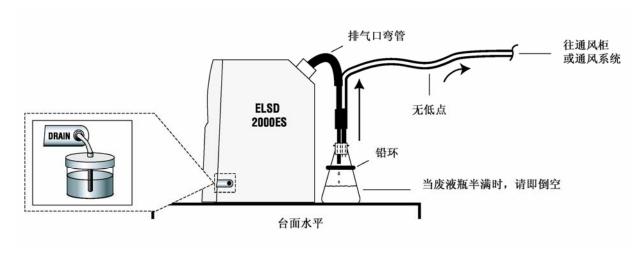


图 2.5

# 3. 仪器的控制

### 3.1 ELSD 控制的选择

ELSD 2000ES 可以从前面板直接控制或计算机遥控。

本章节主要叙述如何从前面板直接操作 ELSD 2000ES。关于ELSD 2000ES 的计算机控制的详情,请参阅 ELSD 控制软件的操作手册。

注意: 只有随机的 ELSD 2000ES PC 控制软件能用于计算机控制 ELSD 2000ES。ELSD 2000ES 不与其他任何计算机控制软件相兼容。

### 3.2 使用 ELSD 2000ES 控制面板

ELSD 2000ES 可以从前面板通过窗口功能键,数字键盘,和液晶显示直接控制。图示和详情参见2.3.1节,前面板

# 3.3 窗口间的切换(图 3.1)

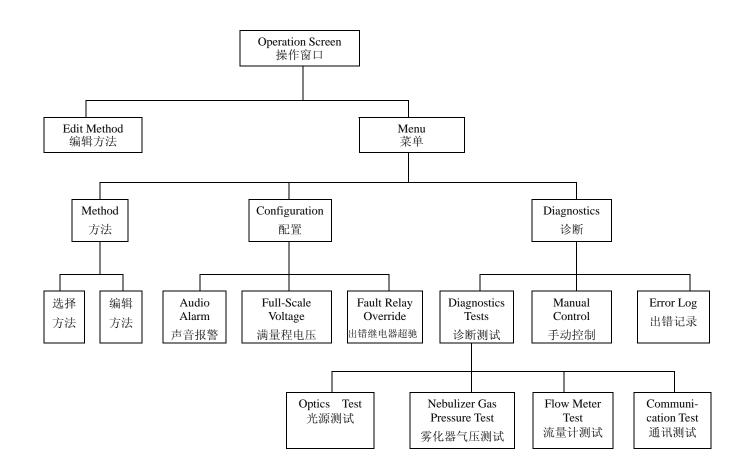


图 3.1

### 3.4 接通电源

打开仪器后面板上的电源开关,接通 ELSD 2000ES 电源。

操作窗口出现,窗口给出仪器为"待机状态",并 有一个计时器显示仪器在此状态下有多少时间。 仪器将自动显示上一次运行关机前最后所采用的 方法设置。

### 3.5 操作窗口

操作窗口是仪器运行时主显示窗口。此窗口提供当前运行方法的以下信息:

- 方法: 当前加载方法的名称。
- **漂移管温度:** 漂移管的设定温度及当前实际温度读数,单位为°C。
- **气体流量:** 雾化器气体的设定流量及当前实际 流量,单位为 L/min。
- **放大系数:** 当前放大系数的设定值(可能的数值为1、2、4、8和16)。设定为1代表信号没有放大,随每次放大系数的增大信号基于原数值放大两倍。
- **撞击器**: 当前撞击器的位置,依据当前使用的 方法为开或关。
- 输出值: 当仪器处于"运行"状态时,显示以 mV 为单位的信号值。当仪器处于"待机"状 态时,显示"Standby"和待机时间。
- 满量程电压:满量程电压的设置(根据所用数据采集系统设定为 10mV 或 1000mV)。
- **出错总数:** 当前发生的操作错误的总数(如果 有的话)。
- 窗口键:用于改变仪器状态或进入其他窗口的功能。

[Edit]: 快捷键,从"运行"窗口直接切换到"编辑方法"窗口。

[Menu]: 从"待机"或"运行"窗口切换到"菜单"窗口。

[Standby]: 将仪器从"运行"窗口切换到"待机" 状态。

[Zero]: 在"运行"窗口下将输出信号调零。 [Run]: 运行当前方法的设置,将仪器从"待机"状态切换到"运行"状态。

### 3.6 仪器状态

ELSD 2000ES 有两种不同的操作状态: "待机" ('Standby')和"运行"('Run'), 仪器当前的状态显示在操作窗口上:

### 3.6.1 待机状态

检测器通电后立即进入"待机"状态。在此状态下,激光,气流,和漂移管加热器都处于关闭状态。操作窗口显示"待机"字样和计时器表示的待机时间。可执行的窗口键是[Menu]和[Run]。

"待机"状态的操作窗口

Method :ABC			OUTPUT mV
Tube Temp: Gas Flow: Gain: Impactor:	Set 70.0°C 1.9L/min 1 Off	Read 23.4°C 0.0L/min	Standby 00:30:23 1000mV/FS
	[Menu]		[Run]

### 3.6.2 运行状态

在"运行"状态下,激光,气流,和漂移管加热器都处于打开状态,撞击器状态与设置状态相吻合。输出信号值会有显示。操作窗口会以 mV 为单位显示信号输出值。[Edit] , [Menu] , [Standby] 和[Zero]窗口键是可执行的。

"运行"状态的操作窗口

Method :ABC			OUTPUT mV
Tube Temp: Gas Flow:	Set 70.0°C 1.9L/min	Read 70.3°C 1.9L/min	3.4
Gain: Impactor:	1 Off	·	
Total Errors:	2		1000mV/FS
[Edit]	[Menu]	[Standby]	[Zero]

注意: 在操作窗口下,任何时候键入'Enter'就能列出故障信息。参见 5.1 节,操作错误信息,故障信息的描述和解决。

## 3.7 菜单窗口

在操作窗口下,按[Menu]窗口键进入菜单窗口。它提供以下选择:

### 《Menu》

- 1. 方法
- 2. 配置
- 3. 诊断

[Exit]

- 1. 方法: 进入方法窗口进行方法选项。
- 2. 设置: 进入配置窗口进行仪器配置选项。
- 3. 诊断: 进入诊断窗口进行诊断选项。

按1,2或3选择一个以上选项。

按[Exit] 键返回操作窗口。

# 3.8 建立一次运行

建立一次运行需要以下条件:

1. 加载所需的方法:

选择所需方法:

- 选择以前保存方法
- 编辑现有的方法
- 新建一个方法

详情参见3.10节,方法选项。

2. 设置仪器:

设置以下独立于方法的参数:

- 声音报警
- 满量程电压
- 出错继电器超驰

详情参见 3.12 节,设置。

### 3.9 方法窗口

在菜单窗口下按 1 进入方法窗口。它提供以下选择:

### 《Method》

- 1 选择方法
- 2 编辑方法

### [Menu]

- **1. 选择方法:** 从以前保存的十种方法中选择一种方法。
- **2. 编辑方法:** 编辑已有方法或者新建一个方法。

按1,或2选择一个以上选项。

按[Menu]键返回菜单窗口

### 3.10 方法选项

### 3.10.1 选择以前保存方法

在方法窗口下按 1 选取选择方法选项,进入 《Method List》 窗口:

### 《 Method List 》

- 0. 方法 A
- 1. 方法 B
- 2. 方法 C
- 3. 方法 D
- 4. 方法 E

[ Menu ] [ More ]

从《Method List》窗口,您可从至多 10 种已经保 存过的方法中选择。第一屏中显示方法 0-4, 按 [More]键进入方法 5-9, 按 [More] 键回到方法 0-4。

按所需方法的序号,一个《Confirmation》窗口将 显示如下:

### 《 Confirmation 》

序号: 0 名称: 方法 A 温度: 70.0°C 气体流量: 1.9L/min 放大系数:1

撞击器: Off

[ OK ] [Cancel]

