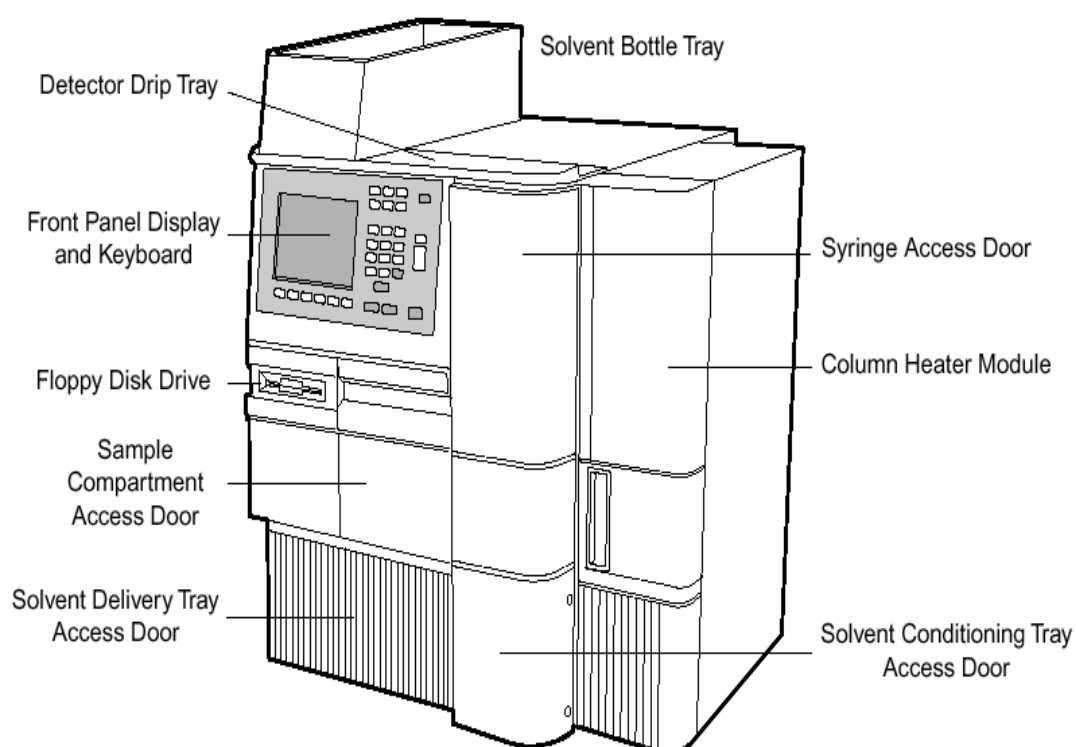


Waters 2690 Separations Module

中文操作说明书



❑ 开机(Powering On)

1. 将 Alliance 2690 的电源开关打开至 ON(1)的位置，机器开始作自我检查。

2. Startup Diagnostics：仪器自我检查下列项目

CPU board	Memory (RAM 和 ROM)
Keypad	Display
External communication	Digital signal processor(DSP)
Floppy disk drive	

一切正常时会出现以下画面：

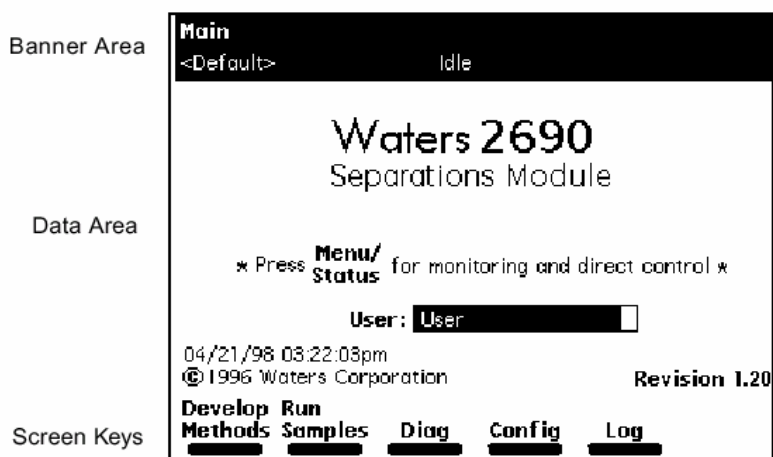
STARTUP DIAGNOSTICS					
CPU	OK	DISPLAY	OK	DSP	OK
ROM	OK	DMA	OK	FLOPPY	OK
RAM	OK	GPIC	OK	CLOCK	OK
KEYPAD	OK	FLASH	OK		OK

