



Agilent 1260 Infinity 荧光检测器

用户手册



Agilent Technologies

注意

© 安捷伦科技有限公司，2010–2012，2013

根据美国和国际版权法，未经安捷伦公司书面许可，本书内容不得以任何形式复制（包括电子存储修改或翻译）。

手册部件号

G1321-97014 Rev. B

版本

11/2013

Germany 印刷

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

如果体外诊断系统已在相关权威机构注册并符合相关法规，本产品可用作其组件之一。否则只可用于常规实验室。

声明

本书内容如有改变，恕不另行通知。安捷伦科技公司对本材料，及由此引出的任何商务和特种用途不承担责任。安捷伦科技公司对本手册中可能有的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。如果安捷伦与用户对本书中的警告术语有不同的书面协议，这些术语与本书中的警告术语冲突，则以协议中的警告术语为准。

技术许可

本书对硬件和/或软件的介绍已获得特许，未经许可，不得使用或复制。

权力限制说明

如果软件用于某一美国政府基本合同或次级合同，软件的使用将作为下列情况之一被许可：按照法案 DFAR 252.227-7014（1995年6月）确定的“商业计算机软件”；或者按照法案 FAR 2.101 (a) 确定的“商业条款”；或者按照法案 FAR 52.227-19（1987年6月）确定的“限制计算机软件”；或者任何相当机构法规或合同条款。软件的使用，复制或解密受安捷伦科技标准商业许可条款的管理，美国政府的非 DOD 部门和机构将获得不比法案 FAR 52.227-19 (c) (1-2)（1987年6月）大的权利。美国政府的用户将获得不比法案 FAR 52.227-14 (c) (1-2)（1987年6月）或 DFAR 252.227-7015 (b) (2)（1995年11月）确定的限制权利大的权利，这一原则适用于任何技术数据。

安全警告

小心

小心提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将影响产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示。

警告

警告提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将导致人身伤害或死亡。不要忽视警告提示。

内容提要

本手册介绍

- Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321B SPECTRA)、
- Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321C) 和
- Agilent 1200 系列荧光检测器 (G1321A) (已停产)。

1 荧光检测器简介

本章提供检测器简介和仪器概述。

2 场地要求和规格

本章提供有关环境要求、物理规格和性能指标的信息。

3 安装模块

本章提供了有关适合您系统的首选叠放设置以及模块安装的信息。

4 使用荧光检测器

本章介绍如何开始使用检测器。

5 优化检测器

本章将提供有关如何优化检测器的相关信息。

6 故障排除和诊断

本章将概述故障排除和诊断功能以及各种用户界面。

7 错误信息

本章讲述各个错误消息的含义并提供有关可能原因及建议改正措施的信息。

8 测试功能

本章介绍检测器的内置测试功能。

内容提要

9 维护

本章提供有关维护检测器的一般信息。

10 维护的零件

本章介绍了有关零件维护的信息。

11 识别电缆

本章提供有关 Agilent 1200 Infinity 系列模块所使用的电缆的信息。

12 硬件信息

本章从硬件和电子仪器方面详细介绍检测器。

13 附录

本章提供了安全和其他一般信息。

目录

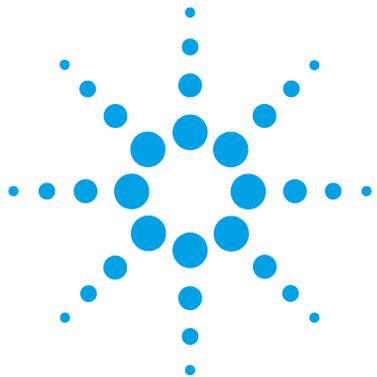
1	荧光检测器简介	9
	检测器简介	10
	检测器的操作原理	12
	拉曼效应	15
	光学设备	16
	从原始数据取得分析信息	24
	系统概述	29
	生物惰性材料	32
2	场地要求和规格	35
	场地要求	36
	物理规格	39
	性能指标	40
3	安装模块	49
	模块开箱	50
	优化叠放配置	52
	有关泄漏和废液处理的安装信息	57
	安装模块	61
	模块的流路连接	64
	安装毛细管	67
4	使用荧光检测器	73
	泄漏和废液处理	74
	准备工作	75
	进行启动和校验	76
	方法开发	80
	示例：多种化合物的优化	94
	如何使用“峰中的全部光谱”和“仅顶点光谱”模式收集光谱	103
	溶剂信息	107

5	优化检测器	111
	性能优化概述	112
	设计特点有助于优化	114
	确定最佳波长	115
	寻找最佳信号放大值	117
	更改氙灯的频率	123
	选择最佳响应时间	125
	减少杂散光	127
6	故障排除和诊断	129
	模块指示灯和测试功能概述	130
	状态指示灯	131
	用户界面	133
	安捷伦实验室监控与诊断软件	134
7	错误信息	135
	什么是错误消息	136
	常规错误消息	137
	检测器错误消息	143
8	测试功能	149
	简介	150
	光程图	151
	灯强度测试	152
	拉曼 ASTM 信噪比测试	154
	使用内置测试色谱图	158
	波长验证和校正	160
	波长准确度测试	163
	波长校正过程	169
9	维护	175
	维护简介	176
	警告和注意	177
	维护概述	179
	清洗模块	180
	更换流通池	181

如何使用透明池	185
冲洗流通池	186
修复泄漏	187
更换泄漏处理系统零件	188
更换接口板	189
升级模块固件	190
测试和校正	191
10 维护的零件	193
维护零件概述	194
透明池工具箱	196
附件工具箱	197
11 识别电缆	199
电缆概述	200
模拟信号电缆	202
遥控电缆	204
BCD 电缆	207
CAN/LAN 电缆	209
外接电缆	210
与计算机相连的 Agilent 模块	211
12 硬件信息	213
固件说明	214
可选接口板	217
电路连接	221
接口	224
设置 8 位配置开关（不带板载 LAN）	232
早期维护反馈	236
仪器布局	237
13 附录	239
一般安全信息	240
报废电子电气设备（WEEE）指令（2002/96/EC）	243
锂电池信息	244
无线电干扰	245
声音发射	246

目录

紫外辐射（仅针对紫外灯）	247
溶剂信息	248
不锈钢包层 PEEK 毛细管的安装	249
Agilent Technologies 网站	255



1 荧光检测器简介

检测器简介	10
检测器的操作原理	12
拉曼效应	15
光学设备	16
参比系统	23
从原始数据取得分析信息	24
荧光检测	24
磷光检测	25
原始数据的处理	25
系统概述	29
泄漏和废液处理	29
生物惰性材料	32

本章提供检测器简介和仪器概述。



检测器简介

检测器版本

表 1 检测器版本

版本	说明
G1321C	在 2013 年 6 月作为不带光谱和多信号功能的 1260 Infinity FLD 引入。最大数据采集速率为 74 Hz。仪器固件为 A.06.54。通过具有固件 B.02.16 版本的手持控制器、驱动程序 A.02.08、Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition C.01.05、OpenLAB EZChromEdition EE A.04.05、ICF A.02.01 和 Lab Advisor B.02.04 进行控制。G1321C 无法转换为 G1321A/B。
G1321B SPECTRA	在 2010 年 6 月作为带光谱和多信号功能的 1260 Infinity FLD 引入。最大数据采集速率为 74 Hz。G1321B 可以转换为 G1321A（模拟模式）。随着 G1321C 的引入，数据采集速率提高为最大值 144.9 Hz（仪器固件 A.06.54）。
G1321A	在 1998 年 8 月作为带光谱和多信号功能的 1100 系列 FLD 引入。最大数据采集速率为 18 Hz。随着 G1321B FLD 的引入而停产。

本检测器的设计使其具有最好的光学性能、符合 GLP 规范并易于维护。它具有以下特点：

- 闪光灯具有最高的强度和最低的检测限
- 多波长模式可以进行在线采集光谱（G1321B SPECTRA）
- 在进行光谱采集的同时可做多信号检测（G1321B SPECTRA）
- 可选透明池可用于离线测量
- 很容易从检测器前面进入流通池区域，便于对流通池进行快速更换，以及
- 内置波长准确度验证。

详细规格，请参见“第 40 页的[性能指标](#)”

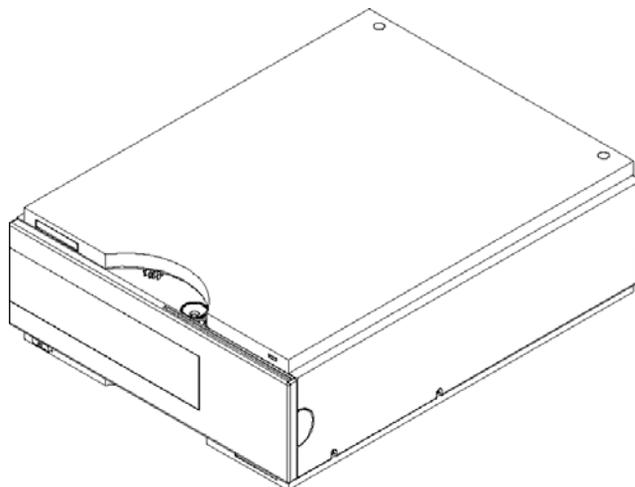


图 1 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器

检测器的操作原理

化学发光检测

化学发光（光的发射）是指激发态分子从激发态回到基态时发生的现象。分子可被不同形式的能量激发，每种都有其各自的激发过程。例如，当激发能是光时，这一过程叫做光致化学发光。

基本来说，光的发射是吸收的反过程，请参见“第 12 页的图 2”。例如钠的蒸气，其吸收和发射光谱在相同的波长下为一条单一的线。而溶液中有机分子的吸收和发射光谱不是线光谱，而是带光谱。

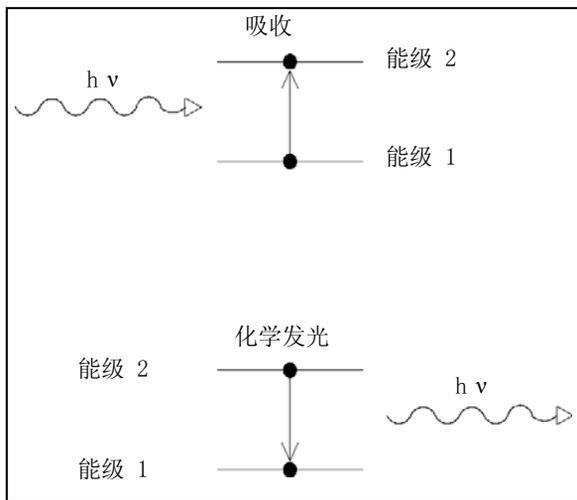


图 2 光的吸收与光的发射

当比较复杂的分子的能量从基态转换到激发态时，吸收的能量将分布到各个振动和转动子级。此时，这个分子回到基态，首先失去振动和转动能而成为弛豫状态，不产生辐射。然后，这个分子从这一能级转换到基态的各个振动和转动子级，有光辐射出现，请参见“第 13 页的图 3”。物质的吸收特征最大值为 λ_{EX} ，而发射特征最大值为 λ_{EM} 。

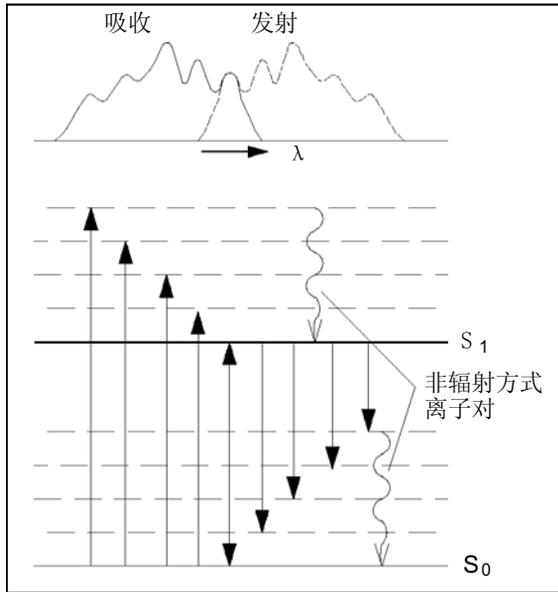


图 3 激发和发射波长的关系

光致化学发光是**荧光**和**磷光**这两个现象的统称。两者的特性差异在于分子被激发后的发射延迟的不同。如果分子被照射之后发光时间为 10^{-9} 秒到 10^{-5} 秒，这一过程叫做**荧光**。如果分子被照射之后发光时间大于 10^{-3} 秒，则这一过程叫做**磷光**。

磷光是一个较长的过程，因为一个处于激发状态的电子改变了它的自旋（例如在与溶剂分子发生碰撞时）。被激发的分子现在处于所谓的三重态（简称 T），请参见“第 13 页的图 4”。

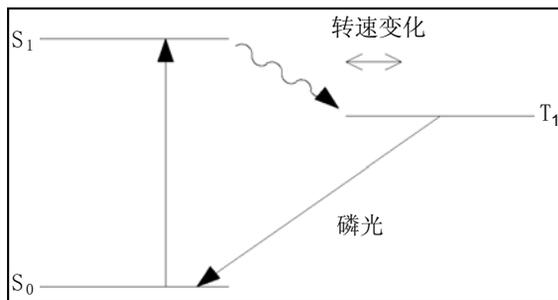


图 4 磷光能量跃迁

1 荧光检测器简介

检测器的操作原理

这个分子必须先返回至先前的自旋状态才可以回到基态。因为要与其他可供改变自旋的分子碰撞的机会不大，因此在一段时间内该分子都会保持在三重态。在第二次自旋变化时，分子因在弛豫过程中没有产生辐射而失去更多的能量。因此磷光发射光的能量较低，而波长比荧光要长。

公式：

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

其中：

E	能量
h	普朗克常数
λ	波长
c	光速

拉曼效应

当入射光激发样品的分子时，样品就发出散射光，即产生拉曼效应。多数这种散射光和入射光具有相同的波长，但也有一些散射光具有不同的波长。这种非弹性的散射光叫做拉曼散射。这是由于分子改变了它的分子运动。

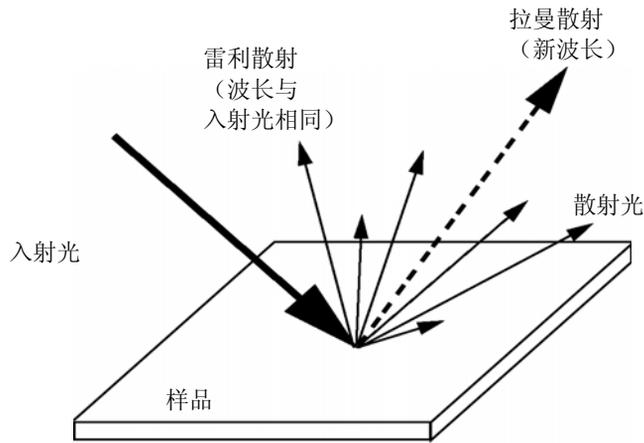


图 5 拉曼

入射光 (E_i) 和拉曼散射光 (E_s) 之间的能量之差等于改变分子振动状态 (即让分子产生振动, E_v) 的能量。这一能量之差叫做拉曼位移。

$$E_v = E_i - E_s$$

常常可以观察到多种不同的拉曼位移，每一拉曼位移都伴随着样品中分子的振动和转动。特定的分子及其环境决定着出现何种拉曼信号 (如果有的话)。

拉曼强度对拉曼位移的函数曲线就是拉曼光谱。

1 荧光检测器简介

光学设备

光学设备

光学系统的所有元件（如“第 17 页的图 6”所示，包括氙灯、激发聚光镜、激发狭缝、反光镜、激发光栅、流通池、发射聚光镜、截止滤光片、发射狭缝、发射光栅和光电倍增管）都装在检测器室中的一个金属盒子里。荧光检测器有光栅 / 光栅光学元件，允许同时选择激发波长和发射波长。可以从荧光检测器的前面进入流通池。

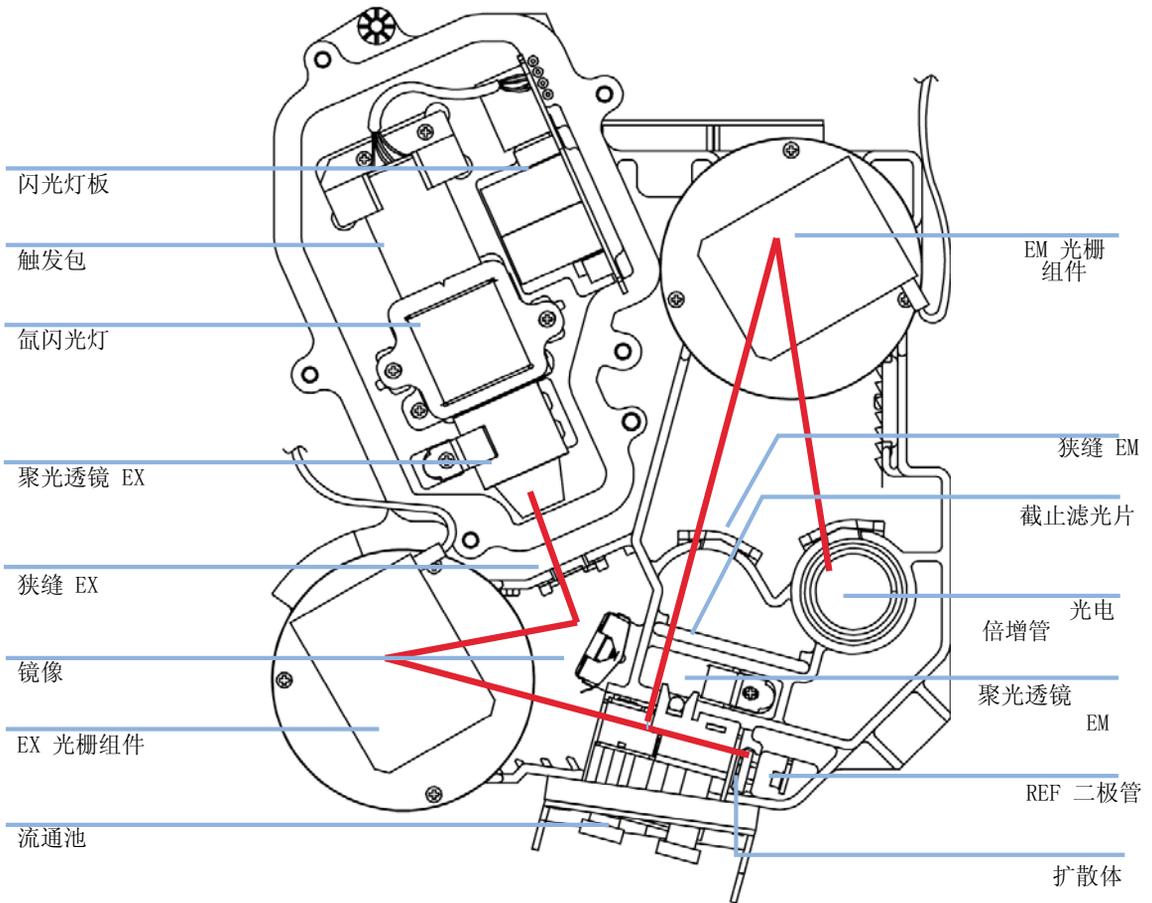


图 6 光学设备

光源是一个汞灯。此灯以 $3 \mu\text{s}$ 的闪烁频率发出 200 nm 到 900 nm 的连续光谱。光输出分布可以用间隔为 100 nm 的百分比来表示，请参见“第 18 页的图 7”。此灯可以使用约 1000 小时，具体取决于灵敏度要求。在自动操作过程中使用键盘设定值（这样，此灯仅在分析期间闪烁）可以节省开支。只要能把灯点着就可以使用，但是用的时间长了噪音就会增加。

1 荧光检测器简介

光学设备

UV 的衰减（特别是低于 250 nm 时）与可见光相比要厉害得多。一般使用“LAMP ON during run”（在运行过程中开灯）设置或使用“economy mode”（节能模式）有助于大大提高灯的寿命。

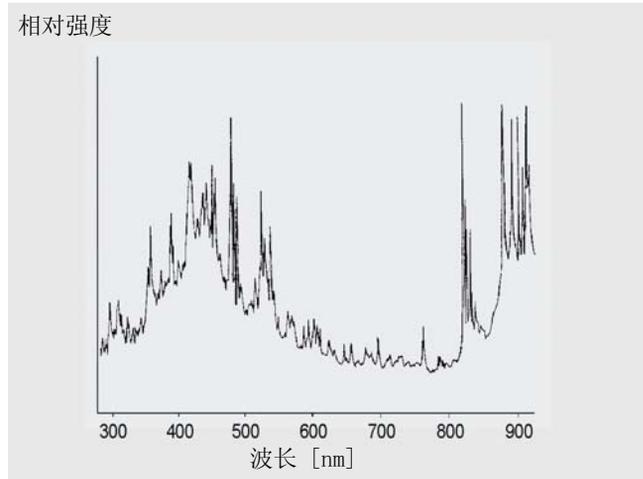


图 7 灯能量分布（供应商数据）

灯发射的光辐射通过激发单色器光栅扩散和反射到达碰撞池入口狭缝。

凹面全息光栅是单色器的主要部件，用于扩散和反射入射光。光栅表面有许多微小的凹槽，每毫米有 1200 个凹槽。光栅表面进行了集中波长处理，以便提高可见光区域的性能。

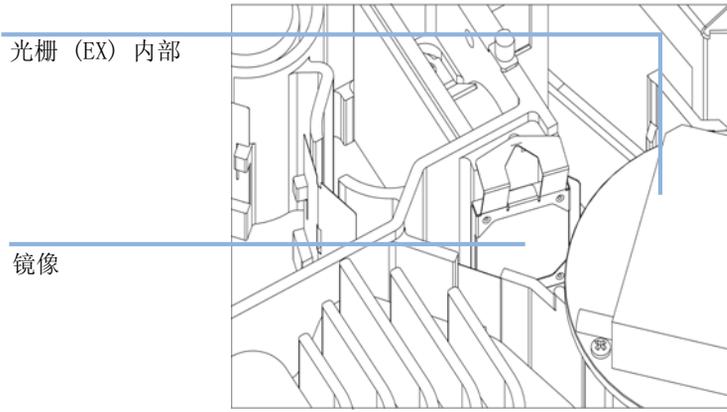


图 8 反射镜组件

凹槽的几何排列进行了优化，可以反射出几乎所有的 1 级入射光，并扩散约 70 % 的紫外光。其他 30 % 的光多数为零级反射而没有发生扩散。“第 20 页的图 9”是光栅表面的光程图。

1 荧光检测器简介

光学设备

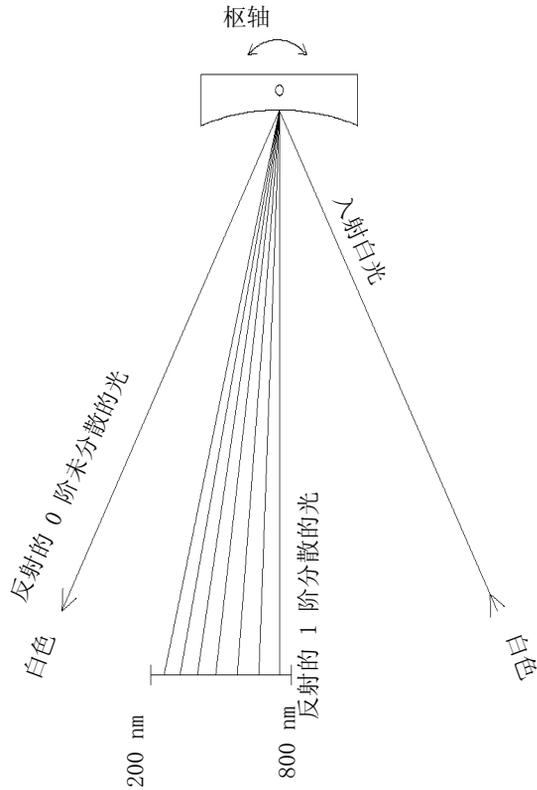


图 9 光经过光栅后的扩散

光栅利用三相无刷直流电机转动，其位置决定了光落到流通池上的波长和波长范围。光栅可以通过程序控制改变位置，从而改变运行时的波长。

在光谱采集和进行多波长检测时，光栅以 4000 rpm 的速度旋转。

激发和发射光栅的设计是类似的，但其闪耀波长不同。激发光栅反射绝大部分紫外区 250 nm 左右的 1 级光，而发射光栅反射可见光区 400 nm 左右的光。

流通池是由固体熔融石英体做成，可承受最大 20 bar 的背压。背压如高于 20 bar 会损坏流通池。建议在靠近低背压的废液出口处使用检测器。狭缝和流通池位于一体。

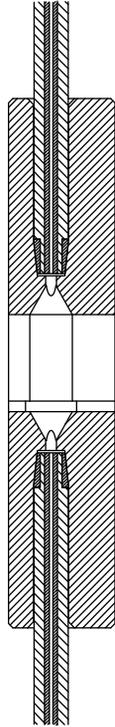


图 10 流通池的横截面

从流通池样品发出的化学发光，在入射光的直角方向通过第二个透镜和第二个狭缝进行采集。在化学发光到达发射单色器之前，截止滤光片把低于一定波长的光过滤掉，以便减小 1 级散射光和 2 级杂散光造成的噪音，请参见“第 20 页的图 9”。

选择出具有一定波长的光反射到光学设备光电倍增管箱壁的狭缝上。发射光的带宽是 20 nm。

1 荧光检测器简介

光学设备

在光电阴极上，入射的光子激发出电子，请参见“第 22 页的图 11”。这些电子受到多个弧形打拿极之间的电场的加速。根据任意一对弧形打拿极之间的电压差，入射光子可以激发出更多的电子，这些电子被加速送到下一打拿极。形成雪崩效应：最后当这些电子达到一定数量之后，就形成了可测量到的电流。放大作用是由打拿极上的电压所致，它可由微处理器进行控制。您可以通过 PMTGAIN 功能设置放大幅度。

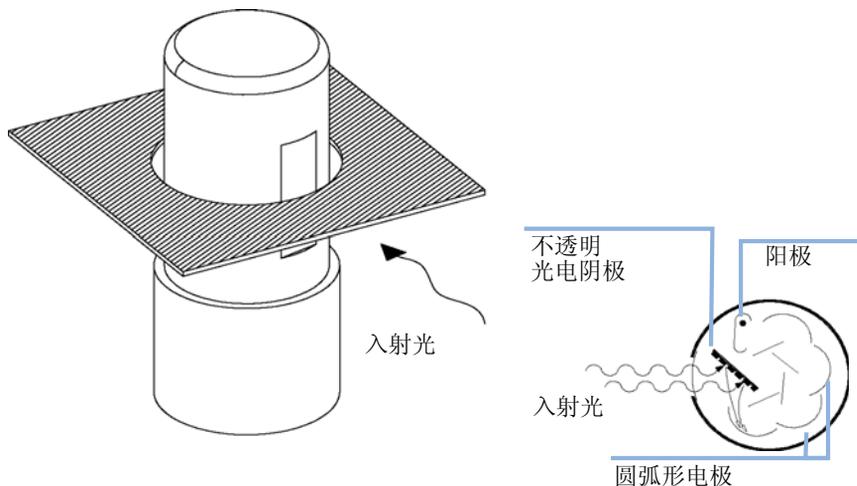


图 11 光电倍增管

这种所谓的侧窗式光电倍增管是紧凑型的，在保证快速响应的同时还保留了短光程的优点，请参见“第 17 页的图 6”。

PMT 是为特定波长范围而设计的。标准的 PMT 在 200 到 600 nm 范围内具有最佳的灵敏度。如在较高的波长范围使用对红光敏感的 PMT 可以提高其性能。

参比系统

在流通池后面有一个参比二极管，用以测量流通池发射的激发 (EX) 光，并校正闪光灯的波动和强度的长期漂移。由于二极管的非线性输出（取决于 EX 波长），因此数据测量时要进行归一化。

柔光器位于参比二极管前面（请参见“第 17 页的图 6”）。该柔光器采用石英制作，可降低光量并可对光进行总体的测量。

从原始数据取得分析信息

现在我们知道如何在光学单元上采集样品的原始数据。但是这些信息如何能在分析化学中应用呢？根据您应用的化学要求的不同，荧光检测器测得的亮光具有不同的特点。务必根据所了解的样品知识确定使用何种检测模式。

荧光检测

当灯闪光时，样品中有荧光的物质几乎会立刻发出荧光，请参见“第 24 页的图 12”。化学发光的寿命很短，所以荧光检测器仅可以在灯照射之后的很短时间内进行测量。

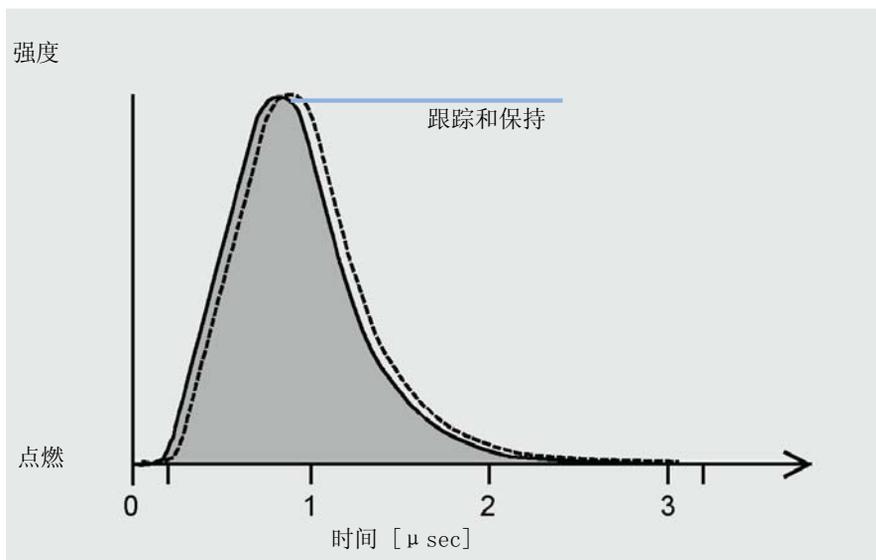


图 12 荧光的测量

磷光检测

如果您选择了磷光检测模式，需立即指定适当的参数设置（FLD 参数设置下的特殊设定值）。

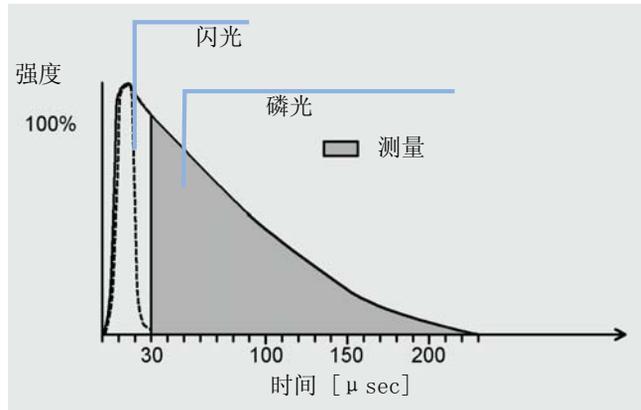


图 13 磷光的测量

原始数据的处理

如果灯的闪光是单波长而且功率高，那么荧光的数据采集速率是 296 Hz。这意味着样品每秒钟被照亮 296 次，由已从色谱柱中洗脱的各种组份产生的所有化学发光每秒钟被检测 296 次。

如果设置了“economy”（经济）或多波长模式，闪光频率为 74 Hz。

1 荧光检测器简介

从原始数据取得分析信息

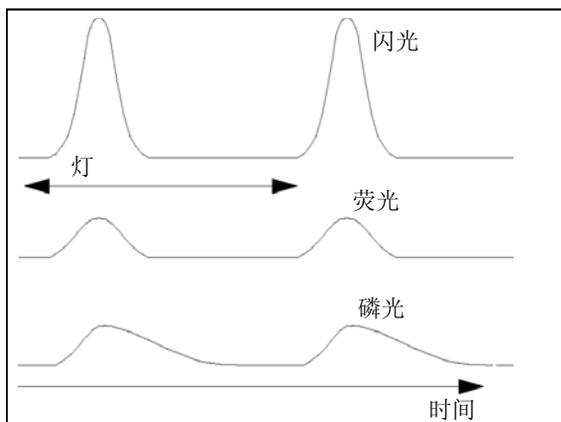


图 14 “LAMP”：闪光频率，荧光和磷光

您可以通过取消“economy”（经济）模式来提高信噪比属性。

注意

取消“economy”（经济）模式将会显著降低灯的寿命。为了节约灯的寿命，在分析结束后要把灯关闭。

数据的分辨率在响应时间为 4 s（缺省值，相当于 1.8 s 的时间常数，适合于标准色谱条件）时是 20 位。弱信号的分辨率不足，因而会导致定量分析时出错。检查您建议的 PMTGAIN。如果与设置值差距较大，就改变方法或检查溶剂的纯度。另请参见“第 117 页的[寻找最佳信号放大值](#)”。

您可以使用 PMTGAIN 来放大信号。根据您的设置的 PMTGAIN，落在光电倍增管上的每一个光子都可以产生多个电子。在运行到时间表期间增加 PMTGAIN 的变化，可以对一色谱图上的大峰和小峰进行定量分析。

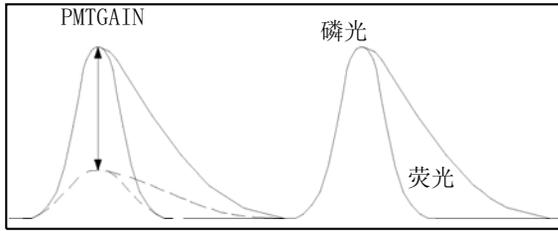


图 15 “PMTGAIN”：信号放大

检查所建议的 PMTGAIN。大于 2 PMT 增益的偏差应当在该方法中校正。

每一个 PMTGAIN 步长增加约 2 个因子（范围是 0 - 18）。为了在发射光强最高时优化峰的放大，请增加 PMTGAIN 的设置值，使信噪比达最佳。

在光子转化和放大为电子信号后，此信号（当前的模拟信号）可以在光电倍增器外跟踪和保存。保存后，信号通过 A-D 转换器转化为原始数据点（数字）。这些数据点以 11 个数据为一束组成数据串，这是数据处理的第一步。集束有利于提高信噪比。

集束数据（“第 28 页的图 16”所显示的大黑点）随后经过脉冲串过滤器过滤。通过对数据点数取平均值，对数据进行平滑处理（未经折算）。同一组数据点减去第一个加上后面一个，依此类推，计算其平均值，因此经过集束和过滤的数据点数目仍与原始集束的数目相同。您可以使用 RESPONSETIME 函数定义脉冲串单元的长度：RESPONSETIME 越长，平均数据点数就越大。RESPONSETIME 增加四倍（比如由 1 秒增加到 4 秒）信噪比增加两倍。

1 荧光检测器简介

从原始数据取得分析信息

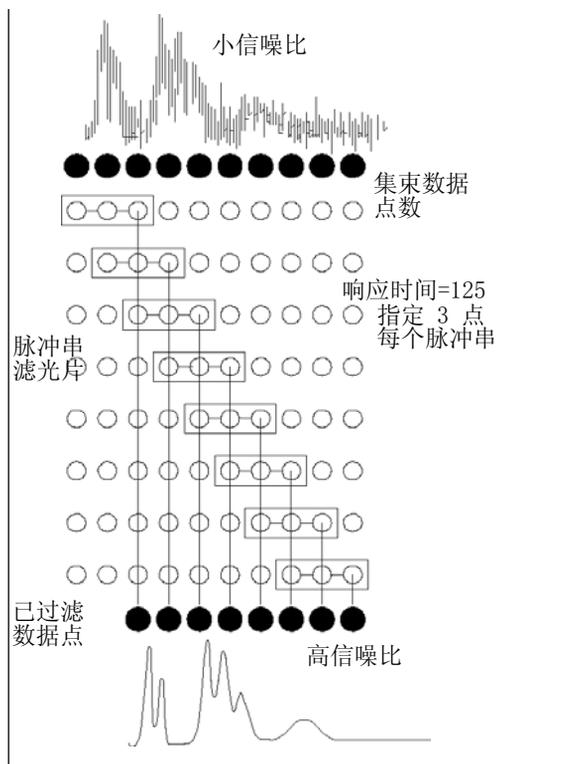


图 16 “RESPONSE TIME”：信噪比

系统概述

泄漏和废液处理

1200 Infinity 系列设计为可安全地进行泄漏和废液处理。必须理解所有安全性概念并严格遵守说明。

1 荧光检测器简介

系统概述

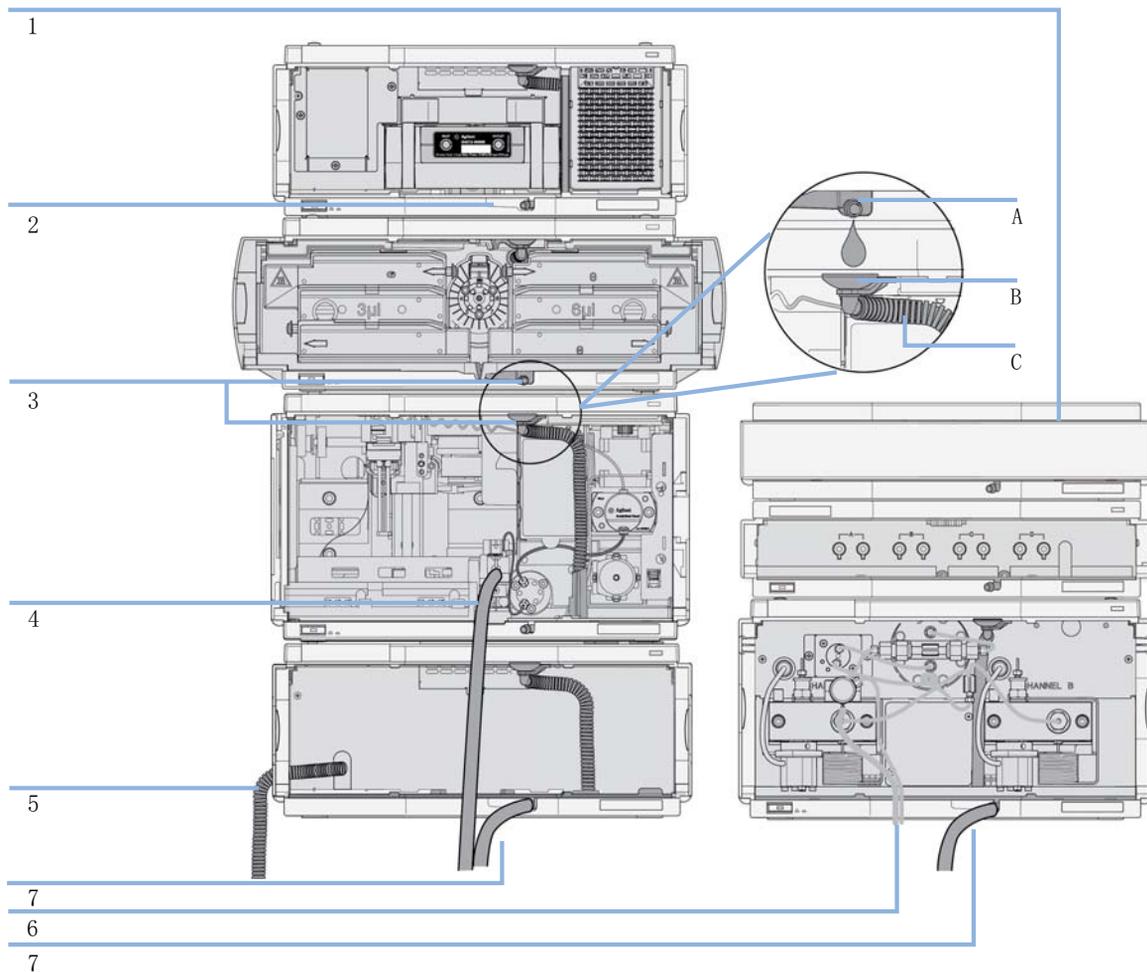


图 17 泄漏和废液处理概念（概述，示例为典型的叠放配置）

溶剂盒 (1) 设计为可存放最大体积为 6 L 的溶剂。溶剂盒中存放的单个溶剂瓶的最大体积不能超过 2.5 L。有关详细信息, 请参阅 Agilent 1200 Infinity 系列溶剂盒的使用指南 (溶剂盒附带指南的印刷副本, 电子副本可从 Internet 获得)。

接漏盘 (2) (在每个模块中的设计都不相同) 可将溶剂导入模块前端。概念还包括内部零件的泄漏 (如检测器的流通池)。只要达到泄漏检测级别, 接漏盘中的泄漏传感器就会停止正在运行的系统。

随着溶剂流入下一个模块的接漏漏斗 (3, B) 和连接的波纹废液管 (3, C), 接漏盘的出口 (3, A) 可将溢出的过量液体从一个模块导入下一个模块。波纹废液管可将溶剂导入下一个位置较低的模块的接漏盘和传感器。

进样器的洗针端口 (4) 的废液管可将溶剂导入废液瓶。

自动进样器冷却器 (5) 的冷凝排水口可将冷凝液导入废液瓶。

冲洗阀 (6) 的废液管可将溶剂导入废液瓶。

连接到每个底部仪器 (7) 的接漏盘出口的废液管可将溶剂导入合适的废液瓶。

生物惰性材料

对于 Agilent 1260 Infinity 生物惰性 LC 系统, Agilent Technologies 在流路 (也称为湿润部件) 中使用最高质量的材料, 这些材料在生命科学中获得了广泛的接受, 因为它们对生物样品具有最佳惰性, 能够确保在较宽的 pH 范围内对常见样品和溶剂具有最佳兼容性。特别要说明的是, 完整的流路不会接触到不锈钢, 不会接触到包含会干扰生物样品的金属 (如铁、镍、钴、铬、钼或铜) 的其他合金。样品引入的流路下游不含任何金属,

表 2 在 Agilent 1260 Infinity 系统中使用的生物惰性材料

模块	材料
Agilent 1260 Infinity 生物惰性四元泵 (G5611A)	钛、金、铂铱、陶瓷、红宝石、PTFE、PEEK
Agilent 1260 Infinity 生物惰性高性能自动进样器 (G5667A)	样品引入的上游: • 钛、金、PTFE、PEEK、陶瓷 样品引入的下游: • PEEK、陶瓷
Agilent 1260 Infinity 生物惰性手动进样器 (G5628A)	PEEK、陶瓷
Agilent 1260 Infinity 生物惰性分析馏分收集器 (G5664A)	PEEK、陶瓷、PTFE

生物惰性流通池:

标准流通池生物惰性, 用于 MWD/DAD 时为 10 mm, 13 μ L, 120 bar (12 MPa), 包括毛细管套件流通池 BIO (部件号 G5615-68755) (G5615-60022)
(用于 Agilent 1260 Infinity 二极管阵列检测器 DAD G1315C/D)