按[Cancel]键取消加载此方法,回到《Method List》 窗口, 仪器仍保持原来加载的方法。

按 [ OK ]键接受此方法, 回到操作窗口, 仪器加 载了新方法。

注意: 随着新方法的加载, 仪器重新进入 操作窗口并保持加载方法之前同一模式。 如果仪器是在'Standby'状态下,那么新 方法加载后仍保持'Standby'状态直到您 按[Run]。如果仪器在加载新方法之前处于 'Run'状态,那么新方法加载后仪器立 即进入运行状态。

### 3.10.2 编辑现有方法

方法可在《Edit Method》窗口下编辑。按以下步 骤进入此窗口:

- 在方法窗口下键入2,或者
- 在运行状态的操作窗口下,按[Edit]键。

在《Edit Method》窗口下显示当前加载的方法:

### 《 Edit Method 》

- 1. 方法序号: 0
- 2. 方法名称: 方法 A
- 3. 温度: 70.0°C
- 4. 气体流量: 1.9L/min
- 5. 放大系数: 1
- 6. 撞击器: Off

[Cancel] [Menu] [Save]

[Run]

按相关数字来改变您想要改变的参数:

- 1. 方法的序号: 按数字1改变方法的序号, 当前 的数值闪烁。选择新的方法序号,采用 0-9 之 间的任何数字。按'Enter'键确认,新的方 法序号显示在编辑方法菜单中,或者按'\*' 取消改变,原数字重新显示在方法中。
- 2. 方法的名称: 按数字 2 改变方法的名称, 引入 《Edit Name》菜单:

### 《 Edit Name 》

当名称输入完成后按'Enter'键确认。

ABCDEFGHIJKLMNOPQRSTUVWXYZ 1234567890

[ ⇒ ]  $[\Rightarrow]$ [Accept] [ Back ]

按箭头键移动光标至所需字母。按[Accept]键选择 一个字母, 数字, 或空格(在 z 和 1 之间)。按[Back] 键消除最近字母。方法名称最多可包括 18 个字母 (数字,字母或空格)。当方法名称编辑完成后按 'Enter'键,一个《Confirmation》窗口出现:

### 《 Confirmation 》

新名称: 方法 A

[ OK ] [Cancel]

按[OK]键确认新名称,《Edit Method》窗口将显 示新方法名称。

按[Cancel]键拒绝新名称,《Edit Method》窗口将 重新显示原方法名称。

- 3. **漂移管的温度:** 按数字 3 改变漂移管的温度, 当前的设定值闪烁。使用数字键设定新温度。 容许的漂移管温度在 25 - 120℃ 之间。按 'Enter'键确认改变,新的设定值在方法中 列出;或者按'\*'取消改变,原数值重新显示在方法中。
- 4. **气体流量**:按数字 4 改变气体流量,当前的设定值闪烁。键入数字设定新气体流量。容许的气体流量在 0 5L/min 之间,超出范围的数值不被接受。按 'Enter'键确认改变,新的设定值在方法中列出;或者按'\*'取消改变,原数值重新显示在方法中。
- 5. **放大系数**:接数字 5 改变放大系数,当前的设定值闪烁。重复按 5 直到出现所需数值,可选数值为 1,2,4,8,或 16。按'Enter'键确认改变,新的设定值在方法中列出;或者按'\*'取消改变,原数值重新显示在方法中。随着每次放大系数的增加,输出信号基于前面数值放大二倍。
- 6. **撞击器位置**:接数字6改变撞击器的位置,当前的设定值闪烁。重复按6,撞击器位置在'开'和'关'之间切换,选定所需位置。按'Enter'键确认改变,新的设定值在方法中列出;或者按'\*'取消改变,原设定值重新显示在方法中。

### 取消方法的改变

在《Edit Method》窗口下按[Cancel]键取消所有方法编辑中的改变,然后回到《Menu》窗口恢复原来的方法设置。

### 保存方法的改变

在《Edit Method》窗口下按[Save], [Run], 或 [Menu]激活方法改变:

按[Save]键永久保存方法的改变。随后操作窗口显示新参数。

按[Run]键暂时改变方法。回到操作窗口时列出新的设定值,同时方法的名称前面标有'\*'(星号)指示方法的改变是暂时的。如果方法重新加载或仪器关机后再启动,暂时的改变不会保存到方法中。

按[Menu] 永久保存方法的改变。随后回到《Menu》窗口下。关于《Menu》窗口的详情参见3.7节,菜单窗口。

### 3.10.3 建立新方法

通过修改已有方法,保存新方法名称,序号,和 参数设置建立新方法。按照 3.10.2 节指导,编辑 已有方法。

### 3.11 配置窗口

在菜单窗口下按2进入仪器配置窗口。

### 《Configuration》

1. 声音报警:

Off/On

2. 满量程电压:

10mV/1000mV

3. 出错继电器超驰: Off/On

[Menu]

### 1. 声音报警:

设置声音报警。如报警开时,当检测器发生任何操作失误都有声音报警。

### 2. 满量程电压:

10mV/1000mV。根据使用的数据采集系统设置 正确的满量程电压。

### 3. 出错继电器超驰:

设置出错继电器超驰。在'开'的位置下,出 错继电器功能被关闭,操作错误发生后泵的运 行不会被停止。在'关'的位置下,出错继电 器功能有效。此功能在仪器平衡和方法优化时 有用。

按1,2和3选择以上选项。

按[Menu]键返回《Menu》窗口。

### 3.12 配置选项

### 3.12.1 设置声音报警

在《Configuration》窗口下按 1,声音报警切换于'关'和'开'之间,选定您希望的设置。

在'开'位置下,当处于'运行'模式时,检测器的任何操作失误都会触发声音报警。错误必须被纠正以关闭声音报警。操作窗口会显示错误的总数,按'Enter'查看错误内容。

在'关'位置下,操作错误发生不会触发声音报警。

### 3.12.2 选择满量程电压

在《Configuration》窗口下按 2,满量程电压设置切换于 10mV 和 1000mV 之间,选择您需要的设置。正确的设置取决于使用的数据采集系统。

如果输出超过 999.9mV,信号输出显示'HI'。如果输出低于-99.9mV,信号输出显示'LO'。

**注意:** 检测器最大输出为 2500Mv, 只要您的数据采集允许。

### 3.12.3 设置出错继电器超驰

在《Configuration》窗口下按 3,出错继电器超驰切换于关和开之间,选择您需要的设置。

在'开'的位置下,出错继电器功能被关闭,操作错误发生后泵的运行不会被停止。当您在改变操作条件并不希望触发出错继电器,仪器进行平衡时,此功能有用处。

在'关'的位置下,出错继电器功能被激活,当 ELSD 2000ES 的任何操作错误发生时泵的运行被 停止。

**注意:** 使用出错继电器功能需要连接适当的 电线。详情参见 2.4 节,电路连接和 流路连接。

### 3.13 诊断

关于如何使用诊断功能的详情,请参见第 5 节,诊断和故障排除。

# 4. 日常操作

# 4.1 安全

请遵守以下条例保证 ELSD 2000ES 操作安全:

- 1. 实验室保持良好通风以防止溶剂蒸汽积聚。
- 2. 使用通风柜或其他通风设备以防止吸入排气管逸漏的溶剂烟雾。
- 3. 在使用可燃溶剂时避免使用明火和点火。
- 4. 使用惰性气体,最好是氮气,用于含有有机溶 剂的流动相的雾化。
- 5. 请勿除去仪器的盖子,除非在 Alltech 人员的 指导下。
- 6. 在除去盖子前先切断电源。

注意: 内部元件可能很烫。

当心: 避免眼睛直接接触激光

- 7. 使用出错继电器功能防止 ELSD 2000ES 在不适当的条件下运行。
- 8. 使用出错继电器防止 ELSD 2000ES 在不适当的条件下运行。

### 4.2 操作注意事项

1. 在撞击器'开'的模式下,监视 500mL 废液 瓶中液体的高度,需要时倒掉过量的液体。或者,将废液管浸没于放置于地面的大容器的液面下,从而无须经常倒掉过量液体。在撞击器'关'的模式下,无须经常查看废液瓶,因为无废液排出。

