



UltiMate 3000 系列
光电二极管阵列检测器
操作手册



戴安中国有限公司

技术服务中心

2006. 5

目 录

1. 概述	2
2. 仪器介绍	5
3. 操作与维修	14
4. 故障指南	26
5. 维护	32
6. 附录 A	39
7. 附录 B	41

1. 简介

1. 1 产品概述

PDA-3000 光电二极管矩阵检测器的波长范围是 190~800nm，紫外波段（190~380nm）使用氙灯，可见光波段（380~800nm）用钨灯，它可以在 CHROMELEON 色谱工作站控制下使用。

PDA-3000 可以达到同时采集 5 个不同波长的二维谱图信号，更具备三维谱图的采集功能（除 CHROMELEON 工作站外，还需选购 3D 软件）。

PDA-3000 的主要特征：

- 氙灯和钨灯获得低基线噪音、高信号强度和 190~800nm 的应用范围。
- 1024 个光电二极管阵列使光谱分辨率最优化。
- 内置的氧化钛滤光器检验波长校准的准确度。
- 有五种流动池可用于分析、半微量和半制备。
- 前面板 LED 指示检测器状态。
- 四个模拟输出支持数据交替采集。

PDA-3000 通过计算机运行 chromeleon 色谱管理系统控制，检测器的通讯通过计算机的 USB 口连接。

1. 2 光电二极管阵列检测的原理

单色可变波长检测器以一个单独波长（理论上，最大吸收波长）检测样品的流出成分，光电二极管（PDA）检测器每隔几个毫秒扫描波长范围，获得连续的光谱信息，并以波长、时间和吸光度进行绘图；

因此，可以在一次运行中根据所获得的三维图象对色谱峰进行准确评价峰的识别、纯度和定量，软件支持 PDA 检测器，特别是峰的纯度和光谱库检索功能有助于判别色谱峰的特性。

1. 3 光电二极管阵列检测的优点

PDA 用于研究和质量保证实验室。在研究实验室，PDA 提供带有方法变化的分析。在质量保证实验室，PDA 从一个样品分析提供几个结果，因而增加 HPLC 的总处理能力。

PDA 具有下面的优点：

- 全波长峰测量

在方法开发中，有关检测器条件要求分析的详细信息可能不知道。当用于可变波长检测器时，样品在不同的波长下必须几次注射，才能确保所有的峰被检测。当用 PDA 检测器时，波长范围能被编程，在这个范围内所有有吸收的化合物经过一次分析都能被检测。

- 一次分析确定合适的波长

检测所有峰之后，每一个峰的最大吸收波长被测定，PDA 检测器能采集每个峰的光谱图，之后，PDA 能计算最大吸收。

- 检测多重波长

PDA 检测器能监测一个样品的多个波长，当分析的最大波长有区别时尤其有用，选择的波长能分析每个化合物的最高灵敏度。

- 峰纯度分析

从一个色谱图中是很难测定化合物纯度的，然而，PDA 检测器通过比较一个峰的光谱图能分析峰的纯度，光谱图匹配越好，峰的纯度可能越高。

- 峰识别

在液相色谱中，峰识别通常根据相对保留时间。当使用 PDA 检测器，洗梯的每个峰的光谱图自动被采集，PDA 软件比较图库中储存的光谱图，确定最合适的匹配，这种方法增加了识别峰正确的可能性。

例如，图 1 显示从两个连续的色谱图分析物得到的茈和杂质的重叠图，在二维谱图中，如果分析物已经用常用的可变波长检测器运行过，这些峰做为同一个化合物可能被识别错了。

PDA-3000 在带有 PDA 控制选项的 chameleon 控制下，正确识别和区分化合物。在图 2 的 3D 光谱图中，茈和杂质得到很明显的区分。

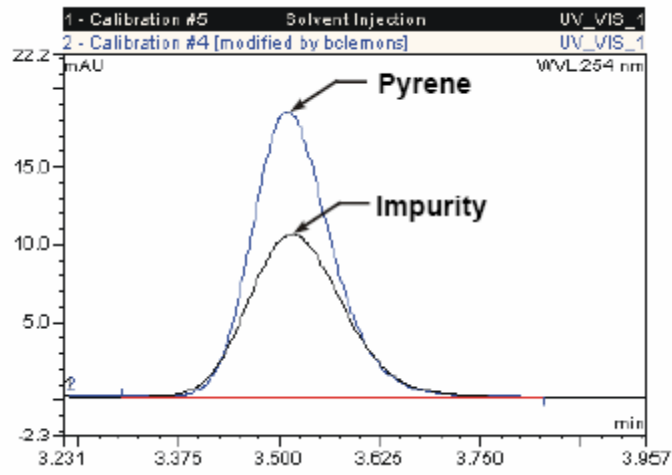


图 1. 芘和杂质的重叠谱图

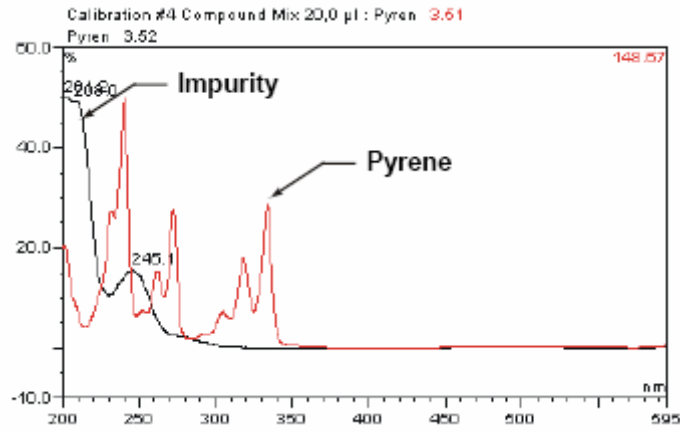


图 2. 芘和杂质的光谱图

2. 仪器介绍

2.1 前面板

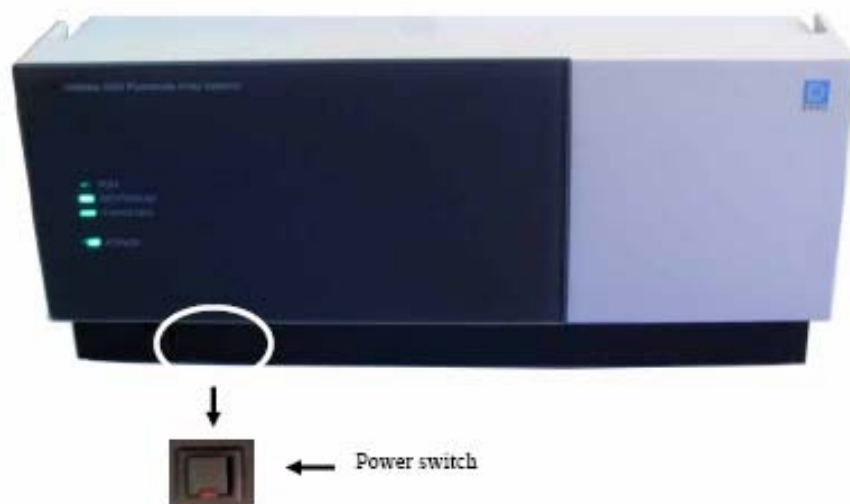


图 3. PDA—3000 光电二极管阵列检测器

指示灯	状态	功能
Run	亮	通过 chromeleon 采集数据
	闪	报警：如泄漏等
	关	没有采集数据
Deuterium	亮	氘灯开
	闪	开灯失败
	关	氘灯关
Tungsten	亮	钨灯开
	闪	开灯失败
	关	钨灯关
Power	亮	电源接通
	闪	自检失败
	关	电源关闭

2.2 内侧前面板

抓住 PDA—3000 前面板的侧面，直方向拉开，进入前面板内部。流动池盖板

可以保护流动池免受灰尘、环境光照、室温波动和震动的影响。光源的盖板可以提高光路装置的热稳定性。由于流动池位于盖板后面，泄漏时有可能不会被立刻发现，为防止损坏检测器元器件，在光路装置底侧安装了一个内置泄漏报警器，发生泄漏时 Run 指示灯闪动，CHROMELEON 工作站也会显示有关信息记录在 Audit Trail。

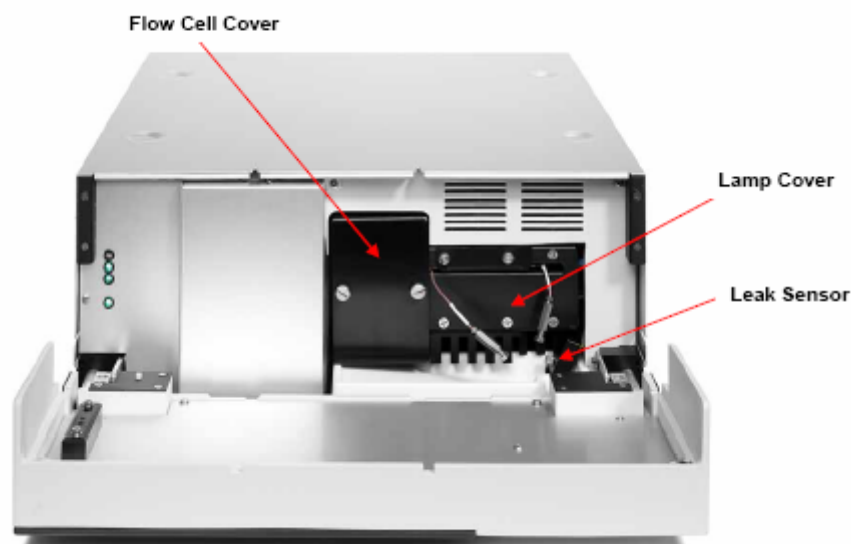


图 4. PDA-3000 前面板内部

2.3 光路

光线从钨灯聚焦通过氙灯的一个开放式内部构造，从氙灯和钨灯出来的光路，通过光源棱镜聚焦通过流动池；然后通过光谱透镜到达滤波器，最后聚焦进入狭缝，投射到光栅，衍射成二极管矩阵，每个光电二极管测量一段窄部分光谱。