PEEK、陶瓷、蓝宝石、PTFE

表 2 在 Agilent 1260 Infinity 系统中使用的生物惰性材料

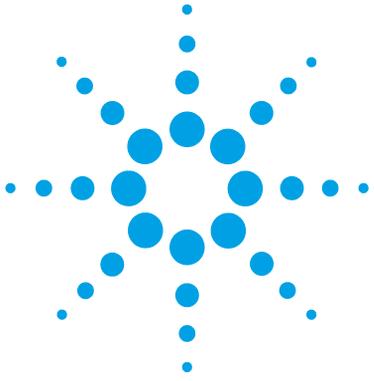
模块	材料
最大光强滤芯池生物惰性 (10 mm, V(s) 1.0 µL) (G5615-60018) 以及 最大光强滤芯池生物惰性 (60 mm, V(s) 4.0 µL) (G5615-60017) (用于 Agilent 1200 Infinity 系列二极管阵列检测器 DAD G4212A/B)	PEEK、熔融石英
生物惰性流通池, 8 µL, 20 bar (pH 1 - 12), 包括毛细管套 件流通池 BIO (部件号 G5615-68755) (G5615-60005) (用于 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 FLD G1321B)	PEEK、熔融石英、PTFE
生物惰性热交换器 G5616-60050 (用于 Agilent 1290 Infinity 柱温箱 G1316C)	PEEK (钢包层)
生物惰性阀头	G4235A、G5631A、G5639A: PEEK、陶瓷 (基于 Al ₂ O ₃)
生物惰性连接毛细管	样品引入的上游: • 钛 样品引入的下游: • Agilent 使用不锈钢包层的 PEEK 毛细管, 使流路不会接 触到钢, 使压力稳定在 600 bar 以上。

注意

要确保获得 Agilent 1260 Infinity 生物惰性 LC 系统的最佳生物兼容性, 不要在流路中包括非惰性标准模块或部件。不要使用未标记为 Agilent “生物惰性” 的任何部件。对于这些材料的溶剂兼容性, 请参见 “第 107 页的[材料信息](#)”。

1 荧光检测器简介

生物惰性材料



2 场地要求和规格

场地要求	36
物理规格	39
性能指标	40

本章提供有关环境要求、物理规格和性能指标的信息。



场地要求

合适的环境对于确保仪器以最优性能运行非常重要。

对电源的要求

模块电源允许有较大的电压范围。它可以承受“第 39 页的表 3”中所述范围内的任何线路电压。因此在部件的后部没有电压选择器。此外，由于电源内部装有自动电子保险丝，因此也没有外接保险丝。

警告

如果设备连接到高于规定数值的线路电压，可能存在仪器遭受电击的危险或造成破坏。

→ 请仅将仪器连接到指定的线路电压。

警告

只要未拔掉电源线，即使在切断电源时模块仍会部分带电。

在模块盖打开，且模块处于通电状态时，维修模块可能会造成人身伤害（例如电击）。

→ 打开机盖之前，一定要拔下电源电缆。

→ 机盖卸下后，切勿将电源电缆连接到仪器上。

小心

无法触及电源插头。

出现紧急情况时，必须能够随时断开仪器与电源线的连接。

→ 确保可以方便找到仪器的电源接头并拔掉。

→ 在仪器电源插座的后面留出足够的空间，方便拔下电源线。

电源线

模块配有多种电源线以供选择。所有电源线的母接头均相同。电源线将插入后部的电源输入插座中。每根电源线的公接头是不同的，设计成与特定国家或地区的墙上插座相匹配。

警告

没有接地连接或使用非指定的电源线

没有接地连接或使用非指定的电源线可能导致电击或短路。

- 切勿从没有接地连接的电源插座操作仪器。
 - 除安捷伦科技专为地区设计的电源线外，切勿使用其他电源线。
-

警告

使用非随附电源线

使用非安捷伦科技提供的电源线会导致电子元件受损或人身伤害。

- 为保证功能正常及符合安全规定或 EMC 规定，请确保使用的是由安捷伦科技提供的电缆。
-

警告

不当使用随附电源线

将电源线用于不当用途会造成人身伤害或电子电器设备损坏。

- 切勿将安捷伦科技为此仪器提供的电源线用于任何其他设备。
-

2 场地要求和规格

场地要求

工作台

模块的尺寸和重量（请参阅“第 39 页的表 3”）允许将模块放在几乎任何桌子或实验台上。它需要在左右两侧各留出额外的 2.5 cm（1.0 英寸）空间，并在背部留出大约 8 cm（3.1 英寸），以用于空气流通和电路连接。

如果要在工作台上放置一个完整的 HPLC 系统，则应确保此工作台能够承受所有模块的重量。

模块应在水平位置上运行。

冷凝水

小心

模块内的冷凝水

冷凝水将会损坏系统的电子仪器。

- 温度波动可能会导致模块内发生冷凝，请不要在这种条件下贮存、运输或使用部件。
 - 如果模块在寒冷季节运输，不要马上开箱，应让它在运输箱内等待温度缓慢升至室温后再开箱，这样就能避免产生冷凝水。
-

物理规格

表 3 物理规格

类型	规格	注释
重量	11.5 kg (26 lbs)	
尺寸 (高 × 宽 × 长)	140 x 345 × 435 mm (7 x 13.5 × 17 in)	
线路电压	100 - 240 VAC, ± 10 %	适用范围宽
线路频率	50 或 60 Hz, ± 5 %	
耗电量	180 VA/70 W/239 BTU	最大
操作环境温度	0 - 40 ° C (32 - 104 ° F)	
非操作环境温度	-40 - 70 ° C (-40 - 158 ° F)	
湿度	< 95 % (温度为 40 ° C (104 ° F) 时)	非冷凝
操作海拔高度	最高 2000 m (6562 ft)	
非操作海拔高度	最高 4600 m (15091 ft)	存放模块
安全标准: IEC, CSA, UL	安装类别 II, 污染程度 2	仅限室内使用。

性能指标

表 4 性能指标 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321B)

类型	规格	注释
检测类型	多信号荧光检测器，带有快速在线扫描和光谱数据分析功能	
性能指标	<p>单波长操作：</p> <ul style="list-style-type: none"> 拉曼 (H₂O) > 500 (信号时测量的噪音参考) <p>Ex=350 nm, Em=397 nm, 暗值 450 nm, 标准流通池</p> <ul style="list-style-type: none"> 拉曼 (H₂O) > 3000 (暗值时测量的噪音参考) <p>Ex=350 nm, Em=397 nm, 暗值 450 nm, 标准流通池</p> <p>双波长操作：</p> <p>拉曼 (H₂O) > 300 Ex 350 nm, Em 397 nm 且 Ex 350 nm, Em 450 nm, 标准流通池。</p>	请参见本表下面的注释 有关详细信息，请参见《服务手册》
光源	氙灯，常规模式 20 W，节能模式 5 W，寿命 4000 h	
脉冲频率	296 Hz 针对单一信号模式 74 Hz 针对节能模式	
最大数据采集速率	74 Hz, 145 Hz	145 Hz 具有 A.06.54 及更高版本的固件
激发单色器	范围: 可设置 200 nm - 1200 nm 且是零级 带宽: 20 nm (固定) 单色器: 凹面全息光栅, F/1.6, 集中波长: 300 nm	

表 4 性能指标 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321B)

类型	规格	注释
发射单色器	范围: 可设置 200 nm - 1200 nm 且是零级 带宽: 20 nm (固定) 单色器: 凹面全息光栅, F/1.6, 集中波长: 400 nm	
参比系统	串联激发测量	
时间表程序	最多 4 个单波长、响应时间、 PMT 增益、基线行为 (增补、自 由、零) 和光谱参数	
光谱采集	激发或发射光谱 扫描速度: 28 ms 每个数据点 (例如 0.6 s/ 光谱 200 - 400 nm, 10 nm 步长) 步长: 1 - 20 nm 光谱存储: 全部	
波长特性	重复性 ± 0.2 nm 准确度 ± 3 nm 设置	
流通池	标准: 8 μ L 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力, 熔融石英体 可选部件: <ul style="list-style-type: none"> • 用于离线光谱测量的荧光透明池, 带有 1 mL 进样针, 体积为 8 μL • 生物惰性: 8 μL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力, (pH 1 - 12) • 微量: 4 μL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力 	
控制和数据评估	Agilent ChemStation for LC、 Agilent 手持控制器 G4208A, 带 部分光谱数据分析和光谱打印功 能	

2 场地要求和规格

性能指标

表 4 性能指标 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321B)

类型	规格	注释
模拟输出	记录仪 / 积分仪: 100 mV 或 1 V, 输出范围 > 100 LU, 两个输出	100 LU 是建议范围, 请参见《FLD 缩放比例范围和操作条件》
通信	控制器局域网 (CAN)、RS-232C、LAN、APG 远程: 就绪、启动、停止和关机信号	
安全和维护	手持控制器、Agilent Lab Advisor 和色谱数据系统提供故障排除和维护的广泛支持。与安全相关的功能有泄漏检测、安全泄漏处理、用于关闭泵系统的泄漏输出信号以及主要维护区域中的低电压。	
GLP 功能	早期维护反馈 (EMF) 用于根据亮灯时间以及用户可设置的限值和反馈消息来连续跟踪仪器的使用情况。维护和故障状况的电子记录。用水的拉曼带验证波长准确度。	
外壳	所有材料都可回收利用。	
环境	0 - 40 ° C 恒定温度 (湿度 <95 % (不冷凝) 时)	
尺寸	140 mm x 345 mm x 435 mm (5.5 x 13.5 x 17 in) (高 x 宽 x 长)	
重量	11.5 kg (25.5 lbs)	

表 5 性能指标 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321C)

类型	规格	注释
检测类型	单信号波长 (激发和发射)	可编程单波长 (激发和发射) 荧光检测器
性能指标	<p>单波长操作:</p> <ul style="list-style-type: none"> 拉曼 (H₂O) > 500 (信号时测量的噪音参考) Ex=350 nm, Em=397 nm, 暗值 450 nm, 标准流通池 拉曼 (H₂O) > 3000 (暗值时测量的噪音参考) Ex=350 nm, Em=397 nm, 暗值 450 nm, 标准流通池 	请参见本表下面的注释 有关详细信息, 请参见《服务手册》
光源	氙灯, 常规模式 20 W, 节能模式 5 W, 寿命 4000 h	
脉冲频率	296 Hz 针对单一信号模式 74 Hz 针对节能模式	
最大数据采集速率	74 Hz	
激发单色器	范围: 可设置 200 nm - 1200 nm 且是零级 带宽: 20 nm (固定) 单色器: 凹面全息光栅, F/1.6, 集中波长: 300 nm	
发射单色器	范围: 可设置 200 nm - 1200 nm 且是零级 带宽: 20 nm (固定) 单色器: 凹面全息光栅, F/1.6, 集中波长: 400 nm	
参比系统	串联激发测量	
时间表程序	最多 4 个单波长、响应时间、PMT 增益、基线行为 (增补、自由、零) 和光谱参数	

2 场地要求和规格

性能指标

表 5 性能指标 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321C)

类型	规格	注释
波长特性	重复性 +/- 0.2 nm 准确度 +/- 3 nm 设置	
流通池	标准: 8 µL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力, 熔融石英体 可选部件: <ul style="list-style-type: none"> • 用于离线光谱测量的荧光透明池, 带有 1 mL 进样针, 体积为 8 µL • 生物惰性: 8 µL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力, (pH 1 - 12) • 微量: 4 µL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力 	
控制和数据评估	Agilent ChemStation for LC、Agilent 手持控制器 G4208A, 带部分光谱数据分析和光谱打印功能	
模拟输出	记录仪 / 积分仪: 100 mV 或 1 V, 输出范围 > 100 LU, 两个输出	100 LU 是建议范围, 请参见《FLD 缩放比例范围和操作条件》
通信	控制器局域网 (CAN)、RS-232C、LAN、APG 远程: 就绪、启动、停止和关机信号	
安全和维护	手持控制器、Agilent Lab Advisor 和色谱数据系统提供故障排除和维护的广泛支持。与安全相关的功能有泄漏检测、安全泄漏处理、用于关闭泵系统的泄漏输出信号以及主要维护区域中的低电压。	

表 5 性能指标 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321C)

类型	规格	注释
GLP 功能	早期维护反馈 (EMF) 用于根据亮灯时间以及用户可设置的限值和反馈消息来连续跟踪仪器的使用情况。维护和故障状况的电子记录。用水的拉曼带验证波长准确度。	
外壳	所有材料都可回收利用。	
环境	0 - 40 ° C 恒定温度 (湿度 <95 % (不冷凝) 时)	
尺寸	140 mm x 345 mm x 435 mm (5.5 x 13.5 x 17 in) (高 x 宽 x 长)	
重量	11.5 kg (25.5 lbs)	

表 6 性能指标 Agilent 1200 系列荧光检测器 (G1321A)

类型	规格	注释
检测类型	多信号荧光检测器，带有快速在线扫描和光谱数据分析功能	
性能指标	<p>单波长操作：</p> <ul style="list-style-type: none"> 拉曼 (H₂O) > 500 (信号时测量量的噪音参考) <p>Ex=350 nm, Em=397 nm, 暗值 450 nm, 标准流通池</p> <p>双波长操作：</p> <p>拉曼 (H₂O) > 300 Ex 350 nm, Em 397 nm 且 Ex 350 nm, Em 450 nm, 标准流通池。</p>	请参见本表下面的注释 有关详细信息，请参见《服务手册》
光源	氙灯，常规模式 20 W，节能模式 5 W，寿命 4000 h	

2 场地要求和规格

性能指标

表 6 性能指标 Agilent 1200 系列荧光检测器 (G1321A)

类型	规格	注释
脉冲频率	296 Hz 针对单一信号模式 74 Hz 针对节能模式	
最大数据采集速率	37 Hz	
激发单色器	范围: 可设置 200 nm - 1200 nm 且是零级 带宽: 20 nm (固定) 单色器: 凹面全息光栅, F/1.6, 集中波长: 300 nm	
发射单色器	范围: 可设置 200 nm - 1200 nm 且是零级 带宽: 20 nm (固定) 单色器: 凹面全息光栅, F/1.6, 集中波长: 400 nm	
参比系统	串联激发测量	
时间表程序	最多 4 个单波长、响应时间、 PMT 增益、基线行为 (增补、自 由、零) 和光谱参数	
光谱采集	激发或发射光谱 扫描速度: 28 ms 每个数据点 (例如 0.6 s/光谱 200 - 400 nm, 10 nm 步长) 步长: 1 - 20 nm 光谱存储: 全部	
波长特性	重复性 +/- 0.2 nm 准确度 +/- 3 nm 设置	

表 6 性能指标 Agilent 1200 系列荧光检测器 (G1321A)

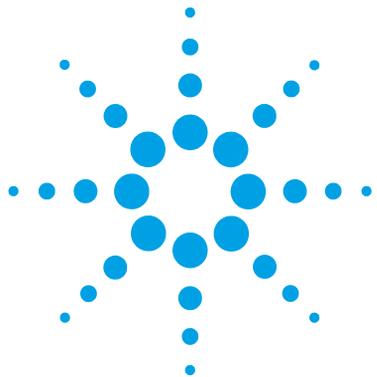
类型	规格	注释
流通池	<p>标准：8 μL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力，熔融石英体</p> <p>可选部件：</p> <ul style="list-style-type: none"> • 用于离线光谱测量的荧光透明池，带有 1 mL 进样针，体积为 8 μL • 生物惰性：8 μL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力，(pH 1 - 12) • 微量：4 μL 体积和 20 bar (2 MPa) 最大压力 	
控制和数据评估	Agilent ChemStation for LC、Agilent 手持控制器 G4208A，带部分光谱数据分析和光谱打印功能	
模拟输出	记录仪 / 积分仪：100 mV 或 1 V，输出范围 > 100 LU，两个输出	100 LU 是建议范围，请参见《FLD 缩放比例范围和操作条件》
通信	<p>控制器局域网 (CAN)、RS-232C、LAN、APG</p> <p>远程：就绪、启动、停止和关机信号</p>	
安全和维护	广泛的诊断、错误检测和显示 (通过手持控制器 G4208A 和 ChemStation)、泄漏检测、安全泄漏处理、用于关闭泵系统的泄漏输出信号。主要维护区的电压低。	

2 场地要求和规格

性能指标

表 6 性能指标 Agilent 1200 系列荧光检测器 (G1321A)

类型	规格	注释
GLP 功能	早期维护反馈 (EMF) 用于根据亮灯时间以及用户可设置的限值和反馈消息来连续跟踪仪器的使用情况。维护和故障状况的电子记录。用水的拉曼带验证波长准确度。	
外壳	所有材料都可回收利用。	
环境	0 - 40 ° C 恒定温度 (湿度 <95 % (不冷凝) 时)	
尺寸	140 mm x 345 mm x 435 mm (5.5 x 13.5 x 17 in) (高 x 宽 x 长)	
重量	11.5 kg (25.5 lbs)	



3 安装模块

模块开箱	50
优化叠放配置	52
一个叠放配置	53
两个叠放配置	55
有关泄漏和废液处理的安装信息	57
安装模块	61
模块的流路连接	64
安装毛细管	67

本章提供了有关适合您系统的首选叠放设置以及模块安装的信息。



模块开箱

包装破损

如果发货包装上有外部损坏的迹象，请立即与安捷伦科技的销售和服务部门联系。通知您的服务代表，说明仪器可能已在运输途中损坏。

小心

“到货时缺损”问题

如果有任何损坏的迹象，请不要尝试安装模块。可以要求安捷伦进行检查，评估仪器状况的好坏。

- 请将损坏情况通知安捷伦的销售和服务部门。
 - 安捷伦服务代表会到您那里检查仪器，并采取适当的措施。
-

发货清单

确保所有零件和材料都已随模块一并运抵。发货清单如下所示。

有关零件识别，请检查以下位置介绍的零件细目分类：“第 193 页的[维护的零件](#)”

请将缺少或损坏的零件报告给 Agilent Technologies 在当地的销售与服务部门。

表 7 检测器清单

说明	数量
检测器	1
电源电缆	1
CAN 电缆	1
流通池	以订购数量为准
可选流通池 / 透明池	以订购数量为准
文档 CD 形式的 用户手册 （发货物品的一部分 - 不特定于模块）	1（根据订单）
附件工具箱（请参见“第 197 页的 标准附件工具箱 ”）	1

3 安装模块

优化叠放配置

优化叠放配置

如果你的模块是完整的 Agilent 1260 Infinity 液相系统的一部分，通过下面的优化叠放配置可以保证系统的最佳性能。这些配置对系统流路进行了优化，以确保最低的延迟体积。

一个叠放配置

按下面配置安装 Agilent 1260 Infinity LC 系统的模块，就能使部件发挥最佳性能（请参见“第 53 页的图 18”和“第 54 页的图 19”）。该配置可以优化流路以获得最小延迟体积，并将工作台所占空间降到最小。

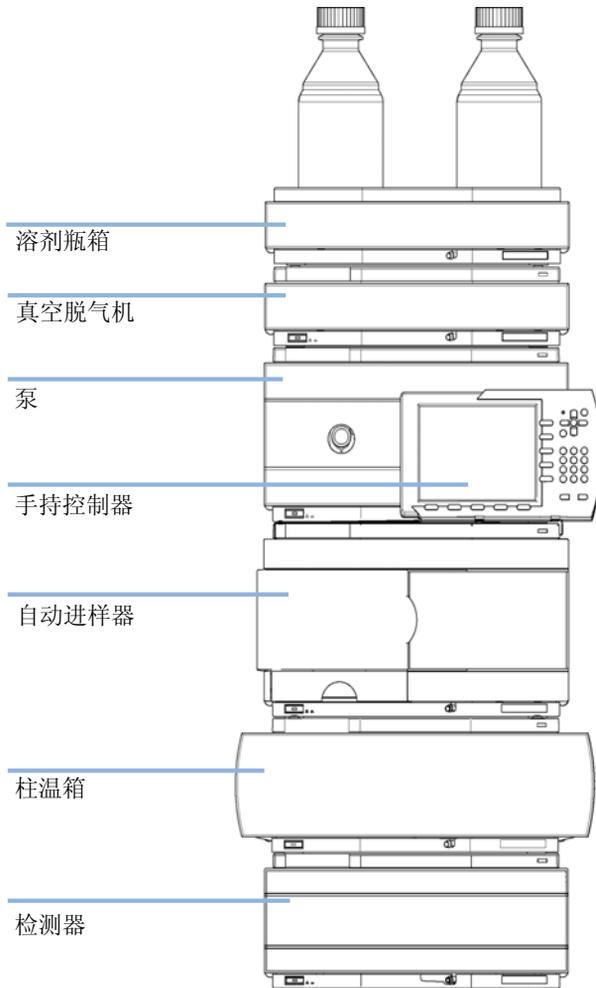


图 18 1260 Infinity 建议的叠放配置（前视图）

3 安装模块 优化叠放配置

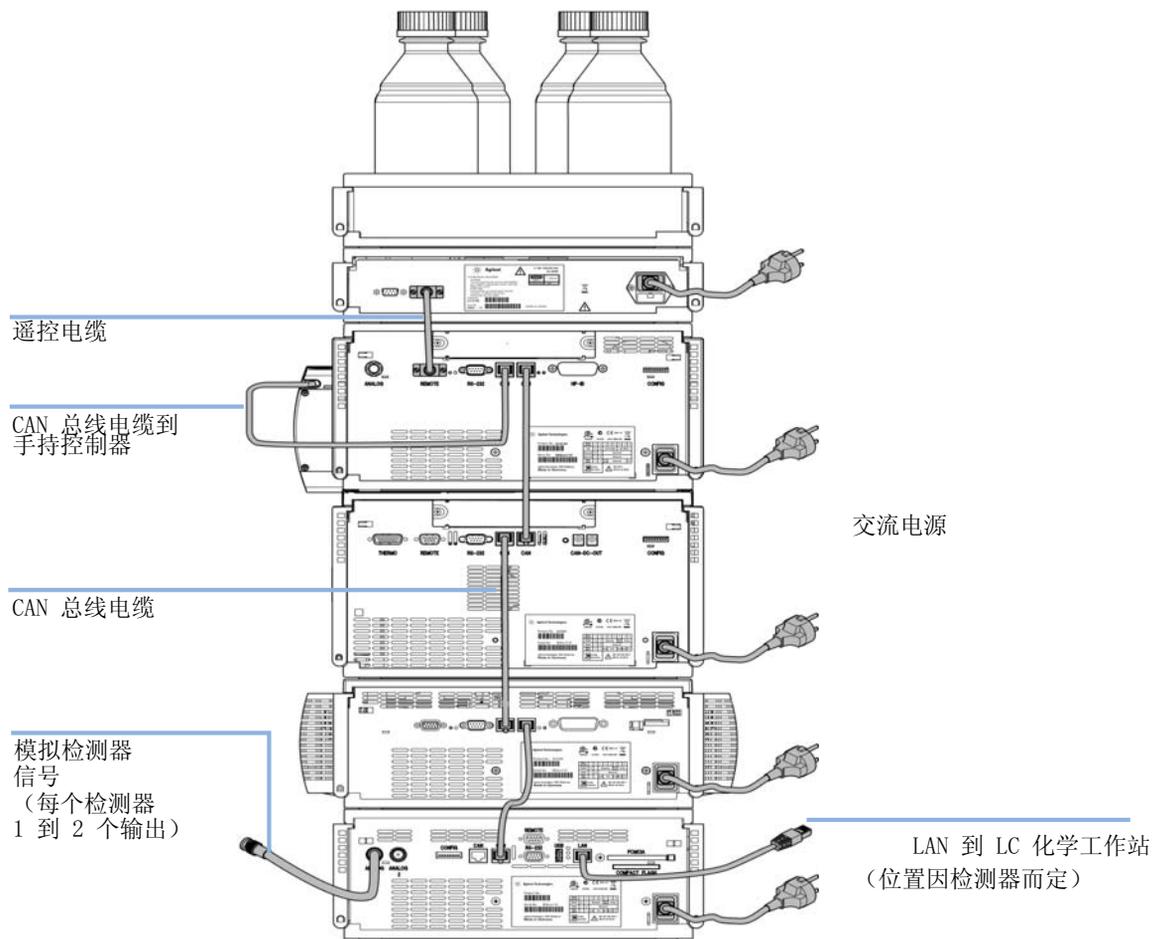


图 19 1260 Infinity 建议的叠放配置 (后视图)

两个叠放配置

在将自动进样器恒温器添加到系统中后，为避免叠放配置的高度过高，建议建立两个叠放配置。一些用户喜欢这种高度更低的排列方式，即使没有自动进样器恒温器也是如此。要求泵和自动进样器之间的毛细管稍长一些。（请参见“第 55 页的图 20”和“第 56 页的图 21”）。

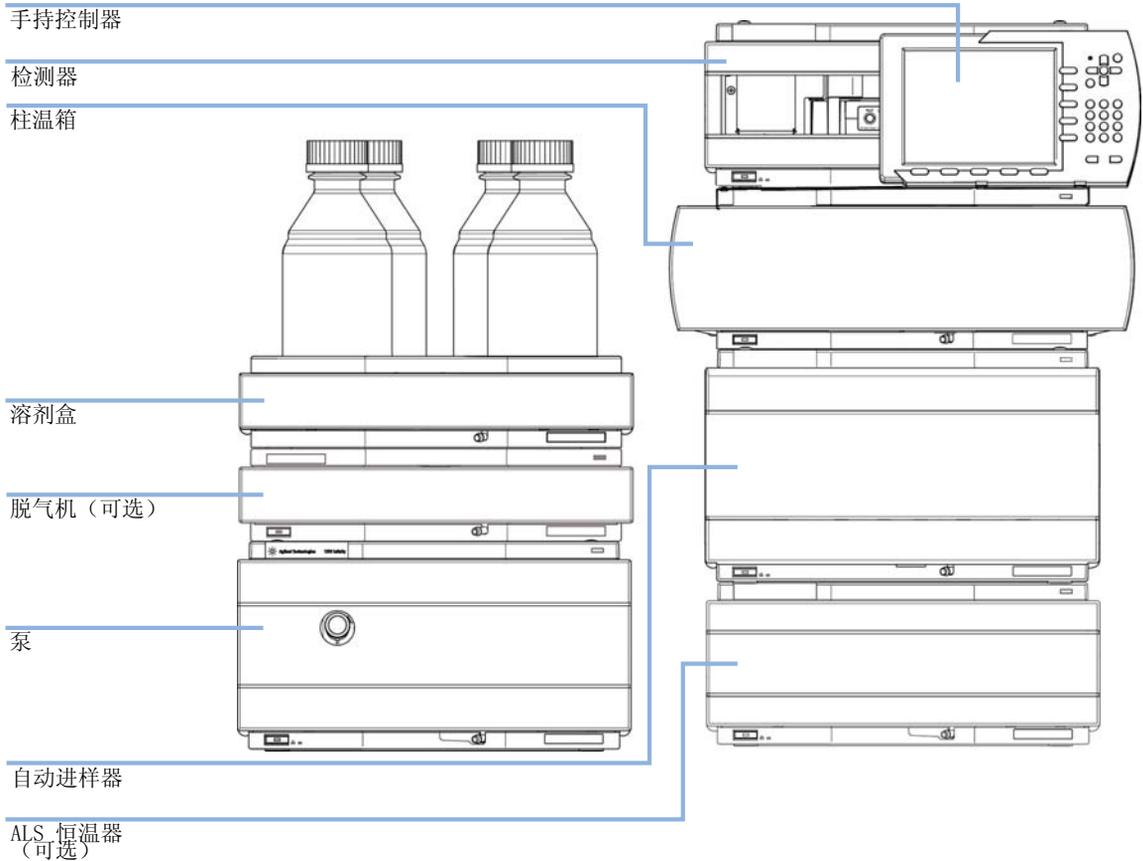


图 20 1260 Infinity (带恒温器) 建议的两个模块叠放 (前视图)

3 安装模块 优化叠放配置

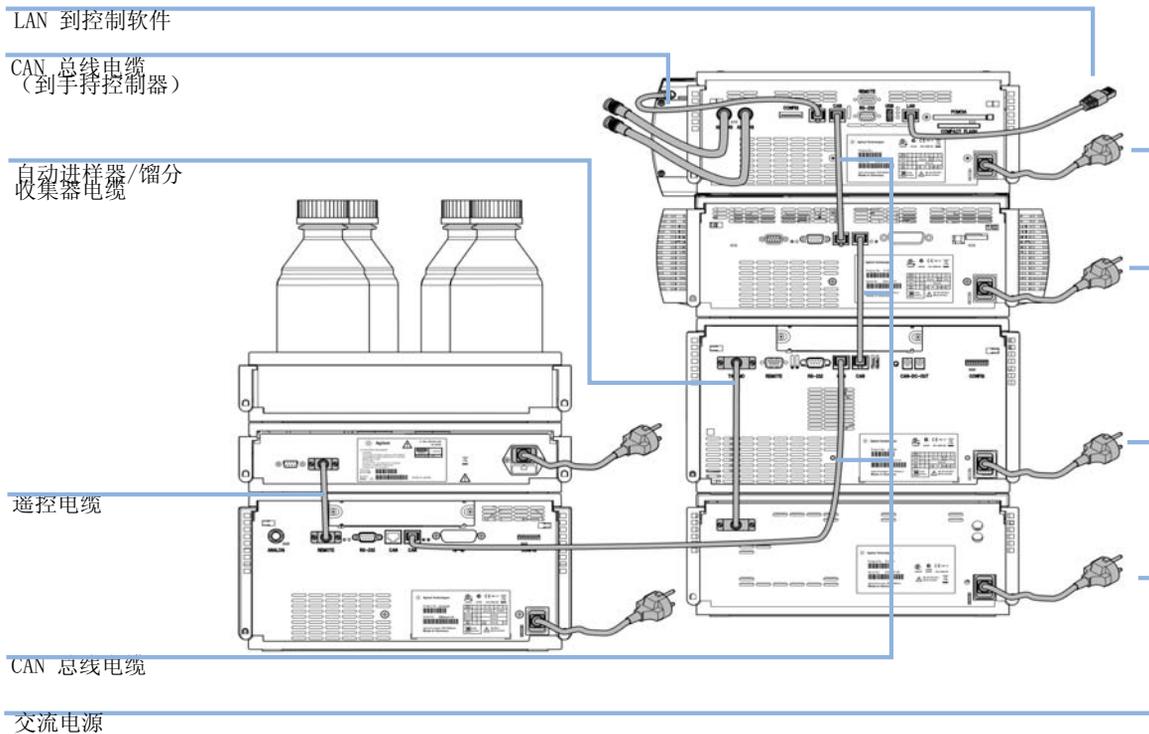


图 21 1260 Infinity 建议的两个模块叠放（后视图）

有关泄漏和废液处理的安装信息

Agilent 1200 Infinity 系列设计为可安全地进行泄漏和废液处理。必须理解所有安全性概念并严格遵守说明。

警告

有毒、易燃及有害溶剂、样品及试剂

处理溶剂、样品和试剂可能会危害健康安全。

- 处理这些物质时，请严格遵循溶剂供应商提供的材料处理和安全数据表中的相应安全规程（例如，戴上护目镜、安全手套，穿上防护服）。
- 应将物质减至分析所需的最小量。
- 不要超过溶剂盒中允许的最大溶剂瓶体积（6 L）。
- 不要使用体积超过 Agilent 1200 Infinity 系列溶剂盒的使用指南中指定的最大体积的溶剂瓶。
- 按照溶剂盒的使用指南中指定的方式排列溶剂瓶。
- 溶剂盒附带指南的印刷副本，电子副本可从 Internet 获得。

注意

溶剂盒的建议

有关详细信息，请参阅 Agilent 1200 Infinity 泄漏溶剂盒的使用指南。

3 安装模块

有关泄漏和废液处理的安装信息

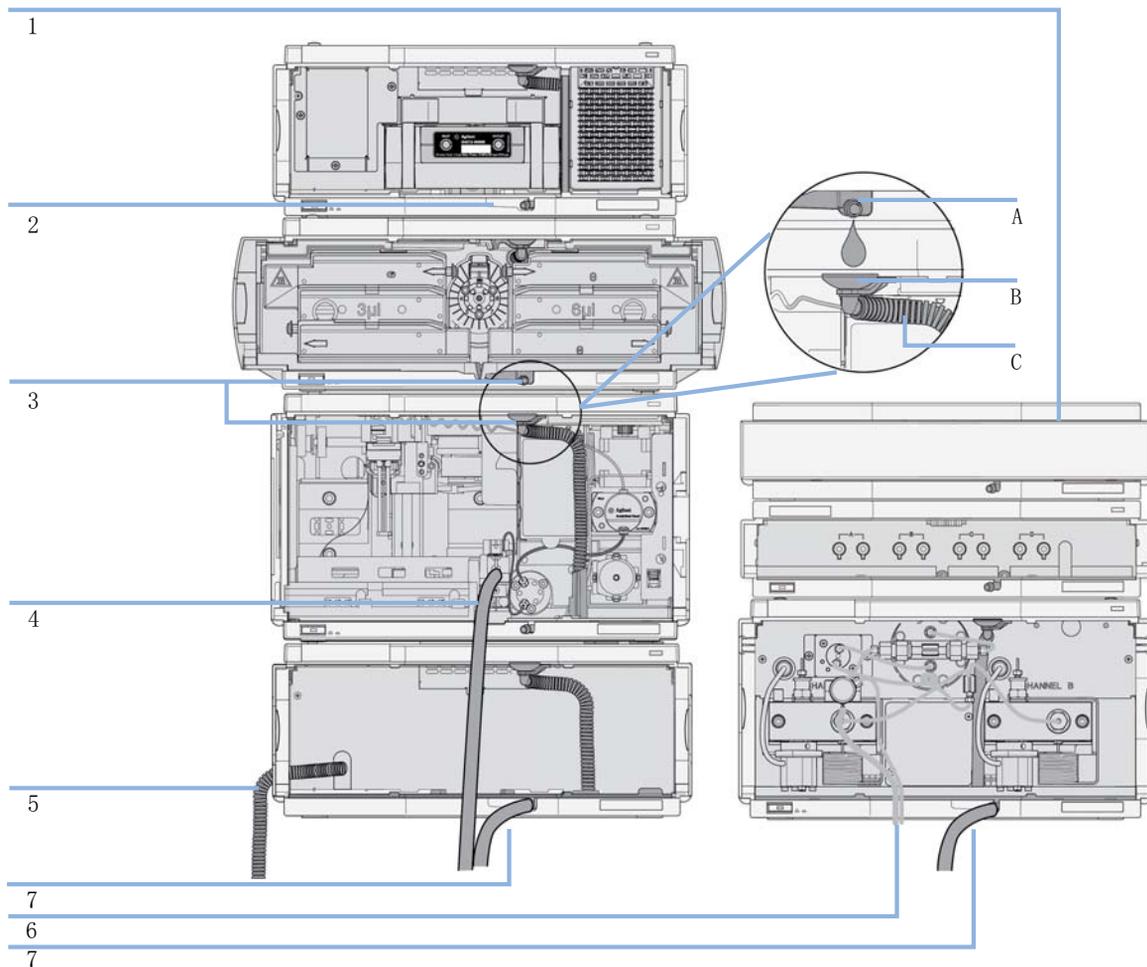


图 22 泄漏和废液处理（概述，示例为典型的叠放配置）

1	溶剂盒
2	接漏盘
3	接漏盘出口 (A)、接漏漏斗 (B) 和波纹废液管 (C)
4	进样器洗针的废液管
5	自动进样器冷却器的冷凝排水口
6	冲洗阀的废液管
7	废液管

1 根据适当的叠放配置叠放模块。

上方模块的接漏盘出口必须垂直放在下方模块的接漏盘上方，请参阅“第 58 页的图 22”。

2 将数据和电源电缆连接到模块，请参阅下面的《安装模块》部分。

3 将毛细管和管线连接到模块，请参阅下面的《模块的流路连接》或相关系统手册。

警告

有毒、易燃及有害溶剂、样品及试剂

→ 防止溶剂流路堵塞

→ 不用时保持冲洗阀流路关闭（如果系统中的泵装有被动入口阀，即使仪器关闭，溶剂也会由于液静压而泄漏）。

→ 避免管道打圈。

→ 管道不能下垂。

→ 不要弯曲管道。

→ 不要使管道末端浸入废液中。

→ 不要将管道插入其他管道中。

→ 要进行正确的管线连接，请按照贴在模块上的标签的说明操作。

3 安装模块

有关泄漏和废液处理的安装信息



图 23 警告标签（正确的废液管连接的图示）

安装模块

所需的部件:	说明 电源线 其他电缆请参见“第 200 页的 电缆概述 ”。
所需的软件:	安捷伦数据系统和 / 或手持控制器 G4208A。
所需的准备:	确定工作台位置 接好电源线 检测器开箱

警告

只要未拔掉电源线，即使在切断电源时部件仍会部分带电。

在部件盖打开，且部件处于通电状态时，维修部件可能会造成人身伤害（如电击危险）。

- 请确保始终可以拔插电源插头。
- 在打开机盖之前，请从仪器上拔下电源电缆。
- 机盖卸下时，切勿将电源电缆连接到仪器上。

-
- 1 在检测器上安装 LAN 接口板（如果需要），见“第 189 页的[更换接口板](#)”。
 - 2 把检测器摆放在叠放系统中或水平放在工作台上。

3 安装模块 安装模块

- 3 确保检测器正面的线路电源开关关闭。

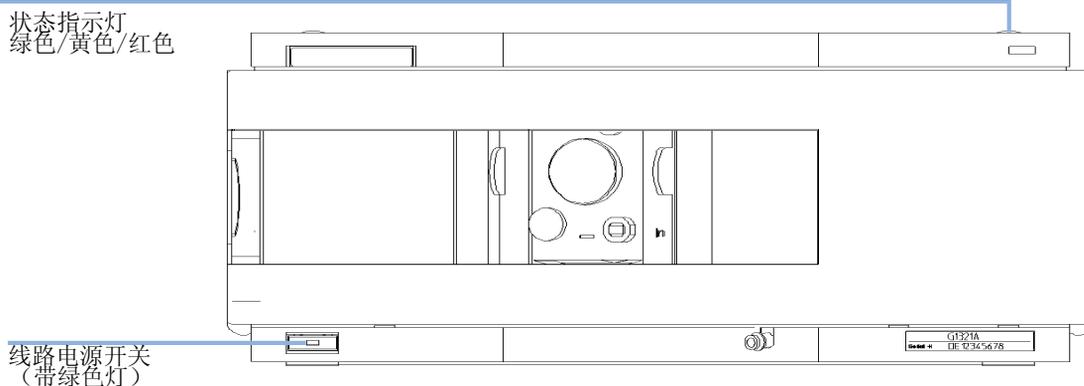


图 24 检测器的前视图

- 4 把电源线连接到检测器后面的电源接头上。
- 5 将 CAN 电缆连至其他模块。
- 6 如果 Agilent ChemStation 是控制器, 请将 LAN 连接连接至检测器中的 LAN 接口板。

注意

检测器 (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) 是通过 LAN (由于数据负载量较大) 进行控制的首选接入点。

- 7 连接模拟信号电缆 (可选)。
- 8 对非 Agilent 系列的仪器, 可连接 APG 遥控电缆 (可选)。

9 按检测器左下侧的按钮打开电源。状态 LED 指示灯应为绿色。

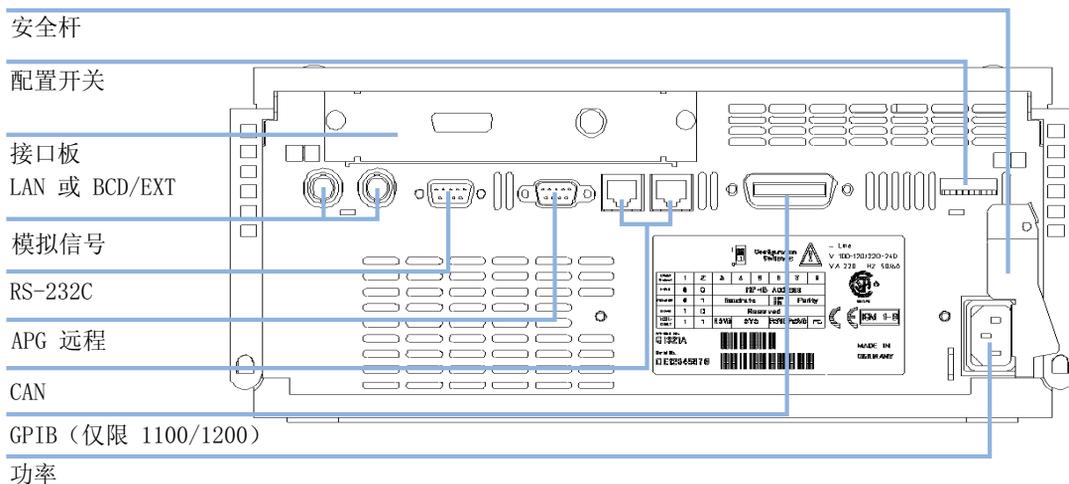


图 25 检测器的后视图

注意

当按下线路电源开关且绿色指示灯亮起时，检测器打开。当线路电源开关弹起且绿色指示灯熄灭时，检测器关闭。

注意

检测器装运时为缺省的配置设置。

注意

随着 1260 Infinity 模块的引入，已去掉了 GPIB 接口。

模块的流路连接



对于生物惰性模块，只能使用生物惰性部件！

所需的工具： **说明**
扳手，1/4 - 5/16 in
(用于连接毛细管)

所需的部件： **部件号** **说明**
G1321-68755 附件工具箱

所需的准备： LC 系统中已安装检测器。

警告

有毒、易燃及有害溶剂、样品及试剂

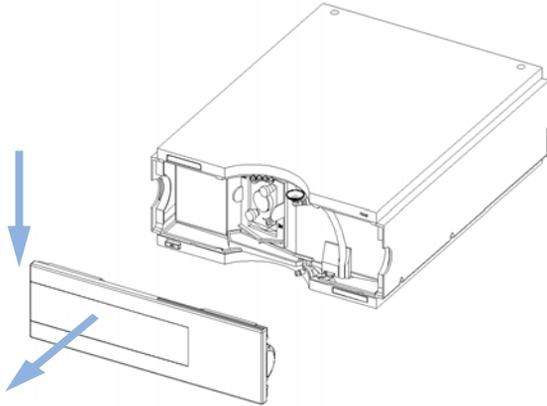
处理溶剂、样品和试剂可能会危害健康安全。

- 处理这些物质时，请严格遵循溶剂供应商提供的材料处理和安全数据表中的相应安全规程（例如，戴上护目镜、安全手套，穿上防护衣）。
- 应将物质减至分析所需的最小量。
- 切勿在爆炸性环境中操作仪器。

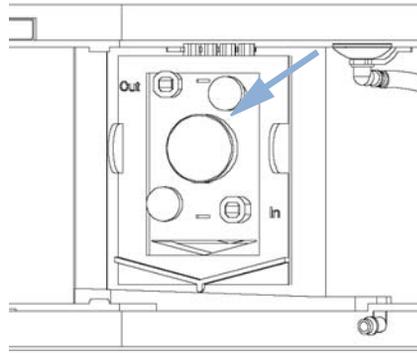
注意

流通池在运输时填充有异丙醇（建议在将仪器和 / 或流通池运输到其他场所时亦填充异丙醇）。这是为了避免在周围环境温度较低的条件 下流通池发生破裂。

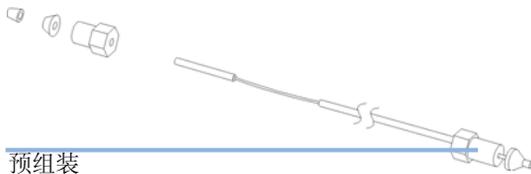
1 按下释放按钮，卸下较低的前盖，以进入流通池区域。



2 找到流通池。



3 从附件工具箱中取出色谱柱检测器毛细管进行装配。其中一端已经在工厂装好。



4 从附件工具箱中取出废液管进行装配。



注意

在流路系统里荧光检测器应该是最后一个模块。另外增加的检测器应该在荧光检测器之前安装，避免流通池超压（最大为 20 bar）。

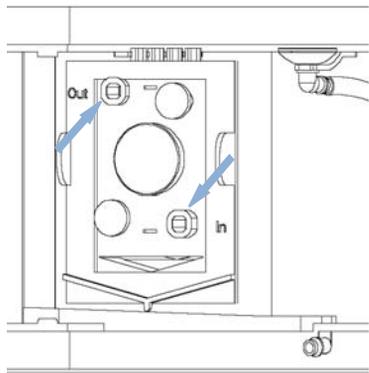
当使用位于荧光检测器后面的检测器进行工作时（自负风险），首先要用下面的方法测定该检测器的背压