注意: 在台面上只能使用仪器提供的 500mL 废液瓶。较大的容器必须放置于地面上。

- 2. 当漂移管未达到适当的蒸发温度或雾化气体 关闭时,流动相不应开启。否则流动相可能在漂 移管中积聚。
- 3. 重要:只有挥发性的缓冲液允许加入到流动相中。非挥发性缓冲液的颗粒将会被检测器作为样品检测,引起许多基线噪音。适合使用的缓冲液列表请参见 6.4 节,挥发性流动相改性剂。
- 4. 每天检查排气管和浓缩冷阱。如需要倒掉冷凝液体。请勿让瓶子装满,因为这样会造成排出 气体通过冷凝液翻气泡,从而增加噪音。

### 4.3 重要的操作参数

为每个应用选择最佳参数设置来优化 ELSD 2000ES 的性能。雾化气体的流量、流动相流速、漂移管温度、和撞击器的位置是获得最佳结果所必须优化的参数。以下段落叙述每个参数和提供建议选择适当的设置:

### 1. 撞击器的位置:

对于每个应用撞击器的正确位置取决于流动 相的组成和流速,和被分析物的挥发性。关键是 在灵敏度和流动相的充分挥发之间取得适当的平 衡。

**撞击器'关'**的位置最适用于低流量/高含水量的流动相(≤1.0mL/min),或者高有机含量流动相条件下分析非挥发性样品。这一设置将所有样品全部送到光检测池检测以获得最大灵敏度。

**撞击器'开'**位置最适用于高流量/高含水量流动相下分析样品,或者分析半挥发性样品。在撞击器开模式下,部分气溶胶旁路到废液管,所以最大流速达 5.0mL/min 的流动相包括急变梯度下也能获得充分的挥发。撞击器'开'是分析半挥发性化合物的理想设置,因为允许使用更低的漂移管温度以获得更好的灵敏度。

注意:在高有机含量的流动相下,只有当被 分析物是半挥发性化合物时,才使用撞 击器开模式。否则,灵敏度被不必要地 降低。

您选择的撞击器的位置将很大程度上影响其 余所有参数的设置。详情请参见以下章节。

### 2. 雾化气体流量:

雾化气体的流量决定雾化时形成的液滴大小。 气体流量越高形成的液滴越小,比大尺寸的液滴 更容易蒸发。另一方面,小颗粒散射光少,因此 比大颗粒产生的信号小。您必须用实验来决定产 生最佳信号噪音比时的气体流量。适当气体流量 的选择很大程度上取决于撞击器位置的设置:

**撞击器'关'**: 获得有效雾化时的最低气体流量能产生最大信号输出。关于在撞击器'关'时推荐使用的气体流量请参见表 1。

撞击器'开':撞击器'开'的模式下所采用的气体流量一般比撞击器'关'的模式下所采用的气体流量要低许多。流动相流速为 1.0mL/min时,气体流量一般为 2.2L/min 左右或更低。高流动相流速需要高气体流量。如果气体流量设置得太大,则比此漂移管温度下能够充分蒸发的液滴多的液滴将通过撞击器,结果造成基线噪音。如果气体流量设置得太低,那么产生的液滴可能太大以至于增加在撞击过程中的样品损耗大,结果是灵敏度降低。关于撞击器'开'应用时气体流量优化的详情请参阅 4.7 节,优化程序。

### 3. 流动相流速:

**撞击器'关':** 撞击器'关'的设置能够实际用于流速最高不超过 1.5mL/min 的高有机含量流动相,以及流速不超过 1.0mL/min 的高含水流动相。流动相流速越高要求气体流量越大、漂移管温度越高,因此使用流动相流速越低越好。

采用微径柱代替 4.6mm 内径的标准型分析柱允许使用较低的溶剂流速而不影响保留时间。例如,2.1mm 内径分析柱采用 0.2mL/min 流速相当于 4.6mm 内径的分析柱采用 1.0mL/min 流速。由于样品的稀释降低,内径越小的分析柱相对于标准型分析柱提高灵敏度,。

**撞击器'开'**:撞击器'开'的模式能用于流动相流速高达 5.0mL/min 的条件下,包括流动相为高水含量和/或急变梯度条件下。

### 4. 漂移管的温度:

适当的漂移管温度设置是基于流动相的挥发性和流速,雾化器的气体流量,和被分析化合物的挥发性。漂移管的温度选择范围是 25°C-120°C,以 1°C 为单位递增。您为您的应用选择的撞击器设置将反映以下这些参数:

**撞击器'关':** 水性溶剂和挥发性缓冲液比有机溶剂蒸发所需的漂移管温度来得高。流动相流速越高要求漂移管温度越高。气体流量越低产生的液滴越大,因此流动相蒸发所需要的漂移管温度越高。撞击器'关'的模式一般比撞击器'开'的模式采用较高漂移管温度和更广的范围。关于撞击器'关'的模式下推荐使用的初始温度,可参见表 1。

**注意**:如果漂移管温度设置过高,将产生基线噪音。溶剂可能在雾化器中沸腾而造成雾化不好。

**注意:** 当运行一个梯度时,根据最难蒸发的 流动相组分来优化参数。

撞击器'开': 撞击器'开'的应用比撞击器'关'的模式要求较低的漂移管温度,一般为约低 50°C 或更低。一般 40°C 的温度就足以蒸发流速为 1.0mL/min 的高水含量流动相。流动相的流速越高要求温度越高。半挥发性化合物甚至能在更低的漂移管温度设定得太高,那么半挥发性化合物太容易被蒸发。如果漂移管温度设定得太低,那么由于流动相蒸发不完全而产生基线噪音。理想的设定温度是在不牺牲灵敏度的条件下产生可以接受的低噪音基线时所使用的最低温度。关于在撞击器'开'的模式下选择适当漂移管温度的详情,请参见 4.4.2 节。

### 4.4 选择初始操作条件

在选择初始操作条件之前,您必须做以下两点:

 根据以下指导为应用选择最佳撞击器设置: 当分析非挥发性化合物,并使用流速最高为 1.5mL/min 的高有机含量流动相或者使用流速 最高为 1.0mL/min 的高水含量流动相时,请选

当分析半挥发性化合物,或者分析非挥发性化合物并使用流速最高为 5mL/min 的高水含量流动相时,请选择**撞击器'开'**的模式。

2. 按照正确的程序设置撞击器模式:

择撞击器'关'的模式。

### 4.4.1 为撞击器'关'的模式下选择初始条件

使用下面的表 I 作为指导,选择撞击器'关'模式下 ELSD 初始操作条件。本表格推荐的条件是用于 4.6mmID 的分析柱和流动相流速为 1.0 mL/min 时。用实验来确定最佳温度和气体流量是必须的。详情请参见 4.7 节,优化程序。

表 I 撞击器'关'模式下初始 ELSD 操作条件:

溶剂流量 (1mL/min)	漂移管 (℃)	气体流量 (L/min)
丙酮	30	0.6
乙腈	70	1.7
氯仿	40	1.5
庚烷	50	1.5
己烷	40	1.6
异丙醇	55	1.7
甲醇	60	1.6
二氯甲烷	50	1.6
四氢呋喃 (稳定的)	60	1.7
四氢呋喃(不稳定的)	40	1.6
水	115	3.2
甲醇:水(90:10)	75	2.0
乙腈:水(75:25)	80	2.0

### 较高或较低的流动相流速:

表 I 中所推荐的初始操作条件用于流动相流速为 1.0 mL/min 使用 4.6mmID 的分析柱时 。较低的流动相流速和较细的分析柱内径要求较低的气体流速和漂移管温度。较高流速和较高缓冲剂含量的流动相要求较高的气体流量和漂移管温度。详情参见 4.7 章节,优化程序。

### 多溶剂组成的流动相:

根据表 I 中所列各溶剂的初始温度和初始气体流量,按流动相中混合溶剂的比率,计算混合流动相所需的初始温度和气体流量。例如,一个双组份的流动相--60%甲醇和 40%水,其初始温度=(0.60)(60)+(.40)(115)=82%。气体流量=(0.60)(1.6)+(0.40)(3.2)=2.2 L/min。