Diagnostics Test Result Screen

3. Diagnostics 测试完毕后，仪器会接着做系统测试：

- ✓ 注射针及仪器阀门(Needle、syringe and valves)。
- ✓ 转盘的运转(Carousel carrier)。
- ✓ 溶剂管理系统 (Solvent management system)。

4. 待仪器自我测试完毕后，即出现以下画面，画面上方之状态显示区会出现“Idle”状态
此乃表示开机测试正常。



Main Screen

操作画面说明:

Banner Area : 目前仪器状态显示区。

Data Area : 操作画面显示区,可区分为两大功能画面,利用面板的 Menu / Status 键来做切换。

(1) . Menu 画面下 :

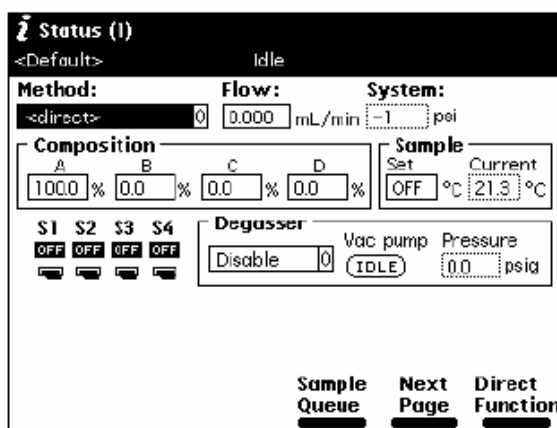
- 相对屏幕功能键 :
- (1) Develop Method : 编辑、修改、删除仪器方法。
 - (2) Run Sample : 执行样品注射、仪器分析条件。
 - (3) Diag : 维护诊断仪器。
 - (4) Config : 规划仪器系统装置。
 - (5) Log: 查询仪器使用记录。



(2) . Status / Control 画面下 :

<a>. Status (1) 画面

- ✓ 脱气装置的开启(Sparge or Degasser)。
- ✓ 仪器流速的设定(Flow Rate)。
- ✓ 溶剂比率的设定(Solvent Composition)。



. Status (2) 画面

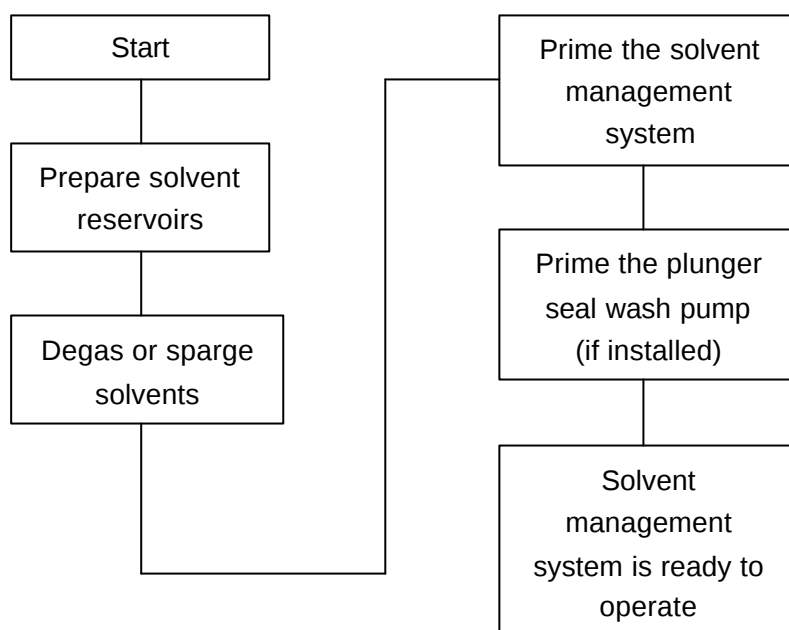
显示仪器内部运作状态，例如系统与注射器压力、压力变化(Delta psi)、阀门运作状态.