钨灯	可见光和近红外波段（380~800nm）的光源。
可见光聚焦透镜	聚焦由钨灯发出，从氙灯中间穿过的可见光。
氙灯	紫外波段（190~380nm）的光源。
源透镜	接受从钨灯和氙灯发出的光，聚焦光束通过流动池。
流动池	测量样品的吸光度。 Dionex 提供五种流动池用于 PDA-3000：分析型流动池（PEEK 和 316 不锈钢）、半微量流动池（PEEK 和 316 不锈钢）和半制

	备流动池（只有 PEEK）
光谱透镜	接收流动池透过的光线并聚焦到狭缝。
滤光器	<p>马达滤光器的浆板在光谱仪上有三种位置变化：</p> <p>Open=光线通过、无障碍、当氧化钬滤光器移动超出光路时沿着光路。</p> <p>Blocked=沿着光路没有光通过，用于测量没有开灯的暗信号。</p> <p>Holmium=在光路中放置氧化钬滤光器，用于校验波的准确度。</p>
狭缝	狭缝宽度（1nm）可以优化光学分辨率。
光栅	将光波衍射至其成分的波长并投射到光电二极管矩阵。
光电二极管矩阵	1024 个光敏元件，每个元件通过测量每个波长的光密度得到一窄段光谱。通过测量每一个波的强度得到光谱图，超出波长范围的报告结果。

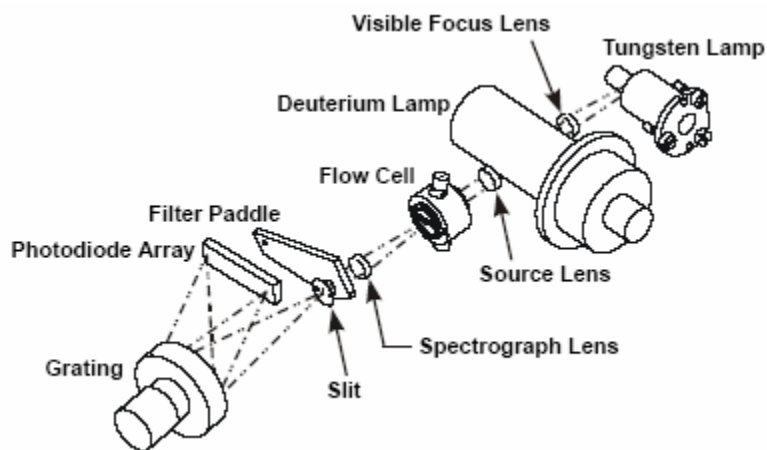


图 5. PDA-3000 光路示意图

2.4 流动池

下表列出了 PDA-3000 可用到的流动池：

ANALYTICAL FLOW CELLS				
Cell Material	Cell Volume	Cell Path Length	Volume of Heat Exchanger + Inlet Tubing	Intended Flow Rate Range
PEEK (Part no. 6080.0200)	13 μ L	10 mm	45 μ L	0.5 to 5.0 mL/min
316 Stainless Steel (Part no. 6080.0210)	13 μ L	10 mm	20 μ L	0.5 to 5.0 mL/min
SEMI-MICRO FLOW CELLS				
Cell Material	Cell Volume	Cell Path Length	Volume of Heat Exchanger + Inlet Tubing	Intended Flow Rate Range
PEEK (Part no. 6080.0220)	3.1 μ L	9 mm	5 μ L	Up to 1.0 mL/min
316 Stainless Steel (Part no. 6080.0230)	3.1 μ L	9 mm	5 μ L	Up to 1.0 mL/min
SEMIPREPARATIVE FLOW CELL				
Cell Material	Cell Volume	Cell Path Length	Volume of Heat Exchanger + Inlet Tubing	Intended Flow Rate Range
PEEK (Part no. 6080.0240)	0.7 μ L	0.4 mm	N/A	5 to 100.0 mL/min

Important: 不要触摸流动池窗。如果触摸了窗口，用异丙醇清洗和镜头纸擦净。

Important: 强碱能腐蚀流动池的熔融硅窗。如果流动相是碱，确保流动相浓度不超过 0.1M。如果碱的浓度大于 50mM，分析之后，断开分离柱，立即用去离子以 1.0mL/min 水冲洗系统 5min，如果强碱溶液在流动池中保留了 1 或 2 天，池窗可能需要更换。

Important: PEEK 流动池不能用于正相或含氯溶剂。这些溶剂将损坏流动池。

Important: 不锈钢流动池不能使用低 PH 溶剂，这些溶液可能造成腐蚀、沾污和金属浸析。

分析流动池

分析流动池有 PEEK 和 316 不锈钢两种材质。在进口管路和池柄均装有内置的热交换器，有助于流动相在进入池前稳定温度。

分析型流动池设计用于 3mm~4mm 的 ID 色谱分离柱，流速 0.5~5.0mL/min。

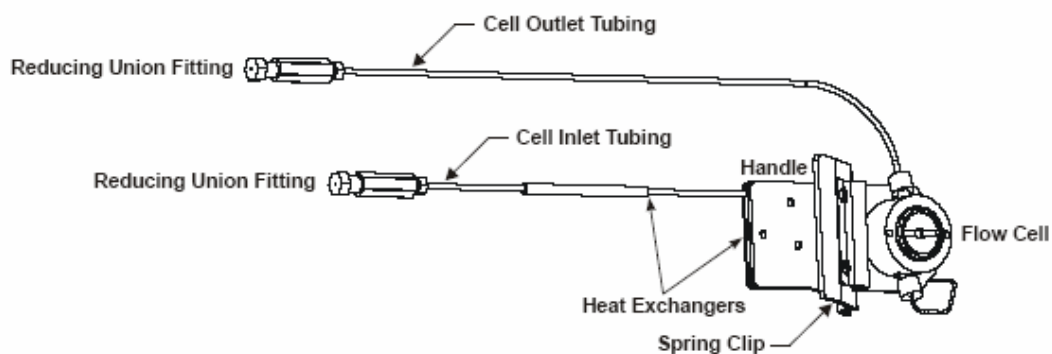


图 6. 分析流动池组装图

Analytical Cell Component	PEEK Cell	SST Cell
Inlet tubing: 0.38-mm (0.015 in) ID	P/N 6080.2401	N/A
Outlet tubing: 0.38-mm (0.015-in) ID	P/N 6080.2401	N/A
Inlet tubing: 0.25-mm (0.010-in) ID	N/A	P/N 6080.2402
Outlet tubing: 0.25-mm (0.010-in) ID	N/A	P/N 6080.2403
Reducing union fitting	P/N 6080.2101	P/N 6080.2102

半微量流动池

半微量流动池组装图见图 7，有 PEEK 和 316 不锈钢两种材质。在进口管路和池柄均装有内置的热交换器，有助于流动相在进入池前稳定温度。

半微量流动池设计用于 2mm~3mm 的 ID 色谱分离柱，流速最大到 1.0mL/min。

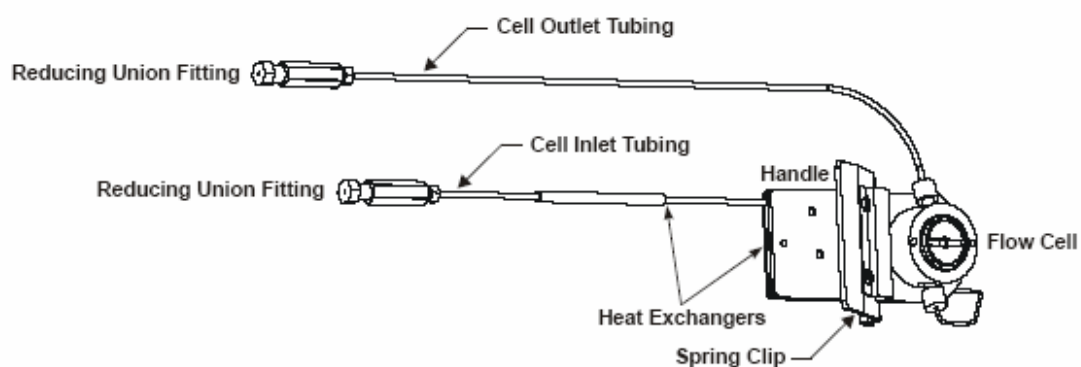


Fig. 7: Semi-Micro Flow Cell Assembly

Semi-Micro Cell Component	PEEK Cell	SST Cell
Inlet tubing: 0.12-mm (0.005 in) ID	P/N 6080.2404	N/A
Outlet tubing: 0.38-mm (0.015-in) ID	P/N 6080.2402	N/A
Inlet tubing: 0.12-mm (0.005-in) ID	N/A	P/N 6080.2405
Outlet tubing: 0.25-mm (0.010-in) ID	N/A	P/N 6080.2404
Reducing union fitting	P/N 6080.2101	P/N 6080.2102

半制备流动池

半制备流动池组装图见图 8，只有 PEEK 材质。流动池设计用于半制备，流速 5.0mL/min~100.0mL/min。

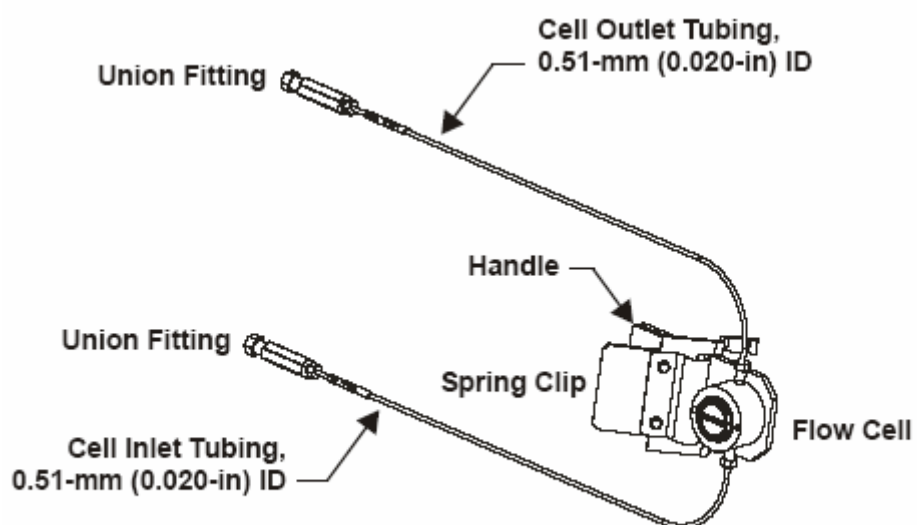


Fig. 8: Semipreparative Flow Cell Assembly

Semipreparative Cell Component	PEEK Cell
Inlet tubing: 0.51-mm (0.020-in) ID	P/N 6080.2406
Outlet tubing: 0.51-mm (0.020-in) ID	P/N 6080.2406
Union fitting	P/N 6080.2103