### 梯度分离:

当进行梯度分离时,根据流动相中最难挥发 的溶剂组成来选择初始操作条件。

### 未列出的溶剂:

表 I 中未列出的溶剂可参考 Merck 公司的附录或化学和物理手册中的溶剂沸点和蒸汽压力。在表 I 中查找与其在沸点和蒸汽压上最接近的溶剂,根据此溶剂设定初始漂移管温度和气体流量。若使用的流动相的沸点大于 100℃,那么必须降低流动相的流速或者提高气体的流量。仪器的最大操作温度是 120℃。若溶剂的沸点大于 120℃时,只能在非常低的流速下使用,不能大于 0.5 mL/min。

**注意**:表 I 仅用于撞击器'关'模式下选择操作条件。

### 4.4.2 为撞击器'开'的模式下选择初始条件

撞击器'开'的应用需要不同的方法。使用下面的表 II 作为指导,为此种撞击器设置选择适当的初始条件:

### 高流速流动相

所有流动相流速都采用表 Ⅱ 作为初始条件。 较高流速可能要求较高漂移管温度和较高气体流 量。详情请参阅 4.7 节,优化程序。

### 多种流动相溶剂 / 梯度

撞击器'开'的应用不需要对漂移管温度和气体流量进行任何特殊计算。撞击器'开'时各种溶剂挥发性的效应不像撞击器'关'时那样大。不需考虑流动相的精确组成,可采用表 II 推荐的初始条件。详情请参阅 4.7 节,优化程序。

表 II: 撞击器'开'模式下 ELSD 初始操作条件

分析物	流动相组成	漂移管 温度	气体流量
非挥发性	高水性流动相 和/或急变梯度	40°C	1.5L/min
半挥发性	一般为有机 流动相	30°C	1.5L/min

### 4.5 开始步骤

- 1. 根据 2.4 节,电路连接和流路连接,准备仪器,如需要也连接出错继电器。
- 2. 开启雾化器气体供应。将压力表设定在 65-80 psig 之间。
- 3. 打开 ELSD 2000ES 的电源。
- 4. 当操作窗口出现后,建立所需的方法和配置。 详情参见 3.10 节,方法选项,以及 3.12 节,配 置选项。
- 5. 按[Run]键运行方法。
- 6. 让漂移管温度到达它的设定值。
- 7. 记录只有气体打开时的基线 10-15 分钟,观察前面板上显示的以及色谱图上的信号输出。基 线必须是稳定,低噪音。噪音必须在毫伏范围, ±0.5mV。
- 8. 如果基线是不稳定和/或漂移, 仪器可能还没有 达到设定温度。在撞击器'开'的模式下, 只 有漂移管温度加热区域是升温的。您可通过前 面板直接查看漂移管温度。在撞击器'关'的 模式下有两个加热区, 漂移管和雾化器。两个 区域都必须达到设定温度。您能在《Manual Control》的窗口下同时监视这两个温度。
  - 注意:如果从撞击器'关'的模式转到撞击器'开'的模式下,这可能需要一点时间等雾化器温度下降并达到平衡。典型的平衡状态下雾化器温度为 12 20°C。在这种情况下,您可用《Manual Control》窗口来监视雾化器的温度。
- 9. 如果噪音比预期的大,您可能需要做光源测试 来确定激光或者电路是否有问题。详情请参见 5.3.1 节,光源测试。
- 10.在分析柱连接到检测器前,先用流动相冲洗分析柱。冲洗的时间取决于分析柱存储时间和曾经使用的样品和流动相的类型。在连接到ELSD前确定分析柱没有硅胶'颗粒'或其它污染物洗脱下来。ELSD 2000ES 会很灵敏地检测污染物。
- 11.分析柱经过冲洗后,连接到检测器左侧面板上的液体输入接口处(LIQUID INLET)。分析柱

- 和雾化器之间的连接管应尽可能的短。推荐使用 0.005"ID 的输入管。
- 12. 将 HPLC 泵开启,调节到所需的流速。请不要超过推荐的最大溶剂流速。
- 13.如有需要时,请检查连接是否有泄漏,并拧紧接头。
- 14.观察显示面板上的信号输出,并记录基线。在 泵打开时信号初始升高之后,几分钟内信号水 平应回落到接近于只有气体打开时的信号水 平。如果经充分平衡时间之后信号仍旧高,流 动相可能被污染(柱的颗粒,缓冲液,等等), 或者是温度或者是气体流量设置太低,使得流 动相没有达到最佳蒸发。采取适当措施,让系 统重新平衡几分钟。
- 15.现在准备好进您的样品。如您是第一次使用 ELSD 2000ES,可能想重现 ELSD QC 程序。 详情可参见随机携带的性能文档中的 QC 程序

### 4.6 关机程序

- 1. 关闭流动相
- 2. 允许只通气体,持续大约 5 分钟的时间,以清除剩余的液滴。
- 3. 在操作窗口下按[Standby]键,将仪器置于'待机'状态。
- 4. 如需要时, 关闭气源。
- 5. 需要时关闭 ELSD 的主电源(后面板上的底部 左侧)。

### 注意:

- 关机前最后使用的方法会在再次在开机时 出现。任何临时的方法修改会丢失,只有 保存过的参数设置会被显示。
- 如果 ELSD 在几天内不会使用,请将柱出口后雾化器进口断开。重新连接前请冲洗分析柱。
- 仪器不使用时,仪器电源可以不关,不会有问题。激光可通过将仪器置于'Standby' 状态而关闭。

### 4.7 优化程序

根据您的应用所采用的撞击器设置,按照下列优 化程序:

# 4.7.1 为撞击器'关'模式优化参数

### 漂移管温度:

1. 按照表 I 的推荐,为应用设定气体流量和漂移 管温度。

注意:如果您在低于 1mL/min 流速下工作,优化后的漂移管温度可能比推荐的温度低许多。如果您在高于 1mL/min 流速下工作,优化后的漂移管温度可能高于推荐的温度。

- 2. 在气体和流动相流过柱子条件下,监视检测器 的基线噪音。
- 3. 经过充分平衡后,如果基线还保持较大噪音, 以推荐温度为基准,以 5°C 为单位,增加漂移 管温度,观察基线噪音的变化。
- 4. 一旦获得可接受的基线,以 1°C 为单位降低温度,直到基线噪音增加。
- 优化的漂移管温度应该是产生可接受的低噪音基线时的最低温度。

### 气体流量:

- 1. 根据上述程序设定漂移管最佳温度。
- 2. 根据表 I 推荐设定气体流量。
  - 注意: 如果您使用的流动相流速低于 1mL/min,优化后的气体流量可能低于 推荐值。如果您使用的流动相流速高于 1mL/min,优化后的气体流量可能高于 推荐值。
- 3. 设置流动相流速并允许系统平衡。
- 4. 进样您的样品并获得每个组分的峰面积。选择 样品浓度允许在同一刻度上观察峰面积和基 线噪音。
- 5. 以推荐设定为基准,以 0.2L/min 为单位增加和 降低气体流量,观察每次改变后峰面积的变 化。

- 继续降低气体流量并测定峰面积直到基线噪音不可接受。
- 7. 最佳气体流量应该是在可接受的低噪音基线 条件下产生最大峰面积时的最低流量。可在每 次流量改变后,通过计算信号噪音比来确定最 佳气体流量。

**注意**:每当流动相组成改变或流量改变后,都要确定最佳条件。

### 4.7.2 为撞击器'开'模式优化参数

撞击器'开'的应用需要不同于撞击器'关'的 优化程序:

### 漂移管温度/气体流量

- 1. 设定漂移管温度为40°C(半挥发性采用30°C), 气体流量为1.5mL/min,作为初始条件。
- 2. 设置流动相流速并允许系统平衡。
- 3. 如有需要时,以1°C 为单位升高温度,直到流动相充分蒸发(由稳定的基线指示)。
- 4. 进您的样品并获得每个组分的峰面积。选择样 品浓度允许在同一刻度上观察峰面积和基线 噪音的变化。
- 5. 以推荐设定为基准,以 0.2L/min 为单位改变气体流量,观察每次改变后峰面积的变化。
- 6. 最佳气体流量在最低基线噪音时能产生最大 峰面积。以信号噪音比对峰面积作图来帮助确 认最佳气体流量。