The screenshot shows the 'Status (2)' screen with the following details:

- Header:** 'i Status (2)' and '<Default> Idle'.
- Method:** '<direct>'.
- Flow:** '0 0.000 mL/min'.
- System:** '-1 psi'.
- Sample:** '0 psi'.
- Pressure Ripple (past minute):** A box containing 'Max psi: 0', 'Min psi: -1', and 'Delta psi: 1'.
- Valves:** Four valve icons labeled V1, V2, V3, and V4.
- System Status:** 'Syr: Home', 'Ndl Wash: Off', 'Vial:', and 'Injector: Stream'.
- Navigation:** Three buttons at the bottom: 'Sample Queue', 'Next Page', and 'Direct Function'.

请按 “Next Page” 键，来作 Status (1)与 Status (2)画面切换.

❑ 溶剂管理系统的制备(Preparing the Solvent Management System)



1. 准备溶剂瓶(Preparing Solvent Reservoirs)

- 首先溶剂必须为 HPLC 级, 并用 0.22um 过滤膜过滤.
- 溶剂的瓶盖有 3 个孔, 分别插入溶剂、氦气及排气的管子。
- 溶剂的位置必须高于溶剂混合阀门(Gradient Proportioning Valve)

2. 移动相脱气设定(Degasser or Sparge Solvents):

2.1 In-Line Vacuum 脱气装置：

- ✓ 按 “Menu/Status” 键，进入 Status (1)画面.
- ✓ 利用方向键将光标移至 “Degasser” 位置，按 **Enter**。
- ✓ 利用上下键选择所需要的模式
 - Normal**：除气装置根据真空度的大小执行开关的动作。
 - Continuous**：除气装置一直开启。
 - Disable**：关闭除气装置。
- ✓ 开始除气时请选择 Continuous，执行约 30 分钟后转换成 Normal。

- ? 注意：(1) 在开启除气装置时，要确认所有溶剂管路都充满溶剂；若没有溶剂时请执行溶剂的 Dry Prime 动作。
- (2) 当溶剂流速为 0.0 时，一定要关闭除气装置，不然可能会过度真空使除气槽(vacuum chamber)破裂，而造成移动相外流出来。

i Status (1)
 <Default> Idle

Method: <direct> **Flow:** 0.000 mL/min **System:** -1 psi

Composition

A	B	C	D
100.0 %	0.0 %	0.0 %	0.0 %

Sample

Set	Current
OFF	21.3 °C

S1 S2 S3 S4
 OFF OFF OFF OFF

Degasser

Vac pump	Pressure
Disable 0	IDLE 0.0 psia

Sample Queue **Next Page** **Direct Function**

2.2 氦气法脱气装置(Sparge):

---打开氦气钢瓶，设定输出压力为 50~90psi.

---按 “Menu/Status” 键，进入 Status (1)画面，在画面左边有 “Sparge” 设定.

---利用方向键将光标移至 “Sparge” 位置，分别设定欲使用之溶剂瓶 A、B、C 或 D 之流量为 100%，此时可见到溶剂瓶内有气体吹出之状态，维持约 30 分钟后，可降低至 30%以节省氦气.

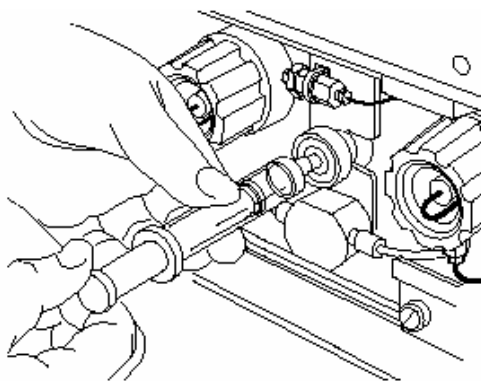
3. 溶剂管理系统的前处理(Priming the Solvent Management System)

