

U-3000 系列试剂架 操作手册



戴安中国有限公司

技术中心

2006.5

目录

1. 概述.....	3
2. 安装.....	7
3. 操作.....	17
4. 故障排除	19
5. 常规维护	22
6. 技术指标	25

1. 概述

1. 1 描述

试剂架用于 HPLC 分析，作为 Dionex UltiMate 3000 系统的一部分，具有非常高的质量。试剂架为溶剂瓶的安放提供了安全的位置，同时，当把试剂架放在 UltiMate 系统的顶部时，又节省试验台的空间。

试剂架包括一个溶剂瓶托盘，溶剂瓶及相应的连接管路。只有 SR-3000 试剂架不带真空脱气机。其余的试剂架，都集成有真空脱气机，通过特殊的聚合体膜（气体能透过，但液体不能透过）脱气。溶剂的脱气保证了仪器的再现性，同时又减少了泵的脉冲。

SR-3000 型试剂架不集成真空脱气机，仅作为溶剂的组织器，与 LPG-3400 泵配套使用，LPG-3400 泵带有集成的真空脱气机。

流路的所有配件都是 Teflon AF,PEEK,PPS,FEP,不锈钢或钛制成的，能耐大多数 HPLC 试剂和缓冲盐的腐蚀。

1. 2 配置

下表是目前能获得的试剂架类型。如有任何问题，请与 Dionex 公司或代理商联系。

试剂架型号	部件号	描述
SRD-3600	5035.9230	带 6 通道真空脱气 用于 DGP-3600 (A,M,MB) 泵
SRD-3400	5035.9245	带 4 通道真空脱气 用于 HPG-3400A 或者 M 泵
SRD-3200	5035.9250	带 2 通道真空脱气 用于 ISO-3100A 和/或 HPG-3200A 和 M 泵
SR-3000	5035.9200	不带真空脱气，

提示：带有分析脱气机的试剂架不能与半制备泵连用。

1. 3 前面板



图 1：试剂架前面板（上图：SRD-3x00）

序号	前面板成分	描述
1	LEDs	
	Power	试剂架电源开时 LED 灯是蓝的
	Vacuum	真空脱气机正常工作时 LED 灯是绿的 真空脱气机不能正常脱气时 LED 灯是红的;此时, 状态 LED 灯也是红的
	Status	脱气机正常工作, 没有检测到泄漏, 此时 LED 灯是绿的。 真空脱气机不能正常脱气时 LED 灯是红的。此时, Vacuum LED 灯也是红的。 如果泄漏传感器检测到泄漏 LED 灯也是红的
2	Stand-by button	切换试剂架到 Stand-by 模式 (LED 是红的) 要继续操作, 再次按 Stand-by button 键 (LED 灯不亮)

1. 4 管路连接

将前门向上抬起，就很容易接触到试剂架内部的流路连接部分。
打开的门被锁在最顶端。

警告：安全考虑，当有溶剂瓶在溶剂托盘中时不要抬试剂架。

重要：当移动试剂架时，抬仪器的底部或者两边。从前面板移动可能会损害前面板。

重要：打开的前面板门不是用来承载重物的。因此，不应该放置任何物品。



图 2：打开前门的 SRD（SRD-3600）

1. 5 泄漏传感器

泄漏传感器安放在前面板内部的底板上，能够检测到内部的液体泄漏。

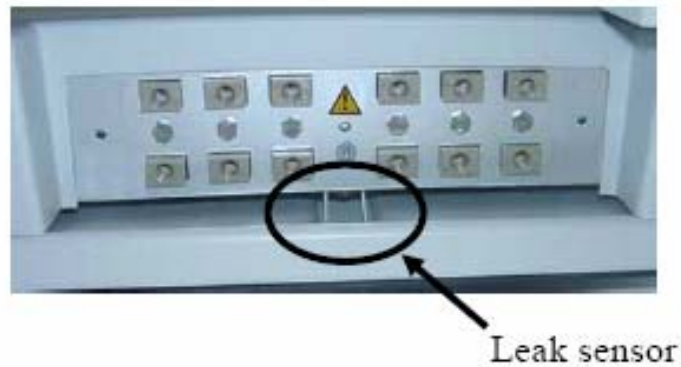


图 3: 泄漏传感器 (SRD-3600)