- 卸下色谱柱和最后一个检测器，在工作流速下测量系统的压力。
- 连接最后一个检测器（没有色谱柱和 FLD），在工作流速下测量系统的压力。
- 所测得的压力差就是由于最后一个检测器的背压所造成的，也就是 FLD 看到的压力。

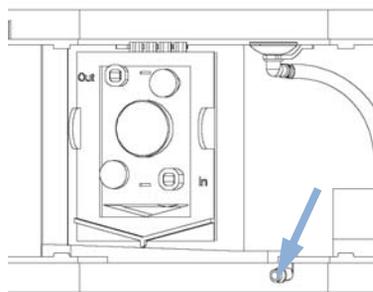
3 安装模块

模块的流路连接

5 插入流通池并把毛细管装到流通池上（上为出口，下为入口）。

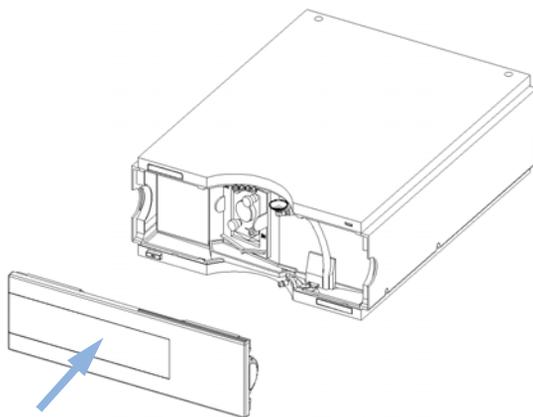


6 把废液管连接到底部废液接头上。



7 建立流路，观察是否有渗漏。

8 重新装上前盖。



检测器安装完成。

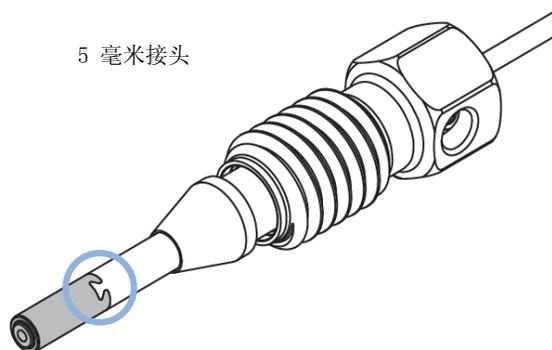
注意

应该在不卸下前盖的情况下操作检测器，从而防止流通池区域受外界强劲气流影响。

安装毛细管

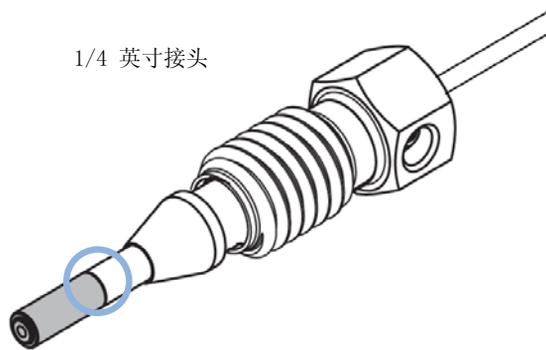
2013 年 5 月，Agilent 引入了新 UHP-FF 接头，这种接头旨在提高耐用性并便于使用。以前的接头需要仔细处理。因此需了解系统中使用了哪些接头，这十分重要。

下图显示新毛细管与以前毛细管之间的差异。



5 毫米接头

图 26 新生物惰性毛细管和 UHP-FF 接头
(带突出部)



1/4 英寸接头

图 27 以前的生物惰性毛细管和接头

注意

有关新 UHP-FF 接头（2013 年 5 月引入）发货之前在模块中使用的毛细管和接头的处理说明，请参见“第 249 页的[不锈钢包层 PEEK 毛细管的安装](#)”。

注意

要处理 2013 年 5 月之前生产的生物惰性毛细管，您需要 1/4 inch 扳手而不是 5 mm 安装工具。

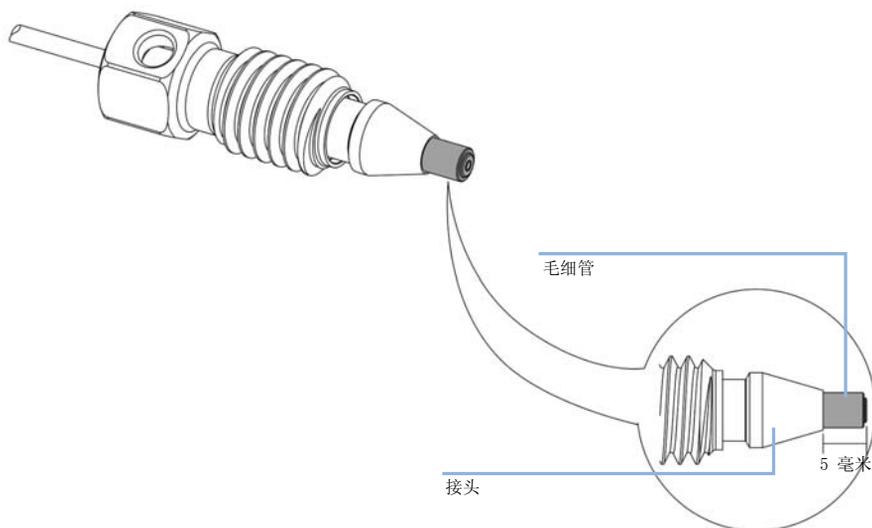
3 安装模块 安装毛细管

安装 UHP-FF 接头

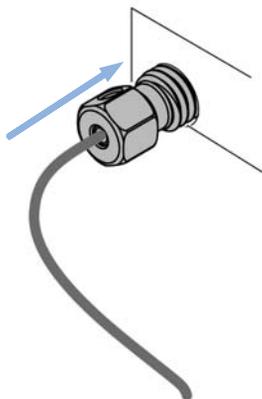
所需的工具:	部件号	说明
	5043-0915	接头安装工具 用于生物惰性毛细管

所需的部件:	部件号	说明
	毛细管和接头	有关详细信息，请参见手册的零件部分。

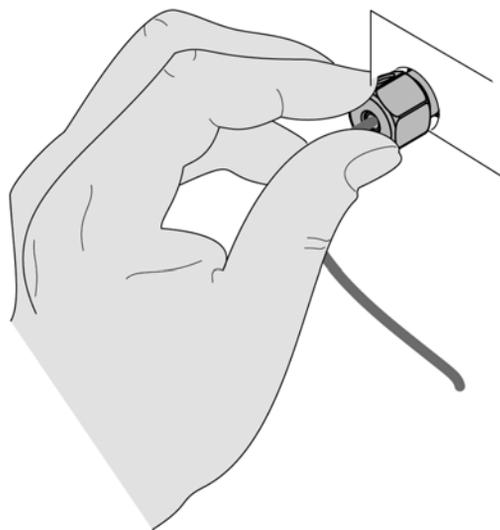
- 1 在毛细管上滑动接头。让毛细管突出 5 mm。



- 2 将接头插入接收端口并将毛细管推到该端口底部。

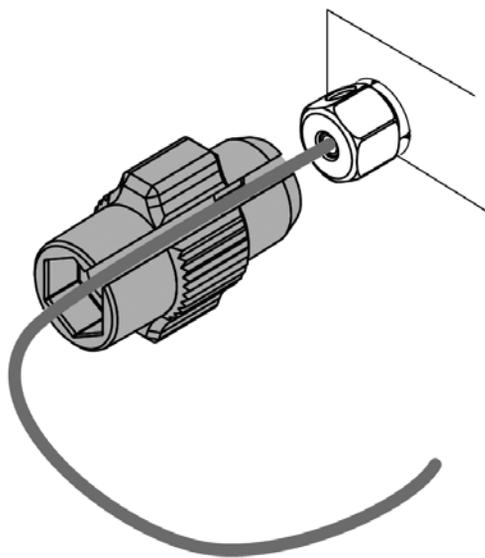


- 3 用手指将螺母拧紧到该端口上，直至紧贴。



3 安装模块 安装毛细管

- 4 使用 接头安装工具 (5043-0915) 或 5 mm 六角扳手固定接头 (最大扭矩为 0.8 Nm)。



小心

毛细管可能损坏

→ 请不要从已使用的毛细管中卸下接头。

- 5 将 UHP-FF 接头用于生物惰性毛细管时，请不要尝试从这些毛细管中卸下接头。生物惰性毛细管使用 PEEK 前端，该前端可能会在压力下膨胀，尤其是在与某些有机溶剂接触时。如果接头在膨胀的 PEEK 端上移动，则存在由于剥离末端而损坏毛细管的风险。重新安装这类毛细管之前，将密封垫圈朝后方推动一小段距离。

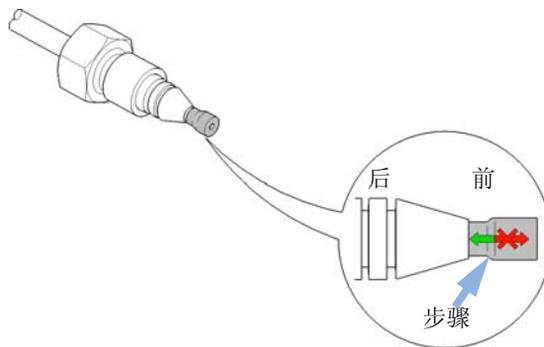


图 28 毛细管接头

3 安装模块 安装毛细管

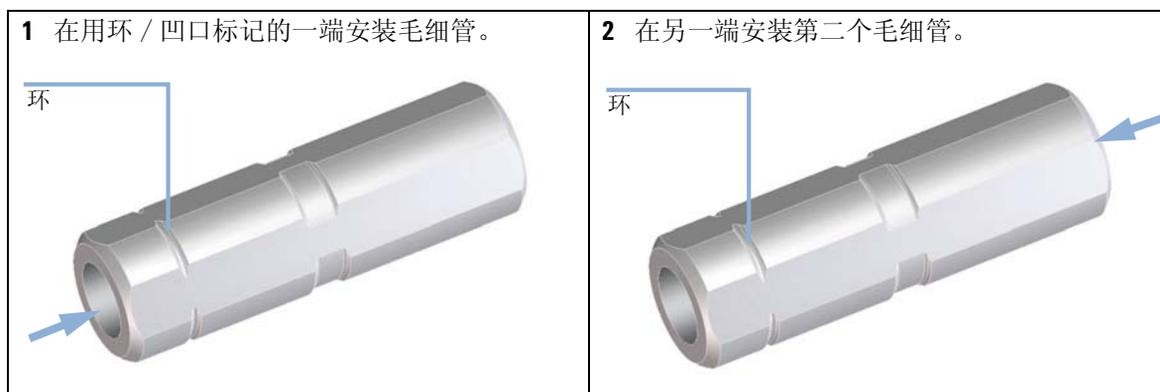
生物惰性零死体积（ZDV）接头的安装

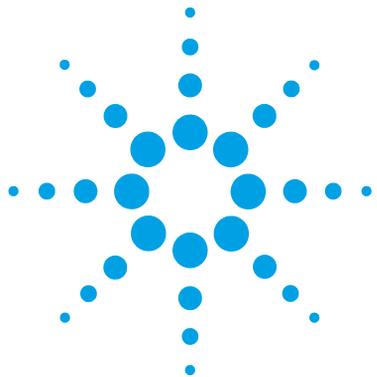
生物惰性 ZDV（部件号 5067-4741）接头有两个不同的连接器，需要按正确的顺序在这两个连接器中安装毛细管。否则，接头的惰性可能会损坏，且连接可能不紧固。

小心

生物惰性 ZDV 接头可能泄漏或损坏。

→ 为避免生物惰性 ZDV 接头泄漏或受损，按照下面的步骤以指定的顺序操作。





4 使用荧光检测器

泄漏和废液处理	74
准备工作	75
进行启动和校验	76
启动检测器	76
设置色谱条件	77
通过等吸收图观察最大值	79
方法开发	80
步骤 1: 检查 LC 系统中的杂质	81
步骤 2: 优化检测限值和灵敏度	82
步骤 3: 建立常规分析方法	91
示例: 多种化合物的优化	94
如何使用“峰中的全部光谱”和“仅顶点光谱”模式收集光谱	103
溶剂信息	107

本章介绍如何开始使用检测器。



泄漏和废液处理

警告

有毒、易燃及有害溶剂、样品及试剂

处理溶剂、样品和试剂可能会危害健康安全。

- 处理这些物质时，请严格遵循溶剂供应商提供的材料处理和安全数据表中的相应安全规程（例如，戴上护目镜、安全手套，穿上防护衣）。
- 应将物质减至分析所需的最小量。
- 切勿在爆炸性环境中操作仪器。
- 不要超过溶剂盒中允许的最大溶剂瓶体积（6 L）。
- 不要使用体积超过 Agilent 1200 Infinity 系列溶剂盒的使用指南中指定的最大体积的溶剂瓶。
- 按照溶剂盒的使用指南中指定的方式排列溶剂瓶。
- 溶剂盒附带指南的印刷副本，电子副本可从 Internet 获得。
- 无残留废液瓶中的体积必须足以收集废液。
- 定期检查废液瓶的填充级别。
- 要确保最高安全性，请定期检查安装是否正确。

注意

溶剂盒的建议

有关详细信息，请参阅 Agilent 1200 Infinity 泄漏溶剂盒的使用指南。

有关正确安装的详细信息，请参阅“第 57 页的[有关泄漏和废液处理的安装信息](#)”。

准备工作

使用正相 LC 级别的溶剂在绝大多数情况下可以得到好的结果。但是经验证明当溶剂中有杂质时，基线噪音较高（信噪比较低）。

在检查灵敏度之前，溶剂传输系统至少要冲洗 15 分钟。如果您的泵是多通道的，不用的通道也要冲洗。

要获得最佳结果，请参见“第 111 页的[优化检测器](#)”。

注意

本章中介绍的某些功能（例如光谱采集、多波长检测）在 G1321C FLD 上不可用。

进行启动和校验

本章介绍如何使用 Agilent 等度校验样品对 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器进行校验。

启动检测器

当： 如果您想要检查检测器

所需的部件：	编号	部件号	说明
	1	5063-6528	启动工具箱，包括
	1		LC 色谱柱和零件在下面列出
	1	01080-68704	Agilent 单元泵校验样品 该 0.5 mL 安瓿含有 0.15 wt.% 邻苯二甲酸二甲酯、 0.15 wt.% 邻苯二甲酸二乙酯、0.01 wt.% 联苯、 0.03 wt.% o- 三联苯的甲醇溶液。
	1	0100-1516	PEEK 公接头（每包 2 个）
	1	5021-1817	毛细管 ST 0.17 mm x 150 mm

所需的硬件： 带 FLD 的 LC 系统

- 1 给检测器通电。
- 2 打开灯。
当第一次开灯时，仪器要进行内部检查和校正检查，大约需要 5 分钟。
- 3 现在您可以更改检测器的设定了。

设置色谱条件

1 按照下列色谱条件设定系统，并等待基线的稳定。

表 8 色谱条件

流动相	A = 水 = 35 % B = 乙腈 = 65 %
色谱柱	OSD-Hypersil 色谱柱，内径 125 mm x 4 mm，带 5 μm 的颗粒
样品	等度标样，用甲醇稀释为 1:10
流速	1.5 ml/min
压缩因子 A（水）	46
压缩因子 B（乙腈）	115
冲程 A 和 B	自动
停止时间	4 min
进样量	5 μl
柱温箱温度（1200）	30 ° C
FLD 激发 / 发射波长	EX = 246 nm、EM = 317 nm
FLD PMT 增益	PMT = 10
FLD 响应时间	4 s

2 根据“第 78 页的图 29”设置 FLD 设定值。

4 使用荧光检测器进行启动和校验

本例使用附加的激发波长（B、C、D）。这样会增加扫描时间并会降低性能。

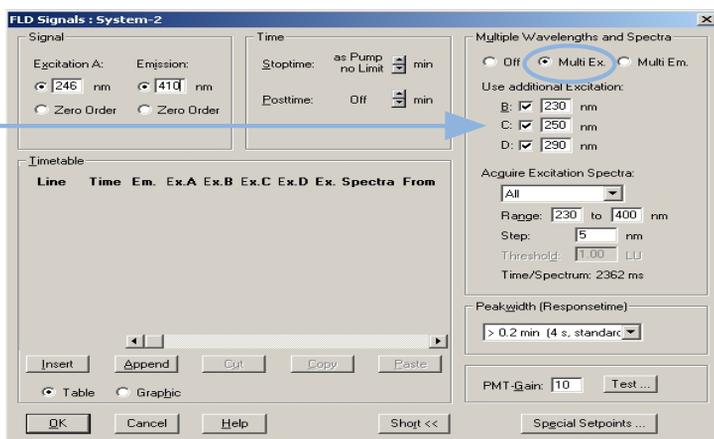


图 29 FLD 参数

3 开始运行。

得到的色谱图如下所示：

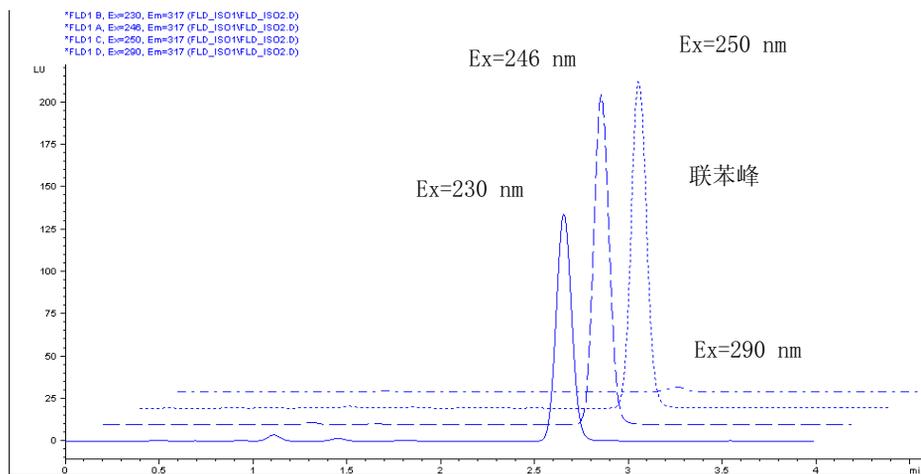


图 30 用不同的激发波长获得的联苯峰

激发的最大波长约为 250 nm。

通过等吸收图观察最大值

- 1 载入数据文件 ($\lambda_{EX} = 246 \text{ nm}$, $\lambda_{EM} = 317 \text{ nm}$) 并打开等吸收图。
- 2 将在 250 nm 周围找到最大值 λ_{EX} 。

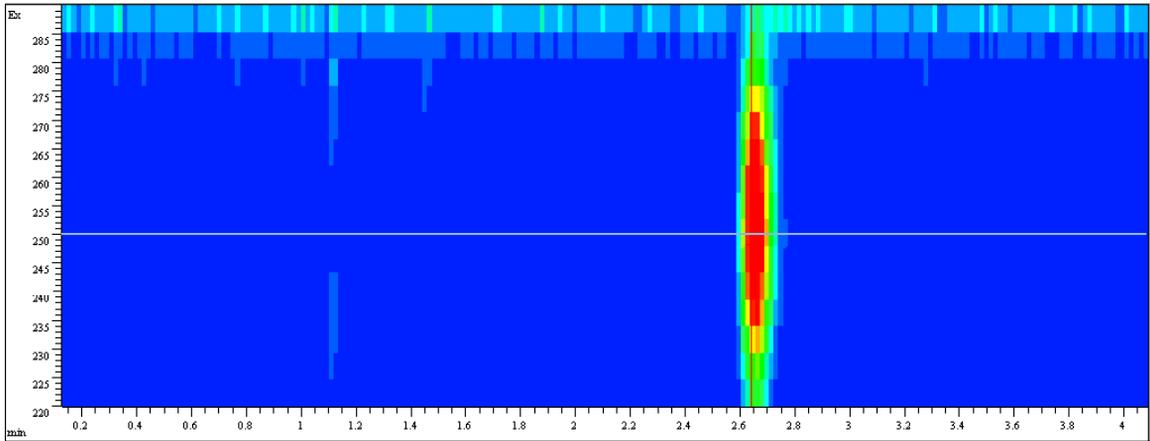


图 31 等吸收图

方法开发

当需要高的选择性和低的检测限值时可以在液相色谱中使用荧光检测器。开发一个有效的方法（包括光谱采集）是获得完美结果的基础。本章介绍可以对 Agilent 荧光检测器执行的三个不同步骤。“第 80 页的表 9”概述了如何在执行这些步骤的过程中受益于操作模式。

表 9 开发有效的方法的步骤

	步骤 1: 检查系统	步骤 2: 优化检测限值和灵敏度	步骤 3: 建立常规分析方法
荧光扫描	检查杂质（例如在溶剂和试剂中的杂质）	同时测定纯化合物的激发和发射光谱	
信号模式		执行波长切换	用于最低检测限值
光谱模式 / 多波长检测		在单次运行中测定所有分离化合物的激发 / 发射光谱	收集在线光谱，进行谱库检索，测定峰纯度
		可同时激活四个波长	关闭波长切换

步骤 1: 检查 LC 系统中的杂质

痕量荧光检测的一项重要要求是，LC 系统中必须无任何荧光污染物。大多数污染物来源于不纯的溶剂。荧光扫描可以方便地在几分钟之内检查溶剂的质量。即使在开始进行分析之前也可以使用这一方法，通过在 FLD 的透明池中直接装入溶剂进行离线检测。其结果可以显示为等度荧光图或三维图。不同的颜色表示不同的强度。

“第 81 页的图 32”是要用作流动相的水的图谱，它含有微量杂质。被污染水样品的荧光区域位于两个杂散光区域之间：一级、二级 Raleigh 杂散光和拉曼杂散光。

往流通池中注入纯水样品。以 5 nm 的步长记录光谱。

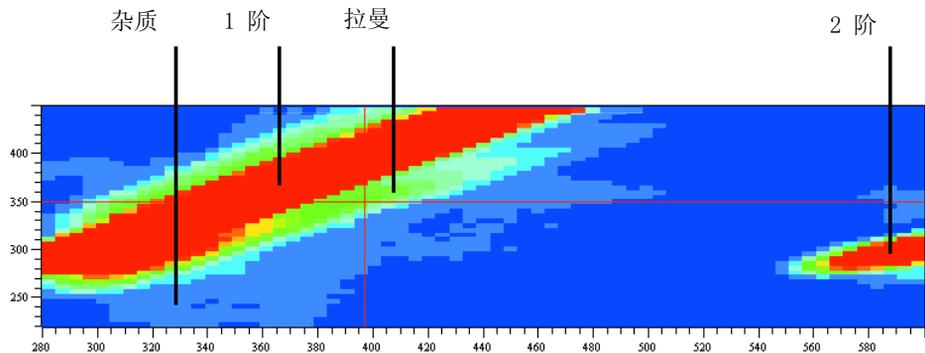


图 32 流动相等荧光图

由于 Raleigh 杂散光的“激发”和“发射”波长是一样的，图表左上方显示的是一级 Raleigh 杂散光。一级 Raleigh 杂散光下面是水的拉曼谱带。因为截止滤光片把低于 280 nm 的光滤掉了，二级 Raleigh 杂散光从 560 nm 以上开始。

在此情况下杂散光可表示有杂质，模拟为背景噪音。在这两种情况下会获得高噪音水平，继而是较高的检测限值。这就说明高灵敏度的测量，在设置波长时，一定要离开高杂散光背景的波长。

步骤 2: 优化检测限值和灵敏度

要想优化检测限值和灵敏度，分析员必须找到目标化合物的荧光特性。为最佳检测限值和灵敏度选择激发和发射波长。一般来说，使用不同的仪器所测得的荧光光谱由于所使用的硬件和软件的不同，会有很大的差别。

传统的方法是从紫外光谱上选取适当的激发波长，此紫外光谱类似于荧光激发光谱（请参见“第 82 页的图 33”）并记录发射光谱。然后确定最佳发射波长，从而采集激发光谱。

得到 440 nm 发射波长的激发光谱，在 250 nm 激发波长时的发射光谱，用 1 µg/ml 的奎尼定样品。
检测器设置：
步长 5 nm，PMT 12，响应时间 4 s。

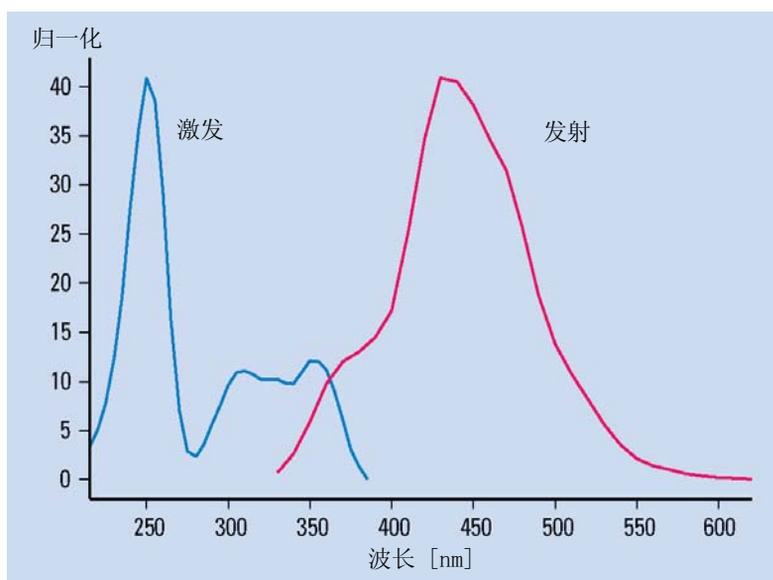


图 33 奎尼定的激发和发射光谱

使用一台荧光光谱仪或是在 LC 停流下进行测量，对每一个化合物重复上述任务。通常对每一个化合物要分别进行测量。因此，每一个化合物会得到一组激发和发射光谱（请参见“第 81 页的图 32”）。因为这是一个繁琐的过程，所以仅在目标化合物数量有限时需要这样的测量。

Agilent 1200 Infinity 系列 LC 提供了三种不同的方法来获得化合物荧光的完整信息：

方法 1 - 对流动相按上述方法做单个化合物的荧光离线扫描。如有纯化合物可用，以手动方式在 FLD 透明池中进行此项试验为好。

方法 II - 用 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 的 LC 进行两次实验，在已知的色谱条件下分离化合物的混合物，并分别采集发射和激发光谱。

方法 III - 使用 Agilent 1200 Infinty 系列的 FLD/DAD 联合测量，以 DAD 采集紫外和可见光光谱（相当于激发光谱），以 FLD 采集发射光谱，二者均单独进行。

方法 I - 进行荧光扫描

因为使用过去的 LC 荧光检测器不易取得荧光光谱，所以过去使用标准的荧光分光光度计采集未知化合物的光谱信息。但很遗憾这一方法不能进行优化，因为 LC 检测器和专用的荧光分光光度计在光学设计上有所差别，或者检测器之间也不同。这些差异可导致最佳激发和发射波长的变化。

Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 提供一个荧光扫描程序，可在独立于 LC 荧光检测器情况下，得到以往利用标准荧光光谱仪获得的全部光谱信息。“第 84 页的图 34”显示 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 和手动透明池在单一脱机测量时得到的奎尼定的全部信息。三维图中的最大坐标值可提取为激发和发射波长的最佳值。图谱中心三个最大值中的一个可选作定义激发波长。这三个最大值的选择还要取决于色谱运行中要分析的其他化合物以及背景噪音，背景噪音在激发波长为 250 nm、315 nm 或 350 nm 时可能各不相同。从图上看到最大的发射波长是 440 nm。

详细情况见“第 84 页的图 34”：

图中显示了奎尼定（1 µg/ml）的所有激发和发射光谱。荧光强度对应于激发及发射波长。

检测器设置：步长 5 nm，PMT 12，响应时间 4 s

4 使用荧光检测器 方法开发

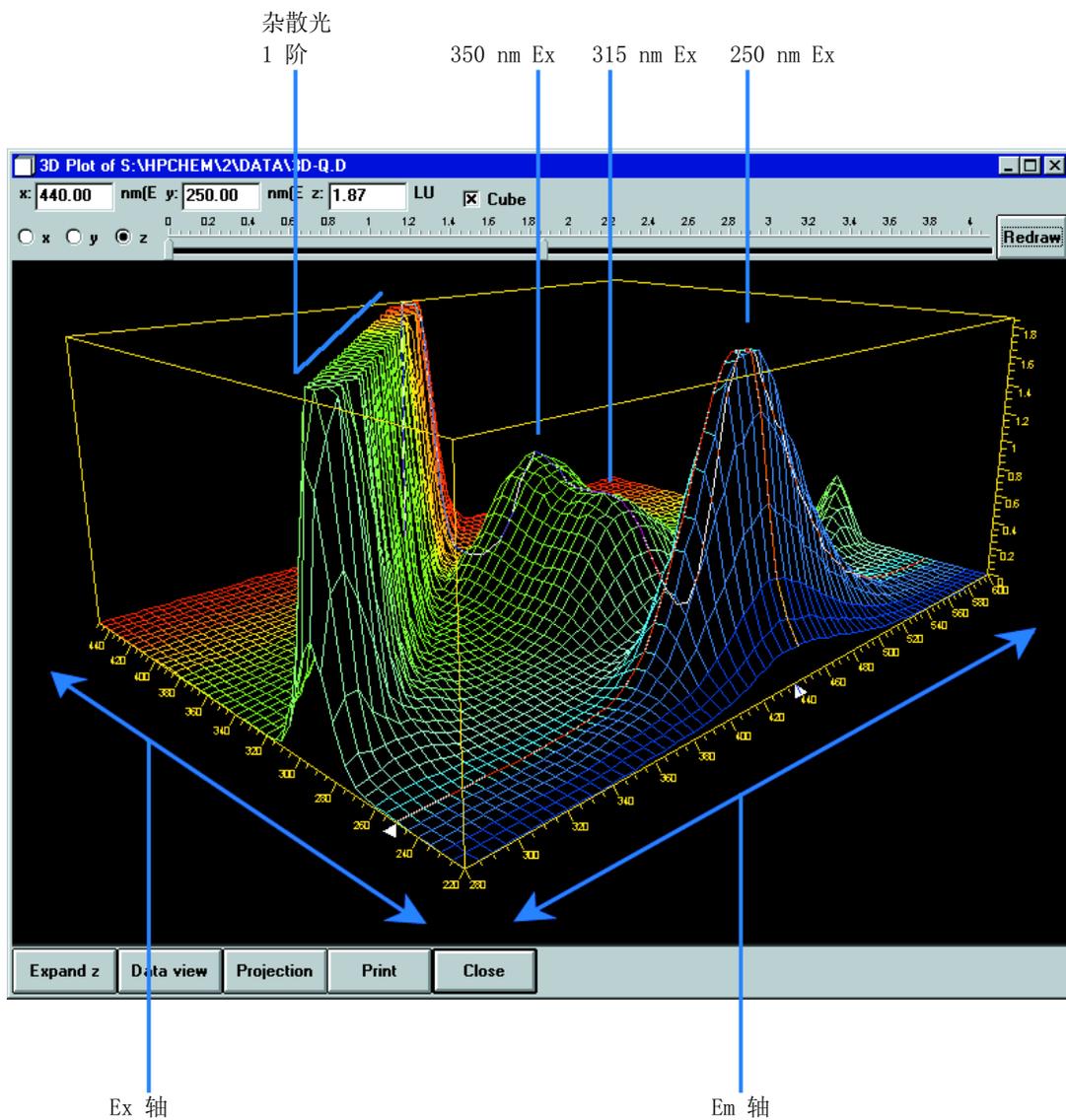


图 34 通过荧光扫描得到的纯化合物表征图

方法 II - 用 FLD 进行两次 LC 运行

有机化合物的分离条件，如多环芳烃（PNA），在许多标准方法中都有说明，包括常用的 EPA 方法和 DIN 方法。要达到最好的检测水平要求对所有化合物检测其最佳的激发和发射波长。如果单独地进行荧光扫描是很费时间的。较好的方法是在运行过程中对所有化合物在线采集光谱。这样可以加快开发方法的步骤。进行两次运行即可完成优化。

进行**第一次运行时**，在低紫外区选择一个激发波长，在发射波长的光谱范围内选择一个发射波长。大多数荧光团在这些波长下都有表现出强烈的吸收，而且量子产量很高。激发能量足以收集发射光谱。

“第 87 页的表”包括了对 15 个 PNA 混合物进行的一次运行所得到的所有发射光谱。这一组光谱用于建立一个优化所有化合物发射波长的时间表。

等度荧光图中每个化合物的光谱显示，至少要有三个发射波长才能正确检测全部 15 个 PNA：

表 10 PNA 分析时间表

0 分钟：	350 nm	用于从萘到菲
8.2 分钟：	420 nm	用于蒽到苯并（g, h, i）蒾
19.0 分钟：	500 nm	用于茚并（1, 2, 3-c, d）蒾

在第二次运行中，往时间程序中输入发射波长的三个设定值并记录下激发光谱，如“第 88 页的图 36”所示。当发射光谱和激发波长重叠时，杂散光将产生高强度（红光）区域。这一现象可以通过自动适应波长范围来避免。260 nm 的激发波长适合于所有 PNA。

4 使用荧光检测器 方法开发

表 11 基于下列图表的 PNA 分析优化条件

色谱柱	Vydac, 2.1 x 200 mm, PNA, 5 μ m
流动相	A = 水; B = 乙腈 (50:50)
梯度	3 分钟, 60% 14 分钟, 90% 22 分钟, 100%
流速	0.4 ml/min
色谱柱温度	18 ° C
进样量	5 μ l
FLD 设定	PMT 12, 响应时间 4 s, 步长 5 nm

显示了有固定激发波长 (260 nm) 的 15 PNA (5 µg/ml) 发射光谱的等荧光图。

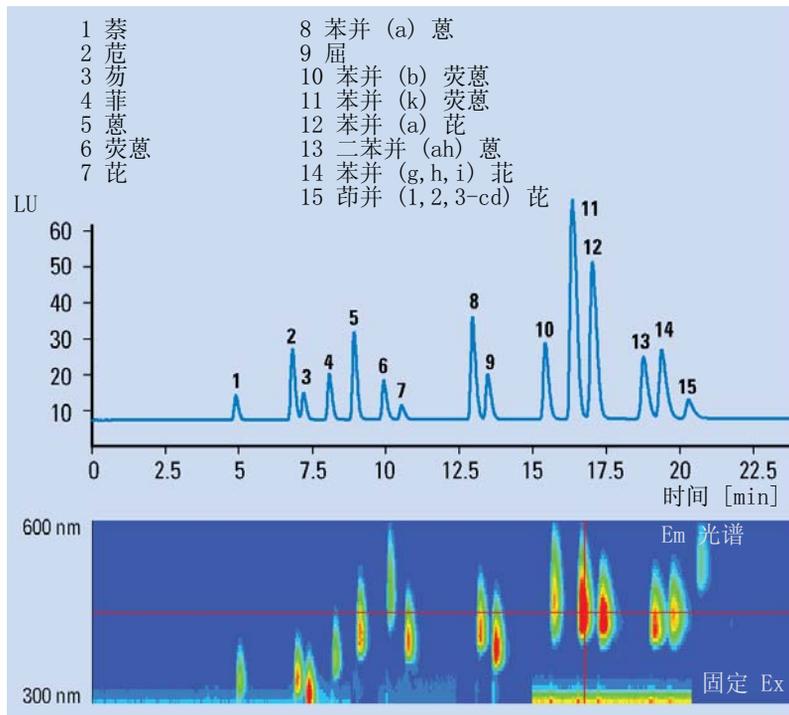


图 35 对发射波长时间程序的优化

4 使用荧光检测器 方法开发

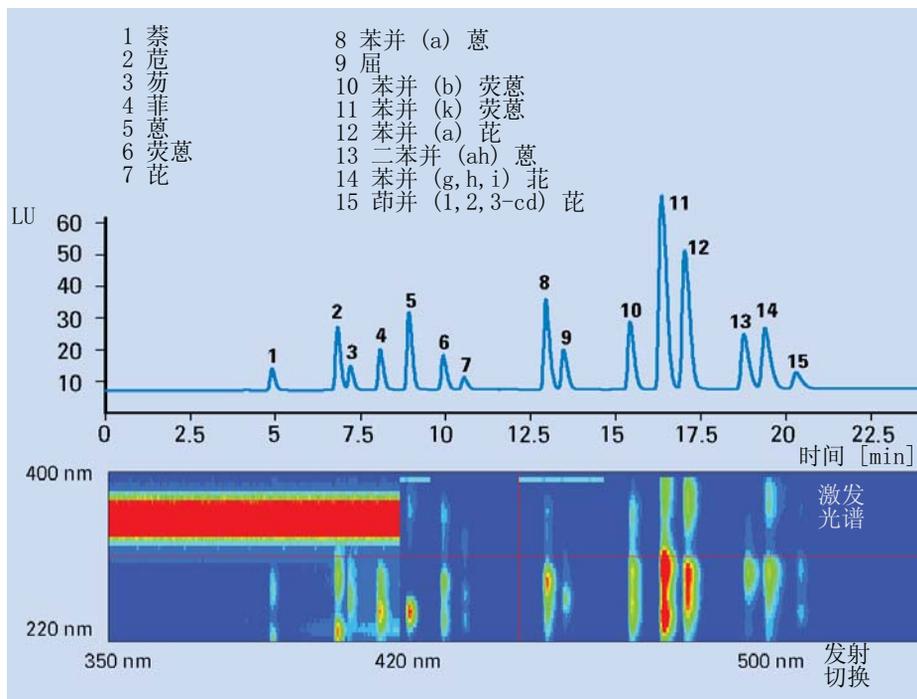


图 36 对激发波长时间程序的优化

把所得到的数据合并在一起建立激发波长时间表，以便获得最佳的检测限值和选择性。在此例中，优化的切换事件列于“第 88 页的表 12”中。

表 12 分析 15 个多环芳烃的时间表

时间 [min]	激发波长 [nm]	发射波长 [nm]
0	260	350
8.2	260	420
19.0	260	500

该时间表在这两次色谱分析的基础上给出的就是最佳检测条件。

方法 III - 联合使用 DAD/FLD 进行一次运行

对多数有机化合物来说，使用二极管阵列检测器得到的紫外光谱和其荧光激发光谱几乎完全一样。检测器的特殊性能，如光谱的分辨率或光源会导致光谱的差别。

实际上使用二极管阵列检测器和荧光检测器进行串联检测，就可以在在一次运行中优化一系列化合物的激发和发射波长。从二极管阵列检测器可以得到紫外 / 可见光 / 激发光谱，荧光检测器可以在固定的低紫外区激发波长下采集发射光谱。

以氨基甲酸酯质量控制为例。分析样品中的 2,3-二氨基吩嗪 (DAP) 和 2-氨基-3-羟基吩嗪 (AHP) 杂质。DAP 和 AHP 的参比样品用二极管阵列检测和荧光检测进行分析。“第 89 页的表”是在两个检测器上得到的 DAP 光谱。DAP 的激发光谱与二极管阵列检测器上得到的紫外吸收光谱极为近似。“第 90 页的表”是这一方法用于分析氨基甲酸酯样品的成功用例，并显示 DAP 和 AHP 的纯混合物以供参比之用。为了能看到已知的 DAP 和 AHP 杂质，色谱柱被非荧光的氨基甲酸酯 (2-苯并咪唑氨基甲酸甲基酯 /MBC) 过载。

这是氨基甲酸酯的杂质。激发光谱是第二次测定的，说明 UV 光谱和荧光激发光谱很近似。使用 265 nm 的激发波长来取得发射光谱，使用 540 nm 的发射波长来取得激发光谱。

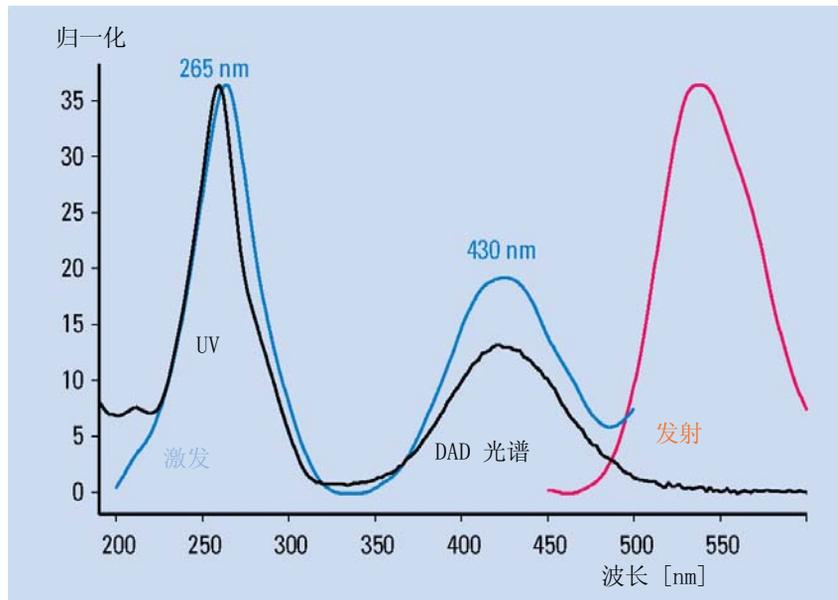


图 37 2,3-二氨基吩嗪 (DAP) 的紫外光谱和荧光光谱

4 使用荧光检测器 方法开发

上面的两个谱图是使用两种不同的激发波长获得的。
下面的是已知杂质的纯标准样品谱图。

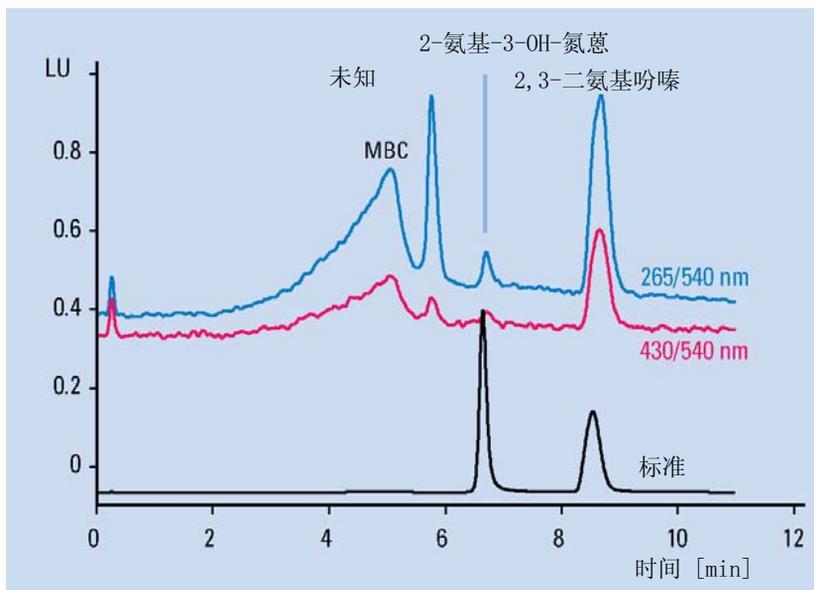


图 38 MBC (2-苯并咪唑氨基甲酸甲基酯) 及其杂质的定性分析

表 13 基于上述图表的 DAP 和 MBC 分析条件

色谱柱	Zorbax SB, 2 x 50 mm, PNA, 5 μm
流动相	A = 水; B = 乙腈
梯度	0 分钟, 5% 10 分钟, 15%
流速	0.4 ml/min
色谱柱温度	35 ° C
进样量	5 μl
FLD 设定	PMT 12, 响应时间 4 s, 步长 5 nm 激发波长 265 nm 和 430 nm 发射波长 540 nm