3.1 **Dry Prime**：当溶剂的管子是空的时候，或是更换溶剂的时候，执行 Dry Prime。

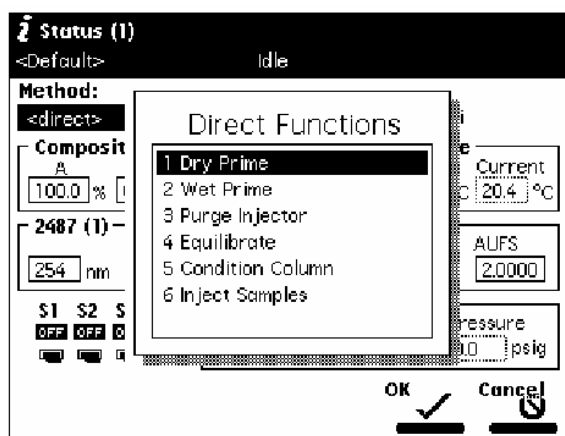
---确定移动相溶剂的管子放在正确的位置，侦测器(Detector)废液管及 Sample Loop 废液管是否放置于适当的废液容器中。

---摇动溶剂瓶内的过滤端子(Solvent Filter)，防止气泡附着在过滤端子的外表。

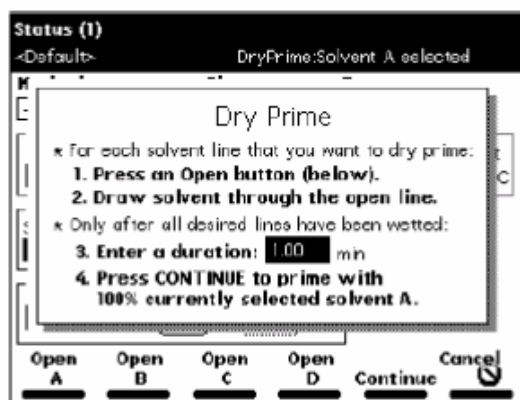
---将空的针筒插入 Prime/Vent 阀门中，以反时钟的方向旋转 3 圈。



---按 “Menu/Status” 键，进入 Status (1)画面，按 “**Direct Function**” 功能键，选择 **Dry Prime**，按 Enter。



---按下欲使用之溶剂开启阀门(例如:Open A)，然后将针筒向外拉，抽取溶剂出来约 5~10mL 并完全抽出溶剂管子内之气泡，完成后关闭 Prime/Vent 阀门。



---在 “Enter a duration” 中输入 3 分钟，按 “Continue” 键，Pump 即以 3.0mL/min 之流速作 Purge。

---可重复上两个步骤，将所要使用的移动相溶剂 Dry Prime。

3.2 **Wet Prime**：赶气泡的时候，执行 Wet Prime.

---按 “Menu/Status” 键，进入 Status (1)画面，利用方向键将光标移至 “Composition”

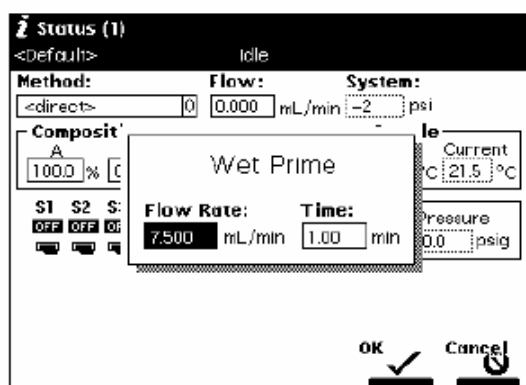
字段，将欲 Wet Prime 的溶剂输入 100%.