当泄漏传感器检测到泄漏时，Status LED 灯变红。如果试剂架通过 Ultimate-3000 系列泵操作，在泵的前面板上就会显示一个错误信息（检测到试剂架泄漏）。当泵被 Chromeleon 软机控制时，如果泄漏传感器与液体接触 10 分钟，错误信息就会记录进 Chromeleon audit trail 中。

当泄漏传感器报警时，要排除泄漏并擦干泄漏传感器。

提示：只要泄漏传感器暴露在液体中，前面板的 Status LED 灯就仍然是红的。

1. 6 系统自诊

试剂架包含有系统诊断和可靠性特性。有助于发现一些小问题。

- 泄漏检测：前面板的 Status LED
- 脱气机真空度管理：前面板的 Status 和 Vacuum LEDs

检测到错误时，前面板的 Status LED 或者 Status 和 Vacuum LEDs 变红。如果试剂架与 Ultimate 3000 系统的泵相连且泵受 Chromeleon 软件控制，那么关联的错误信息也被记录到 Chromeleon audit trail。

2. 安装

2.1 安装要求

拆箱后连接电源前，试剂架应放置 4 小时以使运输过程中产生的冷凝水蒸发掉。4 小时时候，如冷凝水还没有蒸发完全，继续放置直至冷凝液全部蒸发掉。

仪器安装的实验室位置必须符合下列条件：没有震动，温度变化不大，没有阳光直射，电源连接和试剂架之间要有足够的空隙电路连接和通风。

如果试剂架作为 Ultimate 3000 系统的一部分，例如，分析型 HPLC 系统，建议按照下图进行摆放。

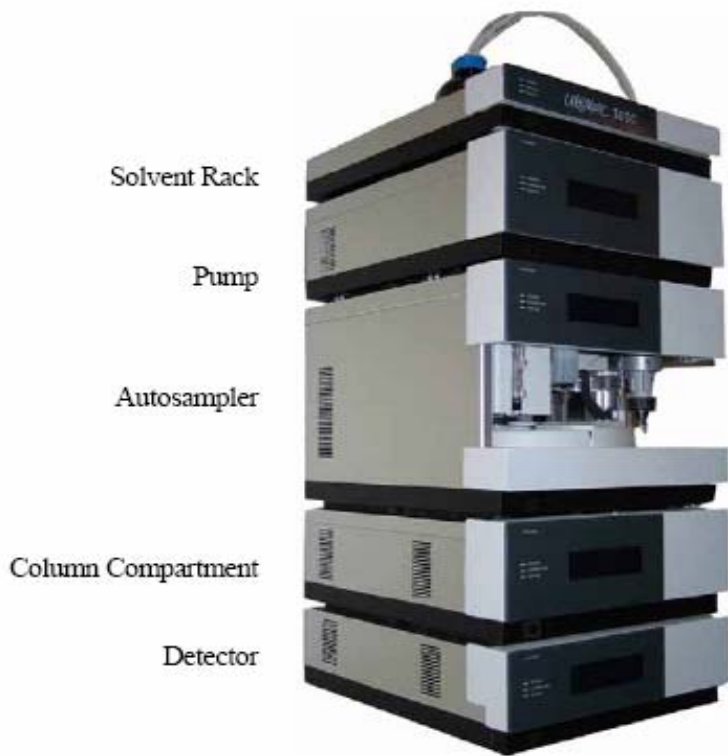


Fig. 4: Example for an UltiMate 3000 system

2. 2 后面板连接



图 5: 试剂架后面板

序号	描述
1	抽出气体出口

2	DC 输入（电源）
3	15 针 D-Sub 接口。连接试剂架到泵
4	类型标签

2. 2. 1 电源连接

连接试剂架到 Ultimate 3000 系统泵上（15 针 D-Sub 接口）,或者连接到外部电源提供设备（部件号 6510.0004）。

2. 2. 2 设备控制界面

重要： 为确保正常操作，总是使用附件工具箱里提供的网线。

提示： 除了试剂架，Ultimate 3000 系统所有其它的模块设备都可以独立的连接到计算机上。然而，Dionex 建议交互连接所有模块设备，最后通过一个连接线连接系统到计算机。可通过泵或者自动进样器的 USB 集线器实现。