步骤 3: 建立常规分析方法

在常规分析中，样品基质对保留时间有很大的影响。为了得到可信的结果，样品准备要彻底去除干扰，或者 LC 方法必须可承受不利的样品。对难以处理的基质，使用同步多波长检测要比使用受时间表控制的波长切换更易于得到可靠的结果。而且 FLD 在记录用于定量分析的检测器信号时，还可以同时采集荧光光谱。所以在进行常规分析时可以得到定性分析的数据，用于峰的确认和纯度检测。

多波长检测

通常进行时间程序切换，是为了在常规定量分析时得到低的检测限值和高的选择性。如果洗脱出来的化合物比较靠近，而且需要改变激发或发射波长，则这样的切换比较困难。如果在化合物分离过程中切换波长，则会造成色谱峰会失真而不能进行定量分析。在分析复杂的基质时经常碰到这样的情况，影响化合物的保留时间。

在光谱模式下，FLD 可以同时采集四种不同的信号。他们都可以用来进行定量分析。除去复杂的基质外，在附加的波长下测定杂质是它的优点。此外可在任何时间通过优化波长设置来获得低检测限值或提高选择性也是其一大优点。这样每个信号点采集的数据点会降低，而测量的检测限值有所提高，与信号模式相比这要决定于检测器的设置。

例如，在分析 PNA 时，可以用同步多波长检测来代替波长切换。用四个不同的波长进行发射，可以监测所有 15 个 PNA（“第 92 页的表”）。

表 14 PNA 分析之同步多波长检测的条件（请参见下图）

色谱柱	Vydac, 2.1 x 250 mm, PNA, 5 μ m
流动相	A = 水; B = 乙腈 (50: 50)
梯度	3 min, 60 % 14.5 min, 90 % 22.5 min, 95 %
流速	0.4 mL/min
柱温度	22 ° C
进样量	2 μ L
FLD 设置	PMT 12, 响应时间 4 s

4 使用荧光检测器 方法开发

上面的谱图是用
通常的波长切换
得到的。

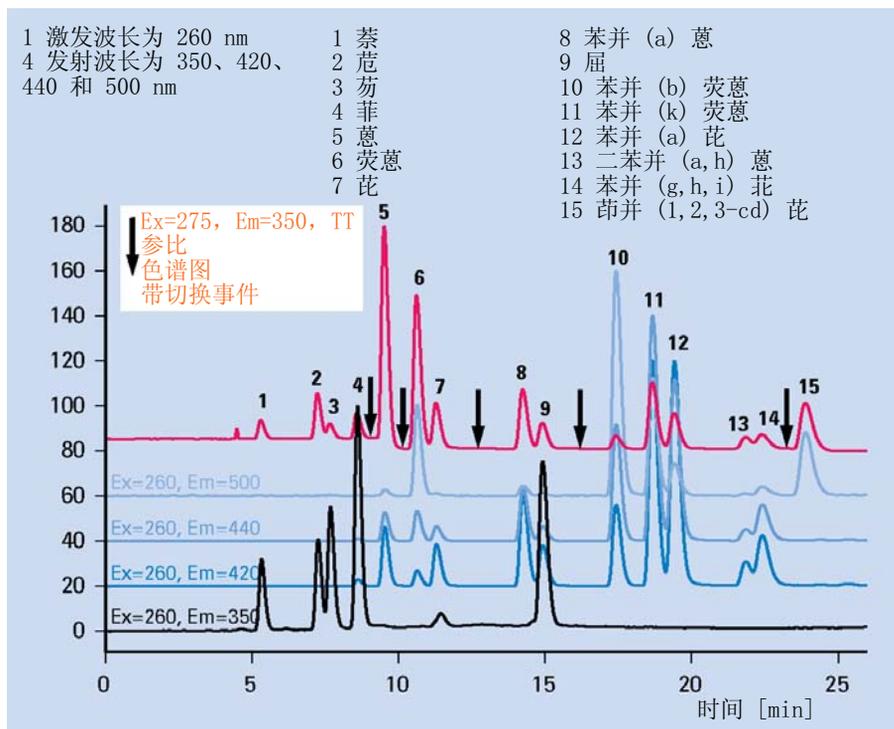


图 39 PNA 分析之同步多波长检测

过去只有二极管阵列检测器和质谱检测器可在线传递光谱信息，确认保留时间分配的峰。

现在，荧光检测器提供的附加工具可以自动地进行峰确认和纯度控制。无须在定量分析之后进行其他的试验。

在方法开发过程中，根据方法开发人员的不选择，从参比标准中收集荧光激发和发射光谱并输入谱库里。因而会自动将未知样品的所有光谱与谱库数据进行比较。“第 93 页的表 15”利用 PNA 分析图释了此原理。报告中列出每个峰的匹配因子，说明所测峰的光谱与参比光谱之间的相似性程度。匹配因子为 1,000 时表明光谱相同。

此外，可以通过比较单峰中得到的光谱来研究峰的纯度。当计算的峰在用户定义的纯度限值范围内时，纯度因子指所有落在纯度限值内的光谱纯度的平均值。

纯度的可靠性和匹配因子取决于所记录光谱的质量。由于一般情况下用荧光检测器得到的数据点不多，得到的匹配因子和纯度数据与二极管阵列检测器得到的数据相比，有很大的偏差，即使是测量相同的化合物也如此。

“第 93 页的表 15”显示的是基于 PNA 参比样品的发射光谱进行的自动谱库检索。

表 15 利用荧光光谱库进行峰确认

Meas. 保留时 间	谱库	CalTbl	信号	含量	纯度	#	匹配	谱库名称
[min]	[min]	[min]		[ng]	因子			
4.859	4.800	5.178	1	1.47986e-1	-	1	993	Naphthalene@em
6.764	7.000	7.162	1	2.16156e-1	-	1	998	Acenaphthene@em
7.137	7.100	7.544	1	1.14864e-1	-	1	995	Fluorene@em
8.005	8.000	8.453	1	2.56635e-1	-	1	969	Phenanthrene@em
8.841	8.800	9.328	1	1.76064e-1	-	1	993	Anthracene@em
9.838	10.000	10.353	1	2.15360e-1	-	1	997	Fluoranthene@em
10.439	10.400	10.988	1	8.00754e-2	-	1	1000	Pyrene@em
12.826	12.800	13.469	1	1.40764e-1	-	1	998	Benz(a)anthracene@em
13.340	13.300	14.022	1	1.14082e-1	-	1	999	Chrysene@em
15.274	15.200	16.052	1	6.90434e-1	-	1	999	Benzo(b)fluoranthene@em
16.187	16.200	17.052	1	5.61791e-1	-	1	998	Benzo(k)fluoranthene@em
16.865	16.900	17.804	1	5.58070e-1	-	1	999	Benz(a)pyrene@em
18.586	18.600	19.645	1	5.17430e-1	-	1	999	Dibenz(a,h)anthracene@em
19.200	19.100	20.329	1	6.03334e-1	-	1	995	Benzo(g,h,i)perylene@em
20.106	20.000	21.291	1	9.13648e-2	-	1	991	Indeno(1,2,3-c,d)pyrene@em

4 使用荧光检测器

示例：多种化合物的优化

示例：多种化合物的优化

示例：多种化合物的优化

以 PNA 为样本，本例使用以上述的扫描功能。

设置色谱条件

此例使用下列的色谱条件（检测器的设置请参见“第 95 页的图 40”）。

表 16 色谱条件

流动相	A = 水 = 50 % B = 乙腈 = 50 %
色谱柱	Vydac-C18-PNA, 内径 250 mm x 2.1 mm, 带 5 μm 的颗粒
样品	PAH 0.5 ng
流速	0.4 ml/min
压缩因子 A (水)	46
压缩因子 B (乙腈)	115
冲程 A 和 B	自动
时间表	0 min 时 % B=50 3 min 时 % B=60 14.5 min 时 % B=90 22.5 min 时 % B=95
停止时间	26 min
后续时间	8 min
进样量	1 μl
柱温箱温度 (1200)	30 ° C
FLD PMT 增益	PMT = 15
FLD 响应时间	4 s

选择 UV 低波段 (230...260 nm) 中的激发波长。这样几乎会覆盖样品中的所有荧光。

不要选择附加发射波长 (B、C、D)。这样会增加扫描时间并会降低性能。

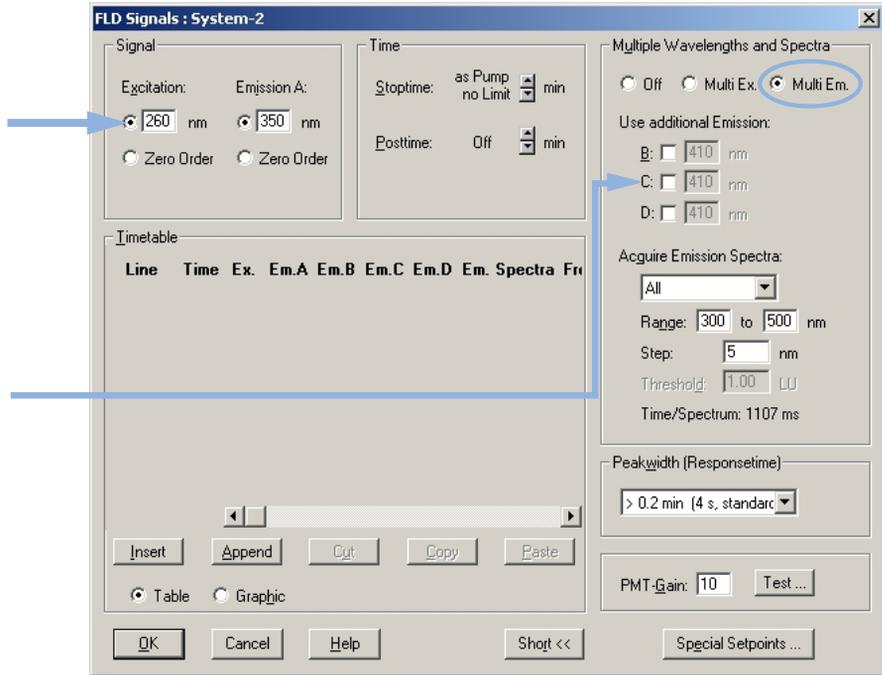


图 40 发射扫描的检测器设置

- 1 等待基线稳定。完成分析。

4 使用荧光检测器

示例：多种化合物的优化

2 调用信号。（在此例中，显示的时间范围为 13 min）。

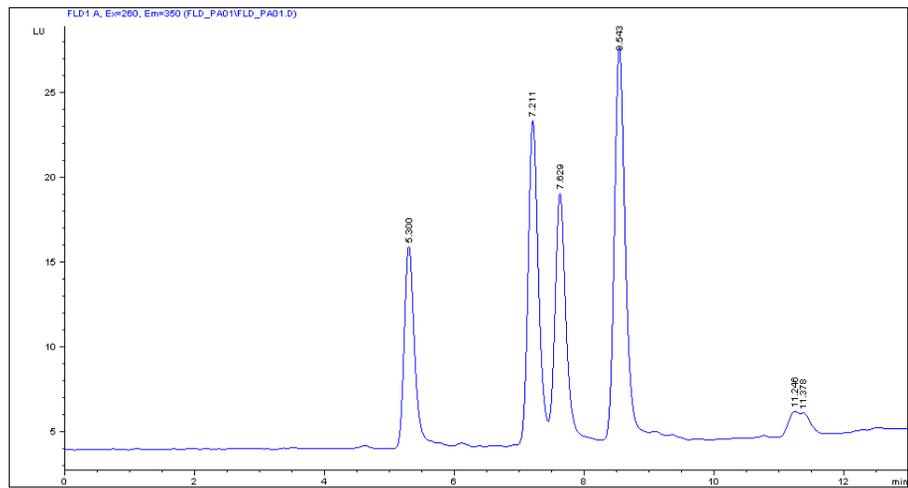


图 41 发射扫描的色谱图

3 使用等吸收图并估计最佳发射波长，如下表所示。

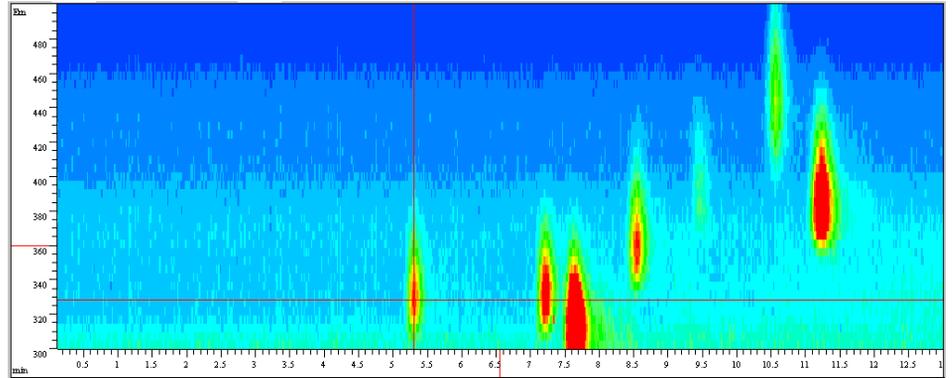


图 42 发射扫描的等吸收图

表 17

峰号 #	时间	发射波长
1	5.3 min	330 nm
2	7.2 min	330 nm
3	7.6 min	310 nm
4	8.6 min	360 nm
5	10.6 min	445 nm
6	11.23 min	385 nm

4 使用荧光检测器

示例：多种化合物的优化

- 4 使用前页的设置和时间表进行第二次实验，用以估计最佳的激发波长。请参见“第 98 页的图 43”。

不要选择附加激发波长（B、C、D）。这样会增加扫描时间并会降低性能。

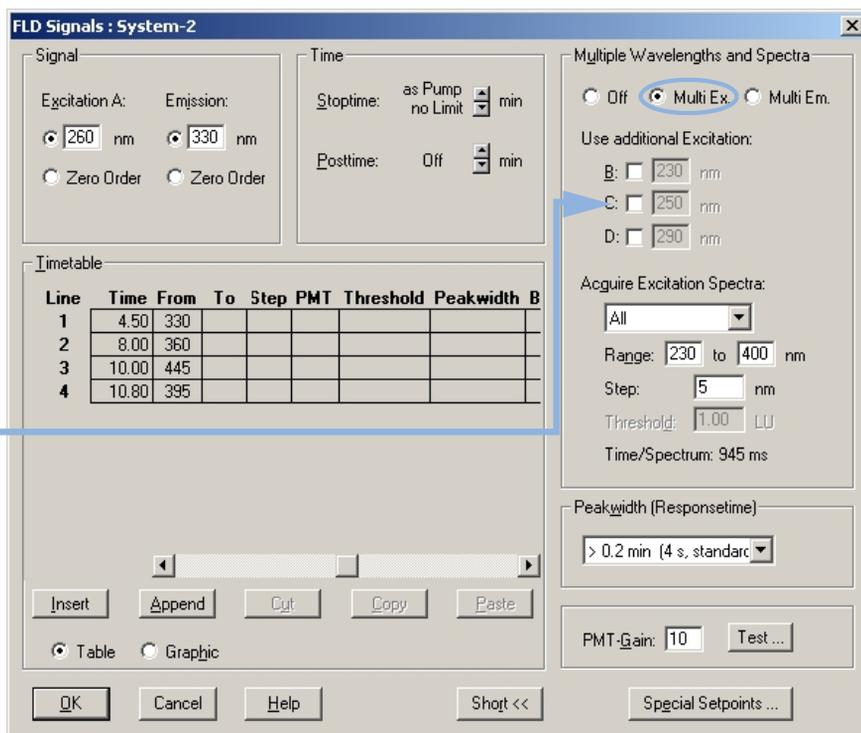


图 43 激发扫描的检测器设置

- 5 等待基线稳定。开始运行。

6 载入信号。

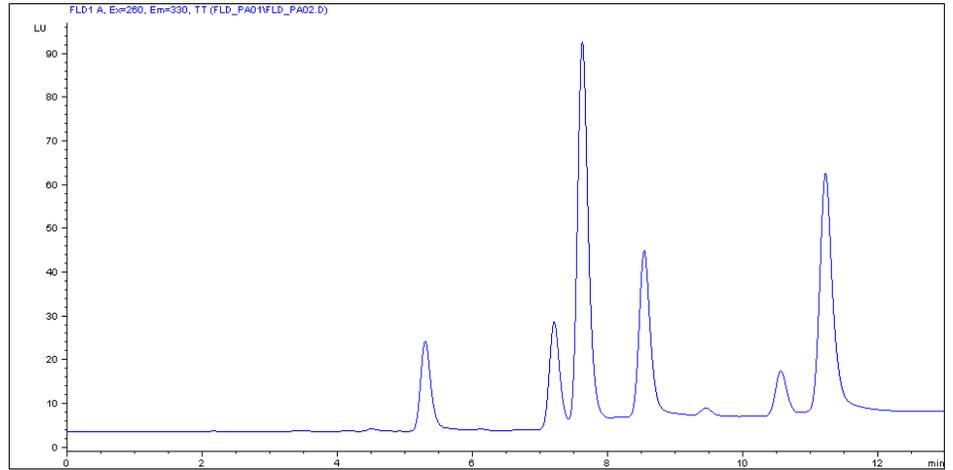


图 44 色谱图 - 参比波长 260/330 nm 下的激发扫描

7 使用等吸收图并估计最佳激发波长（在此例中，时间范围为 13 分钟）。

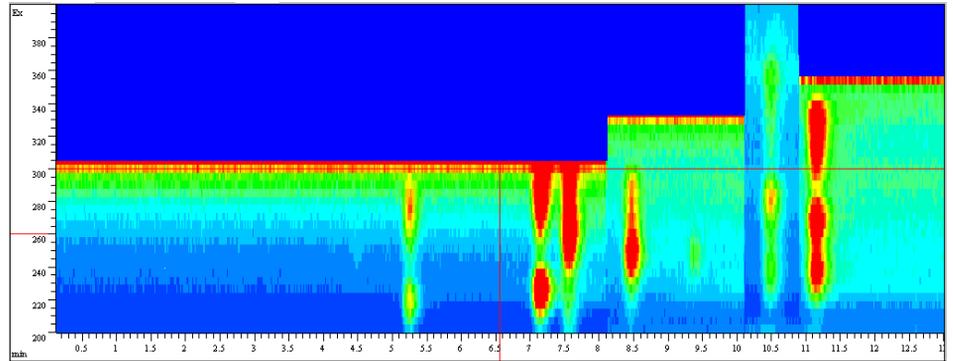


图 45 等吸收图 - 激发

下表列出了有关发射（请参见“第 97 页的图 42”）和激发波长最大值的全部信息。

4 使用荧光检测器

示例：多种化合物的优化

表 18

峰号 #	时间	发射波长	激发波长
1	5.3 min	330 nm	220 / 280 nm
2	7.3 min	330 nm	225 / 285 nm
3	7.7 min	310 nm	265 nm
4	8.5 min	360 nm	245 nm
5	10.7 min	445 nm	280 nm
6	11.3 min	385 nm	270 / 330 nm

评估系统背景

在此例中用水做样品。

- 1 把溶剂泵入系统中。
- 2 按需要在 FLD 的特殊设定值设定荧光扫描范围。

注意

扩大设定范围就会延长扫描时间。默认扫描时间约为 2 分钟。

- 3 设置 PMT 增益为 16。

波长范围和步骤数量决定了持续时间。使用最大的范围，扫描大约需要 10 分钟。

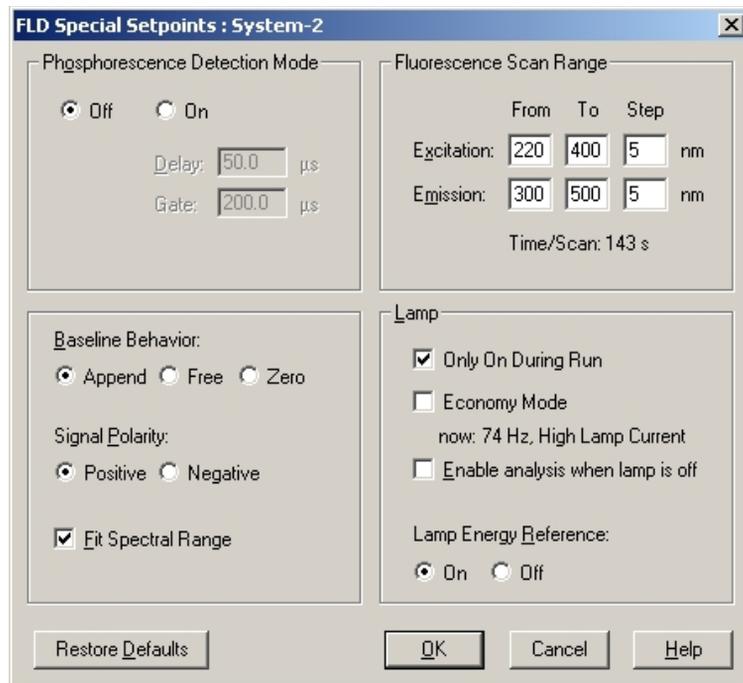


图 46 FLD 特殊设置

4 使用荧光检测器

示例：多种化合物的优化

- 4 定义数据文件名称并进行荧光扫描。在扫描完成之后会出现等吸收扫描结果，请参见“第 102 页的图 47”。

注意

低背景值有利于改善信噪比，另请参见“第 127 页的减少杂散光”。

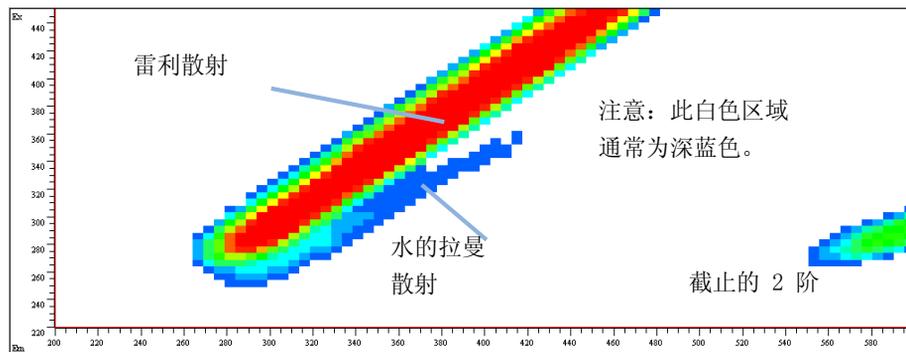


图 47 水的荧光扫描

如何使用“峰中的全部光谱”和“仅顶点光谱”模式收集光谱

本节介绍如何在 Agilent ChemStation 与荧光检测器 (G1321A/B) 的当前实施中克服故障。在这些模式下，光谱间歇性地未收集到数据文件中。

FLD 中峰触发的光谱采集受 2 个参数控制 - THRS (阈值) 和 PDPW (峰检测器峰宽)。此外，参数 PKWD (检测器峰宽) 仅影响色谱图的过滤。

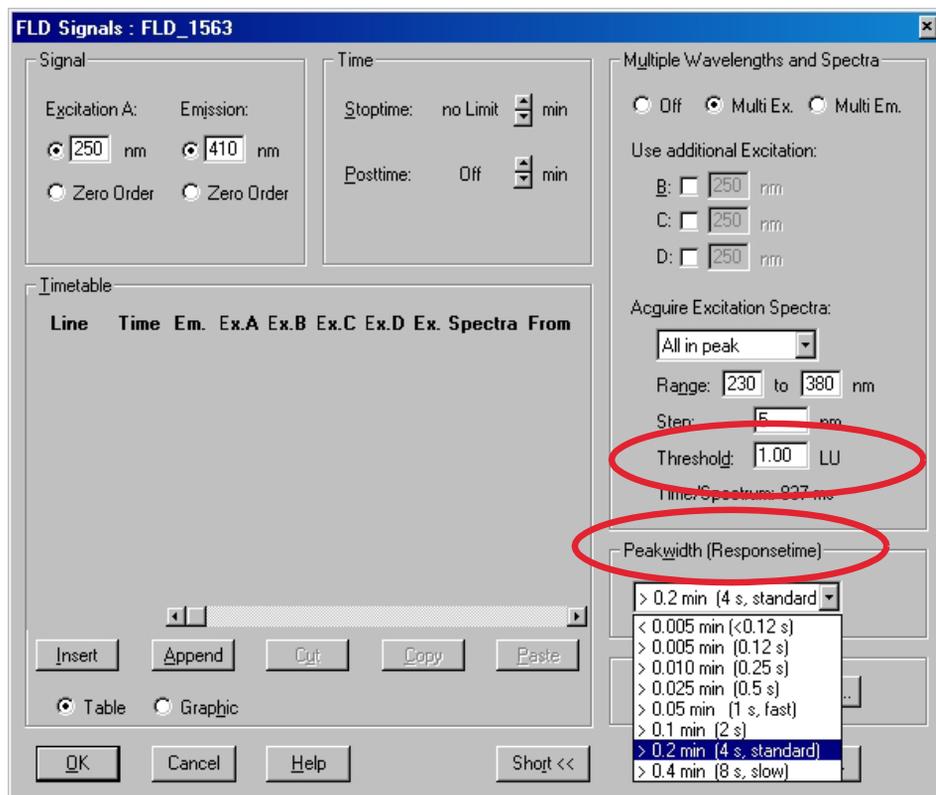
1 根据当前色谱图设置参数 THRS、PDPW 和 PKWD。

当 PDPW 比 PKWD 低 2 步时，可获得收集峰触发的光谱的最佳结果，请参见“第 126 页的峰宽设置”。

4 使用荧光检测器

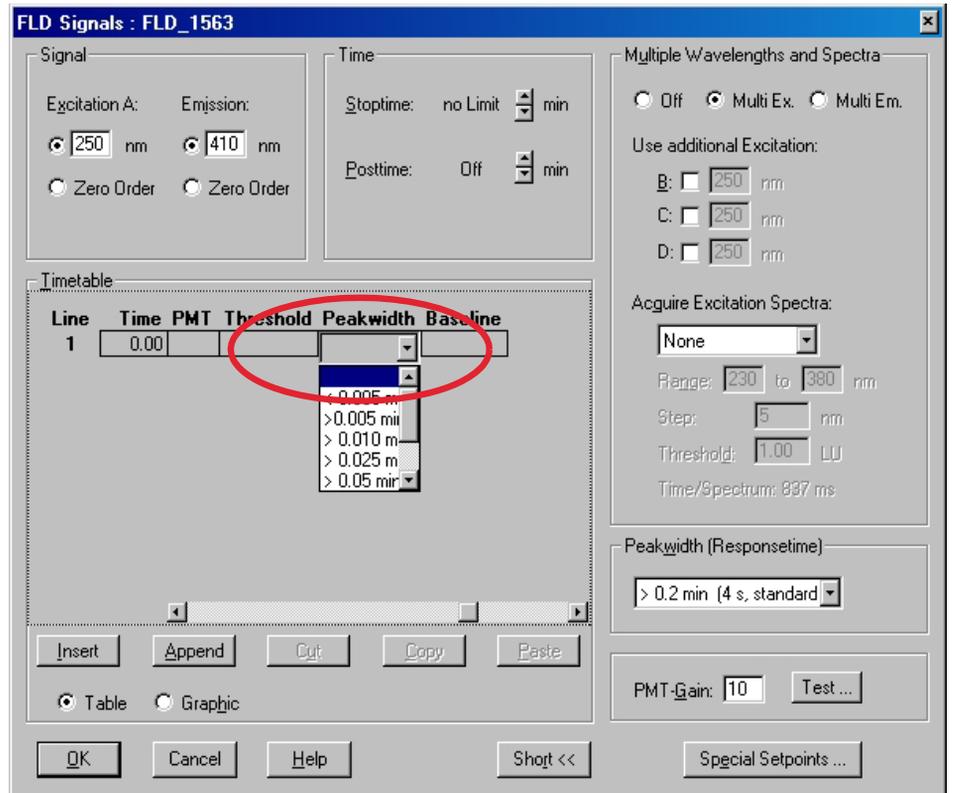
如何使用“峰中的全部光谱”和“仅顶点光谱”模式收集光谱

- 在 FLD 的设置屏幕中，有 2 个字段用于输入 PKWD “Peakwidth (Responsetime) (峰宽 (响应时间))” 和 THRS “Threshold (阈值)” (选择 “Multi-EX (多个 EX)” 或 “Multi-EM (多个 EM)” 时可见)。缺省值为: PKWD = 6 (0.2 min); THRS = 5.000 LU。



如何使用“峰中的全部光谱”和“仅顶点光谱”模式收集光谱

所选值在运行过程中是固定的。只能使用时间表中的“Peakwidth（峰宽）”字段（选择“Multi-EX（多个 EX）”或“Multi-EM（多个 EM）”时可见）更改 PDPW。



注意

更改 PKWD 时，还应更改 PDPW。在时间表的 0.0 min 处输入 PDPW = PKWD - 2（例如 PKWD = 0.2 min，PDPW = 0.05 min）。如果色谱图较长且峰会在以后变宽，则您可以在“Timetable（时间表）”中通过另一次输入，将 PDPW 值增大 1 步。

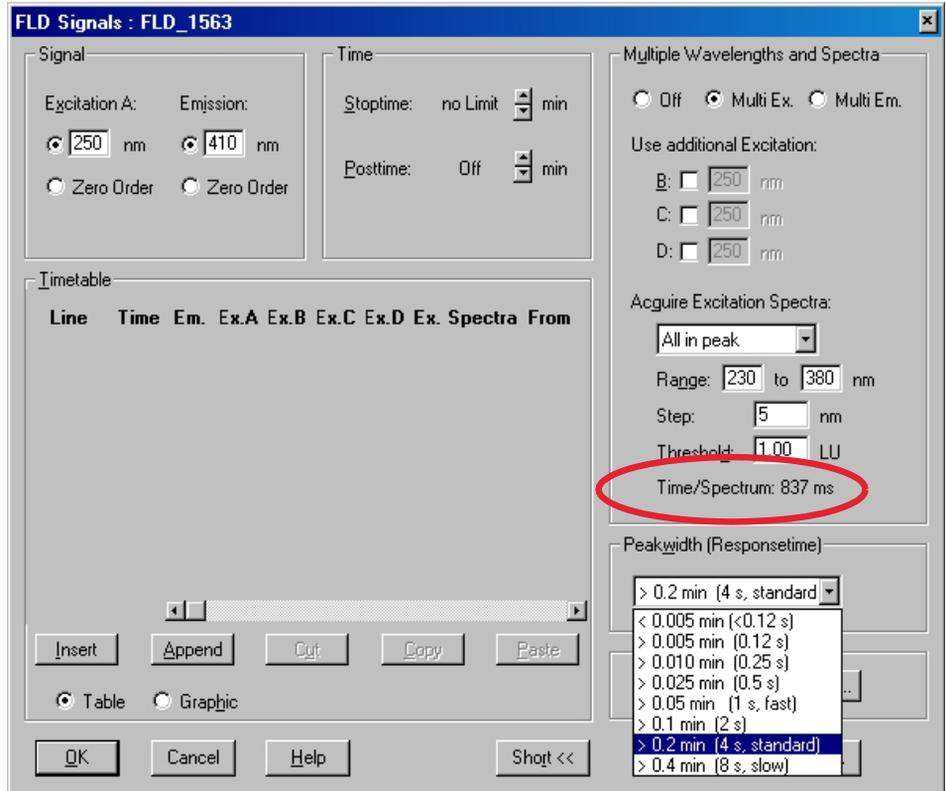
THRS 和 PDPW 影响峰触发的光谱采集。可以在 FLD 的设置屏幕中更改 THRS；只能使用“Timetable（时间表）”中的“Peakwidth（峰宽）”字段更改 PDPW。

4 使用荧光检测器

如何使用“峰中的全部光谱”和“仅顶点光谱”模式收集光谱

注释：

- 当峰减少为 8 - 16 个数据点时，峰检测算法的效果最好。FLD 使用内部数据采集速率 74.08 Hz (= 13.50 ms)（仅 1 个信号）收集数据点。数据减少仅受 PDPW 参数影响。如果 PDPW 太低，则峰检测器不查找峰，而是在峰开始/结束时采用上升/下降基线。如果 PDPW 太大，则峰检测器假设峰是噪音。
- 峰检测器在线处理当前色谱图。这意味着识别峰的开始/顶点/结束时会有延迟。此外，光谱的点按顺序采集。这意味着宽范围光谱采集的持续时间比窄范围光谱采集要长得多。当您具有快速色谱时，几乎无法收集“清晰的”顶点光谱：光谱的第一个/最后一个点在探测器流通池中具有最高浓度之前/之后采集。
- 单个光谱采集的持续时间长度显示在 FLD 的设置屏幕上。



溶剂信息

使用溶剂时，请遵循以下建议。

- 遵循阻止藻类生长的建议，具体参见泵手册。
- 小颗粒可能会永久堵塞毛细管和阀。因此，始终通过 0.4 μm 过滤器过滤溶剂。
- 避免或尽量减少可腐蚀流路部件的溶剂。考虑模块的不同材料所能耐受的不同 pH 范围，如流通池和阀的材料。具体会在后续章节里面建议。

材料信息

管线流路中的材料都是根据 Agilent 数十年来开发用于 HPLC 分析的最高质量仪器的经验而细心挑选的。这些材料在典型的 HPLC 条件下显示了极高的耐用性。对于其他特殊条件，请参见“材料信息”部分或联系 Agilent。

免责声明

随后的数据是从外部资源中收集的，仅供参考。对于此类信息，安捷伦不保证其正确性和完整性。数据是基于兼容库的，它们并非适用于在 UHPLC 系统、溶剂、溶剂混合物和样本的高度可变条件下估计长期寿命的特定数据。由于杂质（如金属离子、配位剂、氧气等）的催化效应，我们也无法概括信息。除纯化学腐蚀外，还需要考虑到像电化腐蚀、静电电荷（尤其是对于非导电有机溶液）、聚合物部分膨胀这样的其他效应。大多数数据适用于室温（通常为 20 - 25 °C, 68 - 77 °F）。如果出现腐蚀，通常在更高的温度下腐蚀会加快。如果有疑问，请参考与材料化学兼容性相关的技术文献。

PEEK

PEEK（聚醚醚酮）综合了与生物相容性、抗化学腐蚀、机械和热稳定性相关的极佳属性。因此，PEEK 是适用于 UHPLC 和生化仪器的材料的最佳选择。

其在 pH 值范围内非常稳定，对许多一般溶剂具有惰性。

还与许多已知化学物质不相容，如氯仿、二氯甲烷、THF、DMSO、强酸（硝酸 > 10 %、硫酸 > 10 %、磺酸、三氯乙酸）、卤素或卤水溶液、苯酚和衍生物（甲酚、水杨酸等）。

聚酰亚胺

安捷伦在阀中的转子密封垫和自动进样器中的针底座上使用了半晶状的聚酰亚胺。DuPont 是一家聚酰亚胺供应商，其聚酰亚胺产品的商标为 Vespel，安捷伦也使用他们的产品。

聚酰亚胺在 pH 值为 1 至 10 的环境及大多数有机溶剂中稳定。它与浓无机酸（如硫酸）、冰醋酸、DMSO 和 THF 不相容。它在像氨（如基本状态下的铵盐）这样的亲核物质或醋酸铵中性能会下降。

聚乙烯（PE）

安捷伦将 UHMW（超高分子量聚乙烯）-PE/PTFE 混合物用于黄色活塞和冲洗密封垫（用于 1290 Infinity 泵和 1260 Infinity 泵中的正相应用）。

对于大多数普通无机溶剂（包括 pH 范围在 1 到 12.5 之间的酸和酸碱），聚乙烯有着良好的稳定性。它与许多在色谱系统中使用的有机溶剂（如甲醇、乙腈和异丙醇）相容。它与脂肪类、芳香类和卤化碳氢类、THF、苯酚及其衍生物、浓酸和浓酸碱有着有限的稳定性。对于正相应用，最大压力应限制为 200 bar。

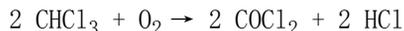
钽（Ta）

钽对于大多数的普通 HPLC 溶剂和几乎所有酸（除氟酸和带有自由三氧化硫的酸）呈惰性。它会被强碱腐蚀（如浓度大于 10 % 的氢氧化物溶液、二乙胺）。不建议将钽与氟酸和氟化物一起使用。

不锈钢 (ST)

不锈钢对多数常见溶剂呈惰性。它在 pH 值范围为 1 到 12.5 的酸和碱中呈稳定状态。它可以被 pH 小于 2.3 的酸腐蚀。它也可以被以下溶剂腐蚀：

- 碱金属卤化物及其酸溶液（如碘化锂、氯化钾等）及卤素的水溶液。
- 高浓度无机酸，如硝酸、硫酸和有机溶剂，尤其是在高温下（如果色谱方法中确实需要，则使用对不锈钢腐蚀性弱的磷酸和磷酸盐缓冲液代替）。
- 能形成自由基和 / 或酸的含卤溶剂或混合物，如：



在这个反应中，不锈钢可能作为催化剂；一旦在干燥中除去了稳定剂醇，则遇到干燥氯仿后，上述反应将很快发生。

- 可能含有过氧化物的色谱纯醚（如 THF、二氧六环、二异丙基醚）。这些在使用前必须用干燥氧化铝过滤除去过氧化物。
- 有机溶剂中的有机酸溶液（乙酸、甲酸等）。例如，甲醇中的 1 % 乙酸溶液可腐蚀钢铁。
- 含强配位剂的溶液（如 EDTA、乙二胺四乙酸）。
- 四氯化碳与 2- 丙醇或 THF 的混合物。

类金刚石 (DLC)

类金刚石在几乎所有的普通酸、碱和溶剂中呈惰性。对于 HPLC 应用，无已知的不相容性。

熔融石英和石英 (SiO₂)

熔融石英用于 1290 Infinity 的流通池和毛细管。石英用于传统的流通池窗口。它对于所有普通溶剂和酸（除氢氟酸和含氟化物的酸性溶剂）呈惰性。它会被强碱腐蚀，室温下不能用于 pH 值高于 12 的碱中。流通池窗口的腐蚀会对测量结果产生负面影响。对于 pH 值大于 12 的溶剂，建议使用带有蓝宝石窗口的流通池。

金

金对于所有 HPLC 溶剂、特定 pH 范围内的酸、碱均呈惰性。它会被强配位氰化物和像王水这样的浓酸腐蚀。

4 使用荧光检测器 溶剂信息

氧化锆 (ZrO_2)

氧化锆对几乎所有的普通酸、碱和溶剂呈惰性。对于 HPLC 应用，无已知的不相容性。

铂 / 铱

铂 / 铱对几乎所有的普通酸、碱和溶剂呈惰性。对于 HPLC 应用，无已知的不相容性。

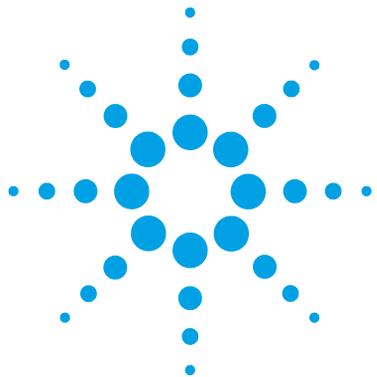
氟化高聚物 (PTFE、PFA、FEP、FFKM)

氟化高聚物（如 PTFE（聚四氟乙烯）、PFA（四氟乙烯）和 FEP（氟化乙烯丙烯））对几乎所有的普通酸、碱和溶剂呈惰性。FFKM 是全氟化橡胶，耐受大多数化学品。作为一种弹性体，它在某些有机溶剂（如卤代烃）中可能会膨胀。

用于所有 Agilent 脱气机（除 G1322A）的 TFE/PDD 共聚物管不与氟化溶剂（如氟利昂、全氟三丁胺或聚酰亚胺）相容。它们在六氟异丙醇（HFIP）中寿命有限。要确保在 HFIP 中拥有尽可能长的寿命，最好为此溶剂提供一个独立腔，不要在该腔中使用其他溶剂，也不要烘干该腔。若要优化压力传感器的寿命，切勿在装置关闭后将 HFIP 留在腔内。

蓝宝石、红宝石和基于 Al_2O_3 的陶瓷

蓝宝石、红宝石和基于氧化铝 (Al_2O_3) 的陶瓷对几乎所有的普通酸、碱和溶剂呈惰性。对于 HPLC 应用，无已知的不相容性。



5 优化检测器

性能优化概述	112
设计特点有助于优化	114
启动仪器之前检查仪器性能	114
确定最佳波长	115
实例	116
寻找最佳信号放大值	117
FLD 缩放比例范围和操作条件	118
更改氙灯的频率	123
节约灯的寿命	124
选择最佳响应时间	125
减少杂散光	127

本章将提供有关如何优化检测器的相关信息。



性能优化概述

注意

本章中介绍的某些功能（例如光谱采集、多波长检测）在 G1321C 1260 Infinity 荧光检测器上不可用。

注意

PMT 增益测试

PMT 增益测试在经典 Agilent ChemStation 的 FLD 设置中提供。该测试在 Agilent OpenLAB CDS 和 G4208A 手持控制器中不可用。

PMT 增益测试已集成到 Agilent Lab Advisor B.02.04 [093] 中。可以在“仪器控制” > “特殊命令”下找到 PMT 增益测试。

1 设置正确的 PMT 值

在大多数的应用中适当的设置值是 10（请参见“第 117 页的[寻找最佳信号放大值](#)”）。FLD A/D 转换器具有较大的线性范围，所以 PMT 切换对大多数应用是不必要的。例如高浓度样品峰被切掉时，可以减小 PMT 的设置。切记使用低的 PMT 设置会降低信噪比。

内置的 PMT 增益测试使用检测器中的参数。在进行 PMT 增益测试时，波长设置和灯能量模式（取决于多波长 - 模式和灯 - 节能模式）会影响 PMT 增益的计算。

注意

如果更改了一个或多个参数，必须按“OK（确定）”把新的设置值写入 FLD 中。之后重新进入“FLD-Signals（FLD-信号）”进行 PMT 增益测试。

2 使用适当的响应时间

在大多数的应用中适当的设置值是 4 秒（请参见“第 125 页的[选择最佳响应时间](#)”）。只有在高速分析时（使用高流速下的短柱），才建议使用小的设置值。要记住即使响应时间过高，快速峰会低一些、宽一些，但是保留时间和峰面积仍然是正确的、有重复性的。

3 确定最佳波长

大多数有荧光的分子在 230 nm 处有吸收（请参见“第 115 页的[确定最佳波长](#)”）。所以把激发波长设为 230 nm 并做在线扫描发射光谱（多发射模式）。然后设置测定时的发射波长，再进行多激发扫描（多激发模式），以便确定最佳的激发波长。

4 评估荧光光谱

对于使用二极管阵列的紫外检测器，紫外光谱的评估是通过取用峰顶的光谱并选择基线处的参比光谱进行。与此相反，正确的荧光光谱是通过选择峰顶光谱并在拐点处找一个参比光谱来得到的。由于基线处的光谱非常嘈杂（无光线！），所以在基线选择的参比光谱无效。