---按 “**Direct Function**” 功能键，选择 **Wet Prime**，按 Enter。

---Wet Prime 之原设定值，一般为 Flow Rate : 7.5mL/min，Time: 1.0min

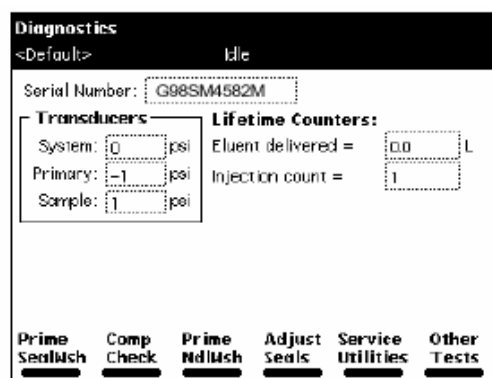
然后按下 “OK” 键，Pump 即开始作 Wet Prime 动作。

---重复上述之步骤直到所有溶剂做完 Wet Prime。



4. Priming the Plunger Seal Wash Pump:

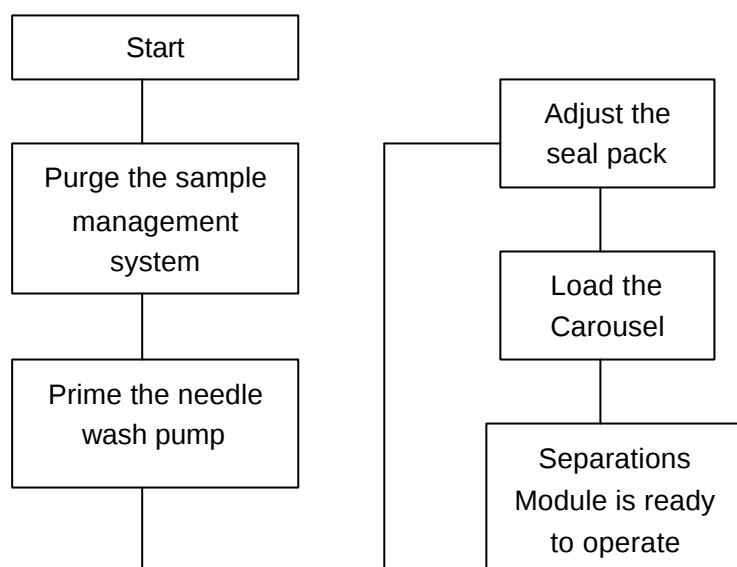
- ✓ 回到 Menu 画面, 选择 **Diag.**



- ✓ 将 Plunger Seal Wash Inlet 塑料管移除 Inlet Filter。
- ✓ 针筒充满清洗溶剂, 将针筒的套接于 plunger seal wash inlet line 的末端。
- ✓ 按 **Prime Seal Wash** ,再按 **Start** ,同时推挤针筒将溶剂充满整条 Plunger Seal Wash Inlet 塑料管, 直到清洗溶剂流出 Plunger Seal Wash 废液管, 按 **Halt**。
- ✓ 重新接回 Inlet Filter, 将 Seal Wash Inlet 塑料管放入 Seal 清洗溶剂瓶内。
- ✓ 按 Close。

注意: (1) Seal wash 溶剂, 在 LC 的逆相应用上可使用 Water / MeOH = 80 / 20 或 Water / Acetonitrile = 80 / 20(根据实际需要使用不同溶剂)。

❑ 样品管理系统的制备(Preparing the Sample Management System)



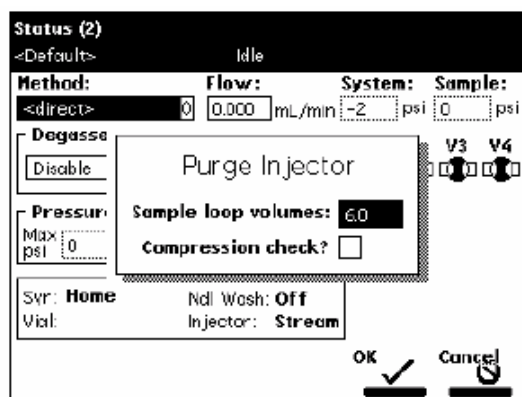
1. 样品管理系统的前处理(Purging the Sample Management System)

1.1 何时执行？

- ✓ 溶剂管理系统的前处理(Prime the solvent management system)。
- ✓ 改变溶剂。
- ✓ 发现注射针头内有气泡。
- ✓ 每天开机的时候。

1.2 执行步骤：

- ✓ 按“Menu/Status”键，进入Status (1)画面，在设定溶剂的画面中设定适当的流速与溶剂比率。
- ✓ 按“Direct Function”键，选择 **Purge Injector**，按 Enter。



- ✓ 输入 Sample Loop 体积清洗的倍数(原定值为 6 倍)，按 **Enter**。
 - ✓ 压缩测试(Compression Check)请先不需要测试，设定完成后按 **OK**。
- <PS>：Compression Check 可检查 Sample Loop、Seal Pack 和 Valves (V1、V2 和 V3) 是否有漏。