2.5 后面板

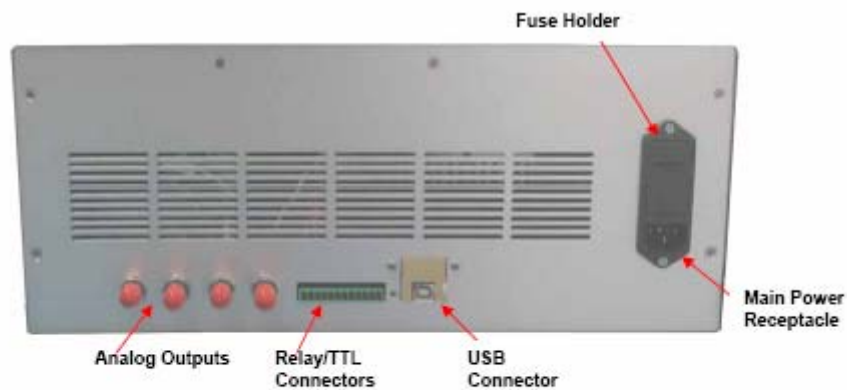


Fig. 9: PDA-3000 Rear Panel

PDA-3000 电源电压在 85~264V 之间自动调节；频率在 47~63Hz 之间自动调节。最大输入功率 100W。

⚠ Warning: SHOCK HAZARD—避免电击，采用带有地线插座。在没有接地线的情况下，不要操作 PDA-3000 或连接 AC 电源。

⚠ Caution: AC 输入电压超过指定的操作电压，会损坏 PDA-3000。

保险丝

保险丝固定器是主电源插座的一部分，PDA-3000 使用 4.0A 速熔 IEC127 保险丝（部件号 6080.9001）

⚠ Warning: 更换保险丝必须按指定的类型和额定值。

模拟输出连接口

四个模拟输出是标准内孔 BNC 连接器，输出范围是 0~1V，在 chromeleon 上吸光度量程的范围能设定为 0.0005, 0.001, 0.01, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0 或 3.0AU。

从计算机上断开或关闭运行的 chromeleon 后模拟输出口继续输出数据，当检测器电源重新打开后，模拟输出要么设定为工厂默认值或者选择设定上次通过计算机控制的检测器。

RELAY/TTL 连接器

TTL 输入控制下面的检测器功能：自动归零 (TTL1)，UV 灯 On/Off (TTL3)，Visible 灯 On/Off (TTL4) TTL2 输入是保留的

两个 TTL 输出和 RELAY 输出在 chromeleon 上能做为 PGM 文件编程，或者通过在软件上的控制面板手动控制，Relay 输出能编程开关任何低电压控制，开关电流必须低于 200mA 和 42 V

PDA-3000 运输工具包括一个用于 Relay 和 TTL 连接口的 12 针接口（部件号 6080.9010）

USB 连接口

USB 连接口连接 PDA-3000 和 chromeleon PC 的通讯，用标准的 USB A-to-B 线把 PDA-3000 直接连接在计算机上。

Chromeleon 软件

Chromeleon 软件用于控制 PDA-3000 操作，软件有两种控制模式：直接控制和自动控制。

直接控制：从 chromeleon 菜单条、工具条和控制面板上选择操作参数和命令，直接控制命令执行。

自动控制：建立 PGM 文件，列出自动操作 PDA-3000 的定时准确控制命令。PGM 文件能自动建立或手动建立

Chromeleon 包括许多用于所有检测器控制命令，PDA-3000 独有的命令见下表，这些命令能从默认的控制面板或对话框命令选择（打开命令对话框，压下 F8 或选择控制菜单的 command）

PDA-3000 命令	功能
Rise_Time	设定检测器如何迅速响应一个改变的信号
Step	设定步长，指两个储存数据点的时间间隔
TTL_Input_Mode	设定 TTL 输入的信号模式
UV_Lamp	氙灯的打开和关闭
UV Lamp Age	报告（或重设）氙灯已经运行的时间数
UV Lamp Power On Setting	选择设定氙灯的启动（例如，不管灯是否打开，检测器总是开的），默认设定为 on
Visible_Lamp	钨灯的打开和关闭
Vis Lamp Age	报告（或重设）钨灯已经运行的时间数
Vis Lamp Power On Setting	选择设定钨灯的启动（例如，不管灯是否打开，检测器总是开的），默认设定为 on
Wavelength	设定样品的波长（最大五个样品波长可编程）
Wavelength Cal	运行波长校准步骤在 UV 范围改进波长准确度
Wavelength Cal Result	最后波长校准步骤的结果
Wavelength Ver Test	通过氧化钨滤光片执行波长检验测试
Wavelength Ver Test Result	最后波长校验测试的结果

3. 操作与维修

3.1 流动相

注意：由于强碱溶液会腐蚀流动池，其浓度不能超过 0.1M。浓度超过 50mM 后，在每天结束实验后分别用甲醇和去离子水以 1.0ml/min 的流速冲洗流动池 5 分钟（色谱柱旁路）。

由于溶剂的质量对仪器性能和检出限有显著的影响，因此必须使用光谱级的溶剂，试剂级的化学品和符合 ASTM 标准的去离子水。所有流动相使用前均应脱气。

3.2 开机

- ① 按 PDA-3000 左下角的电源开关，接通电源；
- ② 在 Chromeleon 的控制面板中打开氙/钨灯；
- ③ 稳定平衡 20 ~ 30 分钟后进行分析（对灵敏度应用或检测器认证，至少稳定 2h。安装新灯之后，要稳定 8~24h）。

3.3 操作

3.3.1 直接控制

在直接控制模式下，PDA-3000 命令和操作参数从 chromeleon 菜单条、工具条和控制面板中选择。直接控制命令一进入就可以执行，在手动数据采集的任何时间参数能调整。

1. 双击任务栏 Server Monitor 图标开始 Chromeleon Server
2. 选择 **Start > Programs > Chromeleon > Chromeleon** 开始 Chromeleon，主窗口和浏览器出现。
3. 在浏览器中，展开 **Dionex Templates\Panels\Dionex_LC** 文件夹，文件夹包含两个默认控制面板：

DIONEX_PUMP_PDA_AUTOSAMPLER.PAN, , 2D 面板，监测的色谱图最多达到 5 个信号。

DIONEX_PUMP_PDA3D_AUTOSAMPLER.PAN, , 3D 面板，色谱图监视、等高线绘制

和在线光谱。

注意：如果 chromeleon 中不包括 3D 数据采集许可证，3D 控制面板是不可用的。

4. 双击列出的名字打开控制面板

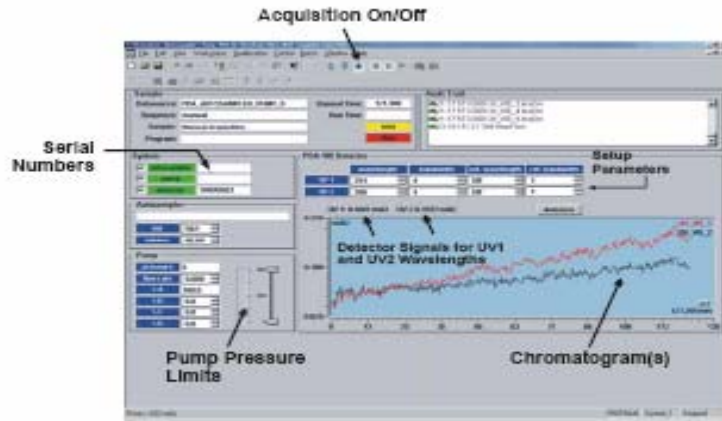


Fig. 10: PDA-3000 2D Control Panel Example

5. 控制面板一开始不连接 PDA-3000 timebase，打开 control 菜单，从列出的菜单底部点击 timebase 的名字，连接控制面板到 timebase。
6. 选择操作参数。
7. 打开泵，设定流速和流动相组分
8. 点击工具栏底部的 **Acquisition On/Off** 按钮手动开始数据采集。

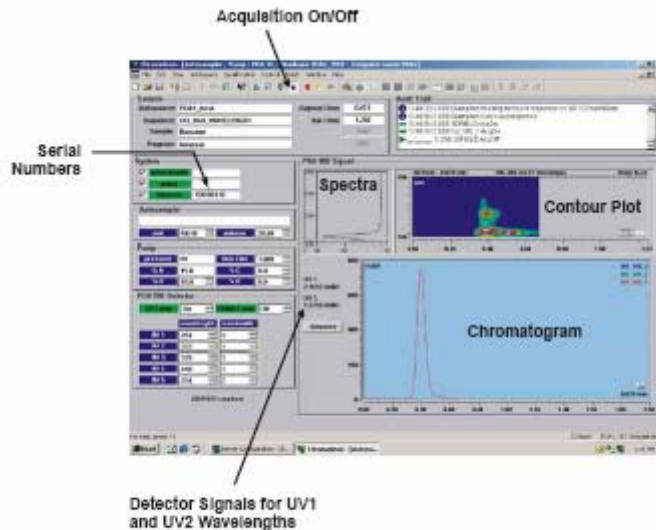


Fig. 11: PDA-3000 3D Control Panel Example

9. 在所需运行时间之后，点击工具栏底部的 **Acquisition On/Off** 按钮手动停止

数据采集。

10. 在运行数据采集期间可以保存一个样品表(sequence),为重新得到数据,在样品表内选择分配的样品

3. 3. 2 自动控制

PGM文件列出定时的精确控制命令,通过用户建立,自动控制PDA-3000。

1. 双击任务栏 Server Monitor 图标开始 Chromeleon Server
2. 选择 **Start > Programs > Chromeleon > Chromeleon** 开始 Chromeleon, 主窗口和浏览器出现。
3. 在浏览器中, 展开 **Dionex Templates\Panels\Dionex_LC** 文件夹, 文件夹包含两个默认控制面板:

DIONEX_PUMP_PDA_AUTOSAMPLER.PAN, , 2D 面板, 监测的色谱图最多达到 5 个信号。

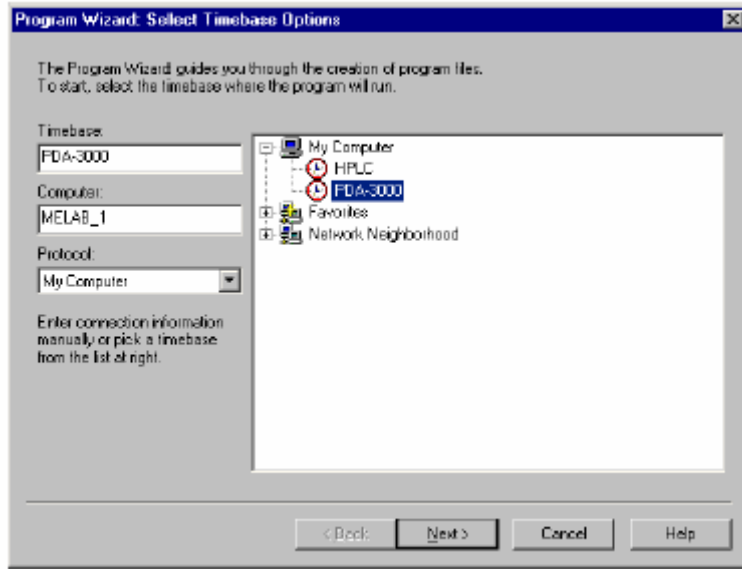
DIONEX_PUMP_PDA3D_AUTOSAMPLER.PAN, , 3D 面板, 监视色谱图、等高线绘制和在线的光谱。

注意: 如果 chromeleon 中不包括 3D 数据采集许可证, 3D 控制面板是不可用的。

建立一个新的 PGM 文件

仔细选择数据采集速率、响应时间和其他优化 PDA-3000 性能的操作参数, 这些参数的详细描述在前面已描述过。

1. 选择 **File > New** 对话框出现。
2. 选择 **program File** , 然后双击。初始的程序向导屏幕将出现。

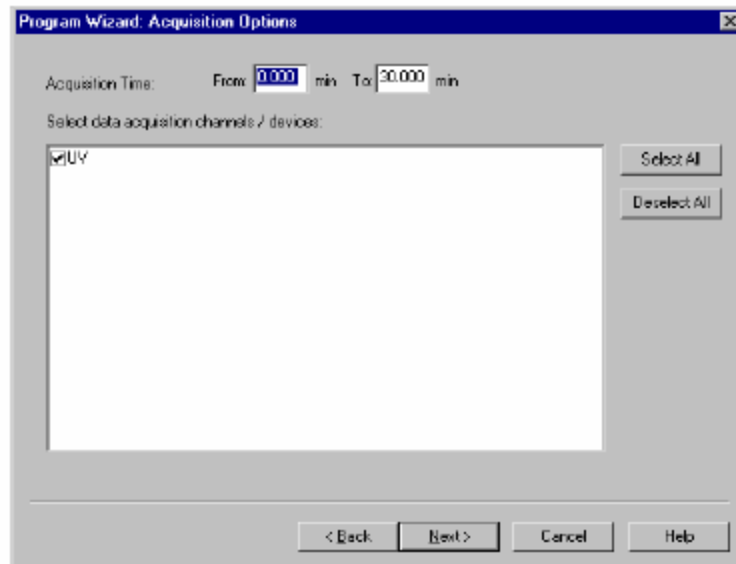


3. 选择需要运行的 Timebase,

4. 点击 Next;

如果选择 timebase 包括其他的设备（泵、自动进样器等），这些设备程序向导屏幕先于 PDA-3000 屏幕。

点击 Next 按钮在另一个设备的每一个屏幕，直到 Acquisition Options 屏幕出现。

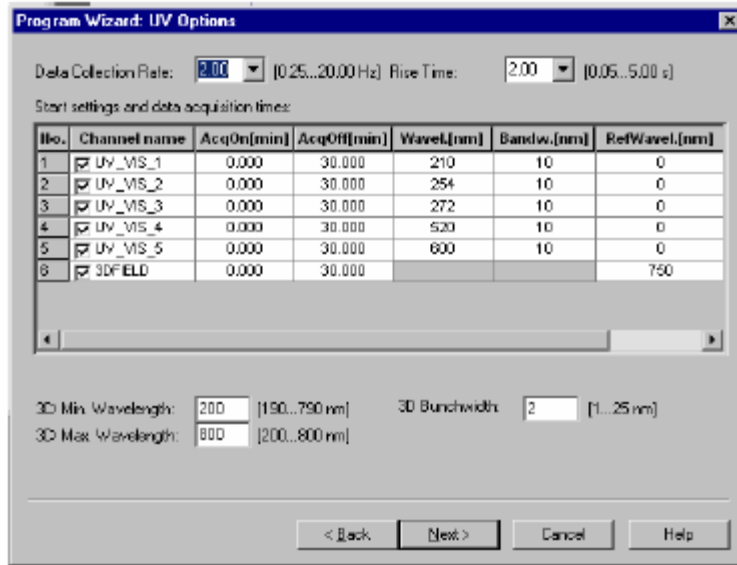


5. 为了确定数据采集多长时间，指定 Acquisition Time 的开始和结束。

6. 选择采集数据的通道或设备，为了所有列出输入 enable 或 disable ，分别点击 Select All 或 Deselect All

7. 继续点击 Next

显示下面的屏幕



8. 输入数据采集速率和响应时间

注意：当数据采集速率设定为 10.0 Hz, 0.05 秒响应时间设定是不可用的，当数据采集速率设定为 20.0 Hz, 5.0 秒响应时间设定是不可用的。

注意：采集速率 20.0 Hz, 设定的响应时间 0.05 秒是不支持的。

9. 依次编程UV-VIS-1至UV-VIS-5（单波长通道）：

a. 核实或清除是否确定从这个通道采集2D数据

b. 对于每一个选择通道，输入开始和结束的时间、波长、波宽、参比波长和参比波宽。

注意：设定这些通道应用两个模拟输出和数字输出，UV channel 1 = analog output, UV2 = analog output 2

10. 编程3DFIELD（3D通道）

a. 核实或清除是否确定从这个通道采集3D数据

b. 如果通道被选择，输入开始和结束的时间、波长、波宽、参比波长和参比波宽。

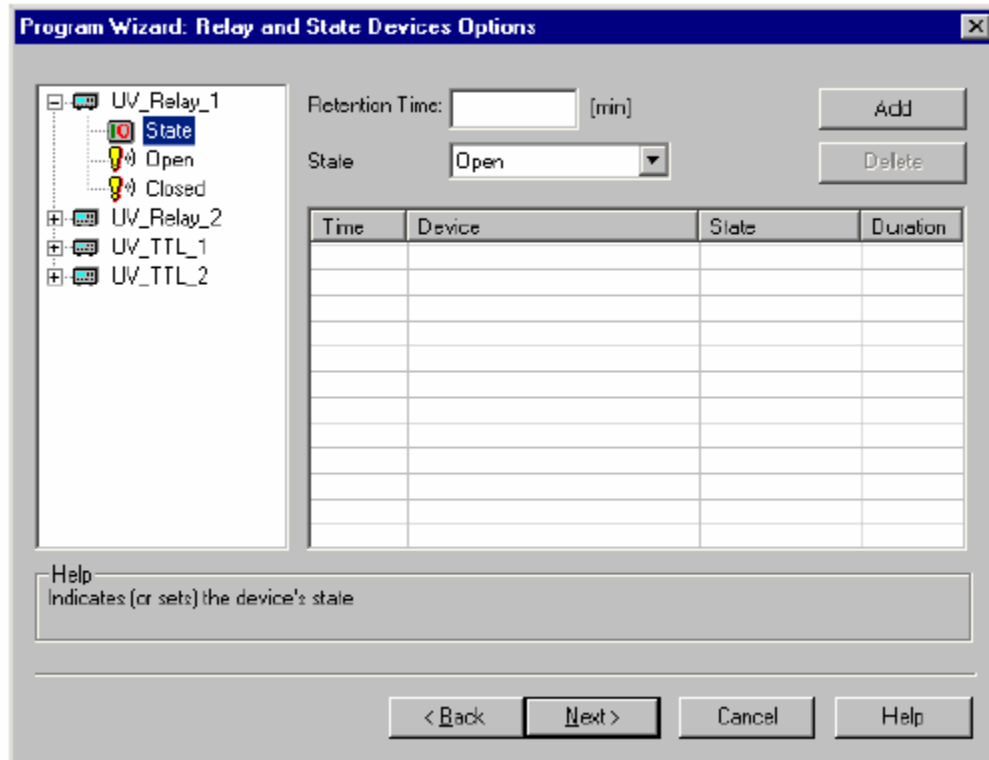
注意：参比波长（如果设定）必须在3D范围。

11. 输入3D Min. Wavelength和 3D Max. Wavelength

注意：如果采集数据速率是 20 Hz, 3D 样品波长范围必须 ≤ 310 nm。

12. 输入 3D Bunchwidth (波长间的距离)
13. 点击 Next 继续。

下面的屏幕出现，在选择的 timebase 列出了所有设备的控制树列单状态，点击设备名左边的十号，展开或折叠结构，观看设备状态。



注意：如果在设备页对特殊模块已经选择了参数，列出的 Relay 和 State 设备选项页已包含这些信息。如果你要改变这些设定，Chromeleon 将自动复制这些变化到设备页中。