2. 2. 2. 1 DC 输入（电源）

要直接连接试剂架到主电源上，要连接外部电源提供设备（部件号 6510.0004）。

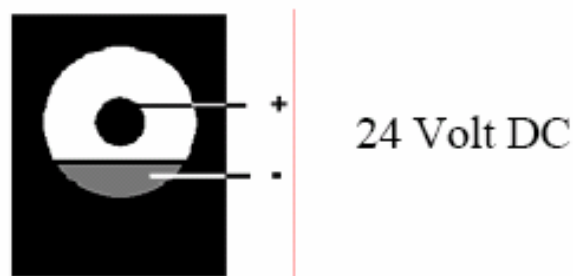


图 6：DC 输入

重要：如果试剂架通过 15 针 D-Sub 接口连接到 Ultimate 3000 系统的泵上，就不要连接外部电源提供设备。

提示：仅仅不想使用 Ultimate 3000 泵控制试剂架，在使用外部电源设备。

2. 2. 2. 2 15 针 D-Sub 接口

使用附件工具箱中的网线将试剂架与泵相连。了解更多有关连接试剂架到泵的信息，参考操作（17 页）。

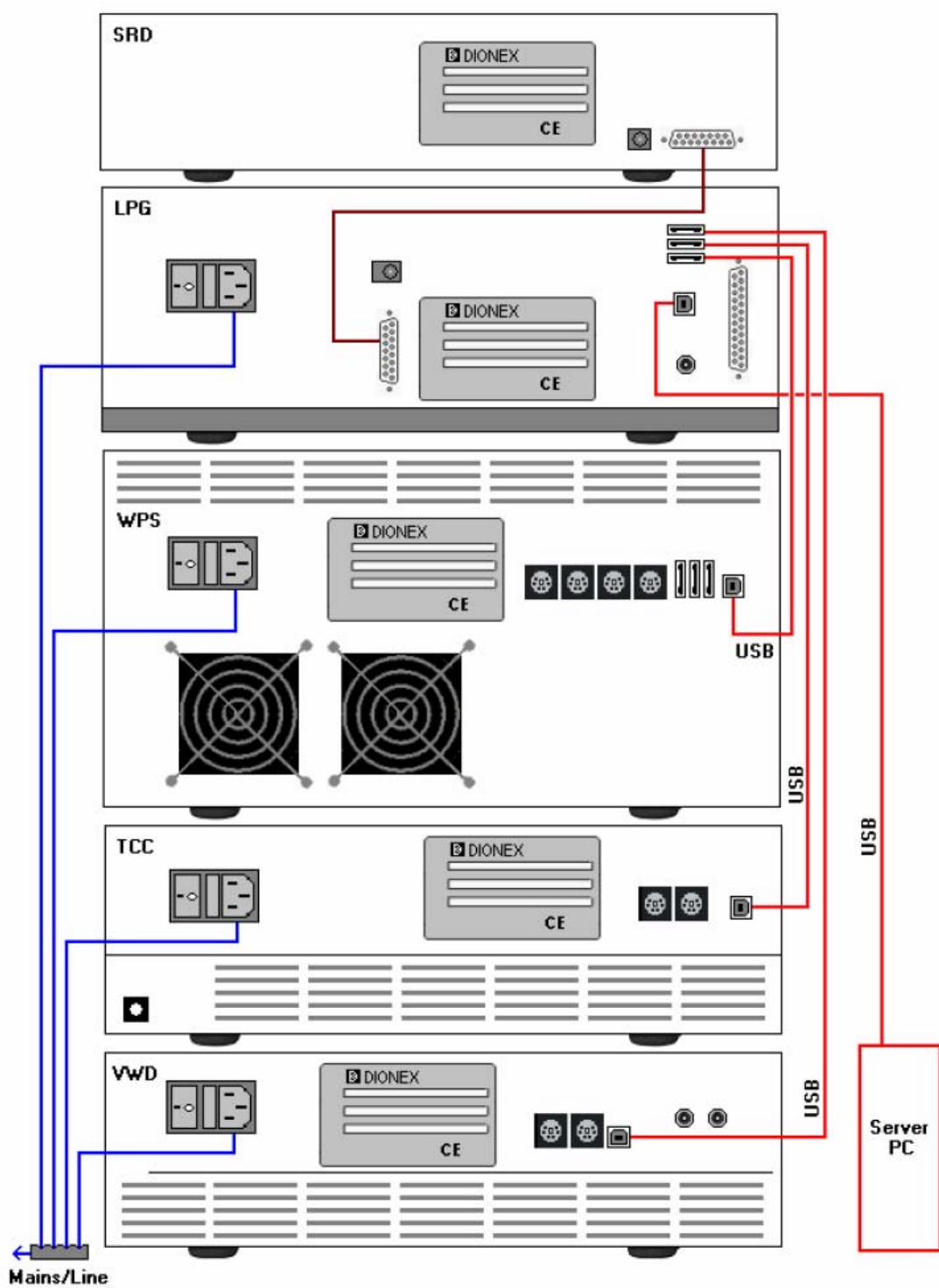


图 7: Ultimate 3000 系统后面板连接图例

2. 3 准备试剂架

1) 连接试剂架到 HPLC 系统时，要符合安装要求（7 页）。

提示: 如果试剂架是 Ultimate 3000 nano 或者毛细管 HPLC 系统, nano/毛细管系统手册提供了关于如何布置和连接模块设备的相关信息。

2) 连接排液管到排液孔，以排掉由于泄漏积累在仪器内部到仪器右侧底部的液体。直接将排液管引到废液桶内。

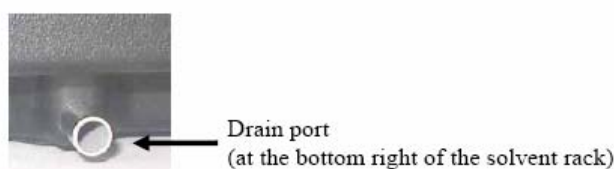


Fig. 8: Drain port

重要: 排液管要低于排液孔。如果排液管高于排液孔，液体可能回流仪器内部损坏设备。

如果试剂架是 Ultimate 3000 系统的一部分，可使用设备附件工具箱中的连接头连接整个系统模块设备的排液管。



图 9: 连接的排液管