5 仅在进行分析时开灯

除非需要最大的灵敏度，否则请仅在进行分析时把灯打开，这样一来可以大大延长灯的寿命。与其他 LC 检测器不一样，该荧光检测器在灯打开几秒钟之后即可达到平衡。

注意

为了得到最高的重复性和线性，请将灯的设置更改为始终打开（缺省状态下只有在进行分析时为打开）。

建议开始使用仪器前先加温 1 小时。

6 不要让检测器流通池超压

在增加另外的设备，如检测器或馏分收集器时，不要让流通池的压力降超过 20 bar。最好把紫外检测器放在该荧光检测器之前。

注意

当直接把荧光激发光谱和 DAD 光谱或文献上的吸收光谱进行比较时，您要考虑到所用的光学带宽（FLD = 20 nm）有很大的不同，根据评估中的化合物吸收光谱，带宽不同会导致系统波长最大值的偏移。

设计特点有助于优化

该模块有几个可用于优化检测的特点：

PMTGAIN	放大因子
LAMP	闪光频率
RESPONSETIME	数据降低间隔

启动仪器之前检查仪器性能

在启动仪器之前要按照 Agilent Technologies 发布的性能指标对仪器进行性能检查。

正相的 LC 级溶剂可以得到好的结果，但是我们的经验说明使用 LC 级溶剂，则基线的噪音要大于使用荧光级溶剂的噪音。

在检查灵敏度之前，溶剂传输系统至少要冲洗 15 分钟。如果您的泵是多通道的，不用的通道也要冲洗。

确定最佳波长

荧光检测中需要进行优化的最重要参数是激发和发射波长。人们通常认为可从分光荧光计上测得的激发光谱中找到最佳激发波长。还有人认为从一台特定型号仪器上测得的最佳激发波长，也可以用于其他的仪器。

这两种想法都是错误的。

最佳激发波长取决于化合物的吸收，也决定于仪器的特性，如灯的类型和光栅。因为大部分有机分子在紫外区的吸收最好，该模块的设计使之在 210 nm 到 360 nm 之间的光谱区具有最佳的信噪比。为了得到最高的灵敏度，样品分子的吸收波长要和仪器的波长范围相匹配。换句话说，激发波长要放在紫外区。您的模块具有较宽的激发波长范围，但是要获得较高的灵敏度就要选择紫外区波段（250 nm 附近）。

设计使用了低紫外区有较低效率的氙灯和光栅。闪光灯使该模块的最佳波长落到低波段，最长为 250 nm。激发光栅在 300 nm 处激发效率最高。

实例

尽管在文献中引用的激发波长为 340 nm，但是邻苯二甲醛（丙氨酸的衍生物，请参见“第 116 页的图 48”）的模块扫描在 220 nm 与 240 nm 之间显示最大值。

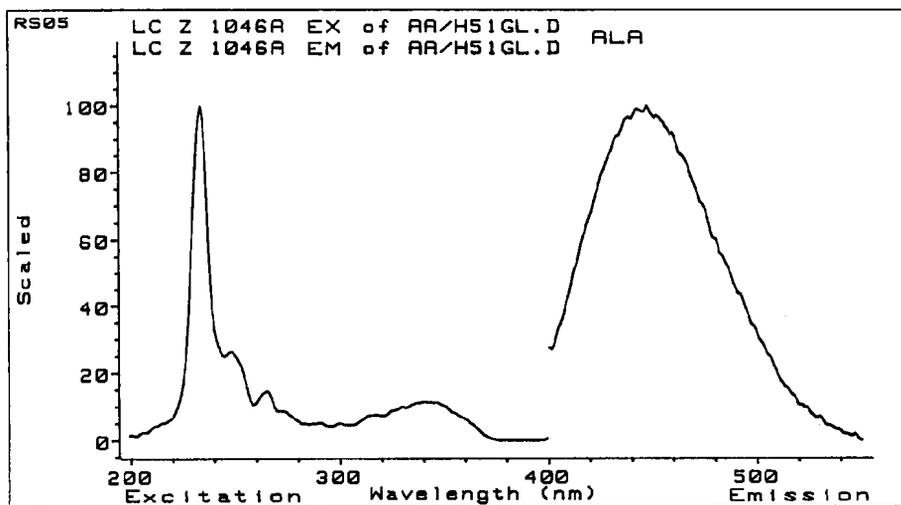


图 48 扫描丙氨酸的邻苯二甲醛衍生物

当用扫描的方法寻找最佳波长时，要在全部波长范围进行扫描。如同此例所示，找到的波长最大值可能出现在完全不同的波长范围内。

注意

当直接把荧光激发光谱和 DAD 光谱或文献上的吸收光谱进行比较时，您要考虑到所用的光学带宽 (FLD=20 nm) 有很大的不同，根据评估中的化合物吸收光谱，带宽不同会导致系统波长最大值的偏移。

寻找最佳信号放大值

增加 PMTGAIN 会提高信噪比。某一因子下信号的增加会大于噪音的增加。

增益之间的步长相当于一个等于 2 的因子（和 HP 1046A FLD 的值一样）。

在“第 117 页的图 49”中，PMTGAIN 逐渐从 4 增加到 11（色谱峰是用 Agilent Technologies 等度样品稀释 1000 倍得到的结果）。随着 PMTGAIN 的增加，信噪比上升到 10。超过 10 之后，噪声随着信号的增加同比例增加，但信噪比保持不变。

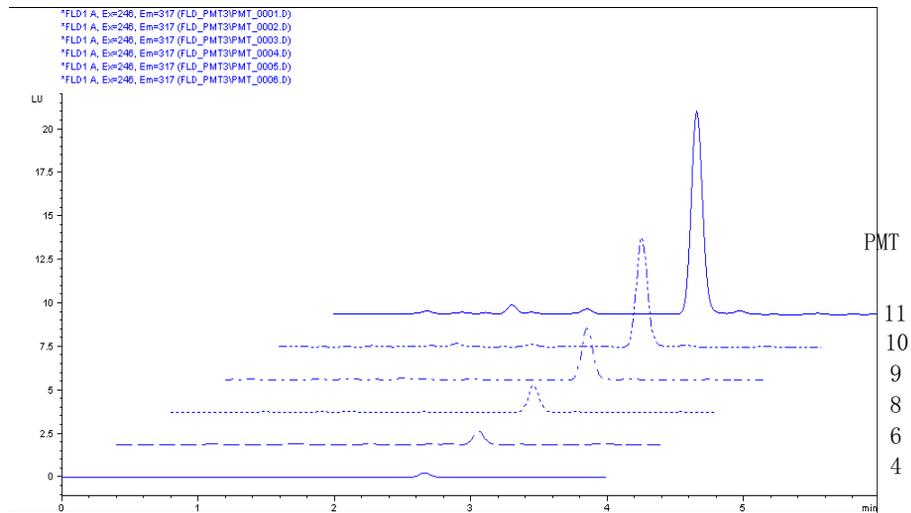


图 49 寻找联苯的最佳 PMTGAIN

原因是基线的定量评定（尤其是在低背景级别时）对统计过滤法来说不够充分。要获得最佳的增益，用自动增益功能在流体条件下检查溶剂。若非必要，不要使用高于系统所建议的值，因为它们带有过高的荧光信号。

用 PMT 测试自动测定设置值。

FLD 缩放比例范围和操作条件

使用不同 FLD 时

- 各个 G1321 FLD 模块的信号高度可能会超过建议的信号范围 0 - 100 LU。在某些情况下，这可能会导致峰被剪裁。
- 不同 G 1321 FLD 模块在使用相同方法时显示不同的信号高度。这通常不是什么问题，但是在实验室中操作多个 G 1321 FLD 可能会不方便。

这两个缩放比例问题可以进行解决。请参见“第 118 页的[优化 PMT 增益级别](#)”。

优化 PMT 增益级别

使用您的操作条件（使用的方法参数、EX/EM 波长、溶剂、流速等）启动 PMT 增益测试。得到的 PMT 值将为您提供针对此方法和此特定仪器的最佳信噪比性能以及最大可用信号范围。对于另一个 FLD，此 PMT 级别可能有所不同（基于单独的 PMT 增益测试）。

下图显示更改 PMT 增益所产生的影响。

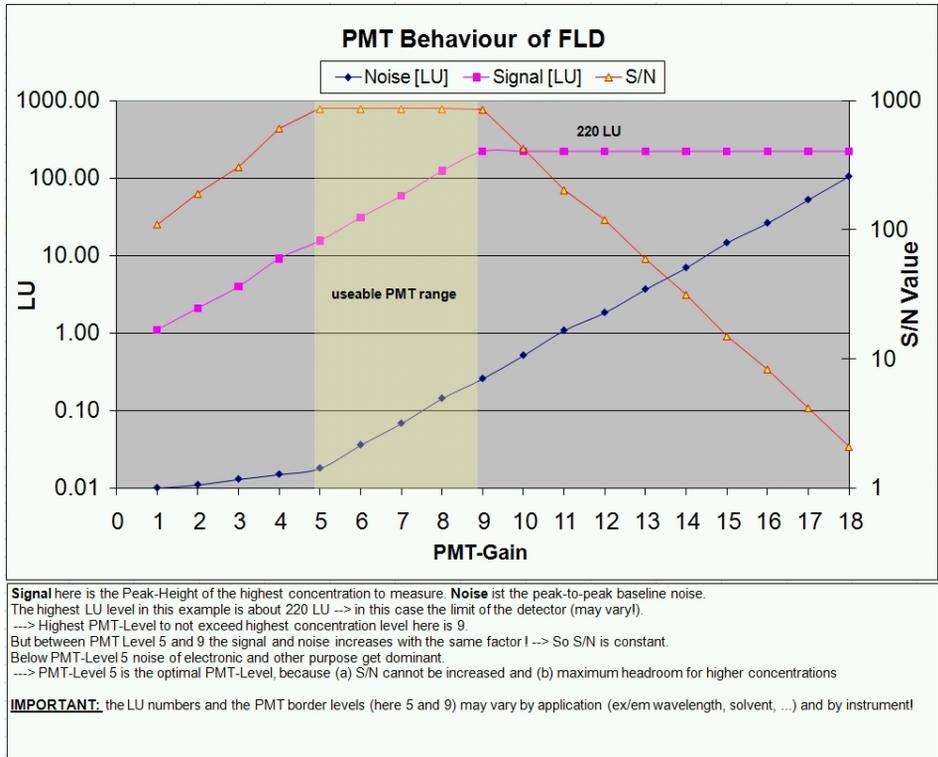


图 50 PMT 增益行为

在此示例中，最大输出大约为 220 LU，进一步提高 PMT（超过 9）会导致信号超载（剪裁）和信噪比值下降。

1 设置 PMT 增益级别

现在采用您的最高浓度含量来检查最高峰是否未剪裁或溢出。

- 如果此检查正常，则说明您完成了 PMT 增益级别优化。继续进行“在 LU 中设置化学发光单位”。
- 如果检查显示最高浓度不适合所选范围（例如通过剪裁），则您可以逐渐将 PMT 级别降低 1 来每步获得大约一半的信号高度，从而降低 FLD 灵敏度。请注意，采用该步骤时，您会在低信号级别 (LOD) 上损失灵敏度。

5 优化检测器 寻找最佳信号放大值

2 在 LU 中设置化学发光单位

如果您不满意检测器的 LU 输出级别，或是如果要使具有不同输出级别的多个仪器的输出一致，则可以对每个仪器输出进行缩放。

G1321 FLD 的建议设置为大约 100 LU（针对最高峰高），以获得最佳信噪比和信号范围。如果 PMT 增益测试执行良好，则较低 LU 值通常不影响仪器的性能。

对于模拟量，小于 100 LU 的输出最适合在缺省衰减 100 LU/1 V 的情况下获得最佳模拟信号性能。调整您的 LU 设置，以便缺省衰减下的最大信号级别介于 50 到 80 LU 之间（等效于 500 mV 到 800 mV 的模拟输出）。

更正 PMT 设置之后，您可以将任何仪器缩放到有利的 LU 级别。我们建议不要超过大约 100 LU。选择的参数称为“比例因子”，可通过本地控制器（即手持控制器（B.02.07 或更高版本））应用。

如果使用较低版本，则可以使用命令行输入“比例因子”

- Agilent ChemStation:
`PRINT SENDMODULE$(LFLD, "DMUL x.xx")`
- 手持控制器：Service Mode（服务模式）- FLD，然后键入 `DMUL x.xx` 并按“SEND（发送）”。
- LAN/RS-232 固件更新工具：通过“Send Instruction（发送指令）”菜单：
`DMUL x.xx`
- Agilent Lab Advisor 软件：通过“Instruction（指令）”菜单：
`DMUL x.xx`

此设置与仪器有关（即使对于固件更新），而独立于软件环境。

LU 级别不是仪器灵敏度的度量！在最低浓度限值（检测限值）下，信噪比（例如通过拉曼信噪比测试）是唯一一个可以准确用于比较色谱图和结果以及确认仪器性能的度量。

对于低背景和最高灵敏度，请保持流通池清洁并始终使用新鲜水，以防原生荧光由于藻类和细菌而出现生物背景。

ADC 限值显示

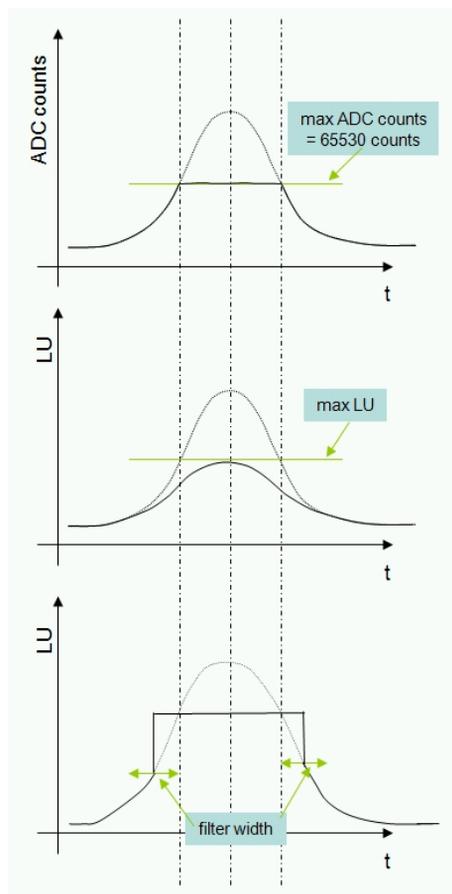
荧光检测器 G1321A/B 的新固件 (A.06.11) 已发布，其中包括新功能“ADC 限值显示”。

A.06.10 以前的固件版本 (包括 A.06.10)，在某些方法条件下，“ADC 溢出”在色谱图中不可见。

溢出可以通过平滑过滤器来隐藏，因而对用户不可见。在 Agilent ChemStation 中，“ADC 溢出”事件仅显示在日志中。

仅当设置的“Peakwidth (Responsetime) (峰宽 (响应时间))”参数接近或大于色谱峰的实际宽度，时才会出现此问题。

5 优化检测器 寻找最佳信号放大值



原始 ADC 计数

测量的光强度受 ADC 转换器的最大范围限制。

过滤器会平滑峰，从而无法清晰地显示已达到最大强度。峰面积和峰高也会失真，这会导致线性性能较差。请注意，“最大 LU”不是固定数字，而是取决于参比通道的强度！

新固件（具有固件 A.06.11 或更高版本）

当过滤器宽度中的任何样品值处于“ADC 溢出”状态时，最大的可能 LU 会显示在色谱图中。请注意，“最大 LU”稍微依赖于灯漂移和灯噪音，但是强烈依赖于激发波长。

因此，“ADC 溢出”会在色谱图中显示为实际的平顶峰，向用户表明检测器参数（PMT 增益或溶剂浓度）设置得较高。

注意

方法以 1:1 方式从一个 FLD 传输到另一个 FLD 可能会导致以上“ADC 溢出”问题。有关详细信息，请参见“第 118 页的 FLD 缩放比例范围和操作条件” FLD 缩放比例范围和操作条件”。

更改氙灯的频率

模式

灯的闪光频率可以更改为下列模式：

表 19 闪光灯模式

位置	296 Hz (标准), 560 V	63 mJ (18.8 W)
	74 Hz (经济), 560 V	63 mJ (4.7 W)
旋转 (多波长 Ex/Em)	74 Hz (标准), 950 V	180 mJ (13.3 W)
	74 Hz (经济), 560 V	63 mJ (4.7 W)

使用 “no economy (非经济)” 可以获得最佳的灵敏度，请参见 “第 123 页的图 51”。

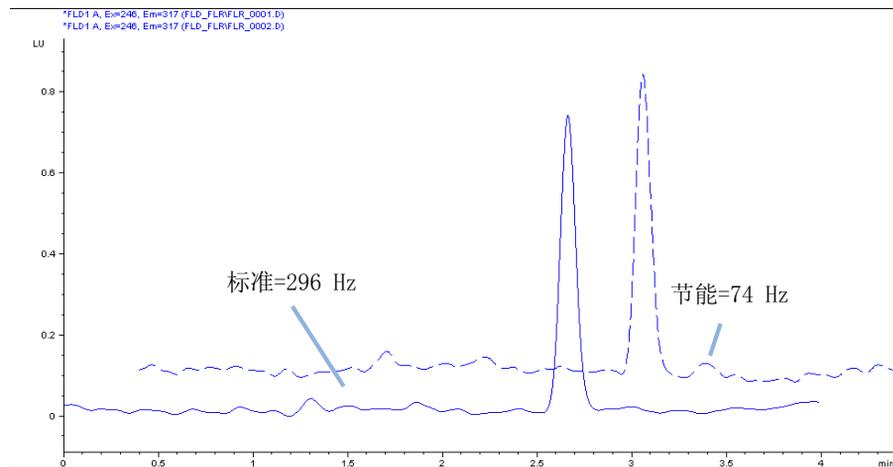


图 51 氙灯的频率

节约灯的使用寿命

有三种节约灯寿命的途径：

- 开关转向 “lamp on during run（在运行过程中开灯）” 模式而不损失灵敏度。
- 开关转向 “economy（经济模式）” 模式，会失去部分灵敏度。
- 结合上述两种方式。

选择最佳响应时间

选择最佳响应时间

使用 RESPONSETIME 函数降低数据会增加信噪比。

有关示例，请参见“第 125 页的图 52”。

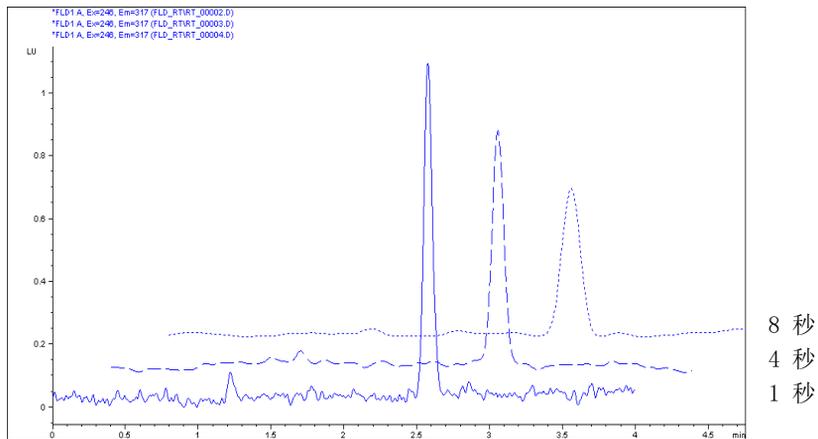


图 52 查找最佳响应时间

LC 荧光检测器典型的响应时间是 2 或 4 s。模块的缺省值是 4 秒。需要特别注意，比较灵敏度时需使用相同的响应时间。4 s 的响应时间（缺省值）相当于 1.8 s 的时间常数，也适合于标准的色谱条件。

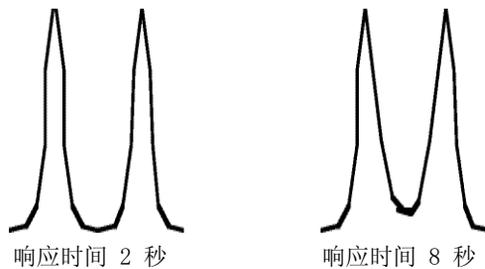


图 53 使用响应时间分离峰

峰宽设置

注意

不要使用低于所需最小峰宽的峰宽。

使用峰宽可选择用于分析的峰宽（响应时间）。峰宽定义为半峰高处的峰宽（以分钟为单位）。将峰宽设置为色谱图中预期的最窄峰。峰宽设置了检测器的最佳响应时间。峰检测器将忽略所有比峰宽设置窄得多或宽得多的峰。响应时间是指响应输入步进函数的输出信号的 10 % 和 90 % 之间的时间。

限值：设置峰宽（以分钟为单位）时，将自动设置相应的响应时间并为信号和光谱采集选择相应的数据采集速率，如下表所示。

表 20 峰宽设置

峰宽		数据采集速率		
半峰高处 [min]	响应 [sec]	Hz	ms	
> 0.0016	0.016	144.93	6.9	G1321B、K1321B (具有 A.06.54 及更高版本的固件)
< 0.003	0.03	74.07	13.5	G1321B/C、K1321B
> 0.003	0.06	37.04	27.0	
> 0.005	0.12	37.04	27.0	
> 0.01	0.25	37.04	27.0	
> 0.025	0.5	18.52	54.0	
> 0.05	1.0	9.26	108.0	G1321A/B/C、K1321B
> 0.1	2.0	4.63	216.0	
> 0.2	4.0	2.31	432.0	
> 0.4	8.0	1.16	864.0	

减少杂散光

截止滤光片用于去除杂散光 and 第 2 级或更高级杂散光，高于截止值的光全部透过，低于截止值的光不透过或很少透过。把截止滤光片置于激发和发射光栅之间，以免在测量发射时让杂散光照射到光电倍增管上。

当激发波长和发射波长很接近时，散射造成的失真会严重影响灵敏度。当发射波长是激发波长的两倍时，2 级光是限制性因素。为了说明这种高级别光的影响，假设检测器开启但是没有样品在流通池中洗脱。

灯把 100 万光子送入流通池，例如在 280 nm 处。流通池表面上的散射及溶剂分子造成的散射，导致有 0.1% 的光以与入射光成直角的方向通过窗口离开流通池。如果没有截止滤光片，剩余的 1000 个光子就会到达发射光栅。90% 将被完全反射，不会扩散到光电倍增管上。其他 10% 在 280 nm (1 级) 和 560 nm (2 级) 处扩散。为了除去这些杂散光，需要在 280 nm 附近增加截止滤光片。

因为应用的设置已知，在仪器里内设了一个 295 nm 截止滤光片，不妨碍应用 560 nm 波长的光（请参见“第 128 页的图 54”）。

5 优化检测器 减少杂散光

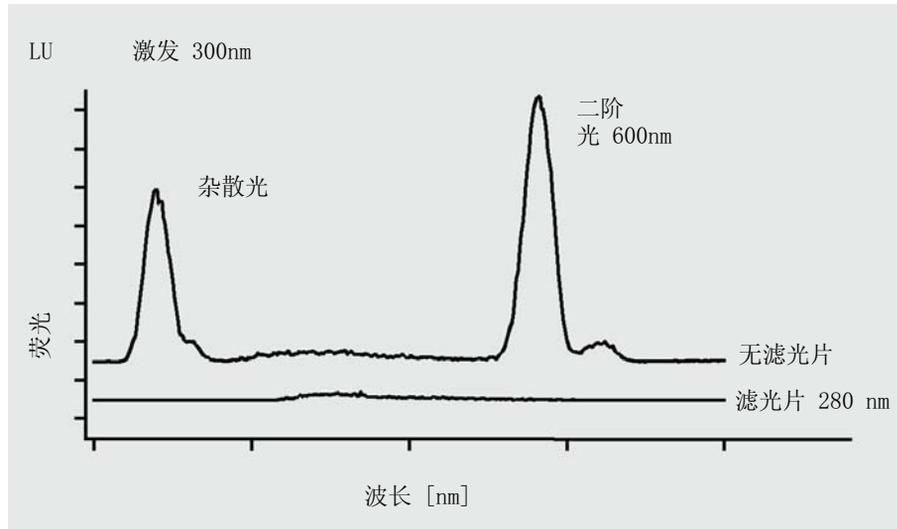
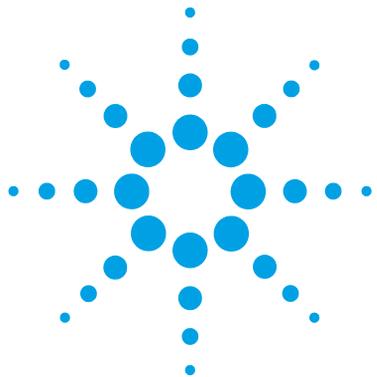


图 54 减少杂散光



6 故障排除和诊断

模块指示灯和测试功能概述	130
状态指示灯	131
电源指示灯	131
模块状态指示灯	132
用户界面	133
安捷伦实验室监控与诊断软件	134

本章将概述故障排除和诊断功能以及各种用户界面。



模块指示灯和测试功能概述

状态指示灯

模块有两个状态指示灯，用以指示模块的操作状态（预运行、运行和故障状态）。状态指示灯可让您一目了然地查看模块的运行情况。

故障消息

在出现电子、机械或液压故障的情况下，模块会在用户界面上生成一个故障消息。对于每条消息，都提供了简短的故障说明、出现问题的可能原因列表以及解决问题的建议措施列表（请参见故障信息一章）。

测试功能

模块提供一系列测试功能，用于在更换内部元件之后进行故障排除与操作验证（请参见测试功能和校准）。

波长重新校正

修理内部组件后，为保证检测器正常工作，建议重新校正波长。检测器采用激发和发射光特征中的特定属性（请参见“第 169 页的[波长校正过程](#)”）。

状态指示灯

模块的前面板上有两个状态指示灯。左下角的状态指示灯指示电源状态，右上角的指示灯指示模块状态。

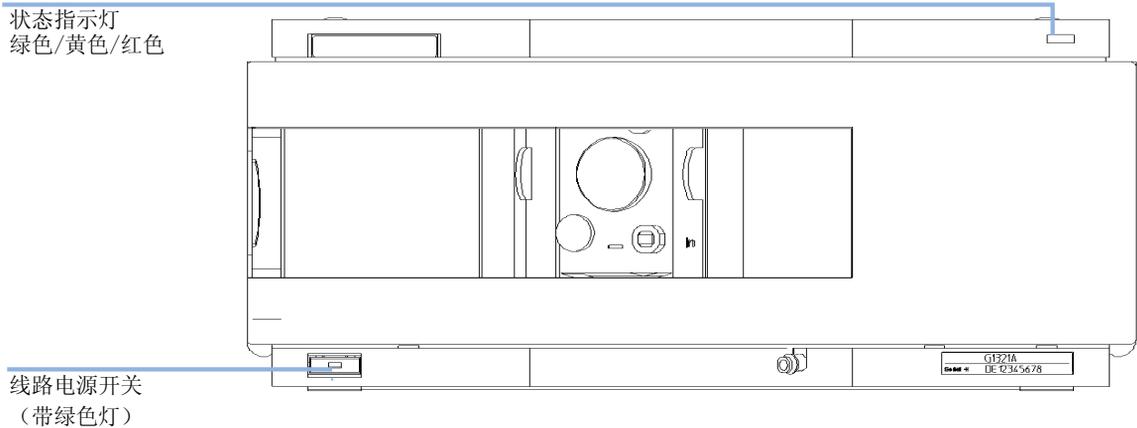


图 55 状态指示灯的位置

电源指示灯

电源指示灯集成在总电源开关中。指示灯亮起时（绿色），电源为打开。

模块状态指示灯

模块状态指示灯指示模块的以下六种可能情况之一：

- 当状态指示灯为关（而电源指示灯亮时），模块处于**预运行**状态，做好开始分析的准备。
- **绿色**状态指示灯，指示模块正在执行分析（**运行**模式）。
- **黄色**指示灯指示**未就绪**状态。这往往是某个特定条件没有设定完毕（如刚刚更改设定值之后），或正在进行自检。
- **红色**状态指示灯指示**故障**状态。故障状态说明部件已经检测到内部故障，该故障影响了模块的正确操作。通常应引起重视（如出现泄漏，内部元件不正常）。错误情况通常会中断分析。

如果在分析期间出现错误，错误将在 LC 系统内传送，即红色 LED 可能指示其他模块出现问题。使用用户界面的运行状态来找出发生错误的根本原因 / 模块。

- **闪烁**指示灯指示组件处于**驻留**模式（例如，在升级主固件过程中）。
- **快速闪烁**的指示灯指示模块处于**低级错误**模式。在这种情况下，请尝试重新引导模块或冷启动（请参见“第 235 页的**特殊设置**”）。然后尝试更新固件（请参见“第 190 页的**升级模块固件**”）。如果不起作用，请在必要时更换主板。

用户界面

可用的测试随着用户界面的不同而不同。所有测试说明均基于以 Agilent ChemStation 为用户界面。某些说明仅在“服务手册”中提供。

表 21 可用测试功能和用户界面相对照

测试	ChemStation	手持控制器 G4208A	Lab Advisor
数模转换器	否	否	是
测试色谱图	是 (C)	否	是
波长校正	是	是 (M)	是
灯强度	是	否	是
暗电流	是	否	是

C 通过命令
M 部分维护
D 区域诊断

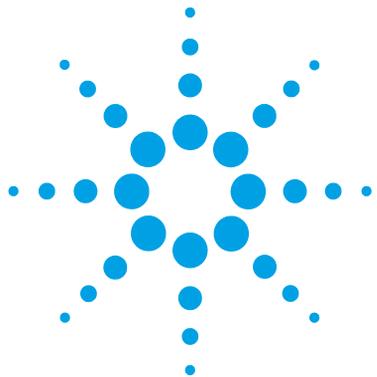
安捷伦实验室监控与诊断软件

安捷伦实验室监控与诊断软件是独立产品，可带也可不带数据系统使用。此软件帮助用户管理实验室以使其获得高质量的色谱效果，并且可以实时监控单个安捷伦 LC 或实验室内网上配置的所有安捷伦 GC 和 LC。

安捷伦实验室监控与诊断软件为所有 Agilent 1200 Infinity 系列模块提供诊断功能，包括诊断功能、校正过程和所有例行维护的日常维护。

此外，用户还可以借助安捷伦实验室监控与诊断软件监视其 LC 仪器的状态。早期维护反馈 (EMF) 功能可帮助执行预防性维护。此外，用户还可为每个单独的 LC 仪器生成状态报告。安捷伦实验室监控与诊断软件提供的测试与诊断功能可能与本手册中的描述有所不同。有关详细信息，请参阅安捷伦实验室监控与诊断软件的帮助文件。

仪器实用工具是实验室监控与诊断的基本版本，具备涉及安装、使用和维护的有限功能。不包含高级的维修、故障排除和监测功能。



7 错误信息

什么是错误消息	136
常规错误消息	137
超时	137
关机	138
遥控超时	139
失去 CAN 联络	139
泄漏	140
泄漏传感器断路	140
泄漏传感器短路	141
补偿传感器断路	141
补偿传感器短路	142
风扇出现故障	142
检测器错误消息	143
灯盖处于打开状态	143
找不到 FLF 板	143
ADC 未校正	144
发生 A/D 溢出	144
闪光灯电流溢出	145
尽管灯已打开，但是参比二极管上没有光	145
闪光触发器丢失	146
波长校正失败	146
波长校正丢失	147
流通池已卸下	147
马达错误	148

本章讲述各个错误消息的含义并提供有关可能原因及建议改正措施的信息。



什么是错误消息

当检测器出现电路、机械和液压（流路）故障时，用户界面中将显示故障消息，使用户在继续进行分析前引起必要的注意（例如，必须维修或更换消耗品）。出现此类故障时，模块前面板上的红色状态指示灯亮起，并在模块日志上写下一条记录。

如果在方法运行之外发生错误，其他模块将不会得到有关此错误的通知。如果在方法运行之内发生错误，所有连接的模块都将得到通知，所有 LED 将变为红色，运行将停止。根据模块类型，将以不同的方式实施停止。例如，对于泵，将出于安全原因停止流量。对于检测器，灯将保持打开，以避免平衡时间。根据错误类型，只有更正了错误后，下次运行才会开始，例如，在泄漏的液体变干后。通过在用户界面中打开系统，可以恢复可预测的单个定时事件的错误。

如果发生泄漏，则需要进行特殊处理。因为泄漏可能导致安全问题，并且可能发生在没有观察到的其他模块上，所以泄漏通常会导致所有模块关闭，即使是在方法运行之外。

在所有情况下，可通过 CAN 总线或 AP 远程电缆进行错误传播（请参阅 APG 接口的文档）。

常规错误消息

常规故障信息对所有 Agilent 系列 HPLC 模块通用，也可能在其他模块上显示。

超时

Error ID: 0062

超出超时阈值。

可能原因

- 1 分析已经成功完成，而且超时功能已经按要求关闭部件。
- 2 在序列运行或多次进样运行过程中，时间超过超时阈值，进样器会处于未就绪状态。

建议

查看日志，以了解未就绪状态的发生及产生的原因。按照要求重新进行分析。

查看日志，以了解未就绪状态的发生及产生的原因。按照要求重新进行分析。

关机

Error ID: 0063

外接仪器在遥控线上生成了一个关机信号。

部件连续监控遥控输入接头的状态信号。在遥控接头的第 4 号插脚上输入的一个“LOW”信号输入会产生错误消息。

可能原因

- 1 利用 CAN 连接到系统可以探测到一个外接仪器出现的泄漏。
- 2 通过与系统的远程连接检测到外部仪器泄漏。
- 3 通过与系统的远程连接关闭外部仪器。
- 4 脱气机无法产生足够的真空度来进行溶剂脱气。

建议

- 重新启动部件之前，需要对外接设备的泄漏故障进行维修。
- 重新启动部件之前，需要对外接设备的泄漏故障进行维修。
- 检查外接仪器是否满足关机条件。
- 检查真空脱气器出现故障的原因。请参阅脱气机或包含内置脱气机的 1260 泵的《服务手册》。

遥控超时

Error ID: 0070

遥控输入信号仍显示系统处于未就绪状态。开始分析之后，系统预期在开始分析后一分钟之内所有的未就绪状态（例如检测器平衡期间的未就绪状态）都会切换至运行状态。如果在一分钟后的遥控线仍显示系统处于未就绪状态，便会生成错误消息。

可能原因

- 1 连接到遥控线上的某台仪器处于未就绪状态。
- 2 遥控电缆出现故障。
- 3 显示未就绪状态的仪器中存在有故障的元件。

建议

- 确保显示未就绪状态的仪器已经正确安装，并针对分析进行了正确设置。
- 更换遥控电缆。
- 检查仪器故障（参考仪器的文档）。

失去 CAN 联络

Error ID: 0071

进行分析时，系统内一个或多个模块间的内部同步或通讯出现故障。

系统处理器持续监控系统配置。如果系统识别出一个或多个模块不再与系统连接，会生成故障消息。

可能原因

- 1 CAN 电缆已断开连接。
- 2 CAN 电缆出现故障。
- 3 其他模块中的主板出现故障。

建议

- 确保正确连接所有 CAN 电缆。
- 确保正确安装所有 CAN 电缆。
- 更换 CAN 电缆。
- 关闭系统。重新启动系统，并确认未被系统识别的一个或多个部件。

泄漏

Error ID: 0064

在模块中检测到泄漏。

泄漏算法利用两个温度传感器（泄漏传感器和面板式温度补偿传感器）发出的信号来确定是否存在泄漏。当出现泄漏时，泄漏传感器将通过溶剂来冷却。这将改变由主板上的泄漏传感器电路检测的泄漏传感器的电阻。

可能原因

- 1 接头松动。
- 2 毛细管破裂。

建议

- 1 确保所有接头紧固。
- 2 更换破裂的毛细管。

泄漏传感器断路

Error ID: 0083

模块中的泄漏传感器出现故障（断路）。

温度会影响泄漏传感器的电流。如果泄漏传感器受溶剂的作用而温度降低，导致泄漏传感器电流在设定限度内变化，即检测到泄漏。如果电流低于下限值，会生成错误消息。

可能原因

- 1 泄漏传感器未连接到主板。
- 2 泄漏传感器出现故障。
- 3 泄漏传感器受到金属元件挤压而产生布线不当。

建议

- 1 请与 Agilent 服务代表联系。
- 2 请与 Agilent 服务代表联系。
- 3 请与 Agilent 服务代表联系。

泄漏传感器短路

Error ID: 0082

部件中的泄漏传感器出现故障（短路）。

温度会影响泄漏传感器的电流。在溶剂冷却泄漏传感器时检测到一处泄漏，致使泄漏传感器电流在设定限度内变化。如果电流超过上限值，会生成错误消息。

可能原因

- 1 泄漏传感器出现故障。

建议

请与 Agilent 服务代表联系。

补偿传感器断路

Error ID: 0081

PSS 板上的室温补偿传感器（NTC）出现故障（断路）。

主板上的温度补偿传感器（NTC）中的电阻取决于室温。泄漏电路利用电阻变化对环境温度变化进行补偿。如果传感器的电阻超过上限值，会生成错误消息。

可能原因

- 1 主板出现故障。

建议

请与 Agilent 服务代表联系。

补偿传感器短路

Error ID: 0080

模块主板上的室温补偿传感器（NTC）出现故障（断路）。

主板上的温度补偿传感器（NTC）中的电阻取决于室温。泄漏电路利用电阻变化对环境温度变化进行补偿。如果电阻低于下限值，会生成错误消息。

可能原因

- 1 主板出现故障。

建议

请与 Agilent 服务代表联系。

风扇出现故障

Error ID: 0068

模块中的冷却风扇出现故障。

主板使用风扇轴上的霍尔传感器来监测风扇速度。如果风扇以低于特定限值的速度运行一定时间，则会生成故障信息。

具体取决于模块，将关闭组件（例如检测灯）以确保模块内部不会过热。

可能原因

- 1 风扇电缆已断开连接。
- 2 风扇出现故障。
- 3 主板出现故障。

建议

请与 Agilent 服务代表联系。
请与 Agilent 服务代表联系。
请与 Agilent 服务代表联系。

检测器错误消息

灯盖处于打开状态

Error ID: 6622, 6731

光学箱中的灯盖已卸下。出现此消息时，灯无法打开。

可能原因

- 1 灯盖已卸下。

建议

请与 Agilent 服务代表联系。

找不到 FLF 板

Error ID: 6620, 6730

主板 (FLM) 无法找到 FLF 板。此消息与 FLF 板上生成的一些其他消息（例如泄漏等）一起出现。

可能原因

- 1 FLF 板未连接到 FLM 板。
- 2 FLF 板出现故障。
- 3 FLM 板出现故障。

建议

请与 Agilent 服务代表联系。
请与 Agilent 服务代表联系。
请与 Agilent 服务代表联系。

ADC 未校正

Error ID: 6621, 6732

位于 FLF 板上的模数转换器无法校正。

可能原因

- 1 ADC 或其他 FLF 电子元件出现故障。

建议

请与 Agilent 服务代表联系。

发生 A/D 溢出

Error ID: 6618, 6619

此消息未在固件版本 A.03.66 及更低版本中实现。

它表示 A/D 转换器（样品信号）的超载情况。用户界面将显示 FLD 为未就绪状态，一个信息事件会写入日志中。如果该消息在运行过程中出现，则其中包括出现时间和消失时间。

1200 FLD 1 A/D 溢出 (RT 为 0.32 min) 16:33:24 02/11/99

1200 FLD 1 A/D 溢出完成 (RT 为 0.67 min) 16:33:46 02/11/99

如果此状态在运行之前便存在，则未就绪状态会阻止系统启动运行 / 序列。

对于固件版本 A.06.11 及更高版本，A/D 溢出会导致色谱图中出现平顶峰。有关详细信息，请参见“第 121 页的 [ADC 限值显示](#)”。

可能原因

- 1 PMT 设置得较高。
- 2 波长设置错误。

建议

减少 PMT 增益。
更改波长设置。

闪光灯电流溢出

Error ID: 6704

氙灯的灯电流受到持续监测。如果电流太高，则会生成错误，并且灯会关闭。

可能原因

建议

- 1 激发包组件短路或 FLL 板出现故障。
请与 Agilent 服务代表联系。
- 2 闪光灯组件短路。
请与 Agilent 服务代表联系。

尽管灯已打开，但是参比二极管上没有光

Error ID: 6721

- 版本 A/B/C 前端板 (FLF):

不存在用来检查灯是否打开的反馈装置！如果色谱图中未显示峰，则用户界面显示模块仍处于“Ready（就绪）”状态。首先执行“灯强度测试”（请参见“第 152 页的灯强度测试”）。如果为平顶峰，请采取以下步骤。

- 版本 D 前端板 (FLF):

氙灯的闪光受到持续监测。如果灯连续未闪烁的次数超过 100 次，则会生成错误，并且灯会关闭。

可能原因

建议

- 1 硬件出现故障。
请与 Agilent 服务代表联系。

闪光触发器丢失

Error ID: 6722

当不再生成闪光触发器时，会显示此消息。

可能原因	建议
1 固件问题。	重新启动检测器（关闭电源然后重新打开）。
2 Multi Mode Off（多模式关闭）	请与 Agilent 服务代表联系。
3 编码器出现故障。	请与 Agilent 服务代表联系。

波长校正失败

Error ID: 6703

此消息可能会在波长校正过程中出现。

如果预期偏差大于指定的波长准确度，则会显示 Wavelength Calibration Failed（波长校正失败），并且仪器保持为“Not Ready（未就绪）”状态。

可能原因	建议
1 闪光灯未亮起或位置不正确。	请与 Agilent 服务代表联系。
2 流通池位置不正确。	检查流通池位置。
3 流通池中的溶剂不干净，或流通池中存在气泡。	冲洗流通池。
4 单色器组件位置不正确（更换之后）。	请与 Agilent 服务代表联系。

波长校正丢失

Error ID: 6691

更换单色器组件之后，校正因子应重置为缺省值（新 FLM 板带有缺省值）。在这种情况下，会显示 Wavelength Calibration Lost（波长校正丢失），并且仪器保持为“Not Ready（未就绪）”状态。

可能原因

- 1 更换之后重置单色器设置。
- 2 更换 FLM 板。

建议

- 1 执行波长校正。
- 2 执行波长校正。

流通池已卸下

Error ID: 6616, 6702, 6760

检测器具有自动流通池识别系统。当卸下了流通池时，灯会关闭，并且存在“NOT READY（未就绪）”状态。如果在分析过程中卸下了流通池，会生成“SHUT DOWN（关机）”。

可能原因

- 1 流通池在分析过程中被移开。

建议

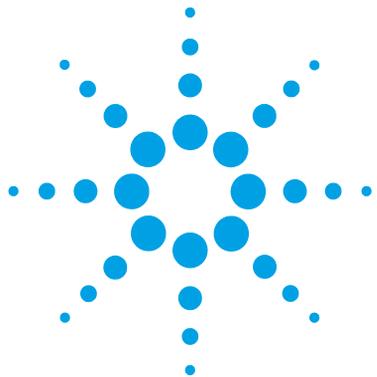
- 1 插入流通池并打开灯。

马达错误

注意

单色器马达错误可能在检测器的**初始化**过程或**操作**过程中出现。对于激发或发射端，存在单独的消息。如果发生错误，请执行灯启辉操作。这会清除错误并执行马达的重新初始化。

如果显示马达错误，请与 Agilent 服务代表联系。



8 测试功能

简介	150
光程图	151
灯强度测试	152
灯强度历史记录	153
拉曼 ASTM 信噪比测试	154
使用 Agilent Lab Advisor	157
结果的解释	157
使用内置测试色谱图	158
使用 Agilent Lab Advisor 的过程	158
波长验证和校正	160
波长准确度测试	163
使用 Agilent Lab Advisor	163
结果的解释	165
使用 Agilent ChemStation (手动)	166
波长校正过程	169