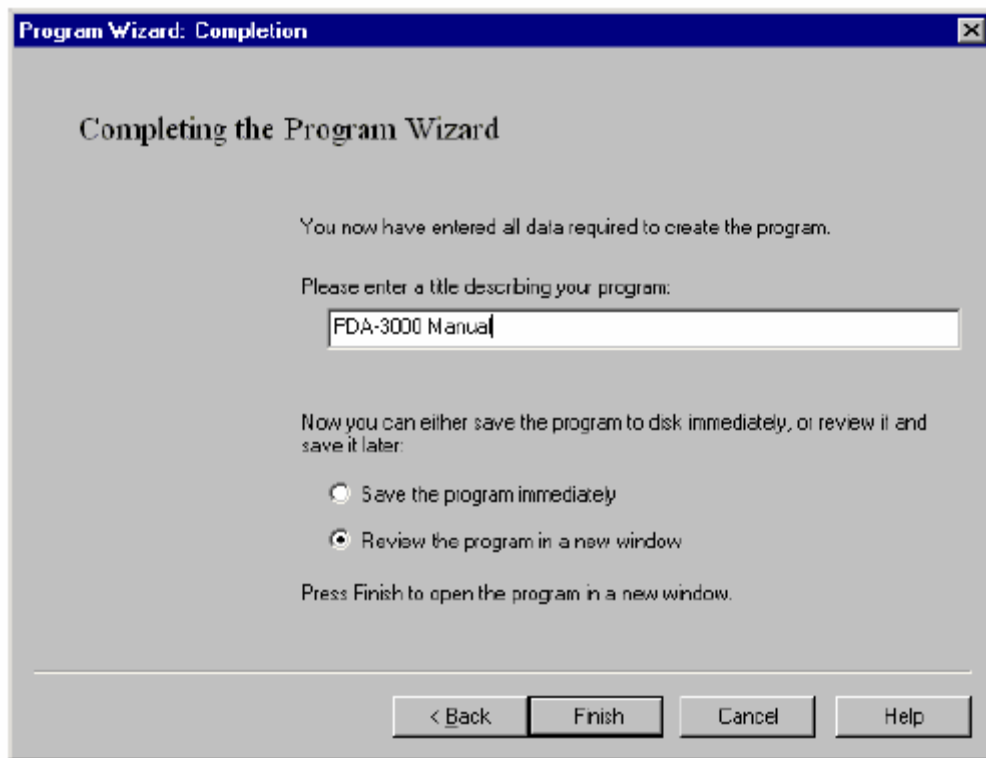
14. 在控制树中选择一个设备。
15. (选项) 输入被选设备的保留时间，如果不输入时间，在 PGM 文件的初始化段输入出现。
16. 指定状态或持续时间：
 - 在控制树点击状态指定一个简单的开关命令，从下拉列表框选择 Open 或 Closed。
 - 在控制树点击状态描述，设定仪器的选择状态，允许指定一个持续时间，在编辑框中输入选择状态的持续时间。
17. 增加下列信息到列表框中，点击 Add:

- 保留时间值
- 被选设备的名称
- 状态或持续时间值

Chromeleon 将自动按年代先后顺序组织列表框中的所有输入值，从列表框中移除一个输入值，点击 Delete。（所有列表中的输入项将自动重新组织）

18. 点击 Next 继续。

下面的屏幕将出现



19. (选项) 对程序表征一个描述的标题。

20 选择下面的一项。

- 不首次预览保存程序，选择 **Save the program immediately**，点击 **Finish**，打开要保存的程序对话框。
- 在保存之前预览程序，选择 **Review the program in a new window**。点击 **Finish**，打开在 PGM 编辑器中的程序。使用 PGM 编辑器预览程序和如有必要，手动编辑。当完成时，退出 PGM 编辑器，出现一个提示询问是否保存程序，点击 **Yes** 打开一个你能保存程序的对话框

3.4 检测器性能的优化

操作参数	影响因素
流动池材质	化学兼容性
响应时间	分辨率、灵敏度和基线噪音
数据收集时间	分辨率、磁盘空间
样品波长	灵敏度，线性
样品带宽	灵敏度与基线噪音
参考波长	基线
参考带宽	基线噪音与漂移

注意：PEEK 材质的流动池禁止使用正相及含氯溶剂；
不锈钢材质的流动池禁止使用高 pH 的盐溶液。

响应时间

将 PDA-3000 的响应值转换成输出信号的快慢就是响应时间，设置为 0.05, 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0（默认值）或 5.0 秒。响应时间近似设定为半峰高处峰宽的 25%，适当延长响应时间可以降低基线噪音。如果响应时间过长，会降低峰高并造成峰形的不对称。

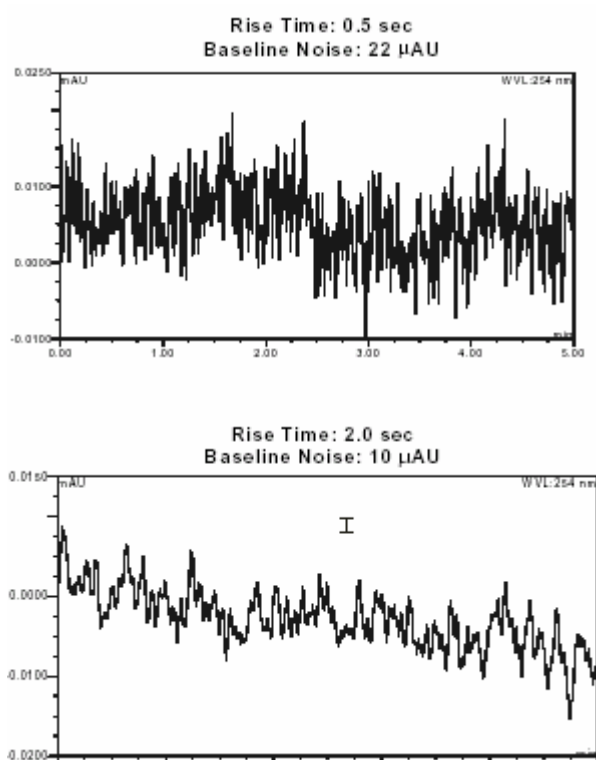


图 12. 响应时间对基线噪声的影响

采样频率

计算机每秒钟从 PDA-3000 收集的数据量就是采样频率，设置为 0.25、0.5、1.0、2.0、2.5（默认值）、5.0、10.0Hz。通常，一个色谱峰至少由 20 个数据点组成；如果出现共淋洗或者低信-噪比的情况，推荐将采样点 40。

色谱峰较宽时可以采用较低的采样频率（如 1.0Hz）；色谱峰较窄时应采用较高的采样频率（如 5.0Hz）。

低采样频率将造成峰的起点和终点不够精确；而高采样频率则会减慢处理速度并且加大数据存储量。如果采集数据速率是 20Hz，3D 样品波长范围必须 $\leq 310\text{nm}$ 。

下表列出了响应时间和采样频率的匹配推荐值：

响应时间 (s)	采样频率 (Hz)
0.05	20.0
0.1	20.0
0.2	10.0
0.5	5.0
1.0	2.0
2.0	1.0
5.0	0.5

样品波长

PDA-3000 的测量波长是 190 ~800nm，其中氙灯的紫外波段是 190 ~ 380nm；钨灯的可见光波段 380 ~ 800nm。设定样品波长应该是分析化合物的最大吸收波长。不采集 3D 谱图时可以同时采集 5 个不同波长的谱图，从而节省了存储空间

样品带宽

样品带宽是谱图测量色谱图的波长范围。带宽增加，基线噪音减小，峰高也随之降低。增加带宽就是增加覆盖在每点数据的波长信号的数量。

图 13 举例说明如何在样品和参比波长之间选择一个宽的带宽降低噪音。操作条件是：

样品波长=254nm

参比波长=off

流速：1.0mL/min;

压力：103.5bar

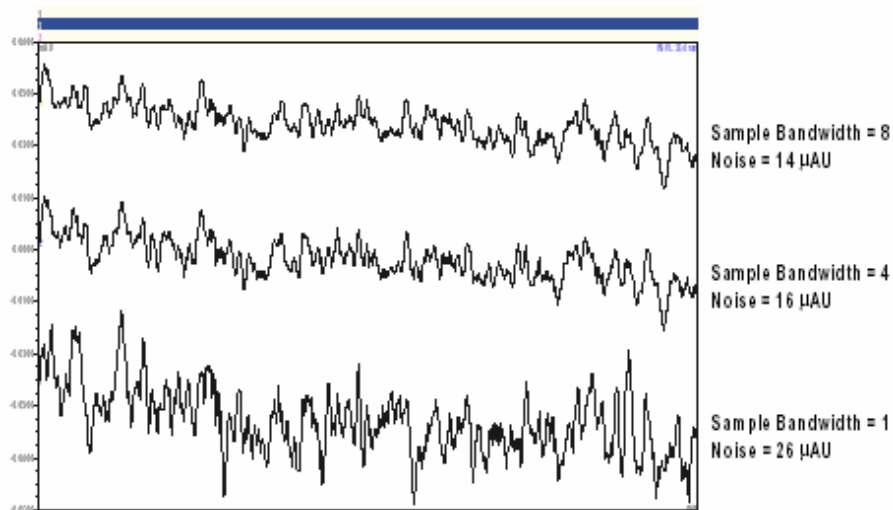
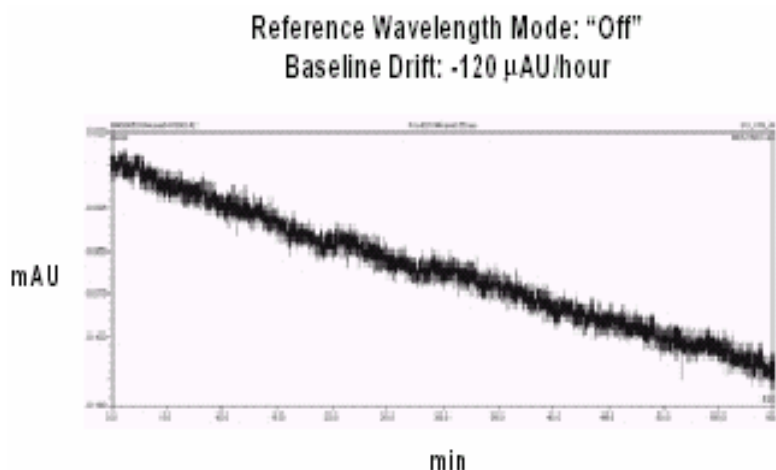