如图 a 排液管从试剂架连接到泵，再从泵连接到自动进样器。Dionex 建议从柱箱处连接排液管，如图 b。这样能够避免柱箱中的气体传感器受其它模块设备的排液管影响。作为选择，也可以直接从柱

箱的 T 型处连接排液管到废液桶。图 c 显示从检测器连接排液管。

Dionex 推荐按下表剪切排液管：

管路	长度 (mm)
试剂架到泵	215
泵到自动进样器	332
泵或自动进样器到 T 型处	30
自动进样器到柱箱	217
柱箱到 T 型处	133
柱箱到检测器	73

3) 如需要，连接管子到试剂架后面板的抽出空气出口，排除真空脱气腔的气体。



Fig. 10: Connect tubing here to vent any vapors exiting the degassing chambers to waste

4) 连接溶剂管路到脱气通路。

5) 选择下列二种操作之一：

- 通过泵操作试剂架：

- ◆ 连接泵到脱气管路。

- ◆ 试剂架通过泵供电。通过对应的后面板连接口将试剂架和泵连接。

- 独立操作

使用外部电源提供设备使试剂架与交流电源连接。

2. 3. 1 连接溶剂管路到脱气机

试剂架包括溶剂瓶和配套的管路。瓶冒有 5 个孔。其中 4 个孔封着（白色瓶冒），一个开口。溶剂管路插入开口的孔中。

准备和安装试剂瓶中的溶剂管线：

1) 溶剂管线穿过固定向导，接着插入瓶冒的开口中。

2) 将有过滤片的过滤座插入管线中。确保管线尾部是平的并没有变形，如有必要，用刀重新切割管路。

提示：作为标准配置，过滤片是不锈钢的。如果你的 Ultimate 3000 系统包括生化泵（LPG-3400MB 或者 DGP-3600MB），用钛过滤片替换不锈钢过滤片。为此，从顶端拧开过滤座，从底部更换过滤片。当更换了新的过滤片到底部时，要保证过滤片是在同一水平位置。