**注意:** 每当流动相组成改变或流量改变后, 都要重新优化设置。

# 5. 诊断和排除故障

# 5.1 操作错误的信号

操作窗口将列出当前仪器发生的操作错误的总数。任何时候在操作窗口下按'enter'键显示错误信息。下面的表格列出可能的错误信息和导致的原因和解决方法:

操作错误

错 误	发 生 条 件	可 能 原 因	解 决 方 法
漂移管	漂移管温度的读数偏离 设定值(+/-)10℃	漂移管温度未达到设定值	等待漂移管温度达到设定值
温度错误		可能是加热器或电路故障	请联系奥泰各办事处
雾 化 器 温 度 错 误	雾化器温度偏离设定值 (+/-)10℃。(注意: 这一错误信息仅在撞击 器'关'的模式下出现, 此时雾化器应由程序设 定加温达到和漂移管同	雾化器温度未达到设定值 (仅在撞击器'关'的模式 下)。 可能是加热器或电路故障	等待雾化器温度达到设定值。 在《Mannual Control》窗口下 监视雾化器温度。 请联系奥泰各办事处
	样温度。雾化器在撞击器'开'的模式下不加热。		
气 体 流 量错误	气体流量的读数偏离设 定值(+/-)0.3L/min	气源已经很少或没有了	检查气源,需要时替换钢瓶
里田庆		钢瓶压力调节器设定太低	调整钢瓶压力调节器设定至 65-80psig
		雾化器被堵塞	清洁雾化器
		气体流量感应器错误或电路 错误	请联系奥泰各办事处
输入气 体压力 太低	输入气体压力低于 40psig	钢瓶压力调节器设定得太低 了	调整钢瓶压力调节器设定至 65-80psig
> 15 JAN		气源已经很少或没有了	需要时替换钢瓶
		气体流量感应器错误	请联系奥泰各办事处
光 感 应 器 或 前 置 放 大 错误	来自光电二极管的信 号太负值,以至于检测 器不能将它的模拟信 号转换为数字信号	光感应器出错或前置放大电 路错误	请联系奥泰各办事处

### 5.2 诊断窗口

带有几种诊断功能可用于故障检修。在《Menu》窗口下按 3 进入《 Diagnostics 》窗口菜单:

《 Diagnostics 》

- 1. 诊断测试
- 2. 手动控制
- 3. 错误记录

[Menu]

它提供如下选择:。

- 1. 诊断测试: 用于进入《Diagnostics Tests》窗口。
- 2. **手动控制**:用于监视平衡时漂移管和雾化器的温度,也用于故障排除。
- 3. **错误记录:** 用于跟踪运行时发生的操作错误。 按 1, 2 和 3 选择以上选项。

按[Menu]返回到菜单窗口。

### 5.3 进行诊断测试

有几种诊断功能可用于故障检修。在《Diagnostic》窗口下按 1 进入《Diagnostics Tests》窗口菜单:

《 Diagnostics Tests 》

- 1. 光源测试
- 2. 雾化器气体压力测试
- 3. 流量计测试
- 4. 通讯测试

[Menu]

它提供如下选择:

- 1. 光源测试: 用于检查激光的功能。
- 2. **雾化器气体压力测试:**用于检查雾化器气体压力。
- 3. 流量计测试: 用于检查气体流量计的功能。
- 4. **通讯测试:** 用于检查仪器内 RS-232 电缆的 功能

按 1, 2, 3 和 4 从以上选项中选择特定的测试, 各项测试的详情请参见 5.3.1-5.3.4 节。

当所有测试完毕后,按[Menu]窗口键返回到《Menu》窗口下。

### 5.3.1 光源测试

- 1. 关闭流动相。在仅通气体的情况下让系统平衡 几分钟。
- 2. 在《Diagnostic Tests》窗口下按 1 开始光源测试,测试菜单显示:

System is checking optics. Please wait.

00:00:40

Current Max. Min.

Laser off:

- 3. 测试需用 40 秒钟完成,并可通过屏幕上的计时器监视进程。在光源测试中进行了如下步骤:
- 关闭激光,并让检测器平衡。
- 采集激光关闭时激光的最大信号,最小信号, 和平均信号。在数据采集过程中,当前信号读 数显示在'current'一列中。当数据采集结束后, 平均信号数据显示在'current'一列。
- 开启激光,并让检测器平衡。

- 记录激光开时的最大信号和平均信号数据。
- 激光'开'和激光'关'的差值,以及激光信号的偏离值被确定。
- 接着显示结果。
- 4. 光源测试通过条件:激光开/关差值必须大于 0.5mV和小于20mV。激光关时稳定在1mV内。

光源测试通过的例子如下:

Test passed. Press any key to continue.

00:40:00

Offset: 5.1 mV

5. 如果测试失败,结果屏幕会显示'测试失败', 并提供了更详细的错误信息。请参考光源测试结 果表了解可能的错误信息和解决方法。

### 光学测试结果

结果	原因	解决方法
激光关时 噪音水平 太高	电路问题	请联系奥泰各办 事处
激 光 开 / 关的差值 太大	光源和/或光 阱污染,	关于清洁程序, 请联系奥泰各办 事处
	电路问题	请联系奥泰各办 事处
激 光 开 / 关的差值 太小	激光或其他 电路问题	请联系奥泰各办 事处

6. 按任意键返回到《Diagnostic Tests》窗口。

### 5.3.2 雾化器气体压力测试

- 1. 在开始测试前检查输入气体压力设置在 65-80psig 之间。
- 2. 关闭流动相。等待几分钟让仪器稳定。
- 3. 在《Diagnostic Tests》窗口下按 2 开始雾化器 气体压力测试,测试窗口显示如下:

System is checking gas pressure at the nebulizer.

Please wait.

00:01:30

Current Max.

Max. Min.

- 4. 测试需用 90 秒钟完成,并可通过屏幕上的计时 器监视进程。在雾化器气体压力测试中进行了 如下步骤:
- 气流自动打开为 2.0L/min, 检测器进行平衡。
- 最大和最小雾化器气体压力读数被确定。在数据采集时,当前的气体压力读数列在'Current'一列下。当数据采集结束后,平均信号数据显示在'current'一列。
- 气体流量返回到测试前的设置,测试结果将被显示。
- 5. 雾化气体压力测试通过的条件:气体压力最小值不小于 3psig,最大值不大于 30psig,在测试期间压力变化小于 0.3psig。

结果通过的例子如下:

Test passed. Press any key to continue.

00:00:90

Current Max. Min.
Gas Pressure: 21.1 21.2 21.0 psi

- 24 -

6. 如果测试没有通过,结果屏幕会显示'测试失败',并接着提供了一个更详细的错误信息。请参考下表,雾化器气体测试结果,了解可能的错误信息和解决方法。

### 雾化气体压力测试结果

结果	原因	解决方法
雾化器气体压	雾化器可能被堵 塞	清洗雾化器,详情 参考 6.5 节
力太高	可能雾化器气体 压力传感器出错 和/或电路出错	请联系奥泰各办 事处
雾 化 器 气 体 压 力太低	在雾化前可能有 气体泄漏	检查气体流路的 连接,如需要拧紧 接头
	气源量太少或空 了	检查气源,如需要 替换气源
	调节器压力可能 太低	调整压力表设置 为 65-80psig
	可能雾化器压力 传感器错误和/或 电路问题	请联系奥泰各办 事处
雾化器气体压	雾化器可能被堵 塞	清洗雾化器,详情 参考 6.5.2 节
力不稳定	进气口压力不稳 定	检查气源稳定性, 如果需要进行修
	气体流量计错误	理请联系奥泰各办
	雾化器需要更换	事处

7. 按任意键返回到《Diagnostic Tests》窗口。

### 5.3.3 流量计测试

- 1. 在测试开始前,确认输入气体压力设置于 65-80psig 之间。
- 2. 打开气体流量,任何最高不超过 4.0 L/min 的气体流量就可使用。等待几分钟让仪器平衡。

**注意:** 可以让流动相开着,只要保证检测器 当前的设置使它能获得足够的蒸发

3. 在《Diagnostic Tests》窗口下按 3 开始流量计测试,测试窗口显示如下:

System is checking gas flow. Please wait.