图 13. 带宽对基线噪声的影响

参考波长

参考波长是参比光亮度的中心波长，吸光度的测量就是比较样品光亮度 and 参比光亮度。参比光模式有两种：“active”和“off”。

- 选择 active 参比模式，输入一个波长（在样品扫描范围选择），被选波长将用于参比波长
- 进行等浓度分析时，如果环境温度稳定，选择“off”模式以确保最小的噪音；进行梯度分析时，选择“active”模式有助于补偿基线漂移。



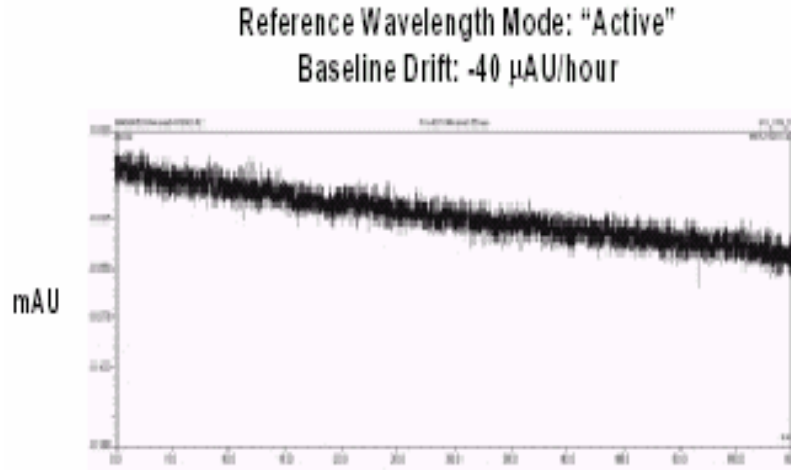


图 14. 参考波长对基线漂移的影响

样品波长: 520nm, 样品带宽: 10nm, 参考带宽: 50nm, 流速: 1.0ml/min, 压力: 1500psi

参考带宽

参考波长选择为“active”模式后，需要设定参考带宽。较宽的参考带宽可以降低基线噪音，同时选择性下降。

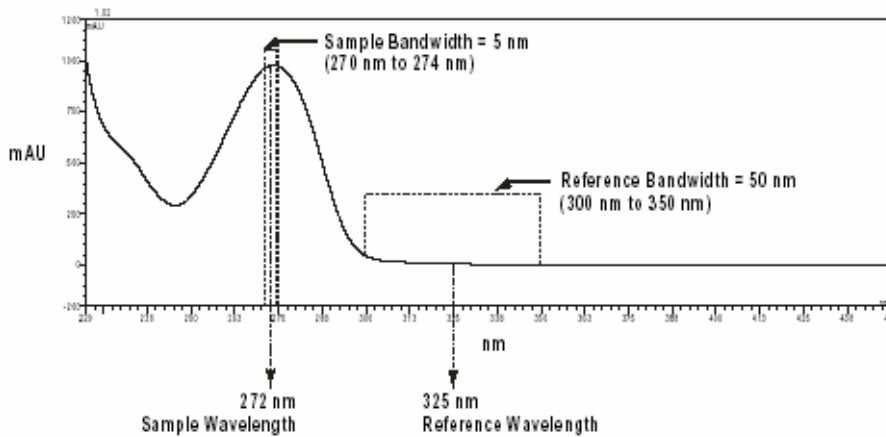


图 15. 咖啡因的光谱图

样品波长: 572nm, 样品带宽: 5nm, 参考波长: 325nm, 参考带宽: 50nm,

束宽

当采集 3D 数据时，束宽的设定是确定多少纳米。默认值是 1nm，选择束宽高于 1nm 将减少所需数据的存储。当化合物的光谱图出峰良好时，不要选择束宽；

束宽将减低光谱的分辨率。

步长

步长是两个连续储存的数据点之间的时间间隔，一般来说，步长越小，更多数据点被记录，分析结果更精密。然而，由于采集的数据点越多，需要储存的容量就越多，步长的设定有时代表在一定量的采集信息和文件大小之间的一个折衷。

Chromeleon 自动选择步长值，它是用户选择数据采集数率的倒数。例如，如果数据采集数率是 5.0Hz，软件设置的步长是 0.2 秒。下表显示了自动选择设定步长对每个数据采集数率。

数据采集速率 (Hz)	步长 (秒)
0.25	4.0
0.5	2.0
1.0	1.0
2.0	0.5
2.5	0.4
5.0	0.2
10.0	0.1
20.0	0.05

4. 故障指南

4.1 无响应信号

- * 检测器无电源。
 - 检查电源插座、开关和保险丝。
- * 开机自检失败 (Power 指示灯闪动)。
 - 用甲醇清洗流动池后重新开机。
- * 没有开灯。
 - 检查设定的波长与光源是否匹配。
- * 检测器补偿值超出范围。
 - 按 Auto Offset (自动补偿) 键。

4.2 基线噪音

- * 淋洗液或柱后试剂中有杂质
 - 采用高纯试剂和去离子水，并在使用前过滤。
- * 流动池中有气泡，造成基线有规律地抖动
 - 对淋洗液和柱后试剂进行脱气。
 - 延长废液管的长度，增加反压，消除气泡。
- * 平衡时间太短
 - 开灯或者更换流动相后至少平衡 30 分钟。
- * 流动池以前的系统有泄漏发生，基线无规律漂移
 - 检查全部管路和接头，拧紧（不要过度拧紧）或更换，以消除泄漏。
- * 氘灯变暗
 - 更换氘灯。
- * 泵头内有气泡
 - 排气泡，流动相脱气。
- * 前一次分析的强保留组分被缓慢洗脱
 - 采用更强的淋洗液重新平衡，清洗分离柱。
- * 流动池被污染

—— 清洗流动池。

* 基线噪音被夸大

—— 调节 Y 轴的标尺。

* 参考波长不合适

—— 紫外检测时，参考波长应小于 380nm；

—— 可见光检测时，参考波长应小于 600nm。

* 带宽太窄

—— 选择合适的带宽。

* 响应时间不合适

—— 选择合适的响应时间。

* 实验台振动

—— 消除振动。

4.3 基线噪音漂移

* 环境温度变化

—— 控制温度。

* 光源不稳定

—— 更换新灯后，至少运行 8 小时。

* 参考模式选择不当

—— 梯度淋洗时激活参考模式（选择参考波长）；

—— 等度淋洗时关闭参考模式（不选择参考波长）。

* 流动池泄漏

—— 检查管路和接头，拧紧（不要过度拧紧）或更换。

4.4 光源不发光或者指示灯闪动

* 灯太旧或者烧坏

—— 换灯。

4.5 波长校正失败

- * 灯太旧或者烧坏
—— 换灯。
- * 光源有缺陷，需要重新校正
—— 关掉 PDA-3000 电源，重新开机自检。
- * 流动池被污染
—— 用甲醇清洗流动池。
- * 流动池光窗模糊
—— 用甲醇清洗流动池。

4.6 分辨率低

- * 样品带宽太大
—— 选择仅包括吸收波长的样品带宽。
- * 参考波长不合适
—— 所选择的参考波长应仅具有最小吸光值，并处于波长范围以内。
- * 波长范围太窄
—— 波长范围应包括参考波长，但是样品吸收波长不能包含在参考带宽之中。
- * 参考带宽太大
—— 参考带宽不能与样品带宽重叠。

4.7 峰形不好

- * 样品浓度太高，色谱柱过载
—— 稀释样品；
—— 减少进样体积。
- * 样品浓度太低
—— 增加进样体积；
- * 流动相不合适
—— 不要采用在样品吸收波长处有吸收的流动相。
- * 样品波长或参考波长不合适

—— 选择合适的样品波长。

* 样品带宽或参考带宽太大

—— 较窄的带宽适用于较窄的色谱峰；带宽增加可以降低基线噪音，但是将降低峰高。

4.8 自检

4.8.1 开机自检

PDA-3000 开机后自动进行波长和电路校正。

4.8.2 Moduleware 实时自检

PDA-3000 的 Moduleware 定期检查各个运行参数的状态。发现问题后显示在 Chromeleon 的 Audit Trail 中。

4.8.3 软件自检 (CHROMELEON)

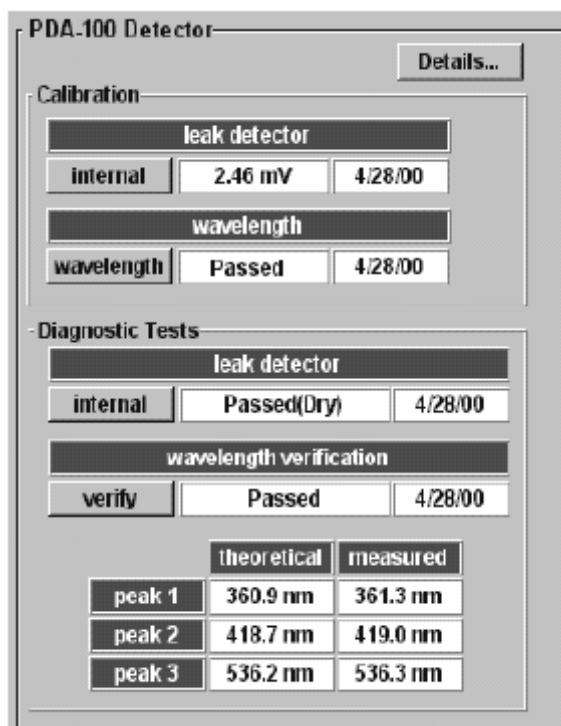
① 光源寿命

显示灯的运行时间。如需重新设定应进行以下操作：

- a. 更换新灯后，在 CHROMELEON 中点击 Control > Command；
- b. 选择 UV Lamp Age 或者 Vis Lamp Age；
- c. 将读数设为零，按 Execute 键。