本章介绍检测器的内置测试功能。



简介

此处介绍的所有测试均基于 Agilent Lab Advisor 软件 B.02.03。

其他用户界面可能不提供任何测试，或仅提供少量测试。

表 22 界面和可用测试功能

界面	注释	可用功能
Agilent Instrument Utilities	维护测试可用	<ul style="list-style-type: none"> • 强度 • 波长校正
Agilent Lab Advisor	所有测试均可用	<ul style="list-style-type: none"> • 强度 • ASTM 漂移和噪音 • 暗电流 • 数模转换器 • 波长准确度 • 波长校正 • 测试色谱图（工具） • 光谱扫描（工具） • 模块信息（工具） • 诊断（工具）
Agilent ChemStation	某些测试可能可用温度的添加	<ul style="list-style-type: none"> • 某些 Lab Advisor 测试
Agilent 手持控制器	某些测试可用	<ul style="list-style-type: none"> • 强度 • 波长校正 • 光谱扫描（工具） • 模块信息（工具） • 诊断

有关使用界面的详细信息，请参见界面文档。

光程图

光程显示在“第 151 页的图 56”中。

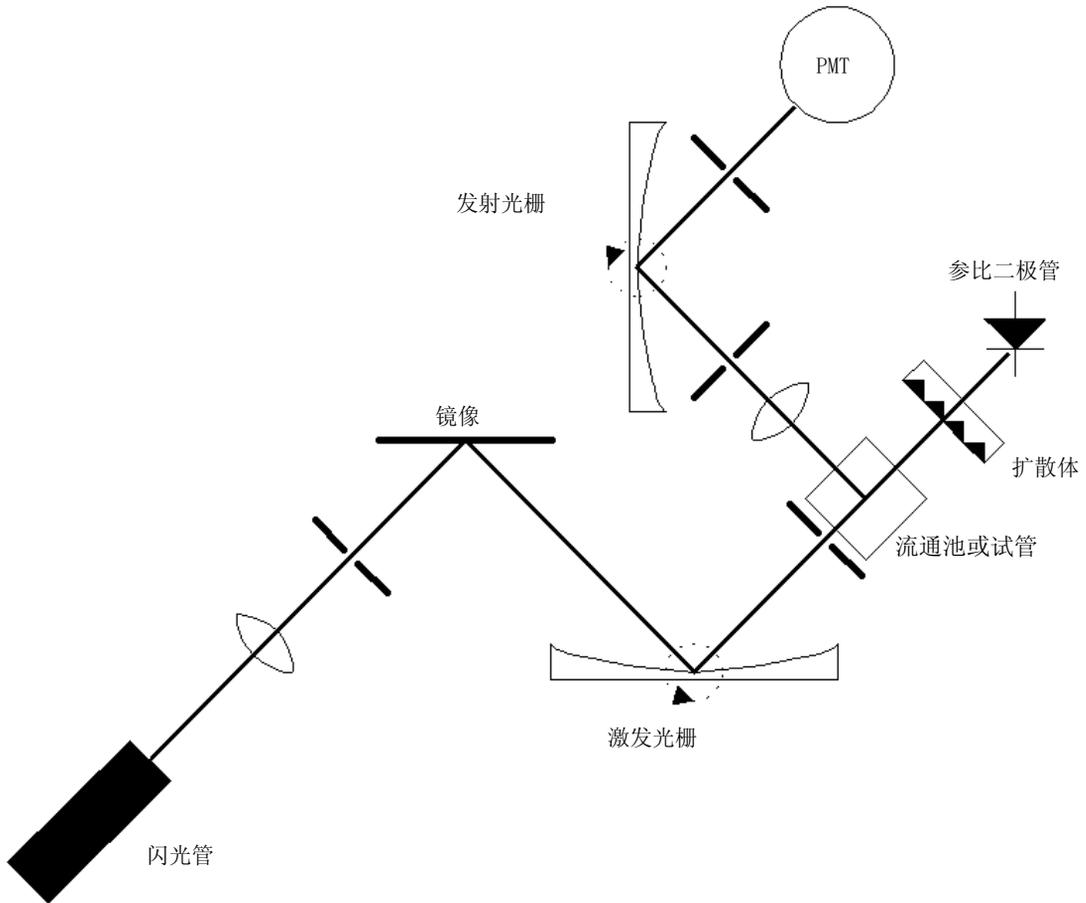


图 56 光程示意图

灯强度测试

强度测试通过参比二极管（200 - 1200 nm，步长 1 nm）扫描强度光谱，并将结果存储到一个诊断缓冲器中。扫描图显示在图形窗口中。测试没有进一步的评估。

测试结果存储为灯的历史记录（日期代码、强度）。

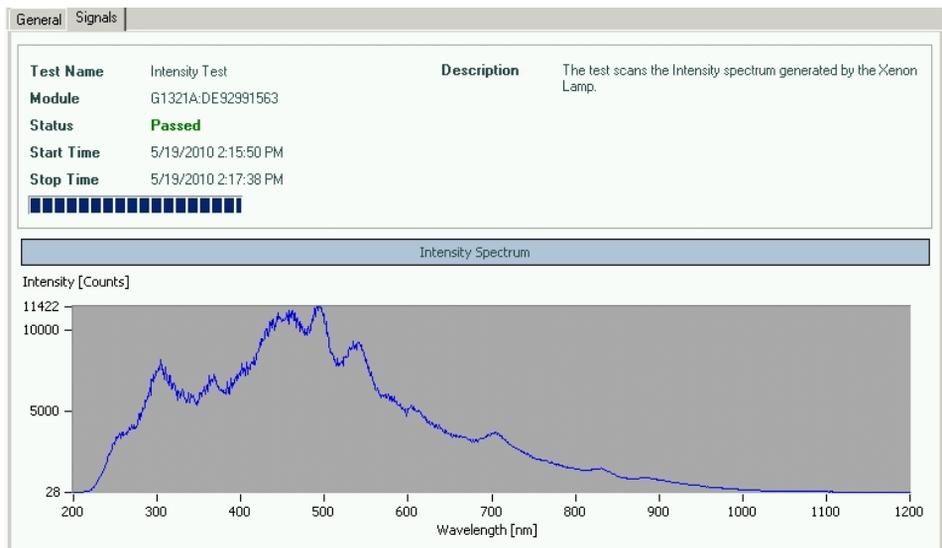


图 57 灯强度测试 (Agilent Lab Advisor)

注意

此图随仪器的不同而有所改变。图形取决于灯的使用时间和流通池中的样品（用新鲜水）。

UV 的衰减，特别是低于 250 nm 时与可见光相比要厉害的多。一般使用 “LAMP ON during run（在运行过程中开灯）” 设置或使用 “economy mode（节能模式）” 有助于大大提高灯的寿命。

灯强度历史记录

把灯强度测试结果（如果最近一次测试是在一周以前进行）作为灯的记录（日期码，四种不同波长的强度 250 nm、350 nm、450 和 600 nm）存储在缓冲器中。数据 / 图谱可以用诊断功能进行检索，提供一段时间内的强度数据。

Available tables:				
Lamp Intensity History				
Date	Reference Diode Counts at 250nm	Reference Diode Counts at 350nm	Reference Diode Counts at 450nm	Reference Diode Counts at 600nm
01/28/2013 14:15	2143	2994	7166	3150
12/17/2012 13:55	10	9	9	9
12/17/2012 13:55	9	9	11	10
12/17/2012 13:49	10	11	10	10
10/29/2012 16:48	388	2120	5776	2766
12/08/2011 10:39	88	1004	1227	935
12/06/2011 11:31	576	2155	5532	2679

图 58 灯强度历史记录（Agilent Lab Advisor “Module Info（模块信息）” 下）

拉曼 ASTM 信噪比测试

此测试验证 G1321 FLD 的拉曼 ASTM 信噪比。

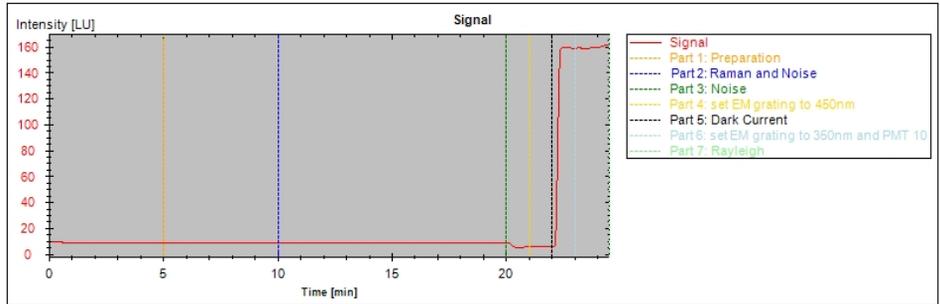


图 59 拉曼 ASTM 信噪比测试 (Lab Advisor)

根据检测器的版本，规格会发生变化。

表 23 拉曼 ASTM 信噪比规格

仪器	SNR 规格拉曼 / 暗值	SNR 规格双波长	注释
G1321C (1260)	500/3000		FLF 板版本 D 及更高版本
G1321B (1260)	500/3000	300	FLF 板版本 D 及更高版本
G1321A (1200)	500	300	FLF 板版本 D 及更高版本
G1321A (1100)	400		FLF 板版本 B 及更高版本
G1321A (1100)	200		FLF 板版本 A

条件：标准流通池（G1321-60005、G5615-60005），水流速为 0.25 mL/min。

注意

“Dark（暗值）”和“Dual WL（双波长）”值只是附加规格。只有“Raman（拉曼）”值才用于标准仪器校验。

注意

信号处的规格单波长可以使用 Agilent Lab Advisor 进行测量。所有其他值（不用于标准校验）必须使用来自“第 155 页的表 26”和“第 156 页的表 27”的信息手动设置。

表 24 拉曼信噪比测试条件

持续时间	大约 23 分钟
标准流通池	G1321-60005、G5615-60005
溶剂	LC 级水，脱气
流速	0.25 mL/min
规格（信号处的单波长）	>500（根据“第 155 页的表 25”中的设置）
规格（背景处的单波长）	>3000（根据“第 155 页的表 26”中的设置）
规格（双波长）	>300（根据“第 156 页的表 27”中的设置）

表 25 单波长规格的设置（信号处）

时间	EX	EM	PMT	基线
0	350	397	12	空闲
20.30	350	450	12	空闲

表 26 单波长规格的设置（背景处）

时间	EX	EM	PMT	基线
0	350	450	14	空闲
20.30	350	397	14	空闲

表 27 双波长规格的设置（多 EM 扫描）

时间	EX	EM_A	EM_B	光谱	自	到	步	PMT	基线	拟合光谱
							径			
00.00	350	397	450	无	280	45	10	12	空闲	关闭
20.30	350	450	450	无	280	45	10	12	空闲	关闭

拉曼 ASTM 信噪比值的公式（有关详细信息，请参见“第 156 页的图 60”）：

$$SNR_Raman = \frac{\text{mean_raman}(\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background}(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_raman}(\text{ex} = 350, \text{em} = 397)}$$

$$SNR_Dark = \frac{\text{mean_raman}(\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background}(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_background}(\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}$$

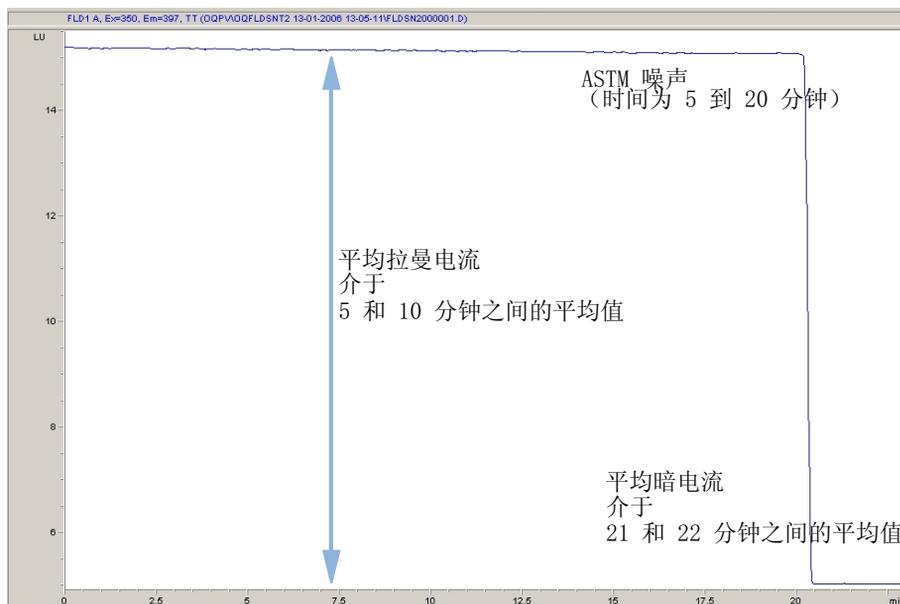


图 60 拉曼 ASTM 信噪比计算

使用 Agilent Lab Advisor

- 1 设置 HPLC 系统和 Lab Advisor。
- 2 用清洁的二次蒸馏水冲洗流通池。
- 3 在 Lab Advisor 中启动测试。

Test Name	Raman ASTM Signal/Noise Test	Description	The test determines the detector noise and drift over a period of 15 minutes at wavelength EX/EM= 350/397 nm. Then the wavelength changes to 350/450 nm.
Module	G1321A:DE81700118 (FLD)		
Status	Passed		
Start Time	4/16/2013 2:41:16 PM		
Stop Time	4/16/2013 3:06:24 PM		

Test Procedure		Result	
		Name	Value
✓	1. Check Prerequisites...	Raman ASTM	1337.94 SNR
✓	2. Measurement, Part 1: Preparation	Minimum Raman ASTM Limit	400 SNR
✓	3. Measurement, Part 2: Raman and Noise	Drift	-10.346 LU/h
✓	4. Measurement, Part 3: Noise		
✓	5. Measurement, Part 4: set EM grating to 450nm		
✓	6. Measurement, Part 5: Dark Current		
✓	7. Measurement, Part 6: set EM grating to 350nm and PMT 10		
✓	8. Measurement, Part 7: Rayleigh		
✓	9. Evaluate Data...		

图 61 拉曼 ASTM 信噪比测试 (Agilent Lab Advisor)

如果此测试失败（如上所示），请参见“第 157 页的结果的解释”。

结果的解释

如果测试显示的拉曼值较低，请检查：

- ✓ 流通池的位置是否正确，
- ✓ 流通池是否清洁（用清洁的二次蒸馏水冲洗），
- ✓ 是否无气泡（通过流通池 / 透明池的荧光扫描或目视检查），
- ✓ 溶剂入口过滤器（可能在流通池中形成气泡）。

使用内置测试色谱图

Agilent ChemStation、Lab Advisor 和手持控制器中均有此功能。

内置测试色谱图可以用来检查检测器至数据系统和数据分析，或是经由模拟输出至积分仪或数据系统的信号通道。将持续重复该色谱图，直至因达到停止时间停止或手动停止。

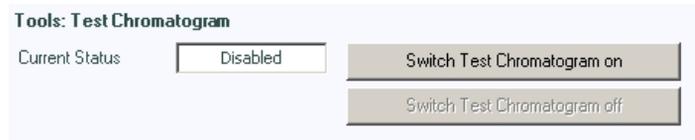
注意

峰高总是一致的，但是峰面积和保留时间会根据设置的峰宽不同有所差异，请参见下例。

使用 Agilent Lab Advisor 的过程

该步骤适合于所有 Agilent 1200 Infinity 检测器（DAD、MWD、VWD、FLD 和 RID）。图例来自于 RID 检测器。

- 1 确保通过控制软件加载缺省 LC 方法。
- 2 启动 Agilent Lab Advisor 软件（B.01.03 SP4 或更高版本）并打开检测器的“工具”选项。
- 3 打开测试色谱图屏幕



- 4 打开“测试色谱图”。
- 5 转至检测器的“模块维修中心”并将检测器信号加载到“信号图”窗口。

6 要启动测试色谱图，请在命令行中输入：STRT

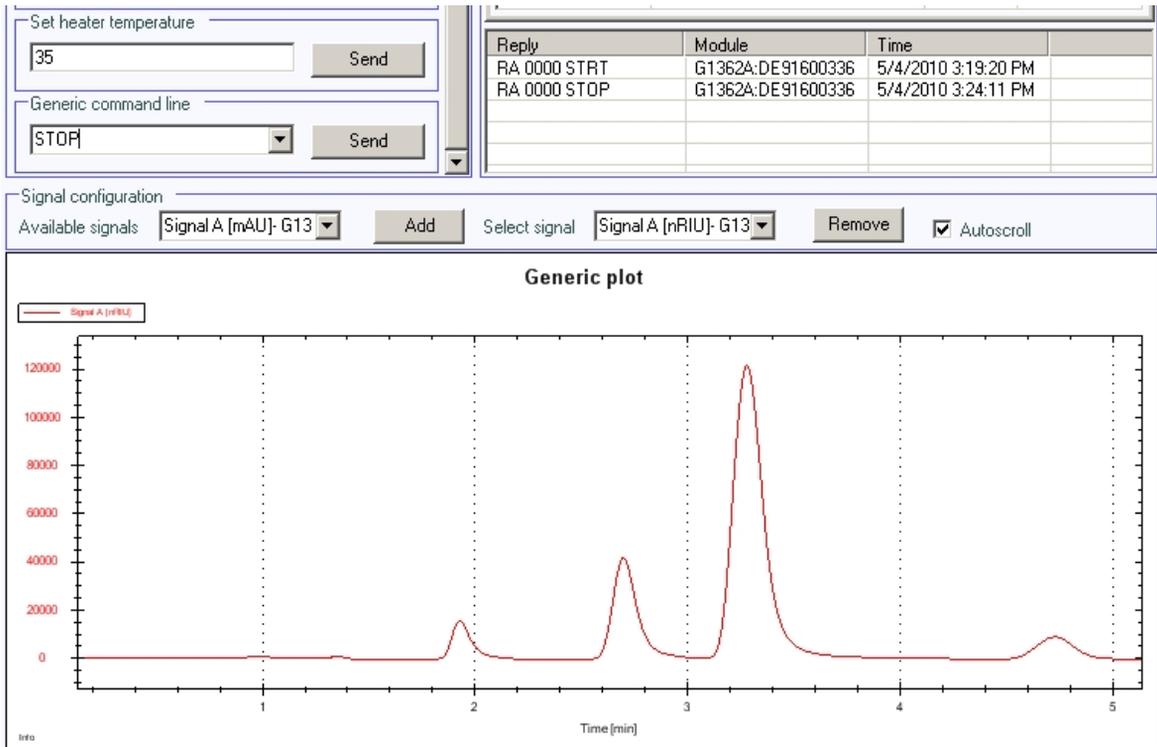


图 62 配备 Agilent Lab Advisor 的测试色谱图

7 要停止测试色谱图，请在命令行中输入：停止

注意

运行结束时，测试色谱图将自动关闭。

波长验证和校正

波长校正基于糖原溶液进行，因为糖原是一个强弹性光散射体，请参见 ASTM Test Method E388-72-1993 **Spectral Bandwidth and Wavelength Accuracy of Fluorescence Spectrometers**（荧光光谱仪的谱线带宽和波长准确度）。把糖原溶液通入流通池中，然后使用内置的波长校正功能。

算法的基础为评估不同光栅级别和利用基本光栅公式计算激发和发射单色器的波长刻度。

注意

不总是需要完整的波长校正。大多数情况下，快速波长准确度验证已足够使用，请参见“第 160 页的表 28”。

表 28 进行验证或校正的原因

	验证	波长校正
目标	X	
符合 GLP 规范	X	
更换流通池	X	(X)
更换灯	X	(X)
更换单色器		X
更换主板		X
更换光学设备		X

(X) 仅当偏差太大时才需要。

注意

进行波长校正之前，应执行波长准确度验证，请参见“第 163 页的**波长准确度测试**”。如果偏差大于 ± 3 nm，则应按照“第 169 页的**波长校正过程**”中所述执行波长校正。

注意

波长校正的持续时间约为 15 分钟，再加上校正样品和系统的设置时间。根据扫描过程中找到的最大强度，PMT 增益会自动改变，每次扫描需要额外的 1 分钟时间。

“第 162 页的表 29” 显示波长校正过程中执行的步骤。

利用来自流通池或透明池（使用倍增管测量）的瑞利杂散光校正激发光栅和发射光栅。

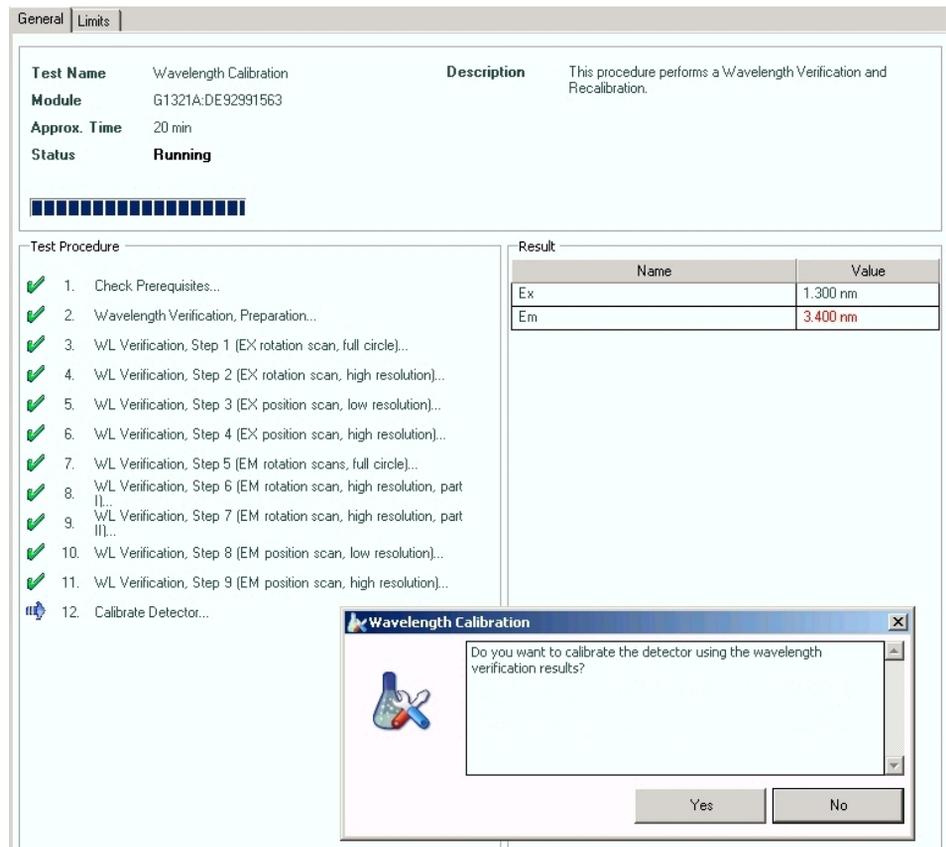


图 63 波长校正 (Agilent Lab Advisor)

表 29 波长校正步骤

步骤	说明	持续时间
1	准备	最长 30 s
2	激发旋转扫描, 完整周期	60 s
3	激发旋转扫描, 高分辨率	44 s
4	激发位置扫描, 低分辨率	55 s (可变)
5	激发位置扫描, 高分辨率	260 s (可变)
6. n	发射旋转扫描, 完整周期 (扫描数取决于所需 PMT 增益, 每次扫描 1 分钟)	61 s (可变)
6. n	发射旋转扫描, 完整周期 (仪器配置文件)	9 s
6. n	发射旋转扫描, 完整周期 (仪器配置文件)	9 s
6. n	发射旋转扫描, 完整周期 (仪器配置文件)	9 s
6. n	发射旋转扫描, 完整周期 (仪器配置文件)	9 s
7	发射旋转扫描, 高分辨率, 第 I 部分	44 s
8	发射旋转扫描, 高分辨率, 第 II 部分	44 s
9	发射位置扫描, 低分辨率	50 s (可变)
10	发射位置扫描, 高分辨率	250 s (可变)

注意

可变时间意味着它们可能稍微长一点。

当灯关闭时, 校正过程可能停止于前两个步骤, 并且产生“波长校正失败”消息, 请参见“第 146 页的[波长校正失败](#)”。

如果遇到校正问题:

- 1** 检查流通池中是否存在气泡。
- 2** 用异丙醇冲洗流通池。
- 3** 更换水。

波长准确度测试

使用 Agilent Lab Advisor

- 1 设置 HPLC 系统和 Agilent Lab Advisor。
- 2 用清洁的二次蒸馏水冲洗流通池。
- 3 打开 FLD 灯。
- 4 运行波长准确度测试。
- 5 FLD 会更改为多激发模式（发射波长为 397 nm），并在 350 nm \pm 20 nm 的预期最大值范围内扫描。

因此，最大值应处于 350 nm \pm 3 nm，请参见“第 163 页的图 64”。

FLD 会更改为多发射模式（激发波长为 350 nm），并在 397 nm \pm 20 nm 的预期最大值范围内扫描。

因此，最大值应处于 397 nm \pm 3 nm，请参见“第 163 页的图 64”。

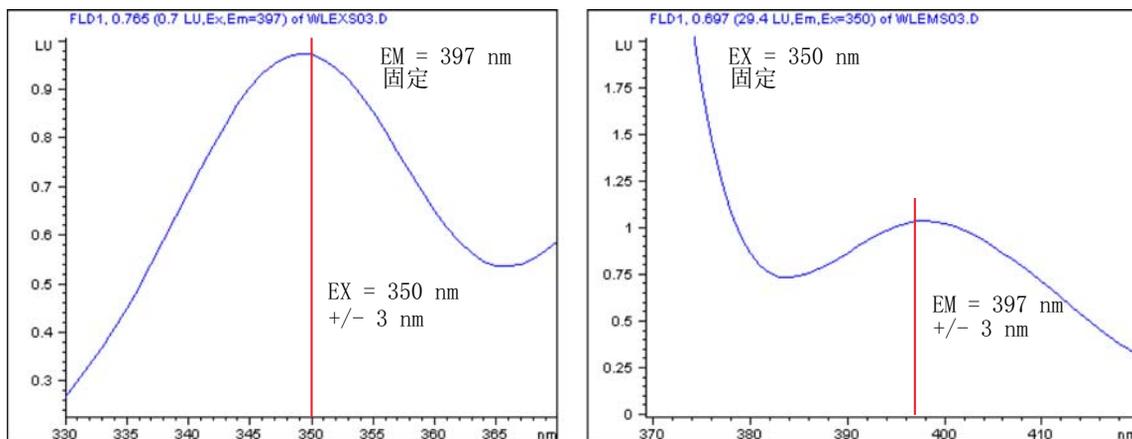


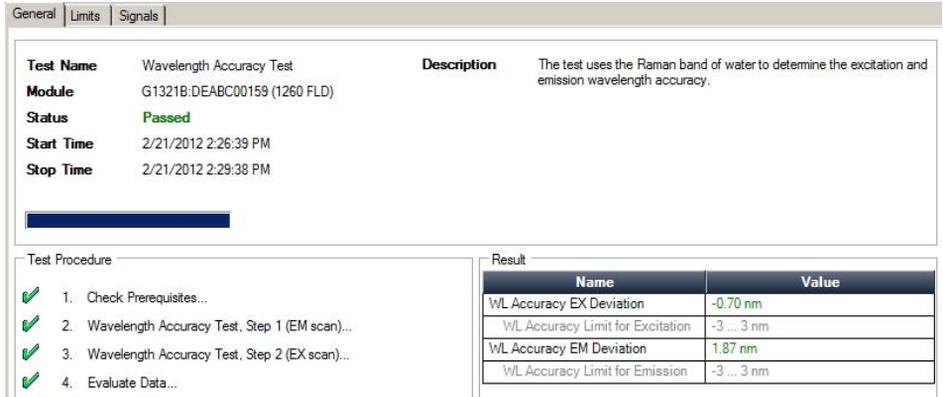
图 64 激发和发射光谱（预期结果）

8 测试功能

波长准确度测试

注意

如果图在 EM=397 nm 和 EX=350 nm (± 3 nm) 附近没有最大值, 则测试失败, 请参见下图。请参见“第 165 页的结果的解释”。



The screenshot displays the Lab Advisor interface for a Wavelength Accuracy Test. The test name is "Wavelength Accuracy Test" and the module is "G1321B:DEABC00159 (1260 FLD)". The status is "Passed". The test was performed on 2/21/2012 from 2:26:39 PM to 2:29:38 PM. The description states: "The test uses the Raman band of water to determine the excitation and emission wavelength accuracy." The test procedure consists of four steps, all of which are marked as completed with green checkmarks. The results table shows the following values:

Name	Value
WL Accuracy EX Deviation	-0.70 nm
WL Accuracy Limit for Excitation	-3 ... 3 nm
WL Accuracy EM Deviation	1.87 nm
WL Accuracy Limit for Emission	-3 ... 3 nm

图 65 使用 Lab Advisor 进行波长准确度测试

如果测试失败, 请在“Signals (信号)”选项卡下观察 EX 或 EM 端的最大值。

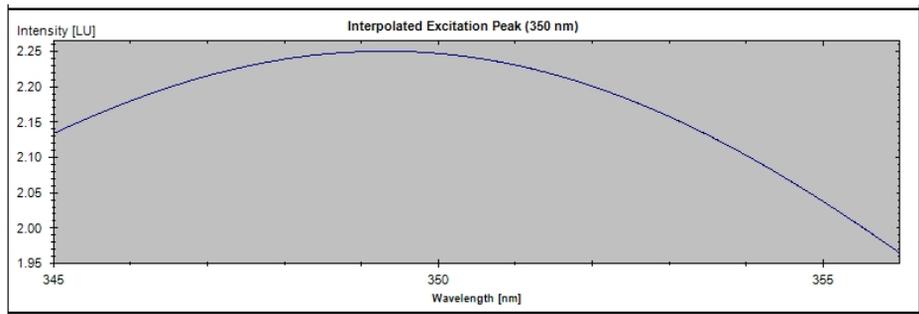


图 66 良好 EX 最大值示例

如果图在 EX=397 nm 和 EX=350 nm (± 3 nm) 附近没有最大值, 则测试失败, 请参见下图。请参见“第 165 页的结果的解释”。

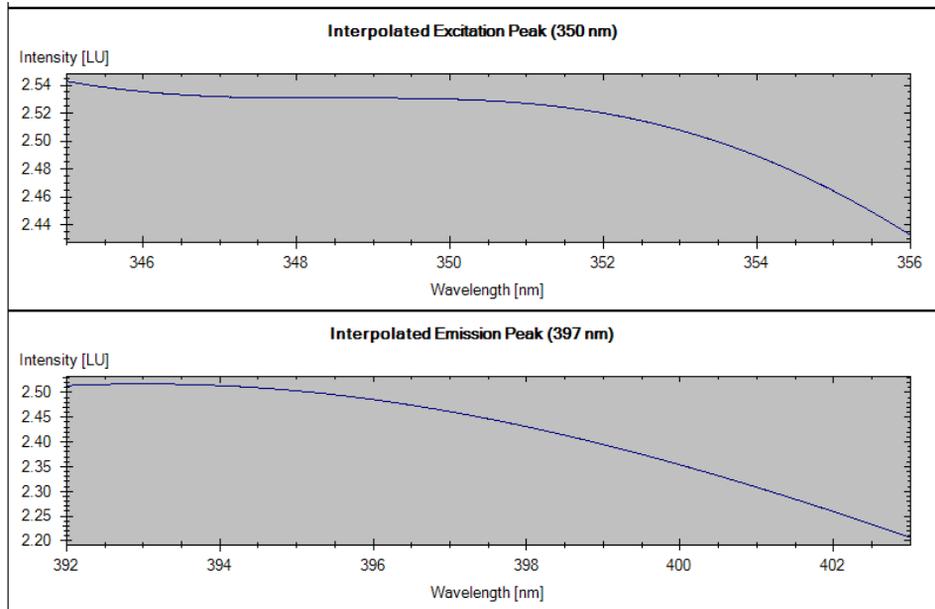


图 67 糟糕 EX/EM 最大值示例（未找到最大值）

结果的解释

如果测试失败，请检查：

- ✓ 流通池的位置是否正确，
- ✓ 流通池是否清洁（用异丙醇和清洁的二次蒸馏水冲洗），
- ✓ 是否无气泡（通过流通池 / 透明池的荧光扫描或目视检查），
- ✓ 溶剂入口过滤器（可能在流通池中形成气泡）。
- ✓ 检查光程中是否存在污染物（服务）
- ✓ 检查灯 / 激发包组件是否对齐（服务）
- ✓ 执行波长校正

使用 Agilent ChemStation (手动)

1 按照列出的“第 166 页的表 30”创建方法 WLEMTEST 和 WLEXTEST。

表 30 方法设置

设置	EM 波长 397 nm 的检查 WLEMTEST	EX 波长 350 nm 的检查 WLEXTEST
峰宽	>0.2 min (4 s, 标准)	>0.2 min (4 s, 标准)
拟合光谱范围	关闭	关闭
PMT 增益	12	12
闪光灯	打开	打开
光谱范围	EM 367 - 417 nm 步长 1 nm	EX 330 - 380 nm 步长 1 nm
存储光谱	全部无信号	全部无信号
EX 波长	350 nm, 打开	350 nm, 关闭
EM 波长	397 nm, 关闭	397 nm, 打开
多波长设置	多 EM	多 EX

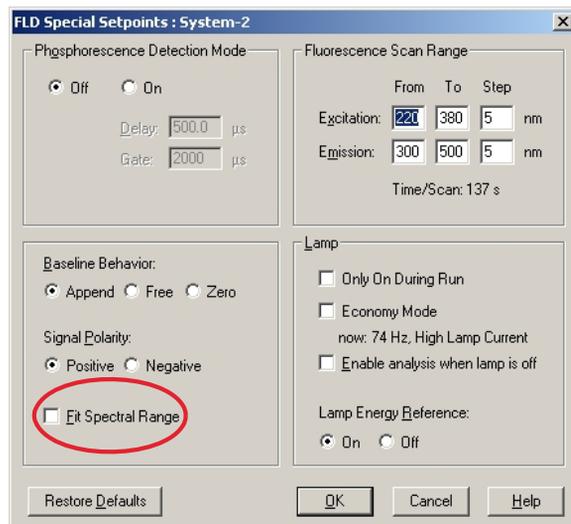


图 68 特殊设定值设置

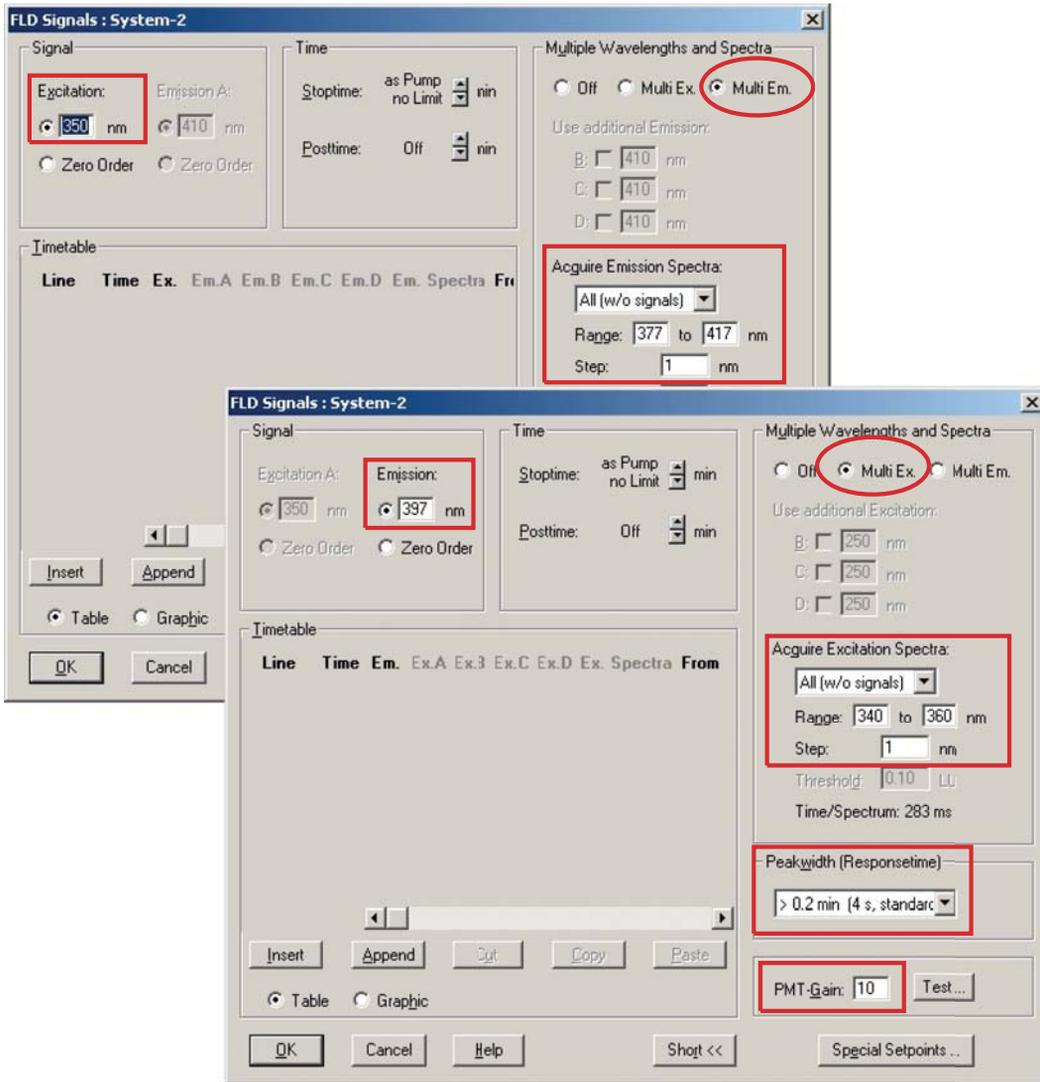


图 69 EM/EX 扫描的设置

8 测试功能

波长准确度测试

- 2 载入方法 “WLEXTEST”。FLD 会更改为多发射模式，并在 $397\text{ nm} \pm 20\text{ nm}$ 的预期最大值范围内扫描。
- 3 设置泵，并用水冲洗流通池几分钟以确保流通池清洁。流速应为 0.5 到 1 ml/min，并且基线稳定。

注意

您可以卸下流通池并检查是否存在气泡。重新插入流通池之后，打开灯。

-
- 4 打开在线光谱图，观察最大值，如“第 163 页的图 64”（左侧）所示。
 - 5 载入方法 “WLEMTEST”。FLD 会更改为多激发模式，并在 $350\text{ nm} \pm 20\text{ nm}$ 的预期最大值范围内扫描。
 - 6 打开在线光谱图，观察最大值，如“第 163 页的图 64”（右侧）所示。

波长校正过程

当： 如果应用需要，请参见“第 162 页的表 29”。

所需的工具： **说明**
实验室天平

所需的部件：	部件号	说明
	5063-6597	校正用样品，糖原
	9301-1446	进样针
	9301-0407	针头
	5190-5111	针式过滤头，0.45 μm ，100 个 / 包
	0100-1516	PEEK 公接头（每包 2 个）

1 准备糖原校正样品。

- a** 要准备 10 ml 的校正溶液，必须使用 10 mg 的糖原样品（允许 $\pm 20\%$ 的公差）。
- b** 把准备好的校正溶液装到适当的瓶或样品瓶中。
- c** 装 10 mL 蒸馏水到样品瓶中并摇动。
- d** 等待 5 分钟后再次摇动。10 分钟后溶液就准备好了。

2 准备流通池。

- a** 用水冲洗流通池。
- b** 从流通池上卸下入口毛细管。
- c** 取出进样针，将针头安装在进样针转接头上。
- d** 往进样针中吸入约 1.0 ml 的校正样品。
- e** 把进样针水平放置。
- f** 卸下针头。

8 测试功能

波长校正过程

- g 给进样针装上过滤器，再把针头装上。

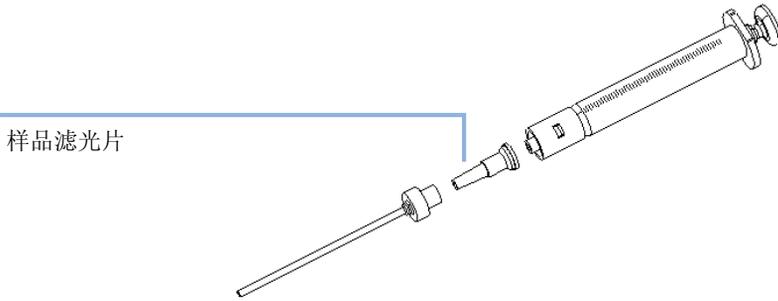


图 70 带样品过滤器的进样针

- h 抬起针尖推出约 0.5 ml 样品，将空气排出进样针并冲洗针头。
i 给针尖装上 PEEK 接头，并把二者装在流通池的入口上。

注意

切勿在没有样品过滤器的情况下注入校正样品。

- j 缓慢注入 0.2 ml 样品，等待 10 秒，再注入另外 0.1 ml 样品。这样可以保证正确填充流通池。
- 3 波长校正。
- a 在用户界面上启动 FLD 波长校正（请参见“第 172 页的图 73”）。
 - Agilent Lab Advisor: “Calibrations (校正)”
 - Agilent ChemStation: “Diagnosis (诊断) > Maintenance (维护) > FLD Calibration (FLD 校正)”
 - 手持控制器 (G4208A): “Maintenance (维护) > FLD > Calibration (校正)”

注意

如果波长校正过程失败，请参见“第 146 页的[波长校正失败](#)”。

- b 如果显示偏差，请按 “Yes（是）”（Lab Advisor）以调整为新值或按 “Adjust（调整）” 和 “OK（确定）” ChemStation，请参见下一页）。历史记录表会更新。

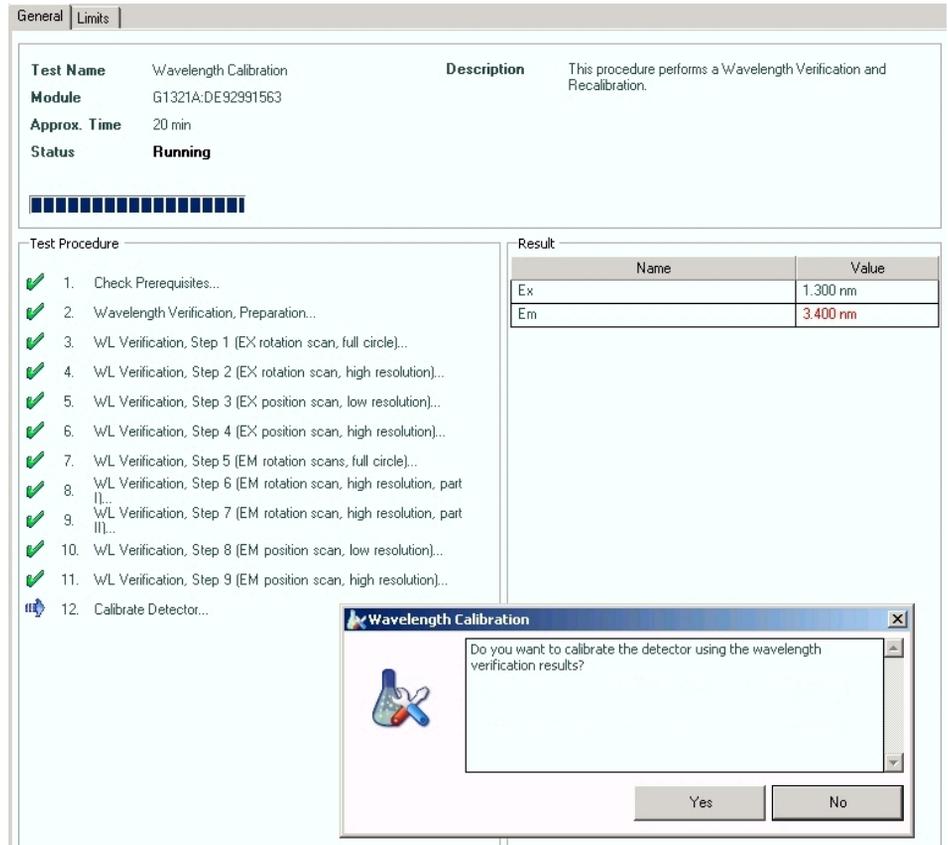


图 71 波长校正 (Agilent Lab Advisor)