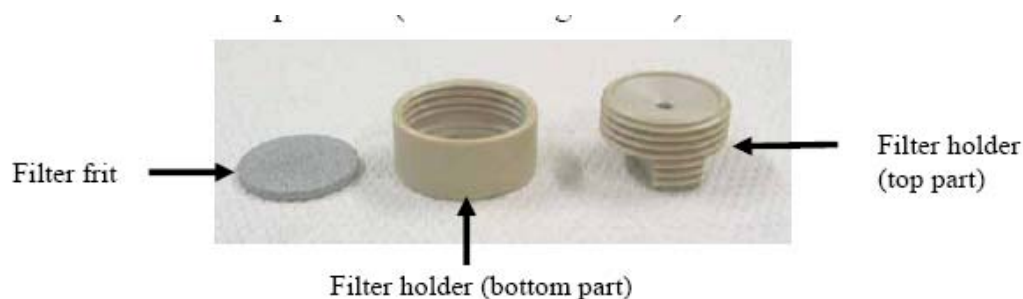


图 11：带过滤片的过滤座

如果泵为 HPG-3200P 半制备泵，也要使用泵附件工具箱中特殊的过滤片。

3) 把上述完整的装配放入溶剂瓶中。

4) 手拧紧溶剂瓶盖。

重要：在溶剂管线上需要安装过滤头。这样会防止污染物到达 HPLC 系统。

提示：当更换溶剂管线时，移去过滤头，接着时溶剂管线，最后是固定导向。

5) SRD-3x00 (SR-3000 不包括脱气机)

连接管路到脱气机模块对应的连接口。溶剂管路通过支架底盖的开口。移去脱气机进口的死堵头，按对应的标签连接管线。

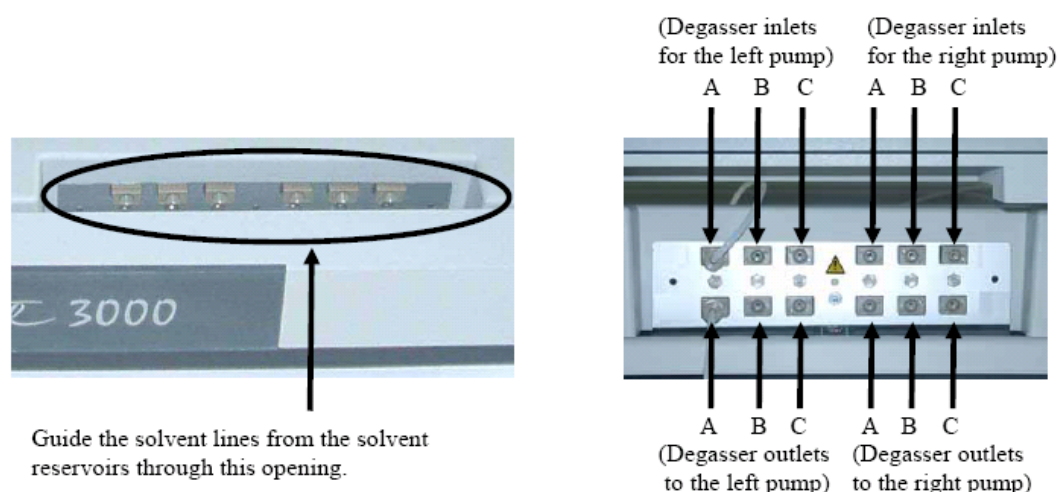


图 12: 连接溶剂瓶 (SRD-3600 试剂架和 DGP-3600 泵)

提示：连接溶剂管路前，确保连接头是没有污染的。任何微小的颗粒物都可以使气泡进入脱气机中，降低仪器的使用效率。

2. 3. 2 连接脱气机到泵

对于 Ultimate 3000 系统泵，溶剂管路在生产工厂已连接到泵上，通过泵的前面板和顶盖之间的通路。



图 13: Ultimate 3000 泵预连接溶剂管路

移除脱气机出口的死堵头，连接对应标签的溶剂管路。

提示： 确保溶剂瓶与泵尽可能接近。为了避免在溶剂瓶中产生气泡，确保溶剂瓶与泵同高度或者更高。因此按图 4 放置试剂架在泵上面。泵到脱气机的管路也要尽可能短，避免在溶剂中产生气泡。