00:01:30

Current Max. Min.

- 4. 测试需用 90 秒钟完成,并可通过屏幕上的计时 器监视进程。在雾化器气体压力测试中进行了 如下步骤:
- 气流打开,检测器进行平衡。
- 最大和最小气体流量在分析期间被采集。在数据采集时,当前气体流量的读数被列在 'Current'列下。在数据采集后,平均气体流量被列在'Current'列下。
- 测试结果将被显示。
- 5. 气体流量计测试通过的条件: 在测试期间,气体流量至少是 0.1L/min,波动不超过 0.2L/min. 结果通过的例子如下:

Test passed. Press any key to continue.

 $\begin{array}{ccc} & 00:01:30 \\ & Current & Max. & Min. \\ Gas flowrate: & 2.0 & 2.0 & 2.0 \, L/min \end{array}$ 

6. 如果测试失败,结果屏幕会显示'测试失败', 并接着提供了一个更详细的错误信息。请参考 下表,气体流量计测试结果,了解可能的错误 信息和解决方法。

### 流量计测试结果

结果	原因	解决方法
雾化器中无气	雾化器处的气体 进口被堵塞	请联系奥泰各办 事处
体流过	气体供应没有	检查气体供应,需 要时更换气源
	在气体流量传感 器前有气体泄漏	请联系奥泰各办 事处
雾化器	输入气体压力不	检查气源稳定性,
的气体	稳定	如果需要进行修
压力不		理
稳定	气体流量计错误	请联系奥泰各办 事处
	雾化器需要更换	请联系奥泰各办 事处
气体流	气源气量太少或	检查气体供应,需
量不能	空了	要时更换气源
达到设定值	在检测器之前的 气路堵塞	检查气路堵塞,如 需要修理或更换

7. 按任意键返回到《Diagnostics Tests》窗口。

### 5.3.4 通讯测试

注意: 通讯测试仅检查检测器内部的 RS-232 通讯电缆,不包括之外的电缆。

- 1. 将仪器后面板上的 RS-232 输出端口的针 2 和 针 3 短路,如需帮助可联系奥泰各办事处。
- 2. 在《Diagnostic Tests》窗口下按 4 进行通讯测试。
- 3. 随后进入《Communication》窗口显示测试结果:

《 Communications 》

Sent:
Test OK
Received

[ Exit ]

- 4. 如果 RS-232 通讯工作正常,发送和收到所显示测试结果的信息为'Test OK'。如果出现其他任何信息,说明通讯有问题。请联系奥泰各办事处。
- 5. 按任意键返回到《Diagnostic Tests》窗口。

### 5.4 手动控制窗口

在平衡时和故障排除时《Manual Control》窗口是很有帮助的。在《Diagnostics》窗口下按 2 进入《Manual Control》窗口:

### 《Manual Control》

1. Laser: On 5.5 mv

2. Gas Flow: On 17.9 psi 2.0 L/min

3. Drift Tube Temp: On 52.0°C 4. Nebulizer Zone Temp: On 52.0°C 5. Optics Block Heater:  $46.8^{\circ}$ C 6. Exhaust Tube Heater:  $46.8^{\circ}$ C

[Menu]

### 1. 激光: 关/开

按 1 键切换于激光关和开之间。激光关和开之间的差值一般应在 20mV 之间。如果您有疑问,可做光源测试(详情参见 5.3.1 节)。

2. 气体流量: 关/开

按2键切换于气体关和开之间。同时也显示雾 化器气体压力读数。

3. 漂移管加热器: 关/开

按3键切换于漂移管加热器关和开之间。同时 也显示当前漂移管温度。

4. 雾化器加热器: 关/开

按 4 键切换于雾化器加热器关和开之间。同时 也显示雾化器温度。

5. 光池加热器:

显示当前光池的温度,它的加热温度是漂移管设定温度的90%,此加热器不能够在关和开之间切换。

6. 出口管加热器:

显示当前出口管的温度,它的加热温度是漂移管设定温度的90%,此加热器不能够在关和开之间切换。

当您完成《Manual Control》窗口下的操作,按[Menu]键返回《Menu》窗口。

注意:《Manual Control》窗口并不是用于独立于方法之外操作仪器。在手动控制窗口下不能改变方法的设置。仪器应该从操作窗口下运行。

### 5.5 错误记录

错误记录用于跟踪仪器操作过程中发生的错误。 在《Diagnostics》窗口下按 3 键进入到《Error Logs》 窗口:

《Error Logs》

No: 1 (Old record) Type: Gas flow error

Level: 1 Time: 1:09:36

[Exit] [Next] [Previous] [Delete]

按[next]键进入下一个错误记录。

按[Previous]键进入前一个错误记录。

按[Delete]键从错误记录中清除一个错误记录的详情。

按[Exit]键返回到《Diagnostics》窗口。

在检测器上每发生一次操作错误,都会创建一次错误记录。仪器内部有十个错误记录的空间。每个记录列出了错误类型(参考 5.1 节操作错误信息所列出的可能错误),错误级别(总是 1)以及从检测器电源打开后所持续的时间。在运行一个方法后,只有当错误发生持续 5 分钟以上时,错误记录才会被记录。只有原始错误被纠正以及检测器工作 5 分钟以上没有出错时,错误才不会被记录

当所有十个记录都被登记,任何新的错误记录将 覆盖旧的错误记录,并被指示为'新记录',而其 他记录被指示为'旧记录'。

**注意:** 如果仪器被切断电源,错误记录不会被保存。

# 5.6 诊断基线噪音

许多原因可导致噪音。使用下表,诊断基线噪音,

帮助确定噪音的来源,从'A'开始依次往下进行 诊断直到确定基线噪音的来源。

### 诊断基线噪音

症 状	移断基线噪音 解 决 步 骤
A 噪音来自于分析柱:     分析柱连接着     流动相开着     雾化器气体开着     激光开着 结果:     与分析柱断开后噪音消失	1. 分析柱中有硅胶颗粒或其他填料流出。更换此污染的分析柱
B 噪音来自于流动相     分析柱断开     流动相开着     雾化器气体开着     激光开着     独光开着     结果:     泵关闭后噪音消失	<ol> <li>当前的漂移管温度和气体流量设置可能不能为流动相提供足够的蒸发。按照 4.7 节的优化程序重新优化气体流量和/或漂移管温度。</li> <li>雾化器和/或漂移管可能污染了。参考 6.5 节的清洗程序。</li> <li>流动相可能有颗粒污染。过滤流动相或用新鲜流动相替代。</li> <li>流动相中存在过量气泡。流动相脱气。</li> <li>泵也可能是噪音的来源。检查泵的脉冲。确定泵已经完全清除气泡。如需要时在加入脉冲阻尼器。检查泵的阀和垫圈,必要时更换。</li> </ol>
C 噪音来自于气体     分析柱断开     流动相关闭着     雾化器气体开着     激光开着     结果:     气体关闭后噪音消失	<ol> <li>气体供应源可能被污染了颗粒。使用质量更好/更纯的气体替换气源。</li> <li>雾化器、漂移管、和/或光池可能需要清洁。参考6.5 节的漂移管清洗程序。</li> </ol>
D 噪音来自于光池     分析柱断开     流动相关着     雾化器气体关着     激光开着 结果:     激光关闭后,噪音消失	<ol> <li>检测器的光池或激光光源需要清洗。详情请联系奥泰各办事处。</li> <li>检查是否数据通讯电缆造成噪音。</li> <li>检查光阱的冷凝情况。详情请联系奥泰各办事处。</li> </ol>
E 噪音来自于电子设备     与分析柱的连接断开     流动相关着     气体关着     激光关着 结果:     基线噪音在上述条件下仍不消失	1. 可能是电路问题。联系奥泰各办事处。

# 5.7 故障检修表

参考下表帮助解决您遇到的系统故障:

# 常见故障

故障	原 因	维修办法		
基线漂移	检测器没有充分平衡。	让检测器充分平衡。平衡程序参见 4.5 节,开 始程序。		
	漂移管温度优化不恰当。	重新优化漂移管温度和气体流量。详情参见 4.7节,优化程序。		
	流动相混合不当引起蒸发不当。	修正流动相的组成。		
基线噪音	按照 5.6 节,诊断基线噪音,确 定问题的原因和可能的解决方 法			
杂峰	漂移管温度和/或气体流量设定 得过低。	按照 4.7 节,优化程序,重新优化漂移管温度 和气体流量。		
	气源污染了或纯度太低。	使用清洁、干燥的惰性气体,一般为 99.9%的 纯净氮气。		
	流动相污染或用低质量溶剂配 成	更换为用新鲜,过滤过的高质量流动相。		
	漂移管和/或光池污染。	参考 6.5.1 节的漂移管清洁程序,清洁光源的 详细情况请联系奥泰各办事处。		
	雾化不当	雾化器可能被部分堵塞。参考 6.5.2 节的雾化 器清洁程序。		
漂移管和/或	仪器在'Standby'状态。	在操作窗口按[Run]键加载方法条件		
雾化器没有达到设定温度	加热保险丝断裂。	加热保险丝可能需要替换。联系奥泰各办事 处。		
	漂移管和/或雾化器温度传感器 和/或电路问题。	漂移管和或雾化器温度传感器可能需要替换。 联系奥泰各办事处。		

故障	原因	维修办法		
无流动相 流过	检测器发生操作错误,触发出错 继电器关闭泵。	检修并纠正检测器错误,接着重新启动泵。		
	流动相用完了。	重新注满流动相并将泵脱气。		
	有泄漏。	查看系统中是否有松动接口,必要时拧紧接口。检查垫圈,需要时替换泵的垫圈。检查整 个流路系统。		
	流路被堵塞了。	需要时更换管路。确定流动相入口滤头的清 洁。泵脱气。		
无气体流过	气体供应阀关闭。	打开气体阀		
	检测器在'Standby'状态。	按[Run]加载方法和打开气体。		
	雾化器堵塞	清洁雾化器。请参考 6.5.2 节雾化器清洁程序。		
	气源压力太低	调节钢瓶的压力为 65-80psig		
	输入气体过滤堵塞	更换过滤器。详情请联系奥泰各办事处。		
	气源太少或空了。	检查气源。如需要时替换。		
无电源	电源线没有插好	插好电源插头。		
	保险丝断了	替换保险丝。详情请参见 6. 6. 2 节,更换保险 丝。		
	电压选择错误	选择正确电压并替换保险丝。详情请参见 6.5 节,电压模块调节。		
LCD 无显示	电子问题	请联系奥泰各办事处。		

故障	原因	维修办法	
无峰被检测	在当前检测条件下,样品是挥发 性的。	半挥发性化合物请使用较低漂移管温度和撞击器'开'的设置。详情参见 4.7 节,优化程序。	
	化合物低于检测限。	提高样品浓度或进样量,并重新进样。	
	样品被保留在分析柱上。	尝试不同的柱分离。	
	检测器输出信号未适当调零。	重新调零检测器:停止流动相和让基线稳定,按[ZERO]键并重新开启泵。	
	撞击器设置不正确。	确定您为应用选择了正确的撞击器位置。详情 参见 4.7 节,优化程序。	
	撞击器没有正确转动。	证实当前的撞击器位置符合它的设置。停止流动相,并从检测器后部拆下出口管。用电筒检查漂移管的里面确定撞击器位置。如果位置不对请联系奥泰各办事处。	
	放大系数设置太低。	增大放大系数	
	自动进样器针头没有提取适量 的样品,或样品环堵塞	修理或更换需要的组件	
峰高改变或	雾化器或漂移管污染	清洁雾化器或漂移管。请参考 6.5 节的清洁程序。	
灵敏度损失	检测器设置改变	检查漂移管温度、气体流量、和撞击器设置。	
	自动进样器针头没有提取适量 的样品,或样品环堵塞	修理或更换需要的组件	
宽峰	泄漏(特别是柱和检测器之间)	检查接口是否有松动,需要时拧紧	
	分析柱和检测器之间连接管太 长,或者内径太大	使用内径为 0.005-0.010"的尽可能短的连接管	
平头峰	样品浓度太高。	降低样品浓度直到峰在量程范围内。	
	检测器未经适当调零。	重新调零检测器。停止流动相和让基线稳定。按 [ZERO]键并重新开启泵。	
	在不适当雾化器设置的情况下 调零检测器。	确定您为应用选择的漂移管温度、气体流量、和 撞击器位置是正确的。如必要时重新优化实验条 件。详情参见 4.7 节,优化程序。	
	放大系数设置太高。	降低放大系数	

### 6. 附录

### 6.1 规格

### ELSD 2000ES 的 技 术 规 格

光源: 激光二极管,有校正光镜,650nm

30mW 输出功率,FCC 安全标准 IIIB

产品级别:级别1激光产品检测元件:硅光电二极管

温度范围: 室温至 120℃, 变化单位为 1℃

雾化气体: 氮气为佳, 最大 4.0L/min

输入压力: 65-80psig 流动相流速: 0-5mL/min

模拟输出: 1V 或 10mV 满刻度输出

信号通讯: 输入: TTL/接触闭合用于调零和气体关

输出:接触闭合—出错用于LC泵停工

使用界面: 液晶显示,数字键盘和/或 WINDOWS 操作

系统的 PC 机通过串口 I/O 通讯

电源: 120/240V, 50/60HZ

尺寸: 23.0"高 X 12.5"宽 X 21.6"深

(58.4cm 高,31.8cm 宽,54.8cm 深)

重量: 35 磅(16 公斤) 环境操作温度: 18-35°C

# 6.2 备件货号

货号	数量	规格		
23010701	1	电源线,5ft		
457025	1	信号线		
50117	1	开口扳手,3/8"×7/16"		
1998	1	开口扳手,1/4"×5/16"		
50182	1	六角球型螺丝刀,3/32"(长柄)		
16459	1	六角球型螺丝刀,3/32"(短柄)		
600141A	1	漂移管清洗刷		
35852	1	伸缩 PEEK 管,6"×0.005"ID		
50186	1	雾化气体供应连接线		
121947	1	Tygon 管, 3/8"OD,4ft		
FC302251	1	3A 备用保险丝		
FC602251 1		6A 备用保险丝		
600125	1	500mL 废液收集瓶		
600517	1	不锈钢废液管		
61002	1	3/8"不锈钢螺帽		
61008	1	3/8"不锈钢卡套		
600100ESM	1	操作手册		
600400A	1	排气口冷阱套装		
600815	1	激光		
600509	1	雾化器 O 型圈		
600514	1	雾化器		
600805A	1	ELSD 2000ES 控制软件光盘		
272106	1	ELSD 2000ESRS-232 连接线		
600101M	1	ELSD 2000ES 控制软件操作手册		
600800	1	光阱组件		

### 6.3 联系方法:

美国奥泰科技(中国)有限公司长春办 事处:

长春市南关区解放大路 46 号财富广场

B座 1105 室 邮编: 130022

Tel: 0431-87060478 Fax: 0431-87060479

E-Mail: changchun@alltech.net.cn

# 6.4 挥发性流动相改性剂

	挥发性缓冲液和挥发性流动相改性剂						
	pKa	pKb	PH Range	BP	MP		
酸							
三氟醋酸	0.3	13.70		72.4°C			
甲酸	3.75	10.25		100.7°C			
乙酸	4.75	9.25		116.0°C			
碳酸	6.37	7.63		-			
碱							
氨	9.25	4.75		-33.35°C			
甲胺	10.81	3.19		16.6°C			
乙胺	10.66	3.34		-6.3°C			
三乙胺	11.01	2.99		89.3°C			
缓冲液							
甲酸铵			3.0-5.0		120°C		
甲酸吡啶翁			3.0-5.0				
乙酸铵			3.8-5.8		111°C		
乙酸吡啶翁			4.0-6.0				
碳酸铵 (用于反相)			8.0(调节)				
碳酸铵			5.5-7.5和9.3-11.3				
离子对试剂							
五氟丙酸	≈0.6			96-97°C			
七氟丁酸	≈0.6			120°C			
九氟戊酸	≈0.6			140°C			
十五氟辛酸	≈0.6			189°C			
十三氟庚酸	≈0.6			175°C			