② 波长校正

- a. 更换新灯后，在 CHROMELEON 中点击 Control > Command；
- b. 选择 UV > UV_calibration > Wavelength Cal；
- c. 按 Execute 键；
- d. 校正完成后，选择 Wavelength Cal Result，或者进入 PDA-3000 的 Wellness 控制面板（见下图）。



4. 9 波长检验失败

- * 检测器波长需要重新校准

—— 打开 PDA-3000 Wellness 面板运行波长校准程序。

- * 无溶剂流过检测池

—— 如果 LED 闪，用去离子水或甲醇冲洗，然后关闭检测器电源 30 秒，重新打开电源，检验电源的 LED。

- * 灯需要更换

- * 在波长处的溶剂吸收报出校验

—— 在波长校验测试过程时，用去离子水或甲醇通过系统。

- * 过滤器浆板位置出错

4. 10 不能采集光谱图

- * 光谱范围是非程序的

—— 在 chromeleon 软件中 PGM 文件或 PDA-3000 控制面板选择光谱范围。

4. 11 低的光谱分辨率

- * 束宽太低

—— 选择束宽设定为 1nm，然后重新检查分辨率。

* 不正确的参比波长

——选择一个最低吸收的参比波长，确保参比波长包括在波长范围。

* 波长范围太窄

——确保光谱波长范围包括在参比波长和参比带宽，确保峰的吸收波长不包含在参比带宽中。

* 参比带宽太宽

——选择一个窄的参比带宽，参比带宽不与带宽重叠。

4. 12 峰太大或太小

* 采集模拟数据

——检查记录仪和积分仪输入电压，PDA-3000 提供 1v 满量程输出。

——选择合适的输出范围校验。

* 系统问题

——用适当样品体积或浓度校验

* 参比带宽太宽

——选择一个窄的参比带宽，参比带宽不应该与样品带宽重叠。

太小

4. 13 峰形太差

* 标液浓度太高；柱过载

——稀释标液，安装一个小样品环或注射小体积样

* 标液浓度太低；

——增加标液浓度。

* 流动相不合适；

——不使用强吸收流动相

* 选择样品波长不合适；

* 选择参比波长不合适

*带宽太宽

——选择一个能提供所需分辨率获得所需灵敏度的带宽。

*参比带宽太宽

——选择一个能提供所需分辨率获得所需灵敏度的带宽。

*流动池颠倒

——检查流动池内部管路，正确连接到内部前面板上。

*安装分析流动池选择半微量池流速

——在低于 1.0 mL/min 操作，安装一个半微量流动池

4.14 USB 连接有问题

*PDA-3000 不能被 windows 操作系统识别

——重新连接 USB 线到计算机，打开 PDA-3000 电源，windows 将自动识别检测器。

5. 维护

本章描述了 PDA-3000 常见故障的修理程序。更换部件前，请阅读第四章，了解产生问题的原因。确定更换部分时，请记录系列号 (S/N) 和产品号 (P/N)；采用别的部件代替时，也应记录其产品号。进行修理工作前应与维修站联系。

5.1 消除液体泄漏

更换泄漏处的泄漏管路和接头。

PDA-3000 with Analytical Cell:

Component	PEEK Flow Cell Part No.	Stainless Steel Flow Cell Part No.
Inlet tubing: 0.38-mm (0.015-in) ID	6080.2401	N/A
Outlet tubing: 0.38-mm (0.015-in) ID	6080.2401	N/A
Inlet tubing: 0.25-mm (0.010-in) ID	N/A	6080.2402
Outlet tubing: 0.25-mm (0.010-in) ID	N/A	6080.2403
Reducing union fittings	6080.2101	6080.2102
Ferrules	6080.2110	6080.2111
Nuts	6080.2120	6080.2121

PDA-3000 with Semi-Micro Cell:

Component	PEEK Flow Cell Part No.	Stainless Steel Flow Cell Part No.
Inlet tubing: 0.12-mm (0.005-in) ID	6080.2404	N/A
Outlet tubing: 0.38-mm (0.015-in) ID	6080.2401	N/A
Inlet tubing: 0.12-mm (0.005-in) ID	N/A	6080.2405
Outlet tubing: 0.25-mm (0.010-in) ID	N/A	6080.2403
Reducing union fittings	6080.2101	6080.2102
Ferrules	6080.2110	6080.2111
Nuts	6080.2120	6080.1121

PDA-3000 with Semipreparative Cell:

Component	PEEK Flow Cell Part No.
Inlet tubing: 0.51-mm (0.020-in) ID	6080.2406
Outlet tubing: 0.51-mm (0.020-in) ID	6080.2406
Union fittings	6080.2103
Ferrules	6080.2110
Nuts	6080.2120

5.2 清洗流动池

- ① 以 1.0ml/min 泵送甲醇 30 分钟；
 - ② 用去离子水清洗（流速和时间同上）；
- 如果以上方法收效甚微，可以尝试以下方法：

- ① 在流动池进口连接注射器接头；
- ② 用注射器依次注入去离子水、乙腈和 3M HNO₃；

- ③ 以 1.0ml/min 泵送去离子水 30 分钟；
- ④ 恢复流路。

5.3 去除流动池中聚集的气泡

流动池中如有气泡，将造成基线波动，还会产生无规律噪音并降低响应值，气泡可能产生于分离柱的安装过程或淋洗液的脱气过程中。

- ① 在流动池进口连接注射器接头；
- ② 用注射器注入 3~5mL 甲醇；
- ③ 用去离子水清洗
- ④ 恢复流路。

5.4 拆卸流动池

- ① 拆除 PDA-3000 的前面板；
- ② 拆除流动池进、出口的连接管路；
- ③ 拆除流动池前面的盖板；
- ④ 拆除光源盖板上的管路支架；
- ⑤ 拆除光源盖板上的流动池进口管路；
- ⑥ 从光路托架上拖出流动池。



图 16. 拆卸流动池

5.5 更换流动池

- ① 将新的流动池插入光路托架后轻轻向回拉，听到“卡嗒”声表明安装到位；
- ② 恢复流路；

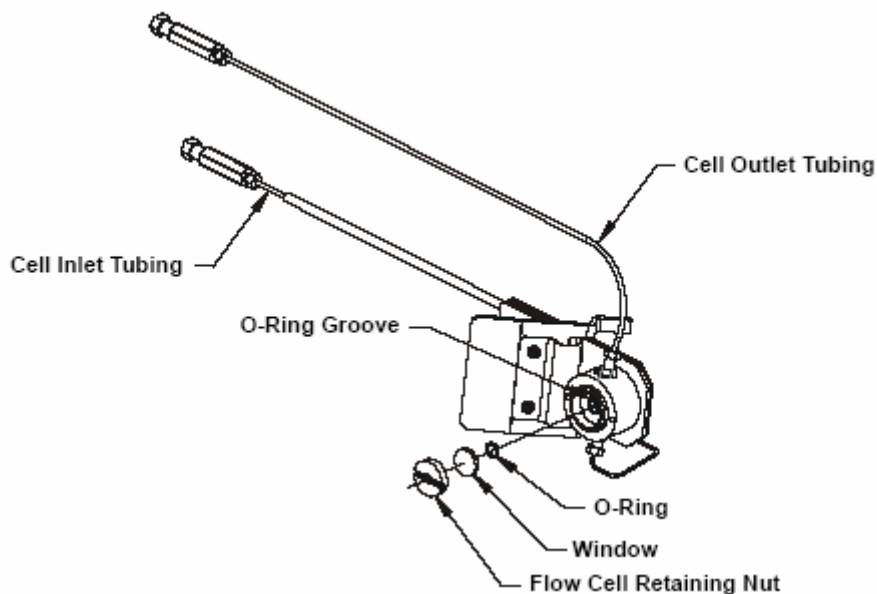


图 17 更换流动池

5.6 更换氙灯

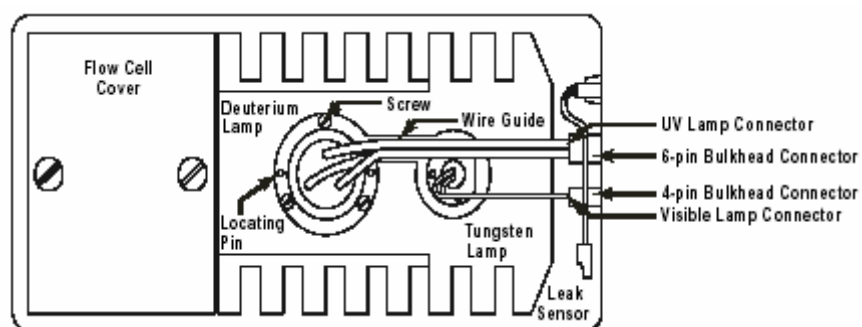


图 18. 光源的连接

- ① 关断 PDA-3000 的电源，拔掉电源线，拆除前面板；
- ② 拆除光源盖板上的管路支架和流动池进口的连接管路；
- ③ 拆除流动池前面的盖板；
- ④ 拆除光源盖板（拧松 4 个固定螺丝）；
- ⑤ 拆除氙灯的 6 针连接电缆；
- ⑥ 拧松 3 个固定螺丝，将氙灯拖出光路托盘；