3. 操作

3. 1 独立操作

确保安装场所符合安装要求。使用外部电源提供设备连接试剂架到交流电源。连接外部电源提供设备到仪器后面板的 DC 输入口，再连接到电源。

3. 2 通过 Ultimate 3000 泵操作

确保安装场所符合安装要求。按照下面的操作连接试剂架到泵：使用附件工具箱中的网线连接试剂架后面板的 15 针 D-Sub 接口和泵的 5 针 D-Sub 接口。试剂架的电源通过泵提供。

现在，脱气机准备操作，通过泵 Chromeleon 能够控制试剂架。如果泵受 Chromeleon 软件控制，按照下面说明打开和关闭脱气机：

- 1) 打开 Chromeleon 软件控制面板。
- 2) 点击 Control 菜单的 Command 打开 Command 对话框（也可按 F8 键）。
- 3) 点击 Pump 旁边的+号，显示下面的项目。
- 4) 设置 Degasser 为 On，打开脱气机（图，页）。

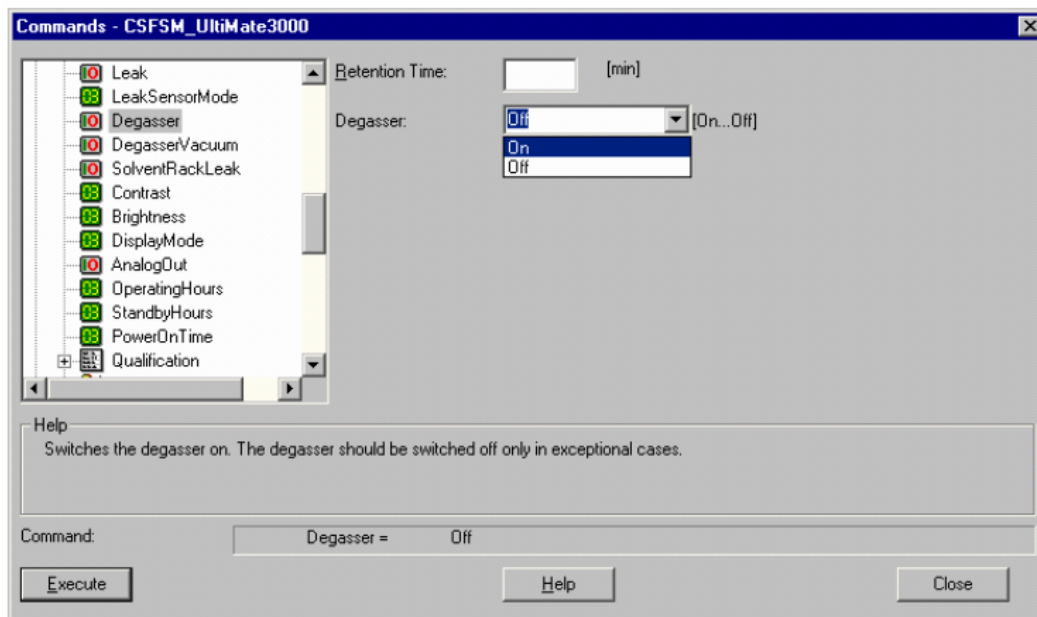


图 14: Command 对话框

提示: Dionex 建议总是保证脱气机开启。关闭泵，脱气机也会自动关闭。

除了 Degasser，在 Command 对话框下面 Pump 下面还有与脱气机相关的参数：

Chromeleon	描述
脱气机真空度	报告 SRD-3x00 试剂架脱气机是否达到操作真空度（OK 或者 NotOK）
试剂架泄漏	报告 SRD-3x00 试剂架的泄漏传感器是否检测到泄漏（Leak 或者 NotLeak）

重要: 试剂架连接的泵切换到 Stand-By 模式（通过泵前面板的 Stand-By 键，后者通过 Chromeleon 软件的 StandbBy 命令），也会使试剂架的功效失效。