8 测试功能 波长校正过程

WL Calibration History		
Date	Deviation of Excitation	Deviation of Emission
02/11/2010 12:54	0.3	-1.6
02/09/2010 12:22	0.0	0.0
02/09/2010 11:48	13.2	12.5
10/20/2009 10:41	-2.2	0.5
07/21/2009 13:41	23.2	-1.1
07/21/2009 12:22	0.1	0.1
07/21/2009 11:31	-19.7	-6.6
08/25/2006 12:05	-0.2	0.2
01/09/2006 16:02	-0.2	-0.1
01/09/2006 15:30	0.6	0.8

图 72 校正历史记录 (Agilent Lab Advisor Module Info (模块信息) 下)

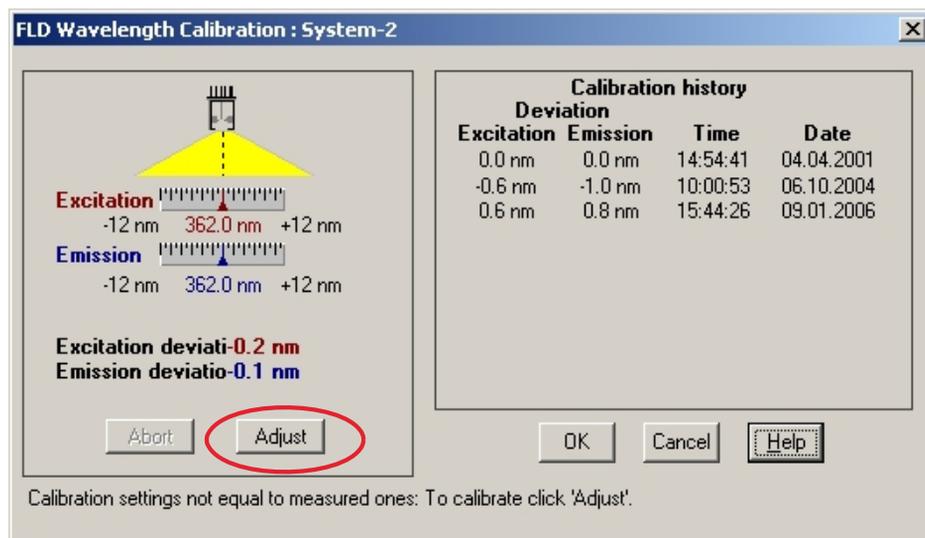


图 73 波长校正 (Agilent ChemStation)

注意

要查看历史记录表 (ChemStation), 请启动波长校正后立即终止。此时未对校正进行任何更改。

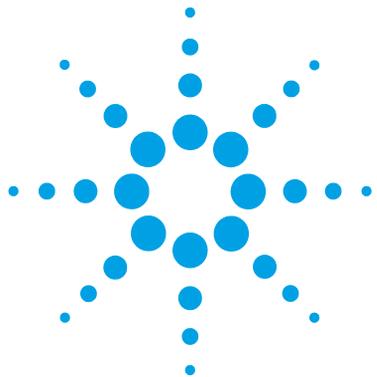
注意

以最小为 1.5 ml/min 的流速用纯水清洗流通池，来清除流通池和毛细管中的糖原。如果未经用水冲洗就应用有机溶剂，会堵塞毛细管。

- 4 使用“第 163 页的[波长准确度测试](#)”进行验证。
 - a 重新把毛细管装到流通池上。
 - b 请遵循“第 163 页的[波长准确度测试](#)”中介绍的过程。

8 测试功能

波长校正过程



9 维护

维护简介	176
警告和注意	177
维护概述	179
清洗模块	180
更换流通池	181
如何使用透明池	185
冲洗流通池	186
修复泄漏	187
更换泄漏处理系统零件	188
更换接口板	189
升级模块固件	190
测试和校正	191

本章提供有关维护检测器的一般信息。



维护简介

模块的设计便于维护。维护可在前部完成，此时模块仍在系统叠放中。

注意

模块内部没有可动的零件。

切勿打开模块。

警告和注意

警告

有毒、易燃及有害溶剂、样品及试剂

处理溶剂、样品和试剂可能会危害健康安全。

- 处理这些物质时，请严格遵循溶剂供应商提供的材料处理和安全数据表中的相应安全规程（例如，戴上护目镜、安全手套，穿上防护衣）。
 - 应将物质减至分析所需的最小量。
 - 切勿在爆炸性环境中操作仪器。
-

警告

检测器光线对眼睛有害



用肉眼直视本产品光学系统所用灯，它射出的紫外线对视力有害。

- 在卸下光学系统的灯前，始终先将其关闭。
-

警告

电击

在封盖打开的情况下，对模块执行维修作业可能会导致人身伤害（如电击危险）。

- 切勿卸下模块的盖。
 - 只有具备相应资质的人员方可对模块内部进行修理。
-

警告

人身伤害或产品损坏

对于任何完全或部分由产品使用不当，对产品进行未经授权的改动、调整或改造，未遵循安捷伦产品使用指南中的规程，或在违反适用法律、法规或规定的情况下使用产品所导致的损坏，安捷伦概不负责。

→ 只能按照安捷伦产品用户指南中介绍的方式使用相应的安捷伦产品。

小心

外部设备安全标准

→ 如果将外部设备连接至仪器，应确保只按照适用于安全设备类型的安全标准使用经过测试和许可的附件装置。

维护概述

以下几页将说明无需打开主机盖即可进行的检测器维护（简单维修）。

表 31 简单维修

过程	典型的维修频率	注释
更换流通池	如果应用中要求使用其他型号的流通池或流通池损坏。	全套组件 更换后应进行波长校正检查。 如果把流通池卸下或插入，则必须进行快速的校正检查。如未达到要求，您必须进行波长重新校正，请参见“第 160 页的 波长验证和校正 ”。
冲洗流通池	如果流通池被污染。	
漏液传感器变干	出现泄漏。	做泄漏检查。
更换泄漏处理系统	损坏或受腐蚀。	做泄漏检查。

清洗模块

为使模块外壳保持干净，应使用软布蘸少量水或温和洗涤剂的水溶液进行清洗。

警告

液体滴入模块的电子箱中可导致触电危险并损坏部件

- 清洁时，切勿使用过湿的布。
 - 打开流路的任何连接前排干所有溶剂管线。
-

更换流通池

 对于生物惰性模块，只能使用生物惰性部件！

当： 应用中需要不同类型的流通池，或流通池有问题（泄漏）。

所需的工具：

部件号	说明
	扳手，1/4 inch 用于连接毛细管
或 5043-0915	接头安装工具 用于生物惰性毛细管

所需的部件：

编号	部件号	说明
1	G1321-60005	流通池，8 µL，20 bar (pH 1 - 9.5)
1	G1321-60015	流通池，4 µL，20 bar (pH 1 - 9.5)
1	G5615-60005	生物惰性流通池，8 µL，20 bar (pH 1 - 12)，包括毛细管套件流通池 BIO（部件号 G5615-68755）
1	G1321-60007	FLD 透明池组件，8 µL，20 bar

所需的准备： 关闭流路。

小心

样品降解和仪器污染

流路中的金属部件会与样品中的生物分子产生相互作用，从而导致样品降解和污染。

- 对于生物惰性应用，应始终使用专用的生物惰性部件，可通过本手册中介绍的生物惰性符号或其他标记进行标识。
- 不要在生物惰性系统中混合使用生物惰性和非惰性模块或部件。

9 维护

更换流通池

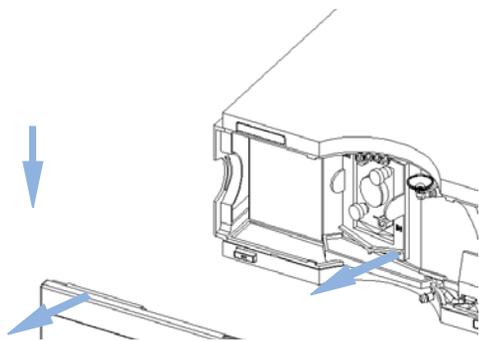
注意

切勿将流通池的入口毛细管安装到出口接头处。这样会使检测器性能下降。

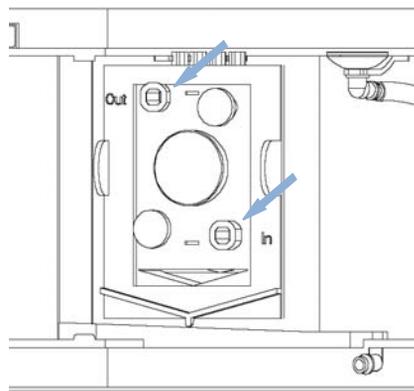
注意

如果流通池在一段时间内未使用（存放），请用异丙醇冲洗流通池并通过 堵头 - 螺钉 - 接头（0100-1259）关闭流通池。

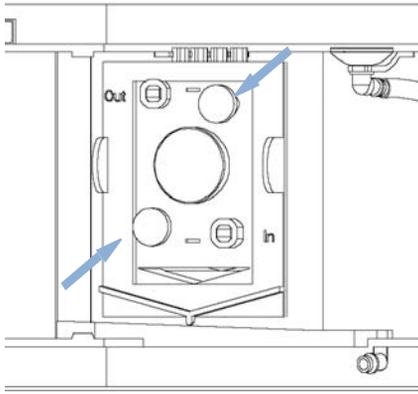
1 按下释放按钮，取下前盖，露出流通池区域。



2 从流通池上卸下毛细管。



3 卸下蝶形螺丝，从流通室中取出流通池。

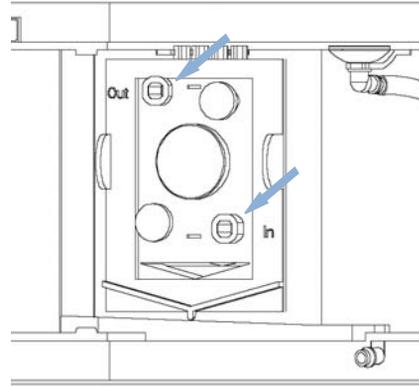


注意

流通池上附有标签，指明流通池的部件号、池体积和最大压力。流通池的型号可以自动测得。

在流通池上没有可更换的部件。如果有毛病（泄漏）就必须更换整个流通池。

4 把流通池插入室中，拧紧蝶形螺丝。重新把毛细管装到流通池上。切勿将流通池的入口毛细管安装到出口接头处。这样会使检测器性能下降或损坏。



注意

如果要在系统里添加另外一台检测器并且不是蒸发检测器（如 LC-MSD），荧光检测器必须放到流路的最后。否则所添加的检测器产生的背压会超过流通池能承受的压力，从而损坏流通池（最大承受的压力为 20 bar (2 MPa)）。

务必使用附件工具箱中提供的出口毛细管组。

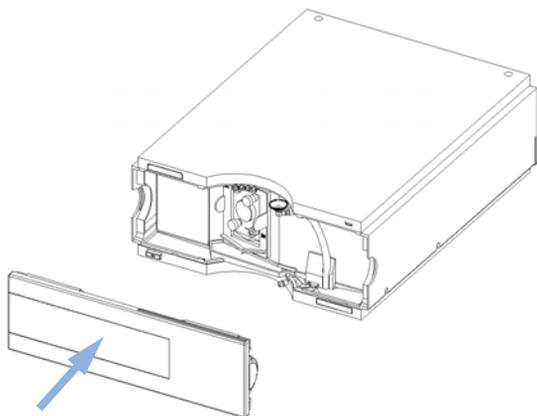
注意

要检查泄漏情况，请通入液体并观察流通池（在流通池室外面）和所有毛细管连接。

9 维护

更换流通池

5 重新装上前盖。



注意

按“第 160 页的[波长验证和校正](#)”一章所述，进行波长验证以检查流通池的位置是否正确。

如何使用透明池

透明池用于离线测量（不需要流路系统），基本上相当于一个标准流通池，只是有以下一些小的差别：

- 毛细管连接的孔径大，便于使用进样针进样。
 - 装有用于流通池自动识别系统的鉴定杆。
- 1** 装上透明池代替标准流通池。
 - 2** 在透明池出口处装上废液管。
 - 3** 使用注射器（见“第 196 页的[透明池工具箱](#)”）注入化合物。
 - 4** 设定荧光扫描的参数（在特殊的设定值下）。
 - 5** 在用户界面上选择“Take Fluorescence Scan”（进行荧光扫描）开始进行离线测量。

冲洗流通池

当： 流通池被污染

所需的工具： **说明**
玻璃进样针
接头

所需的部件： **编号 说明**
1 二次蒸馏水，硝酸（65 %），废液管

警告

硝酸的危险浓度

用硝酸进行冲洗不是针对污浊流通池的绝对可靠的补救方法。它是在更换流通池之前的最后的补救尝试。注意流通池是一种耗材项目。

→ 使用时要注意安全。

注意

流通池中的水性溶液会产生藻类。藻类会产生荧光。所以不能长时间把水性溶剂留在流通池中。加入几个百分比浓度的有机溶剂（例如，5 % 的乙腈或甲醇）。

- 1 用二次蒸馏水进行冲洗。
- 2 用玻璃注射器以硝酸（65%）进行冲洗。
- 3 把此溶液留在池中约 1 小时。
- 4 用二次蒸馏水进行冲洗。

注意

不能超过压力上限 20 bar (0.2 MPa)。

修复泄漏

当： 在流通池区域或在毛细管连接处发现泄漏

所需的工具：	部件号	说明
		纸巾
		扳手，1/4 inch 用于连接毛细管
	5043-0915	接头安装工具 用于生物惰性毛细管

- 1 打开前盖。
- 2 用薄绢擦干泄漏传感器处和漏液盘。
- 3 如需要，观察毛细管接头和流通池区域，找到泄漏点并排除它。
- 4 重新装上前盖。

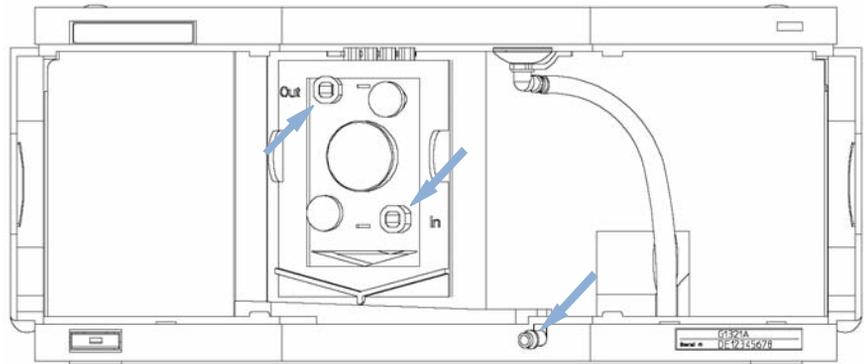


图 74 查找泄漏

更换泄漏处理系统零件

当： 部件腐蚀或破裂

所需的部件：

编号	部件号	说明
1	5041-8388	漏液漏斗
1	5041-8389	漏液漏斗支架
1	5042-9974	漏液管（需要 1.5 m，120 mm）

- 1 打开前盖。
- 2 把漏液漏斗从支架上取下。
- 3 把漏液漏斗连同漏液管拔出来。
- 4 把新的漏液漏斗连同漏液管放入原位。
- 5 把漏斗插入漏斗架中。
- 6 重新装上前盖。

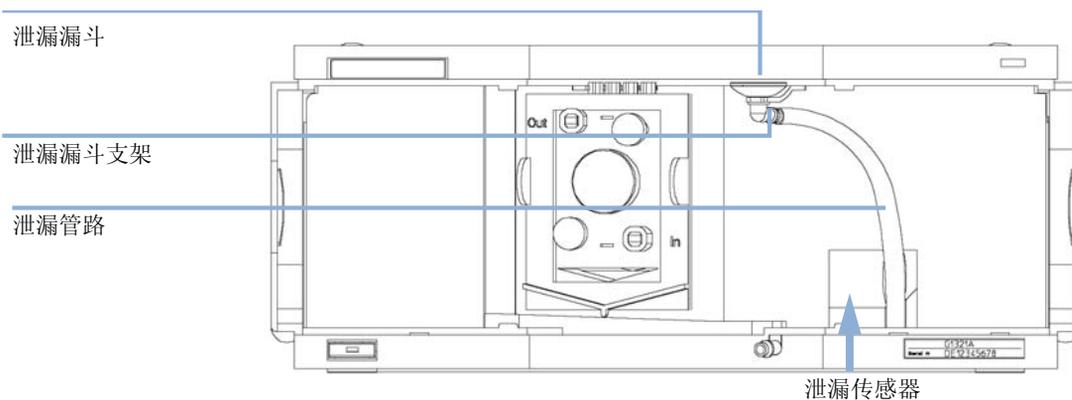


图 75 更换泄漏处理系统零件

更换接口板

当： 在检测器内部进行的各种维修或接口板的安装

所需的部件:	编号	部件号	说明
	1	G1351-68701	带外部接点和 BCD 输出的接口板 (BCD)
	1	G1369B 或 G1369-60002	接口板 (LAN)
或	1	G1369C 或 G1369-60012	接口板 (LAN)

- 1 要更换接口板，请拧开两颗螺丝，取出接口板，滑入新的接口板，然后固定接口板螺丝。

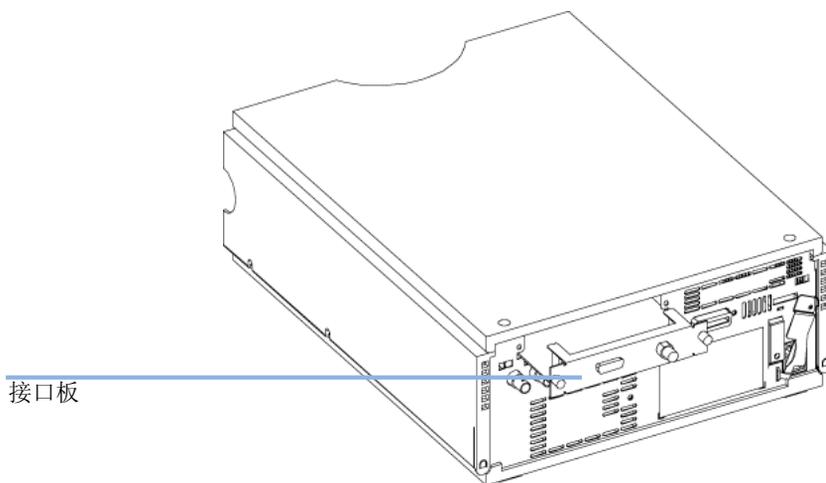


图 76 接口板的位置

升级模块固件

- 当：
- 出于以下原因，可能有必要安装新版本的固件
 - 如果新版本解决了旧版本的问题，或
 - 需要使所有系统的版本相同（经验证）。
 - 出于以下原因，可能有必要安装旧版本的固件
 - 保持所有系统（经验证）版本相同，或
 - 系统添加了固件更新的新模块，或
 - 如果第三方控制软件需要用到特殊版本。

- 所需的工具：**
- 说明**
- LAN/RS-232 固件更新工具
 - 或 安捷伦实验室监控与诊断软件
 - 或 手持控制器 G4208A
(仅在受模块支持的情况下有效)

- 所需的部件：**
- | 编号 | 说明 |
|----|--------------------|
| 1 | 从安捷伦网站获取固件、工具和说明文档 |

- 所需的准备：** 请阅读固件升级工具提供的升级文档。

要升级 / 降级模块的固件，请执行以下步骤：

- 1 从 Agilent 网站下载所需模块的固件，最新的 LAN/RS-232 FW 更新工具以及说明文档。
 - http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761
- 2 要将固件加载到模块，请按照文档中的说明进行操作。

模块的特定信息

该模块无特定信息。

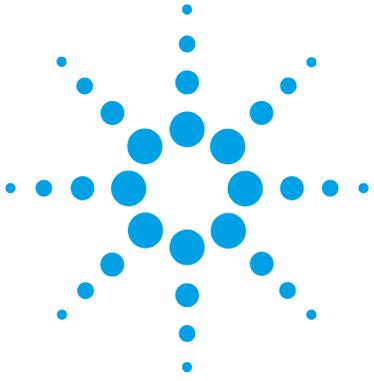
测试和校正

对灯和流通池进行维护后需要进行下列测试：

- “第 152 页的[灯强度测试](#)”。
- “第 160 页的[波长验证和校正](#)”

9 维护

测试和校正



10 维护的零件

维护零件概述	194
透明池工具箱	196
附件工具箱	197

本章介绍了有关零件维护的信息。



维护零件概述

部件号	说明
G1321-60005	流通池, 8 μ L, 20 bar (pH 1 - 9.5)
或 G1321-60015	流通池, 4 μ L, 20 bar (pH 1 - 9.5) 需要一根 0.12 mm 内径的毛细管 (例如部件号 G1316-87318, 长 300 mm 的毛细管), 部分毛细管工具箱需要 0.12 mm 内径的毛细管 (部件号 G1316-68716)。
或 G5615-60005	生物惰性流通池, 8 μ L, 20 bar (pH 1 - 12), 包括毛细管套件流通池 BIO (部件号 G5615-68755)
G5615-68755	毛细管工具箱流通池 BIO 包括毛细管 PK 0.18 mm x 1.5 m 和每包 10 个的 PEEK 接头 (部件号 5063-6591)
G1321-60007	FLD 透明池组件, 8 μ L, 20 bar
9301-0407	针头
9301-1446	进样针
5067-4691	DAD/VWD/FLD (1260/1290) 前面板
5041-8388	漏液漏斗
5041-8389	漏液漏斗
5041-8387	管夹
5062-2463	波纹管, PP, 内径 6.5 mm, 5 m
5062-2462	管 PTFE 0.8 mm x 2 m, 再订购 5 m
5181-1516	CAN 电缆, 安捷伦模块与模块连接, 0.5 m
5181-1519	CAN 电缆, 安捷伦模块与模块连接, 1 m
G1369B 或 G1369-60002	接口板 (LAN)
5023-0203	屏蔽型交叉网络电缆, 3 m (用于点对点的连接)

部件号	说明
5023-0202	屏蔽型对绞网络电缆，7 m（用于点对点的连接）
01046-60105	安捷伦模块与通用端（模拟）连接
G1351-68701	带外部接点和 BCD 输出的接口板（BCD）

波长校正用零件，请参见“第 197 页的[标准附件工具箱](#)”。

透明池工具箱

部件号	说明
G1321-60007	FLD 透明池工具箱, 8 μ L, 20 bar 包括:
5062-2462	管 PTFE 0.8 mm x 2 m, 再订购 5 m
79814-22406	ST 接头
0100-0043	ST 前端密封垫圈
0100-0044	ST 后端密封垫圈
0100-1516	PEEK 公接头 (每包 2 个)
9301-0407	针头
9301-1446	进样针

附件工具箱

标准附件工具箱

附件工具箱 (G1321-68755) 包括一些检测器安装和维修 / 校正所必需的附件和工具。

编号	部件号	说明
1	5062-2462	管 PTFE 0.8 mm x 2 m, 再订购 5 m
2	0100-1516	PEEK 公接头 (每包 2 个)
3	G1315-87311	毛细管 ST 0.17 mm x 380 mm S/S 色谱柱到检测器 (包括 ST 前端密封垫圈、ST 后端密封垫圈和 ST 接头)
4	0100-0043	ST 前端密封垫圈
5	0100-0044	ST 后端密封垫圈
6	79814-22406	ST 接头

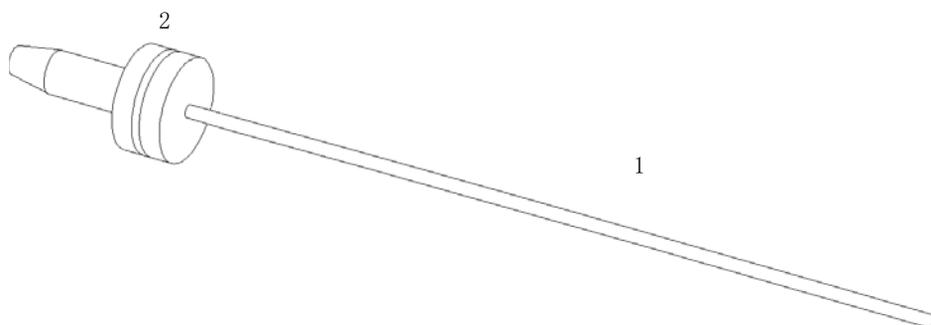


图 77 废液管零件

10 维护的零件 附件工具箱

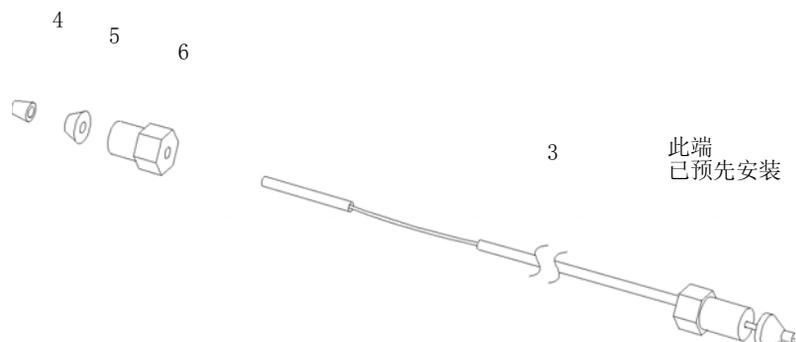
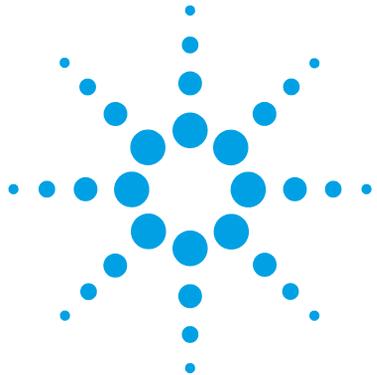


图 78 入口毛细管（色谱柱 - 检测器）部件

毛细管工具箱流通池 B10

毛细管工具箱流通池 B10 包括毛细管 PK 0.18 mm x 1.5 m 和每包 10 个的 PEEK 接头（部件号 5063-6591）(G5615-68755) 包括：

部件号	说明
0890-1763	毛细管 PK 0.18 mm x 1.5 m
5063-6591	PEEK 接头，每包 10 个



11 识别电缆

电缆概述	200
模拟信号电缆	202
遥控电缆	204
BCD 电缆	207
CAN/LAN 电缆	209
外接电缆	210
与计算机相连的 Agilent 模块	211

本章提供有关 Agilent 1200 Infinity 系列模块所使用的电缆的信息。



电缆概述

注意

为保证功能正常及符合安全规定或 EMC 规定，切勿使用不是由安捷伦科技提供的电缆。

模拟信号电缆

部件号	说明
35900-60750	安捷伦模块与 3394/6 积分仪连接
35900-60750	Agilent 35900A A/D 转换器
01046-60105	模拟信号电缆（BNC 至通用端，扁形接线板）

遥控电缆

部件号	说明
03394-60600	安捷伦模块与 3396A 系列 I 积分仪连接 3396 系列 II/3395A 积分仪，有关详细信息，请参阅一节“第 204 页的 遥控电缆 ”
03396-61010	安捷伦模块与 3396 系列 III/3395B 积分仪连接
5061-3378	遥控电缆
01046-60201	安捷伦模块与通用端连接

BCD 电缆

部件号	说明
03396-60560	安捷伦模块与 3396 积分仪连接
G1351-81600	安捷伦模块与通用端连接

CAN 电缆

部件号	说明
5181-1516	CAN 电缆，安捷伦模块与模块连接，0.5 m
5181-1519	CAN 电缆，安捷伦模块与模块连接，1 m

LAN 电缆

部件号	说明
5023-0203	屏蔽型交叉网络电缆，3 m（用于点对点的连接）
5023-0202	屏蔽型对绞网络电缆，7 m（用于点对点的连接）

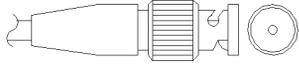
RS-232 电缆

部件号	说明
G1530-60600	RS-232 电缆，2 m
RS232-61601	RS-232 电缆，2.5 m 仪器与计算机连接，9 对 9 针（母接头）。此电缆的输出针很特殊，与连接的打印机和绘图仪不兼容。它也称为“虚拟调制解调器电缆”，信号交换完全，在针 1-1、2-3、3-2、4-6、5-5、6-4、7-8、8-7 和 9-9 之间进行线路连接。
5181-1561	RS-232 电缆，8 m

11 识别电缆

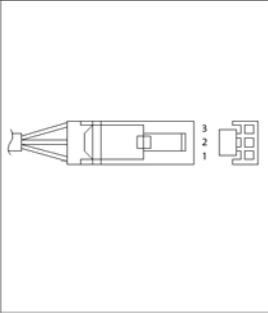
模拟信号电缆

模拟信号电缆

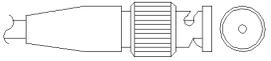


这种电缆一端为 BNC 接头，用于连接至安捷伦模块。另一端取决于要连接的仪器。

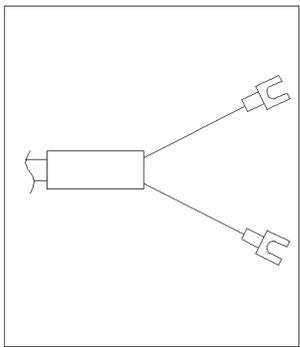
安捷伦模块与 3394/6 积分仪连接

部件号 35900-60750	针 3394/6	安捷伦模块针	信号名称
	1		未连接
	2	屏蔽	模拟信号 -
	3	中心	模拟信号 +

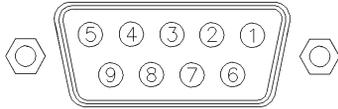
安捷伦模块与 BNC 接头连接

部件号 8120-1840	针 BNC	安捷伦模块针	信号名称
	屏蔽	屏蔽	模拟信号 -
	中心	中心	模拟信号 +

安捷伦模块与通用端连接

部件号 01046-60105	针	安捷伦模块针	信号名称
	1		未连接
	2	黑色	模拟信号 -
	3	红色	模拟信号 +

遥控电缆



这类电缆一端为安捷伦科技公司 APG（分析仪器部）遥控接头，用于连接至安捷伦模块。另一端取决于要连接的仪器。

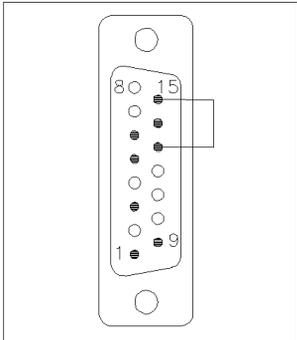
安捷伦模块与 3396A 积分仪连接

部件号 03394-60600	针 3396A	安捷伦模块针	信号名称	激活 (TTL)
	9	1 - 白色	数字接地	
	NC	2 - 褐色	准备运行	低
	3	3 - 灰色	开始	低
	NC	4 - 蓝色	关机	低
	NC	5 - 粉红色	未连接	
	NC	6 - 黄色	通电	高
	5, 14	7 - 红色	就绪	高
	1	8 - 绿色	停止	低
	NC	9 - 黑色	开始请求	低
	13, 15		未连接	

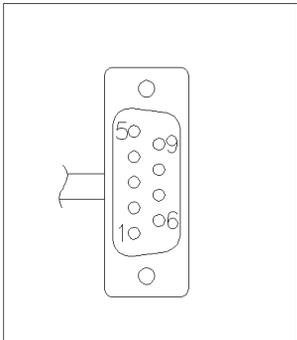
安捷伦模块与 3396 系列 II/3395A 积分仪连接

使用安捷伦模块与 3396A 系列 I 积分仪连接 (03394-60600) 电缆并在积分仪一测切掉 5 号针。否则积分仪将打印“START; not ready”。

安捷伦模块与 3396 系列 III/3395B 积分仪连接

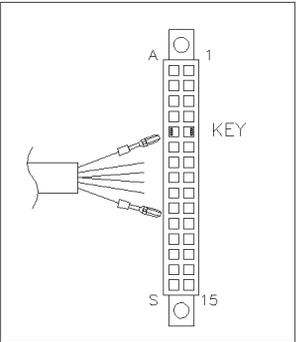
部件号 03396-61010	针 33XX	安捷伦模块针	信号名称	激活 (TTL)
	9	1 - 白色	数字接地	
	NC	2 - 褐色	准备运行	低
	3	3 - 灰色	开始	低
	NC	4 - 蓝色	关机	低
	NC	5 - 粉红色	未连接	
	NC	6 - 黄色	通电	高
	14	7 - 红色	就绪	高
	4	8 - 绿色	停止	低
	NC	9 - 黑色	开始请求	低
	13, 15		未连接	

安捷伦模块与 Agilent 35900 A/D 转换器连接

部件号 5061-3378	针 35900 A/D	安捷伦模块针	信号名称	激活 (TTL)
	1 - 白色	1 - 白色	数字接地	
	2 - 褐色	2 - 褐色	准备运行	低
	3 - 灰色	3 - 灰色	开始	低
	4 - 蓝色	4 - 蓝色	关机	低
	5 - 粉红色	5 - 粉红色	未连接	
	6 - 黄色	6 - 黄色	通电	高
	7 - 红色	7 - 红色	就绪	高
	8 - 绿色	8 - 绿色	停止	低
	9 - 黑色	9 - 黑色	开始请求	低

11 识别电缆 遥控电缆

安捷伦模块与通用端连接

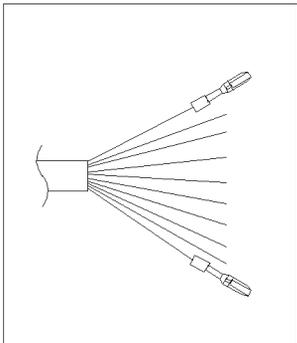
部件号 01046-60201	导线的颜色	安捷伦模块 针	信号名称	激活 (TTL)
	白色	1	数字接地	
	褐色	2	准备运行	低
	灰色	3	开始	低
	蓝色	4	关机	低
	粉红色	5	未连接	
	黄色	6	通电	高
	红色	7	就绪	高
	绿色	8	停止	低
	黑色	9	开始请求	低

BCD 电缆

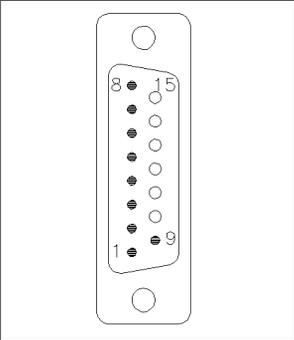


这类电缆的一端提供 15 针 BCD 连接器，用于连接至安捷伦模块。另一端取决于要连接的仪器

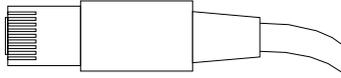
安捷伦模块与通用端连接

部件号 G1351-81600	导线的颜色	安捷伦模块针	信号名称	BCD 数字
	绿色	1	BCD 5	20
	紫色	2	BCD 7	80
	蓝色	3	BCD 6	40
	黄色	4	BCD 4	10
	黑色	5	BCD 0	1
	橙色	6	BCD 3	8
	红色	7	BCD 2	4
	褐色	8	BCD 1	2
	灰色	9	数字接地	灰色
	灰色 / 粉红色	10	BCD 11	800
	红色 / 蓝色	11	BCD 10	400
	白色 / 绿色	12	BCD 9	200
	褐色 / 绿色	13	BCD 8	100
	未连接	14		
	未连接	15	+ 5 V	低

安捷伦模块与 3396 积分仪连接

部件号 03396-60560	针 3396	安捷伦模块 针	信号名称	BCD 数 字
	1	1	BCD 5	20
	2	2	BCD 7	80
	3	3	BCD 6	40
	4	4	BCD 4	10
	5	5	BCD0	1
	6	6	BCD 3	8
	7	7	BCD 2	4
	8	8	BCD 1	2
	9	9	数字接地	
	NC	15	+ 5 V	低

CAN/LAN 电缆



此电缆两端均提供了一个标准插头，用于连接至安捷伦模块的 CAN 或 LAN 接头。

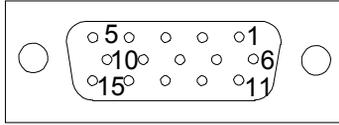
CAN 电缆

部件号	说明
5181-1516	CAN 电缆，安捷伦模块与模块连接，0.5 m
5181-1519	CAN 电缆，安捷伦模块与模块连接，1 m

LAN 电缆

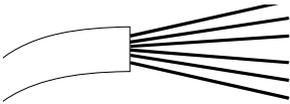
部件号	说明
5023-0203	屏蔽型交叉网络电缆，3 m（用于点对点的连接）
5023-0202	屏蔽型对绞网络电缆，7 m（用于点对点的连接）

外接电缆



该电缆的一端是与安捷伦模块的接口板相连接的 15 针的插头。另一端可通用。

安捷伦模块接口板与通用端连接

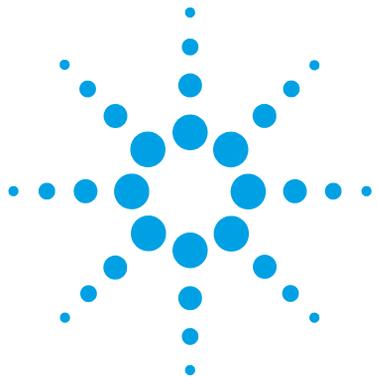
部件号 G1103-61611	颜色	安捷伦模块针	信号名称
	白色	1	EXT 1
	褐色	2	EXT 1
	绿色	3	EXT 2
	黄色	4	EXT 2
	灰色	5	EXT 3
	粉红色	6	EXT 3
	蓝色	7	EXT 4
	红色	8	EXT 4
	黑色	9	未连接
	紫色	10	未连接
	灰色 / 粉红色	11	未连接
	红色 / 蓝色	12	未连接
	白色 / 绿色	13	未连接
	褐色 / 绿色	14	未连接
	白色 / 黄色	15	未连接

与计算机相连的 Agilent 模块

部件号	说明
G1530-60600	RS-232 电缆， 2 m
RS232-61601	RS-232 电缆， 2.5 m 仪器与计算机连接， 9 对 9 针（母接头）。此电缆的输出针很特殊，与连接的打印机和绘图仪不兼容。它称为“虚拟调制解调器电缆”，信号交换完全，在针 1-1、2-3、3-2、4-6、5-5、6-4、7-8、8-7 和 9-9 之间进行线路连接。
5181-1561	RS-232 电缆， 8 m

11 识别电缆

与计算机相连的 Agilent 模块



12 硬件信息

固件说明	214
可选接口板	217
电路连接	221
模块后视图	222
序列号信息	223
接口	224
接口概述	228
设置 8 位配置开关（不带板载 LAN）	232
RS-232C 的通信设置	233
特殊设置	235
早期维护反馈	236
仪器布局	237

本章从硬件和电子仪器方面详细介绍检测器。



固件说明

仪器固件由两个独立的部分组成：

- 不是仪器特有的部分，叫做**驻留部分**
- 是仪器特有的部分，叫做**主系统**

驻留系统

固件的驻留系统对于所有 Agilent 1100/1200/1220/1260/1290 系列模块是相同的。其特点是：

- 完善的通讯能力（CAN、LAN 和 RS-232C）
- 存储器管理
- 可更新“主系统”固件

主系统

其特点是：

- 完善的通讯能力（CAN、LAN 和 RS-232C）
- 存储器管理
- 可更新“驻留系统”固件

此外，主系统包含各种仪器功能，它们可分为通用功能，如

- 通过 APG 遥控接口进行同步运行，
- 故障处理，
- 诊断功能，
- 或特定于模块的功能，如
 - 内部事件如灯的控制、滤光片的移动。
 - 原始数据采集和对吸光度的转换。

固件更新

可用于固件更新的工具：

- 固件更新工具
- 支持 USB 闪存驱动器文件的手持控制器 (G4208A)
- 安捷伦实验室监控与诊断软件 B.01.03 和更高版本

文件命名惯例是：

PPPP_RVVV_XXX.d1b，其中

PPPP 是指产品编号，例如，G1315A/B DAD 的 1315AB，

R 是指固件版本，例如 G1315B 的 A 或 G1315C DAD 的 B。

VVV 是指版本号，例如，102 是指版本 1.02，

XXX 是指固件的编译版本号

有关固件更新的说明，请参见章节《维护》中的**更换固件**部分，或者使用**固件更新工具**附带的文档。

注意

主系统的更新只能在驻留系统中进行。驻留系统的更新只能在主系统中进行。
主固件和驻留固件必须来自同一版本集。

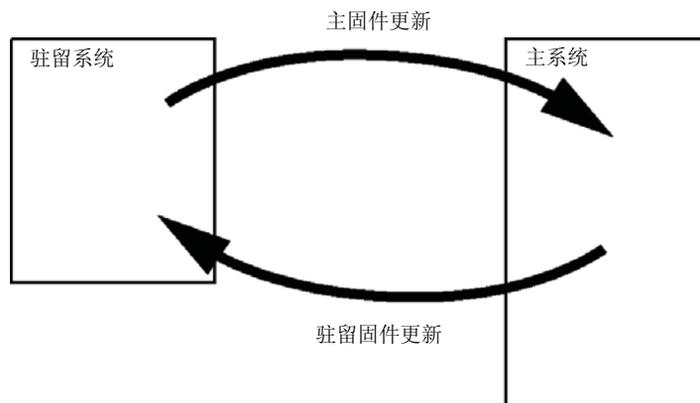


图 79 固件更新机制

注意

某些模块由于主板版本或初始固件版本的原因而在降级方面受到限制。例如，G1315C DAD SL 无法降至固件版本 B.01.02 以下或者 A.xx.xx。

某些模块可以重新命名（例如从 G1314C 到 G1314B），从而可在特定的控制软件环境中操作。在这种情况下，将使用目标类型的硬件功能，而原先的硬件功能将被丢失。在恢复原来模块的类型后（例如从 G1314B 到 G1314C），原先的功能将重新可用。

固件更新工具附带的文件中介绍了所有这些特定信息。

Agilent 网站中提供了固件更新工具、固件和文档。

- http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761

可选接口板

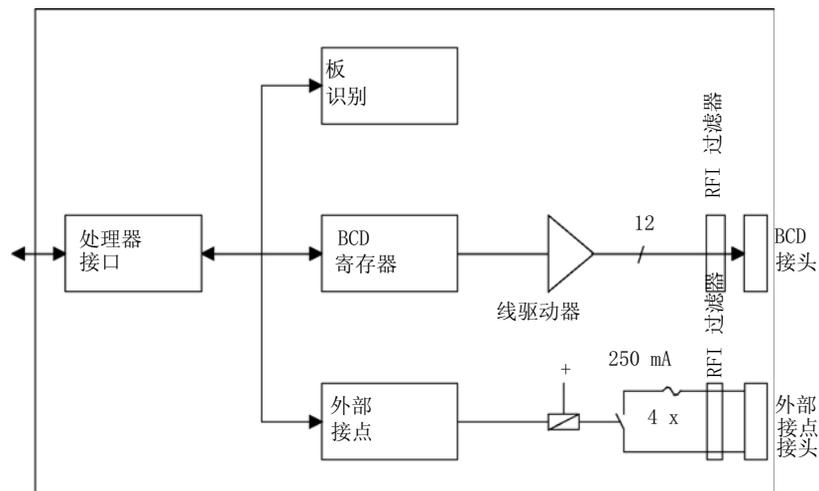
BCD/ 外部接点板

Agilent 1200 Infinity 系列模块有一个可选的板插槽，可向模块添加接口板。有些模块没有这样的接口插槽。有关详细信息，请参阅“第 224 页的接口”。