- ⑦ 仔细检查新的氙灯表面是否清洁（用异丙醇清洗）；
- ⑧ 将新的氙灯插入光路托盘，拧紧固定螺丝；
- ⑨ 重新连接氙灯的 6 针电缆，恢复盖板、管路；
- ⑩ 在 CHROMELEON 中重新设定氙灯的寿命。

注意：更换光源前必须等待其冷却至室温。

电缆和管路不要被盖板压住。

PDA-3000 电源接通后自动进行波长校正。

新氙灯开始运行的几个小时将出现基线漂移。

5.7 更换钨灯

- ① 关断 PDA-3000 的电源，拔掉电源线，拆除前面板；
- ② 拆除光源盖板上的管路支架和流动池进口的连接管路；
- ③ 拆除流动池前面的盖板；
- ④ 拆除光源盖板（拧松 4 个固定螺丝）；
- ⑤ 拆除钨灯的 4 针连接电缆；
- ⑥ 拧松固定螺丝，将钨灯拖出光路托盘；
- ⑦ 仔细检查新的钨灯表面是否清洁（用异丙醇清洗）；
- ⑧ 将新的钨灯插入光路托盘，拧紧固定螺丝；
- ⑨ 重新连接钨灯的 4 针电缆，恢复盖板、管路；
- ⑩ 在 CHROMELEON 中重新设定钨灯的寿命。

注意：更换光源前必须等待其冷却至室温。

电缆和管路不要被盖板压住。

PDA-3000 电源接通后自动进行波长校正。

新钨灯开始运行的几个小时将出现基线漂移。

5.8 更换保险丝

- ① 关断主电源开关，拔掉背面板主电源线；
- ② 保险丝盒位于后面板主电源插座内。在保险丝盒两侧内凹处有锁定机构。
用小改锥向中间拨动锁定销，保险丝盒向外弹出大约 1/16 英寸，向外拉

出即可（见图 16）。

- ③ 保险丝盒内有两个保险丝，取出并更换新的保险丝。
- ④ 插回保险丝盒，用力推使两个锁定销将其锁住。

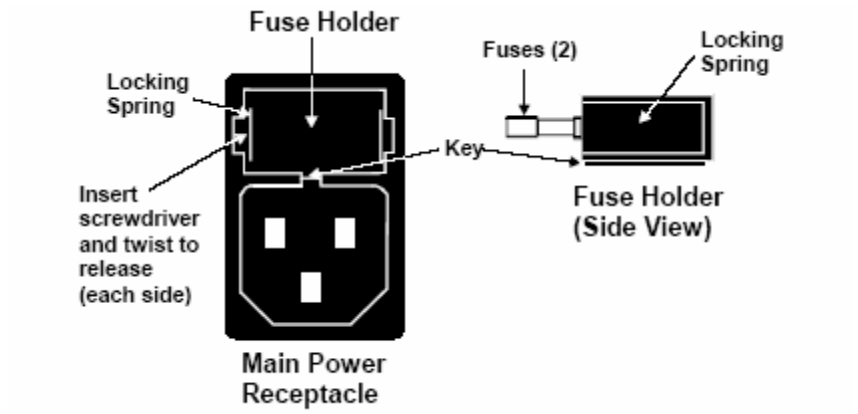


图 19. 更换保险丝示意图

附录 A 技术指标

A.1 物理指标

几何尺寸：38.6cm 宽 x17.15cm 高 x50.8cm 长

净重：16 公斤

A.2 操作环境

操作温度：4~40℃

操作湿度：5~95%

A.3 电学参数

主电源：85~264V, 47/63Hz

输入功率：162W

输出功率：130W

保险丝：4.0A IEC127 型速熔保险丝

A.4 检测器

光源：氘灯（30W），钨灯（10W）

波长范围：190~800nm 连续可调

像素分辨率：0.7nm

波长精度：±1nm

噪音：±10 μ AU (254 nm, 响应时间 2 秒, 带宽 4nm, 去离子水)

±15 μ AU (520 nm, 响应时间 2 秒, 带宽 10nm, 去离子水)

漂移：<500 μ AU/小时（不包括预热时间）

模拟信号输出：满量程输出 1000mV

模拟输出范围：0.005, 0.001, 0.01, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0 和 3.0AU

A.5 流动池

池体材料：PEEK/不锈钢

池体积：13 μ L

光路长度：10mm

最大压力：2.0MPa(300psi)

溶剂限制：不得使用正相溶剂、含氯溶剂和浓度大于 0.1M 的碱溶液

A.6 热交换器

最大操作压力：300psi（PEEK 流动池）

500psi（不锈钢流动池）

体积：20 μ L（PEEK 流动池）

9 μ L（不锈钢流动池）

附录 B 安装

B.1 安装指导

PDA-3000 安放在坚固、稳定的实验台上,后面至少留出 6cm 的空隙以连接管线和散热。

室温在 10-40°C 之时方可开机。若改变操作环境,应至少等待一小时以挥发可能冷凝的水分。

B.2 连接 PDA-3000 到 chromeleon PC

1. 插上 USB 连接头的“ A ”到计算机的 USB
2. 插上 USB 连接头的“ B ”到 PDA-3000 后面板上。

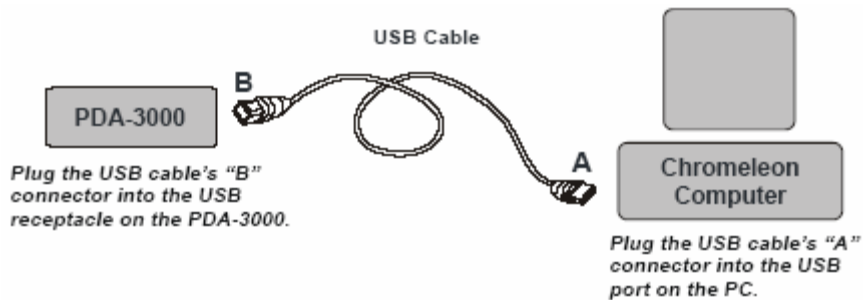


图 20 PDA-3000 连接 PC

B.3 电源连接

PDA-3000 需要接地的单相电源,三孔插头确保安全接地。PDA-3000 可以自动选择在线电压。

警告：电源未接地时不得操作！

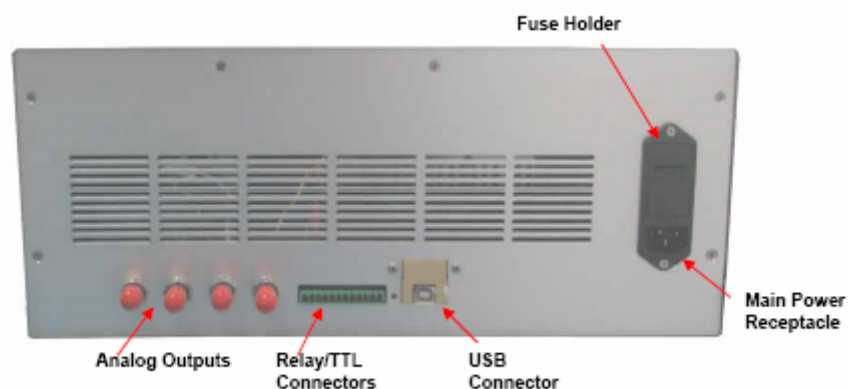


图 22 PDA-3000 后面板

B. 4 流动池

流动池已经安装在 PDA-3000 中。为了防止产生气泡，流动池的出口可以安装反压管：在流速为 1ml/min 时，采用长 1M、内径 0.25mm(0.01in)的管路可以产生 150kPa(22psi)的反压。

注意：流动池所承受的反压不能超过 2MPa（PEEK 流动池）或 3MPa（不锈钢流动池），如果反压管出口无法到达废液容器，可以使用较粗的管路（不会产生反压）与其连接直至废液容器。

- 1 从内部前面板上移去流动池盖。
2. 分析流动池或半微量流动池：从灯盖上移去支架

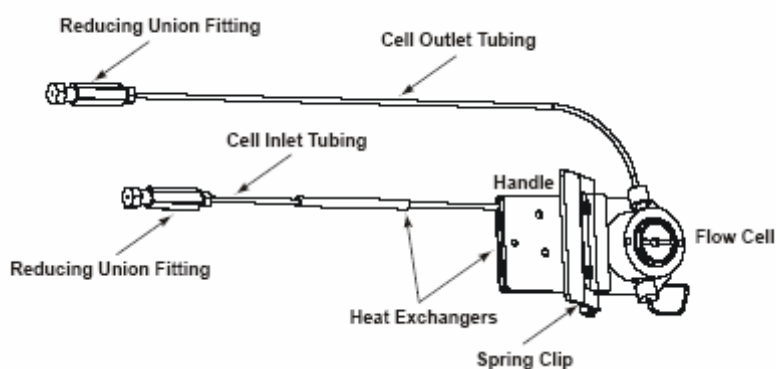


图 23 分析或半微量流动池

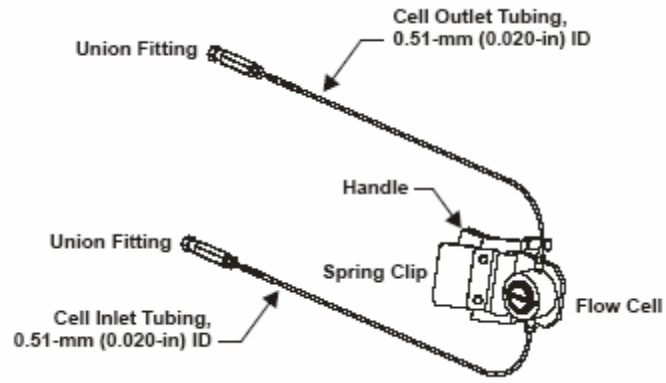


图 24 半制备流动池

3. 连接池上内部管到连接接头
4. 连接反压管线到池出口连接处。

B 5 连接废液线路

连接废液线到右下端的出口，放置废液管的末端到废液瓶中。