2. Prime the Needle Wash Pump :

2.1 目的：

- ✓ 可防止执行样品注射时的交叉污染。
- ✓ 增加 Injector Seal 使用寿命，当用缓冲剂当移动相或样品在注射针头内。

2.2 溶剂的选择：

- ✓ 根据样品及移动相的化学特性来作选择。
- ✓ 若浓度较高的样品需要较强的溶剂来清洗。
- ✓ 不同的层析系统，使用的清洗溶剂建议如下表：

Chromatogram Condition	Needle Wash Solvent
Buffered aqueous , reversed-phase	90% H ₂ O , 10% MeOH
Non-aqueous , reversed-phase	100% MeOH
Normal phase	Mobile phase
GPC	Mobile phase
Ion exchange	H ₂ O

注意：若上述清洗溶剂无法避免注射时的交叉污染，请用较强的溶剂系统来作清洗动作。

2.3 步骤：

- ✓ 回到 Main 的画面，选择 **Diag**，选择 **Prime Ndl Wash**。
- ✓ 设定值为 30 秒，若想要多清洗几次时，请按 **Start Again**。

The screenshot shows the 'Diagnostics' menu with the following information:

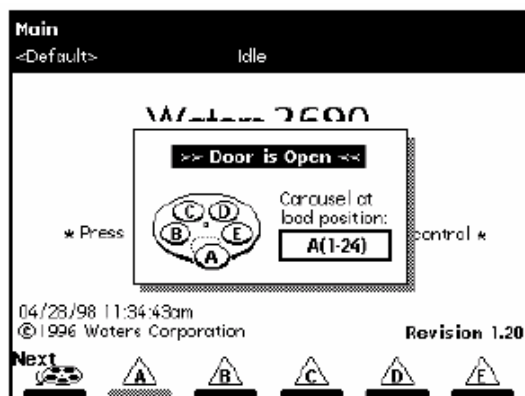
- Serial Number:** G98SM4582M
- Transducers:**
 - System: 0 psi
 - Primary: -1 psi
 - Sample: 1 psi
- Lifetime Counters:**
 - Eluent delivered = 0.0 L
 - Injection count = 1
- Menu Options:** Prime Seal Wash, Comp Check, Prime Ndl Wash, Adjust Seals, Service Utilities, Other Tests.

3. 置入转盘>Loading Carousels)

- ✓ 转盘的颜色及编号如下

Code	Color	Vial Numbers
A	蓝色	1 – 24
B	黄色	25 – 48
C	红色	49 – 72
D	绿色	73 – 96
E	白色	97 - 120

- ✓ 打开样品转盘舱门，放入转盘。

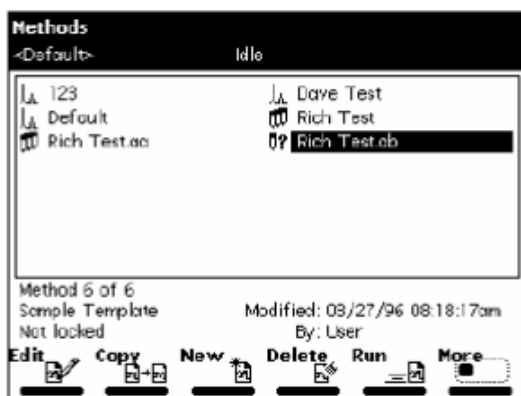


- ✓ 若要换下一个转盘时请按 **Next**。
- ✓ 将样品瓶放入样品转盘内，并记录各瓶号名称。
- ✓ 当所有转盘都放入时，关起舱门转盘会自动定位。

□ 编辑分析方法及执行样品分析表(Creating Method , Sample Sets)

1. 编辑分析方法

- ✓ 在主画面按 **Develop Methods** , 选择 New。
- ✓ 选择 **Separation Method** (有讯号的图形) , 输入名称 , 按 Enter。
- ✓ 按 **Edit**。