### 6.5 ELSD 2000ES 清洁程序

### 6.5.1 光池,漂移管和雾化器清洁程序

**注意**:请严格按照本节中介绍的程序执行, 否则可能暴露在激光的有害照射下。

处理时间: 大约1小时

有些情况下,光池,漂移管和雾化器需要清洗以除去长期使用检测器后所积聚在表面的颗粒。污染物能引起很大的噪音和降低分析的灵敏度。'污染'的漂移管有时在手电筒照射下查看漂移管便可确定污染情况(流动相需要关闭)。

清洗程序需要以下工具:

- ELSD 配件提供的长柄刷
- ELSD 配件提供的六角球型螺丝刀, 3/32"(长柄)
- 螺丝刀
- 1/4"×5/16"开口扳手
- 超声波清洗器
- HPLC 级水
- HPLC 级 50: 50 的甲醇: 水溶液

注意: 在激光开时打开和联锁损坏时有 3B 级激光照射。请注意防止暴露 在激光的照射下。

- 1. 关闭仪器电源并拔掉电源线。
- 2. 从 ELSD 后面板上断开所有电子连接,包括信号线和其它接触闭合的接线端。
- 3. 从仪器背面去除排气出口弯管。
- 4. 从仪器右侧去掉液体流路。
- 5. 让仪器放置 30 分钟保证内部冷却,卸下外壳 上的螺丝(每侧各有 4 个,背面有 4 个)。
- 6. 向仪器后部轻轻滑动取下仪器外壳。

注意: 光池和出口管可能仍然是热的。

7. 在电路板上覆盖纸巾或其它防护材料以防止 来自于液体的损害。

- 8. 必须去掉前面板才能看到雾化器。在仪器前面板内部两侧各有4个螺丝。先去掉连接在前面板上的带状电缆,接着再去掉螺丝。
- 9. 轻轻地从仪器上卸下前面板并妥善放置好。
- 10. 在仪器前面下部位置,雾化器通过一个圆片固定,有2条管路连接在雾化器上。一条连接液路,另一条连接气路。在清洗雾化器之前使用1/4"开口扳手轻轻的将这两条管路取下。
- 11. 2 个球形螺丝固定在圆片上。使用六角球型螺 丝刀取下这些螺丝。
- 12. 轻轻旋转将漂移管上的雾化器取下。
- 13. 除下雾化器上的 O 形圈,并检查 O 形圈是否磨损,如果有裂痕,在超声后更换 O 形圈(货号是 600509)。
- 14. 将雾化器放置在 50/50 的甲醇/水(或其它合适的溶剂) 中超声。**注意:不要超声 0 形圈。**
- 15. 用超声波超声雾化器大约 10 分钟。
- 16. 如果雾化器完全堵塞,将雾化器进口连接在高 压气路上帮助冲开堵塞。
- 17. 如果雾化器永久堵塞或无法清洗,应该更换新的雾化器(货号是600514)。
- 18. 请在去掉雾化器的漂移管下方和废液出口位 置放置纸巾或其它吸收溶剂的材料。当清洗漂 移管时,水会流出漂移管,这会防止液体漏在 台面上。
- 19. 用水浸湿长柄毛刷。从排气出口将长刷插入漂 移管。

注意: 要小心,不要将刷子插入太深,不 然可能会导致撞击器发生无法修复 的损坏。

20. 用长刷仔细清洗漂移管的管壁,使附在管壁上的颗粒松动。如果使用水还是无法使颗粒松动,可改用其它适当的溶剂。

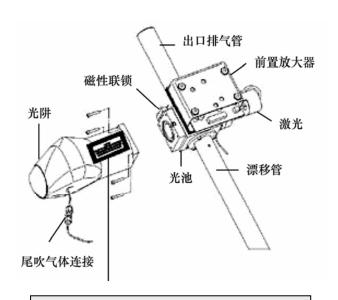
**注意:** 要小心,不要将溶剂落在 ELSD 内部组件上。

21. 刷完之后,取走长刷,用水/溶剂清除松动的颗粒。

- 22. 接下来清洗光阱和光池。使用 5/16"的扳手小心地将连接在光阱上的尾吹气体管路拆下来。 参看图 6.1。防止尾吹气体管直接接触到光阱。
- 23. 使用六角球型螺丝刀卸下连接光阱到光池的四个六角螺丝,除下光阱。参看图 6.1。检查光阱的内部是否有残留。如有需要请使用适当的溶剂擦洗光阱内部去除任何的残渣。光阱的内部必须是黑色的。

**注意:**不要用丙酮冲洗,它会腐蚀掉光阱和光池内部的黑色涂层。

- 24. 除下光阱后,可以接近光池并清洗它。检查光 池的内部是否有残留。如有需要请使用适当的 溶剂擦洗光池内部去除任何的残渣。光池的内 部必须是黑色的。
- 25. 将光阱重新装上,重新拧紧四个六角螺丝,保证光阱的方位放置正确,使得磁性联锁正确连接。参看图 6.1。小心将尾吹气体管路重新连好。
- 26. 安装雾化器 O 形圈并将雾化器插回到漂移管上,确定雾化器固定好。
- 27. 使用六角球型螺丝刀安装雾化器固定基座
- 28. 连接液体和气体到雾化器上。
- 29. 安装前面板,在每侧各使用 4 个螺丝固定前面板,并确定连接地线。
- 30. 重新连接带状电缆。
- 31. 安装仪器外壳并上紧螺丝。
- 32. 插入出口弯管,重新连接电子线路到仪器后部 面板(信号线,接触闭合线)。
- 33. 连接电源线。
- 34. 推荐通气大约 15 分钟以吹干残留的溶剂或水。要进行高温冲洗,将 ELSD 设置为撞击器关的模式,温度 100°C,气体流量 2.0 L/min,运行达到设定值后,通入流速为 1.0 mL/min的 HPLC 级水大约 30 分钟,这会帮助去除清洗松动的颗粒。
- 35. 重新开始正常的操作,如果问题还出现,请根据操作手册或联系奥泰各办事处来解决问题。



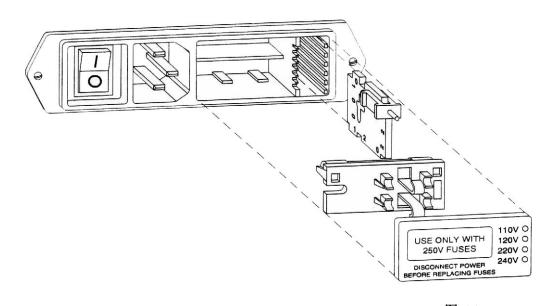
注意: 在激光开时打开和联锁损坏时有 3B 级激光照射。请注意防止暴露 在激光的照射下。

图 6.1

### 6.6 电压模块的调节

### 6.6.1 改变输入电压

- 1. 检测器切断电源,并将电源插头从检测器的后面板拔掉。
- 2. 将螺丝刀刀口插入到电源插口旁的小缝隙中,轻轻地撬开保险丝保护板。
- 3. 取出保险丝保护板。见图 6.1。
- 4. 用镊子或针头钳,把可选择电源的板移出。
- 5. 参照图 6.2, 按所需电压将塑料电压选择板放置正确。
- 6. 电压选择板推回到原处。



### 6.6.2 保险丝的调换

- 1. 关闭检测器。将电源插头拔掉。
- 2. 取出保险丝。见图 6.1。
- 3. 除去断的保险丝,并换上新的保险丝。确认保险丝使用匹配输入电压: 6A 250V 用于 120V 电压, 3A 250V 用于 240V 电压。

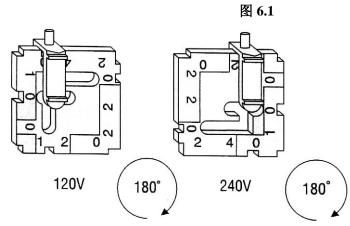


图 6.2

# Alltech 2000ES 型

# 蒸发光散射检测器(ELSD)操作手册

美国奥泰科技(中国)有限公司 2004年