提示: 如果试剂架作为 HPLC 一部分被 Chromeleon 软件控制，程序文件能包含一个命令，电源故障后会自动重启操作。

4. 故障排除

4. 1 错误信息

如果试剂架与 Ultimate 3000 系统的泵连接，那么每次试剂架出现故障或机械问题，就会在泵的前面板显示错误信息。

提示：当泵被 Chromeleon 软件控制时，错误信息也会存储在 Chromeleon audit trail 中。

下表汇总了最经常出现的错误信息，可能的原因和适当的补救措施。

问题	原因	解决办法
Degasser malfunction 脱气机故障		通过按前面板的 Standby 键关闭再重开试剂架
Solvent rack leak detected 试剂架泄漏	系统内部泄漏 管路接头松	排除泄漏，擦干泄漏传感器 拧紧泄漏的连接头

4. 2 经常观察到的问题

问题	原因	补救措施
仪器功能失效	脱气机关闭 仪器在 Standby 模式 电路系统有问题	证明脱气机打开 按仪器前面板的 Standby 键 联系 Dionex
当 Chromeleon 软件控制时仪器不能正常工作	仪器和计算机间没有连接 计算机的 USB 端口失效	检查 USB 线 检查计算机的 USB 端口
	脱气机与泵之间连接不正确	检查仪器到泵之间的连接
系统背压高	系统内的毛细管堵塞或损坏	检查系统内的毛细管，去除堵塞处或者更换毛细管
基线漂移大	柱子污染 系统平衡不充分 试剂污染	再生或更换柱子 充分平衡系统 使用新试剂，检查试剂过

	<p>环境条件不稳定</p> <p>试剂污染</p> <p>检测器没有达到操作温度</p> <p>溶剂循环使用</p> <p>流通池污染</p> <p>灯过期了</p>	<p>滤头。在水相试剂溶剂中，有可能产生微生物 确保温度和湿度稳定，避免漂移。</p> <p>使用新溶剂</p> <p>检测器充分的平衡</p> <p>检测器出口管引到废液 清洗流通池，如必要更换流通池</p> <p>更换检测器灯</p>
重现性不好	<p>自动进样器从样品瓶中抽入空气</p> <p>脱气不充分</p> <p>注射器中有气泡</p> <p>系统流路中有气泡</p> <p>自动进样器，进样阀或者注射阀没有拧紧</p> <p>系统有残留</p> <p>毛细管连接不正确或者没有拧紧</p> <p>毛细管连接处有死体积</p> <p>活塞密封不紧</p> <p>工作泵头有气泡</p> <p>泵脉冲</p> <p>梯度不能再现</p> <p>样品不稳定，分解</p> <p>环境条件不稳定</p> <p>系统某处污染</p>	<p>样品瓶中没有足够的样品。针高度设置不正确。检查溶剂管路和毛细管有无泄漏，拧紧泄漏处连接头。降低流速</p> <p>排气泡</p> <p>执行一次清洗循环。使用了没脱气的溶剂，脱气溶剂。</p> <p>检查自动进样器和进样阀和/或注射阀之间的连接，拧紧泄漏连接处。如必要替换进样阀和/或注射阀</p> <p>使用适当的溶剂清洗针头</p> <p>检查和拧紧毛细管。如必要替换针孔。</p> <p>替换配件。确保连接正确</p> <p>更换密封</p> <p>排气泡</p> <p>使用脱气的溶剂</p> <p>改变梯度。检查泵和脱气。检查溶剂过滤头是否污染。</p> <p>使用新样品或者改变条件</p> <p>确保温度和湿度稳定</p> <p>使用合适的试剂清洗系统</p>
流速波动	<p>进口路径堵塞</p>	<p>检查泵的进口管路，过滤头，比例阀等等，查找堵塞处。</p>

	进口管路有气泡 泵单项阀脏或堵 活塞密封不紧	排气泡。检查脱气机。 清洗或替换单项阀 更换密封圈
脱气不好	管路有泄漏或者接头松 流速太高	检查管路和毛细管连接。 减少流速
可重现的鬼峰	脱气通道污染 溶剂降级或污染了或者 试剂级别不够 系统某处污染	冲洗脱气通道 使用新的和合适的试剂 使用合适的试剂清洗系统

5. 常规维护

试剂架由高质量的元件和材料组成，减少了日常维护的需求。镀漆的表面能够抵抗有机溶剂、弱酸、弱碱的腐蚀。然而，如果有机溶剂或其它试剂溅到仪器表面，应立即用布或者薄纸擦干，以延长仪器的使用寿命。