可选接口板

部件号	说明
G1351-68701	带外部接点和 BCD 输出的接口板 (BCD)
2110-0004	保险丝，用于 BCD 板，250 mA

BCD 板为 Agilent 1200 系列自动进样器的样品瓶编号提供了 BCD 输出和 4 个外部接点。外部接点闭合接点是继电器接点。最大的设置是：30 V(AC/DC)；250 mA（保险丝）。



12 硬件信息

可选接口板

有数种用于连接 BCD 输出的通用电缆，请参阅“第 207 页的 BCD 电缆”和外部输出，并请参阅外部设备的“第 210 页的外接电缆”。

表 32 详细的接头布局 (1200)

针	信号名称	BCD 数字
1	BCD 5	20
2	BCD 7	80
3	BCD 6	40
4	BCD 4	10
5	BCD 0	1
6	BCD 3	8
7	BCD 2	4
8	BCD 1	2
9	数字接地	
10	BCD 11	800
11	BCD 10	400
12	BCD 9	200
13	BCD 8	100
15	+5V	低

LAN 通讯接口板

Agilent 模块有一个可选的接口板插槽，可以为模块增加一个接口板。有些模块没有这样的接口插槽。有关详细信息，请参阅“第 224 页的[接口](#)”。

	部件号	说明
	G1369B 或 G1369-60002	接口板 (LAN)
或	G1369C 或 G1369-60012	接口板 (LAN)

注意

每个 Agilent 1260 Infinity 仪器都需要一个板。建议将 LAN 板添加到数据速率最高的检测器。

注意

有关 G1369 LAN 通讯接口卡的配置，请参阅其文档。

以下卡可以和 Agilent 1260 Infinity 模块一起使用。

表 33 LAN 板

类型	供应商	支持的网络
接口板 (LAN) (G1369B 或 G1369-60002) 或 接口板 (LAN) (G1369C 或 G1369-60012)	Agilent Technologies	快速以太网，以太网 /802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) (建议重新订购)
LAN 通讯接口板 (G1369A 或 G1369-60001)	Agilent Technologies	快速以太网，以太网 /802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) (过时)
J4106A ¹	Hewlett Packard	以太网 /802.3, RJ-45 (10Base-T)

12 硬件信息

可选接口板

表 33 LAN 板

类型	供应商	支持的网络
J4105A ¹	Hewlett Packard	令牌环 /802.5, DB9, RJ-45 (10Base-T)
J4100A ¹	Hewlett Packard	快速以太网, 以太网 /802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) + BNC (10Base2)

¹ 这些卡不能再订购。这些 Hewlett Packard JetDirect 卡的最低固件版本为 A.05.05。

推荐使用的 LAN 电缆

部件号	说明
5023-0203	屏蔽型交叉网络电缆, 3 m (用于点对点的连接)
5023-0202	屏蔽型对绞网络电缆, 7 m (用于点对点的连接)

电路连接

- CAN 总线是可高速传输数据的串行总线。CAN 总线的两个接头可用于内部模块数据传输和同步。
- 有两个独立的模拟信号输出，向积分仪或数据处理传送信号。
- 接口板插槽用于外部接点、BCD 瓶号输出或 LAN 连接。
- 如果您要使用诸如启动、停止、正常关机和准备等功能，可将遥控接头与安捷伦科技的其他分析仪器结合使用。
- 借助适当的软件，可利用 RS-232C 接头通过 RS-232C 连接实现计算机对模块的控制。此接头将被激活，并可以使用配置开关对其进行配置。
- 电源输入插座可承受的线路电压 $100 - 240 \text{ VAC} \pm 10\%$ ，线路频率为 50 或 60 Hz。最大功耗因模块而异。因为电源供应系统有较大的适应力，在模块中没有安装电压选择器。由于电源内部装有自动电子保险丝，因此没有外接保险丝。

注意

为保证功能正常及符合安全规定或 EMC 规定，请确保使用的是由安捷伦科技提供的电缆。

序列号信息

1260 Infinity 的序列号信息

仪器标签上的序列号信息提供以下信息：

CCXZZ00000	格式
CC	生产国家 / 地区 <ul style="list-style-type: none"> • DE = 德国 • JP = 日本 • CN = 中国
X	字母字符 A-Z（用于生产）
ZZ	字母数字编码 0-9, A-Z, 每个组合明确表示一个模块（同一模块可能有多个编码）
00000	序列号

1200 系列和 1290 Infinity 的序列号信息

仪器标签上的序列号信息提供以下信息：

CCYWWSSSSS	格式
CC	生产国家 / 地区 <ul style="list-style-type: none"> • DE = 德国 • JP = 日本 • CN = 中国
YWW	最后一次主要生产更改的年份和周，例如 820 可能是 1998 或 2008 年的第 20 周
SSSSS	实际序列号

接口

Agilent 1200 Infinity 系列模块提供以下接口：

表 34 Agilent 1200 Infinity 系列接口

模块	CAN	LAN/BCD (可选)	LAN (板载)	RS-232	模拟 信号	APG 远程	专用
泵							
G1310B 单元泵 G1311B 四元泵 G1311C VL 型四元 泵 G1312B 二元泵 K1312B 临床版二 元泵 G1312C VL 型二元 泵 1376A 毛细管泵 G2226A 纳米泵 G5611A 生物惰性 四元泵	2	是	否	是	1	是	
G4220A/B 二元泵 G4204A 四元泵	2	否	是	是	否	是	CAN 直流输出（用 于从属的 CAN）
G1361A 制备泵	2	是	否	是	否	是	CAN 直流输出（用 于从属的 CAN）
进样器							
G1329B 自动进样 器 G2260A 制备自动 进样器	2	是	否	是	否	是	用于 G1330B/K1330B 的 恒温器

表 34 Agilent 1200 Infinity 系列接口

模块	CAN	LAN/BCD (可选)	LAN (板载)	RS-232	模拟 信号	APG 远程	专用
G1364B FC-PS G1364C FC-AS G1364D FC-mS G1367E 高性能自动进样器 K1367E 临床版高性能自动进样器 G1377A 高性能微量自动进样器 G2258A DL 自动进样器 G5664A 生物惰性 FC-AS G5667A 生物惰性自动进样器	2	是	否	是	否	是	用于 G1330B/K1330B 的恒温器 CAN 直流输出 (用于从属的 CAN)
G4226A 自动进样器	2	是	否	是	否	是	
检测器							
G1314B VL 型可变波长检测器 G1314C VL+ 型可变波长检测器	2	是	否	是	1	是	
G1314E/F 可变波长检测器 K1314F 临床版	2	否	是	是	1	是	
G4212A/B 二极管阵列检测器 K4212B 临床版二极管阵列检测器	2	否	是	是	1	是	

12 硬件信息

接口

表 34 Agilent 1200 Infinity 系列接口

模块	CAN	LAN/BCD (可选)	LAN (板载)	RS-232	模拟 信号	APG 远程	专用
G1315C VL+ 型二 极管阵列检测器 G1365C 多波长检 测器 G1315D VL 型二极 管阵列检测器 G1365D VL 型多波 长检测器	2	否	是	是	2	是	
G1321B 荧光检测 器 K1321B 临床版荧 光检测器	2	是	否	是	2	是	
G1362A 示差折光 检测器	2	是	否	是	1	是	
G4280A 蒸发光散 射检测器	否	否	否	是	是	是	EXT 连接 自动归零
其他							
G1170A 阀驱动装 置	2	否	否	否	否	否	1
G1316A/C TCC K1316C 临床版 TCC	2	否	否	是	否	是	
G1322A 脱气机 K1322A 临床版脱 气机	否	否	否	否	否	是	辅助
G1379B 脱气机	否	否	否	是	否	是	
G4225A 脱气机 K4225A 临床版脱 气机	否	否	否	是	否	是	

表 34 Agilent 1200 Infinity 系列接口

模块	CAN	LAN/BCD (可选)	LAN (板载)	RS-232	模拟 信号	APG 远程	专用
G4227A Flex Cube	2	否	否	否	否	否	CAN 直流输出 (用于从属的 CAN) 1
G4240A 芯片箱	2	是	否	是	否	是	CAN 直流输出 (用于从属的 CAN) 用于 G1330A/B 的恒温器 (未使用), K1330B

¹ 需要一个具有板载 LAN (例如, 固件版本至少为 B.06.40 或 C.06.40 的 G4212A 或 G4220A) 或附加 G1369C LAN 卡的主机模块

注意

检测器 (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) 是通过 LAN 进行控制的首选接入点。模块间的通讯是通过 CAN 实现的。

- CAN 接头可作为其他模块的接口
- LAN 接头可作为控制软件的接口
- RS-232C 可作为计算机的接口
- 远程接头可作为其他安捷伦产品的接口
- 模拟输出接头用作信号输出

接口概述

CAN

CAN 是模块之间进行通讯的接口。它是一个双线串行总线系统，能满足高速数据通讯和实时传输的要求。

LAN

本模块或具有 LAN 卡接口插槽（如 Agilent G1369B/C LAN 接口），或具有板载 LAN 接口（如 G1315C/D DAD 和 G1365C/D MWD 检测器）。该接口允许通过安装有相应控制软件的计算机来控制模块 / 系统。某些模块既没有板载 LAN，也没有 LAN 卡接口插槽（如 G1170A 阀驱动器或 G4227A Flex Cube）。这些均为受托管模块，需要配备固件版本 B.06.40 或更高版本的主机模块，或配备额外的 G1369C LAN 卡的主机模块。

注意

如果系统中有安捷伦检测器（DAD/MWD/FLD/VWD/RID），则必须将 LAN 连接至 DAD/MWD/FLD/VWD/RID（由于数据负载量较大）。如果系统中没有安捷伦检测器，则应将 LAN 接口安装在泵或自动进样器中。

RS-232C（串行）

RS-232C 连接器是计算机通过 S-232C 连接器并使用相应软件来控制泵。可通过模块背部的配置开关模块对该接头进行配置。请参见《RS-232C 的通讯设置》。

注意

使用板载 LAN 无法对主板进行配置。这些主板预先配置为

- 19200 波特，
- 无奇偶性的 8 位数据，并且
- 始终使用一个开始位和一个结束位（不可选择）。

RS-232C 设计成 DCE（数据通讯设备），含有一个 9 针 SUB-D 型公接头。各个针的定义如下：

表 35 RS-232C 连接表

针	方向	功能
1	进	DCD
2	进	RxD
3	出	TxD
4	出	DTR
5		接地
6	进	DSR
7	出	RTS
8	进	CTS
9	进	RI

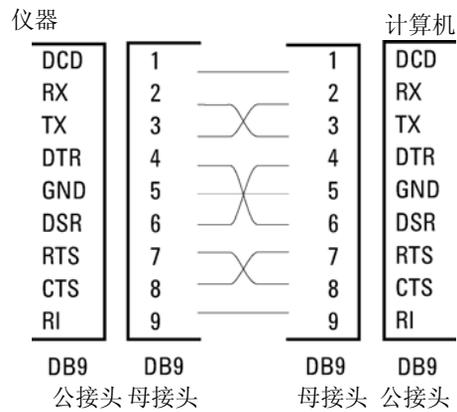


图 81 RS-232 电缆

模拟信号输出

模拟信号输出可用于记录设备。有关详细信息，请参阅模块的主板说明。

APG 遥控

如果您想使用一些常用功能（如关闭，准备等），可将 APG 遥控接头与其他 Agilent Technologies 的分析仪器结合使用。

远程控制可以轻松将各单个仪器或系统连接起来，以确保能够进行符合简单耦合要求的协同分析。

使用超小型 D 接头。该模块配有一个远程输入 / 输出接头（有线或技术）。

在一个分布式分析系统中，采用了一条专线来“关闭”系统中的关键部件，以便在任一部件中检测到严重故障时能最大限度地保证安全。为检测所有运行模块是否接通或正常供电，采用了一条专线以概览所有连接模块的“通电”状态。分析控制通过下一次分析的信号准备“就绪”，后接运行“开始”和相应线路上触发的可选运行“停止”来维护。此外，也可以发出“准备”和“开始请求”信号。信号等级定义如下：

- 标准 TTL 级（0 V 表示逻辑为真，+ 5.0 V 表示伪），
- 扇出为 10，
- 输入负载为 2.2 k Ω （针对 + 5.0 V），
- 输出为集电极开路型，输入 / 输出（有线或技术）。

注意

所有通用 TTL 电路都在 5 V 电源电压下工作。当电压介于 0 V 与 0.8 V 之间时，TTL 信号定义为“低”或 L，当电压介于 2.0 V 与 5.0 V 之间时，TTL 信号定义为“高”或 H（相对于接地端）。

表 36 远程信号的分布

针	信号	说明
1	DGND	数字接地
2	准备	(L) 要求进行分析准备（例如，校准、打开检测器灯）。接收者 is 任何执行预分析准备活动的模块。
3	开始	(L) 要求开始运行 / 时间表。接收器是任何执行运行时控制活动的模块。
4	关机	(L) 系统出现严重故障（例如，泄漏：关闭泵）。接收器是任何能够降低安全风险的模块。
5		未使用
6	通电	(H) 连接到系统上的所有模块都已通电。接收器是任何依赖于其他模块操作的模块。
7	就绪	(H) 系统已做好下次分析准备。接收器是任何序列控制器。
8	停止	(L) 要求尽快达到系统就绪状态（例如，停止运行、中止或完成和停止进样）。接收器是任何执行运行时控制活动的模块。
9	开始请求	(L) 要求开始进样循环（例如，按下模块上的启动键）。接收器是自动进样器。

专用接口

该模块无特定接口。

12 硬件信息

设置 8 位配置开关（不带板载 LAN）

设置 8 位配置开关（不带板载 LAN）

8 位配置开关位于模块后端。

该模块没有自己的板载 LAN 接口。可通过另一个模块的 LAN 接口和该模块的 CAN 连接控制。

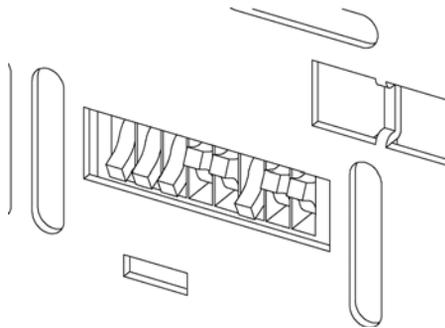


图 82 配置开关（设置取决于所配置的模式）

对于所有不带板载 LAN 的模块：

- 缺省设置为所有 DIP 都关闭（最佳设置）
 - LAN 的 Bootp 模式及
 - 19200 波特，无奇偶性 8 数据位 /1 结束位，用于 RS-232。
- DIP 1 DOWN, DIP 2 UP 时，可对 RS-232 进行特殊设置
- 对于启动 / 测试模式，必须将 DIPS 1+2 设置为 UP（打开）及所需模式

注意

对于正常操作，请使用默认（最佳）设置。

开关设置可以提供串行通讯协议和仪器专用初始化过程的配置参数。

注意

在 Agilent 1260 Infinity 中，已取消所有 GPIB 接口。首选通讯方式为 LAN。

注意

下表表示不带板载 LAN 模块的配置开关设置。

表 37 8 位配置开关（无板载 LAN）

模式选择	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	波特率			数据位	奇偶性	
保留	1	0	保留					
测试 / 启动	1	1	RSVD	SYS		RSVD	RSVD	FC

注意

LAN 设置是在 LAN 接口卡 G1369B/C 上完成的。请参见该卡附带的文档。

RS-232C 的通信设置

用于本柱温箱的通讯协议仅支持硬件信号交换（CTS/RTR）。

开关 1 向下和开关 2 向上表示 RS-232C 参数将更改。在完成参数更改后，必须重新启动柱温箱以将这些值存储到非易失性存储器中。

表 38 RS-232C 通讯的通讯设置（不带板载 LAN）

模式选择	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	波特率			数据位	奇偶性	

使用下表来选择要用于 RS-232C 通讯的设置。数字 0 表示开关向下，数字 1 表示开关向上。

12 硬件信息

设置 8 位配置开关（不带板载 LAN）

表 39 波特率设置（不带板载 LAN）

开关			波特率	开关			波特率
3	4	5		3	4	5	
0	0	0	9600	1	0	0	9600
0	0	1	1200	1	0	1	14400
0	1	0	2400	1	1	0	19200
0	1	1	4800	1	1	1	38400

表 40 数据位设置（不带板载 LAN）

开关 6	数据字长
0	7 位通讯
1	8 位通讯

表 41 奇偶性设置（不带板载 LAN）

开关		奇偶性
7	8	
0	0	无奇偶性
0	1	奇数奇偶校验
1	1	偶数奇偶校验

始终使用一个开始位和一个结束位（不可选择）。

缺省情况下，部件将转到 19200 波特，无奇偶性 8 数据位。

特殊设置

执行特殊操作时需要进行特殊设置（通常在维修情况下）。

引导驻留

出现固件加载错误（主固件部分）时，固件更新过程可能需要此模式。

如果使用以下开关设置且重新接通仪器电源，仪器固件将保持在驻留模式中。此时仪器无法作为模块工作。只能使用操作系统的一些基本功能（例如，通讯）。在此模式中，可加载主固件（使用更新实用程序）。

表 42 引导驻留设置设置（不带板载 LAN）

模式选择	SW1	SW2	SW3	SW4	SW5	SW6	SW7	SW8
测试 / 启动	1	1	0	0	1	0	0	0

强制冷启动

强制冷启动可用于将模块带进具有缺省参数设置的定义模式中。

小心

数据丢失

强制冷启动会擦除存储在非易失性存储器中的所有方法和数据。只有校准设置、故障诊断和维修日志不会被擦除。

→ 执行强制冷启动前应保存您的方法和数据。

如果使用以下开关设置并重新启动仪器，则完成了一次强制冷启动。

表 43 强制冷启动设置（不带板载 LAN）

模式选择	SW1	SW2	SW3	SW4	SW5	SW6	SW7	SW8
测试 / 启动	1	1	0	0	1	0	0	1

早期维护反馈

在维修时要更换磨损和受力的元件。理想情况下，元件更换频率由模块的使用强度和分析条件所决定，而不取决于预先设定的时间间隔。早期维护预警（“EMF”）的特点是可以监控仪器中特殊元件的使用，并在超过预先设定的时间后立即把信号反馈给用户。在用户界面上看到预报，即提示用户应该安排维修过程。

EMF 计数器

EMF 计数器随使用量的增加而递增。可为 EMF 计数器指定一个最高限值，超过此限值时，将在用户界面上显示反馈信息。某些计数器可在所需的维护完成之后重置为零。

使用 “EMF 计数器”

用户可设置的 “EMF 计数器” 的 “EMF” 限值能够使维护信息预报满足用户的特定要求。有用的维护周期取决于使用需求。因此，需要基于仪器的特定操作条件确定最大限制的定义。

“EMF 限值” 的设置

必须经过一个或两个维护周期才可以优化 “EMF” 限值的设置。最初，应设置 “EMF” 默认限值。当仪器性能指示必须进行维护时，记下此时 “EMF 计数器” 显示的值。将这些数值（或比显示的值略小的值）作为 “EMF” 限值输入，然后将 “EMF 计数器” 重置为零。当下次 “EMF 计数器” 超过新的 “EMF” 限值时，会显示 “EMF” 标志，提醒您需要安排维护。

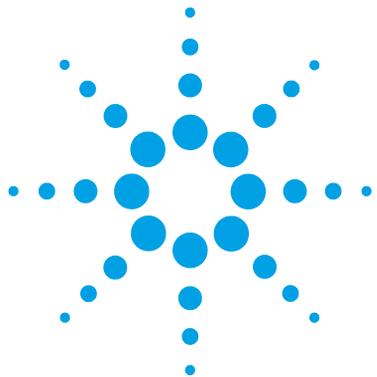
仪器布局

模块的工业设计结合了若干创新特性。采用安捷伦的 E-PAC 概念封装电子和机械组件。这一理念的原理是使用泡沫塑料球衬垫料的发泡聚丙烯 (EPP) 层来安放模块的机械和电路板元件。把这一泡沫塑料盒再放入金属内盒中，将金属盒再放入一个塑料外包装中。这一包装技术的优点是：

- 取消了固定螺丝、螺栓或连接带，减少了元件的数量，提高了安装和拆卸速度。
- 塑料隔板内镶有气道，可使冷空气进入指定的部位。
- 塑料隔板可以缓冲对电子部件和机械部件的物理撞击，并且
- 金属内盒能屏蔽外部电磁干扰，还减少或消除仪器本身发射出来的电磁波。

12 硬件信息

仪器布局



13 附录

一般安全信息	240
报废电子电气设备 (WEEE) 指令 (2002/96/EC)	243
锂电池信息	244
无线电干扰	245
声音发射	246
紫外辐射 (仅针对紫外灯)	247
溶剂信息	248
不锈钢包层 PEEK 毛细管的安装	249
第一步: 用手指拧紧接头	250
第二步: 安装到连接器	250
卸下毛细管	254
Agilent Technologies 网站	255

本章提供了安全和其他一般信息。



一般安全信息

安全标志

表 44 安全标志

标志	说明
	对于标有此标志的设备，用户应参阅说明手册，以免对操作员造成伤害及仪器受到损坏。
	表示危险电压。
	表示受保护的接地端。
	表示用肉眼直接观察用于本产品的氙灯时，它所产生的光可能会损坏眼睛。
	如果存在较热表面，并且用户不应在加热后接触该表面，则仪器上会标有此标志。

警告

警告

关于可能造成人身伤害或死亡的情况警告您。

- 除非您已充分理解并满足了指定的条件，否则请勿超越警告范围进行工作。

小心

注意

就可能导致数据丢失或损害设备的情况对您发出警告。

- 仅当完全明白这些情况并满足指示的条件后，才能够越过警告，继续操作。

一般安全信息

在仪器操作、维护和维修的各个阶段都必须遵循下列一般安全事项。不遵循这些安全事项或本手册中其他位置的特殊警告事项，将违反此仪器设计、制造和使用的安全标准。安捷伦科技对用户不遵守这些要求所造成的损失不承担任何责任。

警告

确保正确用仪器。

设备提供的保护可能会损害。

→ 建议此仪器的操作员按照本手册中指定的方式使用仪器。

安全标准

本仪器为 I 级安全设备（即提供保护接地端），并按国际安全标准制造与检测。

操作

通电前，应符合安装部分的要求。另外，还应遵循下列事项。

操作时不得卸下仪器盖。启动仪器前，所有接地保护端、外接线、自耦变压器及所连接的设备都必须经接地插座进行保护接地。任何干扰保护接地的因素都将导致潜在的电击危险，可能引起严重的人身伤害。保护设施可能受到损害时，必须停止仪器操作，并将仪器保护起来以防有意地使用。

确保只能用能够承受所要求的额定电流、并且为特定类型（正常烧断、时间延迟等）的保险丝进行更换。必须避免使用维修过的保险丝，同时要避免保险丝盒短路。

本手册中所述的一些调节是在仪器通电时和仪器的保护盖卸下时进行的。许多位置带电，一旦接触就可能造成人身伤害。

在仪器打开后，尽可能避免在通电时做调整、维护和维修。若必须进行上述活动，则应该由能意识到危险的技术人员进行。当现场不能提供紧急救护时，不要试图进行内部维护和调整。在电源电缆接通后，不要更换元件。

在有易燃气体或蒸气存在时，不要操作仪器。在这种环境下操作任何电气仪器都肯定会有危险。

不要在仪器上安装替换零件或对仪器进行未经授权的改造。

13 附录

一般安全信息

即使仪器已经断电，仪器内部电容仍有可能带电。本仪器内部有能造成严重人身伤害的危险电压。在处理、测试和调整仪器时应特别小心。

处理溶剂，尤其是处理有毒或有害溶剂时，请严格遵循溶剂供应商所提供的材料处理和安全数据表中相关的安全规程（例如戴上护目镜、安全手套，穿上防护衣）。

报废电子电气设备 (WEEE) 指令 (2002/96/EC)

摘要

报废电子电气设备 (WEEE) 指令 (2002/96/EC) (欧盟执行委员会 2003 年 2 月 13 日采用), 介绍 2005 年 8 月 13 日开始实行的生产厂商对所有电气和电子设备的责任。

注意



此产品符合 WEEE 指令 (2002/96/EC) 所提出的要求。附着的标签表示您不能将此电气 / 电子产品作为家庭废品丢弃。

产品类别: 按照 WEEE 指南附件 I 中的仪器类型, 此产品被划为 “监测和控制仪器” 产品类别。

请勿作为家庭废品处置。

要返还不需要的产品, 请与安捷伦的当地部门联系, 或访问 www.agilent.com 以获取更多信息。

锂电池信息

警告

锂电池不能作为家庭垃圾处理。不允许使用 IATA/ICAO、ADR、RID、IMDG 规定的容器来运送废弃锂电池。

电池更换不当会导致爆炸的危险。

- 应根据关于电池的国家废物处理规定处理废弃锂电池。
 - 仅使用相同型号或设备制造商推荐使用的相当型号的电池进行更换。
-

无线电干扰

安捷伦科技有限公司提供的电缆已屏蔽，可以防护无线电干扰。所有电缆均符合安全规定或 EMC 规定。

测试和测量

如果测试和测量设备配备有无屏蔽电缆或用于在开放式场景下测量，用户必须确保操作环境中仍可在无线电干扰限值内。

声音发射

制造商的声明

为符合 1991 年 1 月 18 日德国声音的发射指示要求，特此声明。

此产品的声压发射（位于操作员位置）小于 70 dB。

- 声压 L_p 小于 70 dB (A)
- 位于操作员位置
- 正常操作
- 根据 ISO 7779:1988/EN 27779/1991（类型测试）

紫外辐射（仅针对紫外灯）

从仪器里发射出来的 UV- 辐射（200–315 nm）很有限，因此这些辐射对操作人员或维修人员没有保护的皮肤、眼睛伤害很小，按照美国政府工业卫生要求符合 TLV（阈值限值）：

表 45 紫外辐射限值

暴露 / 天	有效辐射度
8 小时	0.1 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$
10 分钟	5.0 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$

典型的辐射值比这些限值小得多：

表 46 紫外辐射典型值

位置	有效辐射度
装好的灯，50 cm 距离	平均 0.016 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$
装好的灯，50 cm 距离	最大值 0.14 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$

溶剂信息

流通池

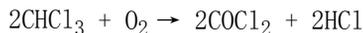
要保护流通池保持最佳功能：

- 避免使用碱溶剂（pH > 9.5），碱会腐蚀石英，从而削弱流通池的光学特性。
- 在 5 ° C 以下运输流通池时，必须确保池内充满乙醇。
- 流通池中的水性溶液会产生藻类。因此不要在流通池中留下含水溶剂。加入几个百分比浓度的有机溶剂（例如，乙腈或甲醇 ~5 %）。

使用溶剂

使用溶剂时，请遵循以下建议。

- 褐色的玻璃器皿可以避免藻类的生长。
- 小颗粒可能会永久堵塞毛细管和阀。因此，始终通过 0.4 μm 过滤器过滤溶剂。
- 避免使用以下腐蚀钢的溶剂：
 - 碱金属卤化物及其酸溶液（如碘化锂、氯化钾等）。
 - 高浓度无机酸（例如硫酸和硝酸），尤其是在较高温度下（如果您的色谱方法允许，可由磷酸或磷酸盐缓冲液代替，这些溶剂对不锈钢的腐蚀性较小），
 - 能形成自由基和 / 或酸的含卤溶剂或混合物，如：



在这个反应中，不锈钢可能作为催化剂；一旦在干燥中除去了稳定剂醇，则遇到干燥氯仿后，上述反应将很快发生。

- 可能含有过氧化物的色谱纯醚（例如，THF、二氧杂环乙烷、二丙基乙醚），此类醚在使用前必须用干燥氧化铝过滤除去过氧化物。
- 含有强配位剂的溶剂（例如，EDTA），
- 四氯化碳与 2- 丙醇或 THF 的混合物。

不锈钢包层 PEEK 毛细管的安装

注意

此安装过程适用于在 2013 年 1 月之前交货的模块中使用的毛细管及对应接头。有关最新的毛细管和接头，请参见“第 68 页的[安装 UHP-FF 接头](#)”。

1260 Infinity 生物惰性 LC 系统使用以不锈钢包层的 PEEK 毛细管。这些毛细管将钢的高压稳定性与 PEEK 的惰性结合起来。它们用于样品引入后（定量管 / 针座毛细管）从柱温箱 / 换热器到色谱柱的高压流路。需要仔细安装这种毛细管以使其紧固，不要由于过度拧紧而损坏它们。

小心

操作不锈钢包层的 PEEK 毛细管

安装不锈钢包层的 PEEK 毛细管时请小心。必须施加正确的扭矩以避免出现泄漏，因为泄露可能导致测量问题或损坏毛细管。

→ 按照下面的步骤进行正确安装

安装步骤

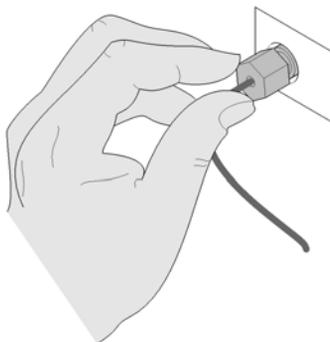
安装毛细管时需要施加的力度 / 扭矩取决于：

- 将毛细管安装到的内孔连接器，以及该连接器的材料是软性还是硬性的。与硬性连接器相比，要达到相同的扭矩，软性连接器需要更大的拧紧角度。
- 是第一次还是后续多次安装毛细管。对于第一次，需要施加更大的拧紧角度。

安装包括两个步骤。在第一步中，安装接头，用手指拧紧，而不要使用工具。用手指拧紧，意味着接头紧固并固定住毛细管。这会在第二步中将接头移到相应的起始位置（在下面标记为 0°）。

第一步：用手指拧紧接头

- 1 用手指拧紧接头。



第二步：安装到连接器

第二步：安装到连接器

在第二步（“第 250 页的**第二步：安装到硬性连接器**”或“第 251 页的**第二步：安装到软性连接器**”）中，使用扳手按定义的角度相对于手指拧紧的位置旋转接头。对于上述每种情况，都有一个拧紧接头的建议范围。

低于此范围可能会产生泄漏（可以看到的泄漏或微量泄漏），从而可能使测量结果有偏差。超过建议的范围则可能会损坏毛细管。

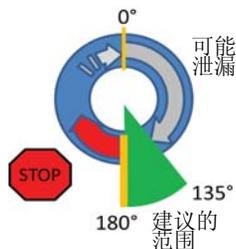
此外，也可以使用扭矩扳手。所有连接的目标扭矩大约为 0.7 Nm。使用扭矩扳手时，请仔细阅读有关该工具的说明，这是因为操作错误可能很容易就错过了正确的扭矩。

第二步：安装到硬性连接器

此步骤适用于由金属（钛）或陶瓷制成的硬性连接器。在系统中，它们是到达和源自自动进样器的分析头的连接（至进样阀和针的连接），以及到达金属色谱柱的连接。

毛细管到硬性连接器的第一次安装

- 1 第一次拧紧接头时，从手指拧紧的位置开始（未必是扳手垂直位置），并将扳手旋转 $135^\circ - 180^\circ$ 。低于 135° （灰色箭头）会不够紧固，超过 180° （红色箭头）则可能会损坏毛细管。



毛细管到硬性连接器的第二次及后续安装

- 1 第二次及后续多次拧紧接头时，再次从手指拧紧的位置开始（未必是扳手垂直位置），并将扳手旋转 $90^\circ - 135^\circ$ 。低于 90° （灰色箭头）可能会不够紧固，超过 135° （红色箭头）则可能会损坏毛细管。



第二步：安装到软性连接器

此步骤适用于通常由 PEEK 制成的软性连接器。它们是以下连接：

- 到达和源自所有生物惰性阀（自动进样器中的进样阀以及柱温箱和 1290 Infinity 阀驱动器中的阀）的连接，
- 生物惰性 ZDV 接头（检测器流通池、多次抽样升级工具包，以及毛细管到毛细管的连接，例如，用于换热器），
- 至自动进样器针的连接，以及
- 至 PEEK 色谱柱（例如多个生物惰性色谱柱）的连接。

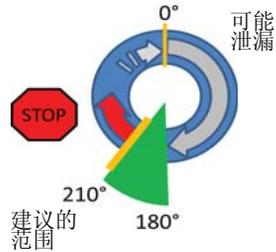
有关生物惰性 ZDV 接头的安装，请参见“第 72 页的生物惰性零死体积 (ZDV) 接头的安装”。

13 附录

不锈钢包层 PEEK 毛细管的安装

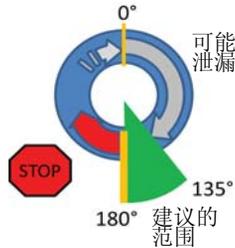
毛细管到软性连接器的第一次安装

- 1 第一次拧紧接头时，从手指拧紧的位置开始（未必需要是扳手垂直位置），并将扳手旋转 $180 - 210^\circ$ 。低于 180° （灰色箭头）会不够紧固，超过 210° （红色箭头）则可能会损坏毛细管。



毛细管到软性连接器的第二次及后续安装

- 1 第二次及后续多次拧紧接头时，再次从手指拧紧的位置开始（未必是扳手垂直位置），并将扳手旋转 $135 - 180^\circ$ 。低于 135° （灰色箭头）可能会不够紧固，超过 180° （红色箭头）则可能会损坏毛细管。



第二步的总结

表 47 第二步的总结

第二步	第一次安装	后续安装
硬性连接器	<p>可能泄漏 0° 180° 建议的范围 135° STOP</p>	<p>可能泄漏 0° 90° 建议的范围 135° STOP</p>
软性连接器	<p>可能泄漏 0° 210° 建议的范围 180° STOP</p>	<p>可能泄漏 0° 180° 建议的范围 135° STOP</p>

卸下毛细管

小心

毛细管可能损坏

→ 请不要从已使用的毛细管中卸下接头。

为使流路不接触到不锈钢，毛细管的前端由 PEEK 制成。在高压情况下或与某些溶剂接触时，PEEK 可膨胀为安装毛细管的连接器的形状。如果卸下毛细管，则它看上去会小很多。在此类情况下，请不要试图将接头从毛细管中拉出，因为这可能会破坏毛细管的前部。相反，请小心地将其拉到后部。在安装毛细管的过程中，接头将卡到正确的位置。

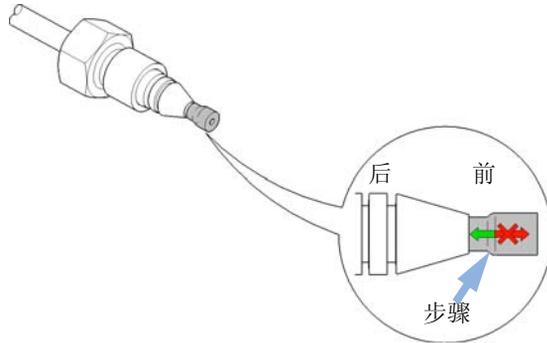


图 83 毛细管接头

Agilent Technologies 网站

有关产品和服务的最新信息，请访问我们在 Internet 上的网站：

<http://www.agilent.com>

索引

- 8**
- 8 位配置开关
不带板载 LAN 232
- A**
- 安捷伦实验室监控与诊断软件 134
- 安捷伦实验室监控与诊断 134
- 安捷伦诊断软件 134
- 安捷伦
网站 255
- 安全级别 I 241
- 安全信息
锂电池 244
- 安全
标志 240
标准 39
一般信息 241
- 安装
场地要求 35
工作台 38
检测器的 61
流路连接 64
流通池和毛细管的 64
- apg 遥控 230
- B**
- 板
LAN 卡 219
- 包装
破损 50
- BCD 板
外部接点 217
- BCD
电缆 207
- 波长的重新校正 130, 151
- 波长校正过程 160, 169
- 波长校正 160
- 波长准确度 40
- 波长
重新校正 130, 151
- 补偿传感器短路 142
- 补偿传感器断路 141
- C**
- 材料
生物惰性 32
- 参比二极管 23
- 参比系统 23, 23
- GAN
电缆 209
- 操作海拔高度 39
- 操作环境温度 39
- 操作温度 39
- 测试功能 130, 151
- 测试色谱图 158
- 测试
测试色谱图 158
灯强度历史记录 153
灯强度 152
功能 151
拉曼 AST 信噪比 154
- PMT 增益测试 112
- 板
HP JetDirect 卡 219
- 场地要求
电源线 37
- 常规故障消息 137
- 超时 137
- 尺寸 39
- 错误消息
ADC 未校正 144
波长校正丢失 147
波长校正失败 146
灯盖处于打开状态 143
发生 A/D 溢出 144
流通池已卸下 147
马达错误 148
闪光触发器丢失 146
闪光灯电流溢出 145
找不到 FLF 板 143
- D**
- 单色管
EM 16
- 单色器
EM 20
EX 18, 16
- 到货时缺损 50
- 灯强度测试 152
- 灯强度历史记录 153
- 电池
安全信息 244
- 电缆

- BCD 207, 200
- CAN 209, 201
- 概述 200
- LAN 209, 201
- 连接 APG 遥控 56
- 连接 CAN 56
- 连接电源 56
- 连接化学工作站 56
- 连接 LAN 56
- 模拟信号 202, 200
- RS-232 211, 201
- 外接 210
- 遥控 204, 200
- 电路连接
 - 说明 221
- 电压范围 39
- 电源线 37
- 电源指示灯 131
- 叠放配置
 - 后视图 56
 - 前视图 55
- 对电源的要求 36
- 多波长检测 91
- E**
- EMF
 - 早期维护预警 236
- 故障消息 136
- F**
- 发货清单 51
- 方法开发
 - 1 - 检查 LC 系统中的杂质 81
 - 2 - 优化检测限值和灵敏度 82
- 3 - 建立常规分析方法 91
- 多波长检测 91
- 进行荧光扫描 83
- 反光镜 16
- 发射单色器 20
- 发射光栅 16
- 发射聚光镜 16
- 发射狭缝 16
- 非操作海拔高度 39
- 非操作环境温度 39
- 非操作温度 39
- 峰宽设置 126
- 峰宽
 - 选择 125
- 风扇出现故障 142
- 附件工具箱零件 197
- G**
- 更换接口板 (BCD/LAN) 189
- GLP 功能 42, 45, 48
- 功能
 - 安全和维护 42, 44, 47
- 工作台 38
- 光电倍增管
 - PMT 位置 16
 - PMT 21
- 光谱波长漂移 113
- 光学设备概述 16
- 光致化学发光 12
- 关机 138
- 规格
 - 安全和维护 42, 44, 47
- 单色器 40, 43, 46
- GLP 功能 42, 45, 48
- 流通池 41, 44, 47
- 脉冲频率 40, 43, 46
- 模拟输出 42, 44, 47
- 通信 42, 44, 47
- 物理 39
- 固件
 - 更新工具 215
 - 更新 214, 190
 - 升级 / 降级 190
 - 说明 214
 - 驻留系统 214
 - 主系统 214
- 故障排除
 - 故障消息 130
 - 状态指示灯 131, 130
- 故障消息
 - 补偿传感器断路 141, 142
 - 超时 137
 - 风扇出现故障 142
 - 关机 138
 - 失去 CAN 联络 139
 - 泄漏传感器断路 140, 141
 - 泄漏 140
 - 遥控超时 139
- H**
- 耗电量 39
- HP JetDirect 卡 219
- 化学发光 12

索引

- I
 - Internet 255
- J
 - 检测器操作 12
 - 检测器的操作原理 12
 - 检测器简介 10
 - 校正样品 169
 - 接口 224
 - 截止滤光片 16
 - 激发单色器 18
 - 激发光栅 16
 - 激发聚光镜 16
 - 激发狭缝 16
 - 警告和注意 177
- K
 - 开箱 50
- L
 - 拉曼信噪比测试 154
 - 拉曼 15
 - LAN
 - 电缆 209
 - 通讯接口板 219
 - 冷凝水 38
 - 锂电池 244
 - 零件识别
 - 电缆 199
 - 概述 194
 - 附件工具箱 197
 - 零件
 - 缺少 51
 - 损坏 51
 - 磷光检测 25
- 流通池 16, 20, 248
 - 溶剂信息 248
- 离线测量 10
- M
 - 模块的前视图 61
 - 模拟信号
 - 电缆 202
- P
 - 配置
 - 两个叠放 55
 - 一个叠放 53
 - 频率范围 39
 - PMT
 - 范围 27
 - 光电倍增管 21
 - 增益测试 112
 - 增益 117, 21
- Q
 - 清洗 180
- R
 - responsetime 27
 - 溶剂信息 248
 - 溶剂 248
 - RS-232C
 - 电缆 211
 - 通讯设置 233
 - 如何使用透明池 185
- S
 - 生物惰性
 - 材料 32
 - 声音的发射 246
- 设置
 - 峰宽 126
 - 响应时间 126
- 湿度 39
- 失去 CAN 联络 139
- 衰减 UV 18, 152
- T
 - 糖原 169
 - 特殊设置
 - 强制启动 235
 - 引导驻留 235
 - 通讯设置
 - RS-232C 233
 - 透明池 10
 - 如何使用 185
 - 故障排除
 - 故障消息 136
- U
 - UV 衰减 18, 152
- W
 - 外部接点
 - BCD 板 217
 - 外接
 - 电缆 210
 - 维护
 - 定义 176
 - 概述 179
 - 更换固件 190
 - 预警 236
 - 维修
 - 更换固件 190
 - 更换流通池 181
 - 更换泄漏处理系统 188

- 检测器的 175
- 修复泄漏 187
- 注意和警告 177
- 温度传感器 140
- 物理规格 39
- 无线电干扰 245
- X
- 响应时间设置 126
- 响应时间
 - 选择 125
- 线路电压 39
- 线路频率 39
- 氙灯 16, 17
- 消息
 - ADC 未校正 144
 - 波长校正丢失 147
 - 波长校正失败 146
 - 灯盖处于打开状态 143
 - 发生 A/D 溢出 144
 - 流通池已卸下 147
 - 马达消息 148
 - 闪光触发器丢失 146
 - 闪光灯电流溢出 145
 - 遥控超时 139
 - 找不到 FLF 板 143
- 泄漏
 - 修复 187
- 泄漏传感器短路 141
- 泄漏传感器断路 140
- 泄漏 140
- 性能指标 40, 43, 45
- 系统设置与安装
 - 优化叠放配置 52
- 选择
 - 峰宽 125
 - 响应时间 125
- 序列号
 - 信息 223, 223
- Y
- 遥控
 - 电缆 204
 - 荧光检测 24
 - 荧光和磷光 13
 - 仪器布局 237
 - 优化
 - 叠放配置 52
 - 示例 94
- Z
- 藻类 186, 248, 248
- 杂散光 127
- 诊断软件 134
- 指标
 - 波长准确度 40
 - 性能 40, 43, 45
- 重量 39
- 状态指示灯 132
- 专用接口 231
- 注意和警告 177

内容提要

本手册包含有关 Agilent 1260 Infinity 荧光检测器 (G1321B SPECTRA、G1321C) 和 Agilent 1100/1200 系列荧光检测器 G1321A (已停产) 的技术参考信息。

- 简介和规格,
- 安装,
- 使用和优化,
- 故障排除和诊断,
- 维护,
- 零件识别,
- 安全和相关信息。

© Agilent Technologies 2010-2012, 2013

Printed in Germany
11/2013



G1321-97014
Rev. B