- ✓ 利用上下左右键来设定分析条件

Initial Flow : 起始流速。

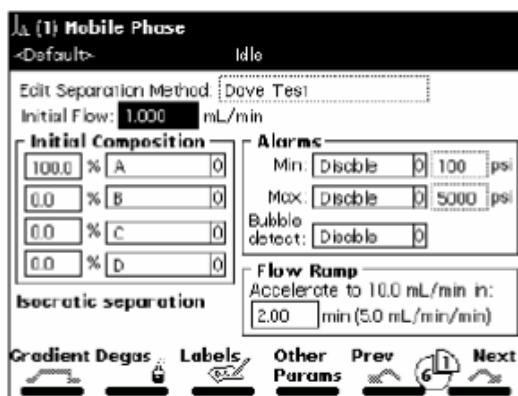
Initial Composition : 起始的溶剂比率。

Alarm : Min → 在 Disable 中输入 1 , 按 Enter , 设定最小系统压力值。

Max → 在 Disable 中输入 1 , 按 Enter , 设定最大系统压力值。

Bubble detect → 在 Disable 中输入 1 , 按 Enter。

Flow Ramp : 设定流速加速的速率。



- ✓ 若要设定 Gradient , 请按 **Gradient** , 编辑完后按 **Exit**。

Gradient
 <Default> Idle

Edit Separation Method: Dave Test (modified)

	time	flow	%A	%B	%C	%D	curve
1	INIT	1.000	100.0	0.0	0.0	0.0	
2	2.00	1.000	55.0	45.0	0.0	0.0	1 0
3	15.00	2.500	45.0	40.0	15.0	0.0	6 0
4							
5							
6							
7							
8							

3 Rows Total

- ✓ 按 **Degas**，若用 Sparge 时设定氮气的流速；In-Line Degasser 设定使用的模式，按 OK。

(1) Mobile Phase Remote-Vial 1 (10.0uL)
 Millennium Sample Run Time 0:00

Edit Separation Method: Default

Initial Flow: 1.00

Initial

100.0
 0.0
 0.0
 0.0

Sparge

Initial:

%A	%B	%C	%D	min
0	0	0	0	15.0

Maintenance:

%A	%B	%C	%D
0	0	0	0

Isocratic separation: 2.00 min (5.0 mL/min/min)

OK Cancel

- ✓ 按 **Labels**，设定溶剂的名称，按 OK。

(1) Mobile Phase Default Idle

Edit Separation Method: Default

Initial Flow: 1.00

Initial Compo

%A	%B	%C	%D
50.0	50.0	0.0	0.0

Solvents

Acetonitrile
 Methanol
 Methanol/Water
 THF
 Water

Isocratic separation: 2.00 min (5.0 mL/min/min)

Add Remove Change OK Cancel

- ✓ 按 **Next**。

- ✓ 设定样品储存温度及注射针注射的速度及针插入的深度。

Sample
 <Default> Idle
 Edit Separation Method: Dove Test (modified)
Sample Temperature
 Target: 35 °C On error: Alert user Range: ± 5 °C
Syringe Draw
 Rate: Nominal: Normal Custom: 2.50 µL/sec Depth: 0 mm from bottom of vial
 Prev 2 Next

- ✓ 按 Next。
- ✓ 设定 Pre-Column 的体积、Post-Run 延迟的时间及 On compression check error 的警告声。

Autosampler
 <Default> Idle
 Edit Separation Method: Dove Test (modified)
Pre-Column Volume: 0.0 µL **Post-Run Delay:** 0.00 min
On compression check error: Alert user
 Prev 3 Next

- ✓ 按 Next。
- ✓ 设定分析管柱的温度及数据。

Column
 <Default> Idle
 Edit Separation Method: Dove Test (modified)
Column Temperature
 Target: OFF °C On error: Disable Range: ± 5 °C
Column Information: Test Column
 Column Info Prev 4 Next

- ✓ 按 Next。
- ✓ 设定 Switch 的开启及方式。

1.1 (5) I/O
<Default> Idle

Edit Separation Method: (modified)

Initial States

Switch 1: 0

Switch 2: 0

Switch 3: 0

Switch 4: 0

Chart Output:
 0

Table Prev 5 Next

- ✓ 按 Next。
- ✓ 设定 Events Tablet 的参数。

1.1 I/O Events
<Default> Idle

Edit Separation Method: (modified)

	time	event type	action	param
1	0.00	Switch 1	Off	0
2	5.50	Switch 1	Toggle	0
3	10.00	Alert		0
4	12.00	Set Temperature	Column	0 25
5				
6				
7				
8				