5. 1 维护间隔

定期执行下表的维护程序，以确保仪器达到最佳的性能和最长使用寿命。对试剂架精确的维护时间依赖很多因素，包括使用的试剂。

频率	维护内容
定期	避免脱气机污染： 准备新试剂 清洗试剂管路 清洗脱气通道
	检查流路管线查找泄漏点
	检查管路接头看有无盐析出

其它的维护要由 Dionex 工程师进行。

5. 2 清洗脱气通道

为了避免脱气机污染：

定期更换新流动相。

定期清洗脱气通道。

当流动相含水时清洗脱气通道是特别重要的（反相色谱）。通常情况下，用有机溶剂淋洗所有通道就可以了（使用新的溶剂瓶）。当流动相为水和乙腈或甲醇时，一个星期清洗一次脱气管路就可以了。

然而，要适当增加有机溶剂通路的淋洗间隔。如果出现问题，例如，持续产生鬼峰，按如下流程进行操作：

- 1) 在泵出口安装反压管，压力达到 200—300bar。
- 2) 用 20%硝酸冲洗脱气管路 1 小时。
- 3) 用 HPLC 级水冲洗直至 PH 值呈中性。
- 4) 用乙腈冲洗 2 小时。
- 5) 准备新流动相（装在新试剂瓶中），连接管路到脱气入口。
- 6) 更换新过滤头。
- 7) 拆掉反压管，换上正常使用的系统。
- 8) 平衡系统。

另外，请注意：

定期清洗溶剂管线。

不建议循环使用流动相。这样会削弱脱气效果。

连接溶剂管路时，要确保管路连接处没有污染。任何微小的颗粒都有可能使空气进入脱气机，降低脱气效率。

更换流动相时，确保流动相是互溶的。当两种流动相不互溶时，要用两项同时互溶的试剂一步步替换。

操作后用乙醇彻底清洗脱气机（清洗后不必去除乙醇）。长时间不用或流动相含盐（有可能导致盐在气体分离膜上结晶，因此削弱脱气性能），用水加上甲醇或者异丙醇冲洗系统。

5. 3 泄漏传感器

当泄漏传感器暴露在液体中时就会被激活。如果泄漏传感器检测到泄漏，前面板的 Status LED 灯变红。

如何发现和排除泄漏，按下面的步骤进行：

- 1) 观察脱气机进口出口和连接的溶剂管路。拧紧泄漏的接头。
- 2) 处理托盘上的液体。用布或纸擦干所有液体和传感器。



图 15: 擦干泄漏传感器

重要： 不要弄弯或者损坏传感器。

5. 4 关闭试剂架

中断操作一个星期以上或者在运输试剂架之前先读下列的注意事项：

操作后用乙醇彻底清洗脱气机

长时间不用或流动相含盐（有可能导致盐在气体分离膜上结晶，因此削弱脱气性能），用水加上甲醇或者异丙醇冲洗系统。

6. 技术指标

溶剂瓶容量	SR-3000: 最多 11 个 1L 或者 6 个 2L SRD-3x00: 最多 6 个 1L 或者 3 个 2L
脱气通道	SR-3000: 不含脱气机 SRD-3600: 6 个真空脱气通道 SRD-3400: 4 个真空脱气通道 SRD-3200: 2 个真空脱气通道
脱气机隔膜	Teflon AF
脱气通道体积	670 μ l
每通道最大流速	12ml/min
每通道最佳流速	\leq 3.6 ml/min
控制	Ultimate 3000 泵控制或者独立操作
通讯	15 针 D-Sub 接头 (通过 Ultimate 3000 泵)
电源	15 针 D-Sub 接头 (通过 Ultimate 3000 泵) 或外部电力供应设备
用户输入/显示	3LEDs (电源, 真空, 状态), Standby 按钮
Wetted 部分	Teflon AF, PEEK, Tefzel
安全特性	泄漏检测, 脱气机真空度管理
环境条件	使用范围: 室内使用 温度: 10—35 $^{\circ}$ C 空气湿度: 相对湿度 8%, 无冷凝 污染等级: 2
电源要求	最大 30VA
尺寸	10 \times 42 \times 51cm
重量	SR-3000: 3.0Kg SRD-3x00: 4.8Kg