4 Rows Total

Over-view

- ✓ 按 Exit。
- ✓ 按 Next。
- ✓ 设定侦测器的种类：

1.1 (6) Detectors
<Default> Idle

Edit Separation Method: (modified)

0 **Absorbance Detector (1)**
Not available

0 **Absorbance Detector (2)**
Not available

0 **Refractive Index Detector**
Not available

Abs (1) Abs (2) RI Table Prev 6 Next

2487 UV 侦测器：选择 2487 图样，设定侦测的波长、Polarity、Sensitivity 及 Filter 的时间，设定完按 OK。

2487(1) Absorbance Detector

Wavelength: 254 nm

Polarity: +

Sensitivity: 2.0000 AUFS

Filter: 1.0 sec

☒ Auto zero on inject

OK Cancel

2410 RI 侦测器：选择 2410 图样，设定 Polarity、Sensitivity、Filter 的时间、Cell(RI) 的温度、External Temp (分析管柱) 的温度及注射时的自动归零，设定完按 OK。

410 RI Detector

Sensitivity: 1

Polarity: +

Filter: 3.0 sec

Temperature

Cell: 30.0 °C

External Temp °C: 1 25.0 2 25.0

☒ Autozero on inject

OK Cancel

按 **Tablet** 可设定侦测器的其它功能，例如 Auto Zero 或关灯源的动作，设定完按 **Exit**。

Detector Events

<Default> Idle

Edit Separation Method: Default (modified)

	time	detector	action	param
1	INIT	2487 (1)	Set wavelength	254
2	INIT	2487 (1)	Set filter	1.0
3	INIT	2487 (1)	Set AU full scale	20000
4	INIT	2487 (1)	Set chart polarity	(+)
5	INIT	2487 (1)	Auto zero	
6	INIT	2487 (2)	Set wavelength	280
7	INIT	2487 (2)	Set filter	1.0
8	INIT	2487 (2)	Set AU full scale	20000

10 Rows Total

Over-view Insert Row Delete Row Sort by Time Copy Down More

2. 编辑执行样品分析表

- ✓ 在主画面按 **Develop Methods**，选择 **New**。
- ✓ 选择 **Sample Set**(有试管的图形)，输入名称，按 **Enter**。
- ✓ 设定执行注射的方式

	vials	function	method	inj	uL	min
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						

0 rows total

Insert Row Delete Row Row Details Copy Down More Next View

Vial：设定样品放置的位置。

Function：执行的方式

Sample → 注射样品。

Standard → 注射标准品。

AutoStds → 分别抽取样品之后进行注射的动作。

Prime → 使用起始 pump 的分析条件，Wet prime the solvent management system。

Purge → 使用起始 pump 的分析条件，Purges the sample management system。

Equil → 平衡起始 pump 的分析条件。

Condition → 当分析条件设定为 Gradient 时，设定 Condition 可以执行整个 pump 的分析条件。

Auto Add → 抽取样品至另外的样品瓶内，经过混合的动作之后再进行注射的动作。

Method：输入分析方法。

Inj：注射的次数。

uL：注射的体积。

min：分析的时间。

- ✓ 设定完成后，按 **Exit**。

□ 执行样品分析

1. 回到主画面，按 **Run Samples**，将欲分析的方法利用上下左右键选出。
Initial Conds：平衡起始的分析条件。
Run：开始执行样品注射。
2. 选择 **Run** 后仪器会自动输入 Sample Set，按 **Start**。
3. 选择 Initial Conds，按 **Routine**。

□ 其它功能的设定

1. 设定仪器的日期时间

- ✓ 按 **Config**，选择 **Set Clock**。
- ✓ 输入正确的日期及时间后，按 **OK**。

2. 设定使用者名称

- ✓ 按 **Config**，选择 **User Names**。
- ✓ 输入使用者名称后，按 **OK**。

3. Comp Check 设定

- ✓ 按 **Config**，选择 **Comp Check**。
- ✓ 完成测试后在仪器的屏幕会出现测试结果，按 **OK**。