

# Thermo Scientific Chromeleon

## HPLC 仪器的操作验证/性能 验证

### 操作手册

4828.3250A 修订版 9.1

•

2017 年 5 月

**thermo**scientific

版权所有 ©2017 赛默飞世尔科技有限公司。保留所有权利。

## 商标

PEEK 是 Victrex PLC 的注册商标。

所有其他商标均为赛默飞世尔科技及其子公司所有。

本手册“按原样”提供。我们已尽最大努力提供完整并且准确的信息，并且所有技术规格的开发都极其谨慎。不过，赛默飞世尔科技不会也无法为可能因使用本手册或其中包含的信息而造成的任何错误、遗漏、损坏或损失承担任何责任。如蒙您帮助排除本文档内可能出现的任何错误，我们将不胜感激。

本文档包含的信息可能随时变更，恕不另行通知。

保留所有权利，包括对照相制版翻制和在电子设备上存储的权利。未经赛默飞世尔科技有限公司明确书面许可，不得以任何形式或借助任何手段（电子、机械、磁力、人工或其他）对本出版物的任何部分进行复制或分发、传输、转录、存储在检索系统内、翻译成任何人类或计算机语言或披露给第三方。



# 目录

<b>1 使用本手册 .....</b>	<b>9</b>
1.1 关于本手册.....	10
1.1.1 章节概览.....	10
1.1.2 介绍的序列模板版本.....	11
1.2 惯例 .....	11
1.2.1 特别声明和信息注释.....	11
1.2.2 命名惯例.....	11
1.2.3 印刷惯例.....	12
1.2.4 其他惯例.....	12
<b>2 简介.....</b>	<b>13</b>
2.1 背景信息.....	14
2.2 定义术语.....	14
2.2.1 操作验证.....	14
2.2.2 性能验证.....	14
2.2.3 系统适用性测试.....	14
<b>3 标准测试流程.....</b>	<b>15</b>
3.1 要求与准备.....	16
3.1.1 软件要求.....	16
3.1.2 需要的部件.....	16
3.1.3 准备.....	20
3.2 设置流路.....	23
3.2.1 自动进样器 – 检测器.....	23
3.2.2 双梯度泵.....	25
3.3 连接温度传感器与柱温箱.....	28
3.3.1 Accela 自动进样器的柱温箱 .....	28
3.3.2 Summit TCC-100 或 UltiMate TCC-3x00(SD/RS) .....	28
3.3.3 UltiMate ACC-3000(T) 和 ECD-3000RS.....	29
3.3.4 Vanquish VH-C10-A .....	29
3.3.5 Shimadzu 柱温箱 .....	31

3.4	在 Chromeleon 中配置系统.....	32
3.4.1	概况 .....	32
3.4.2	自动进样器.....	33
3.4.3	手动进样阀.....	35
3.4.4	检测器 .....	36
3.4.5	柱温箱 – 一般说明.....	37
3.4.6	Vanquish 柱温箱.....	40
3.4.7	Agilent 仪器控制框架 (ICF).....	41
3.5	准备 HPLC 系统 .....	42
3.5.1	泵 .....	42
3.5.2	自动进样器.....	43
3.5.3	检测器 .....	43
3.5.4	流路 .....	45
3.6	准备 Chromeleon 中的测试模板.....	46
3.6.1	Chromeleon CD 上的模板目录结构 .....	46
3.6.2	一般流程说明.....	47
3.6.3	创建系统主模板.....	48
3.6.4	调整报告和方法.....	51
3.7	执行检查 .....	53
3.7.1	常规检查.....	53
3.7.2	带 LightPipe 流通池的非 Vanquish 柱温箱 .....	56
3.7.3	持续时间.....	57
3.8	评估测试序列 .....	58
3.9	重复单项检查 .....	59
3.10	已知限制条件 .....	60
3.10.1	Thermo Scientific Vanquish 系统 .....	60
3.10.2	Agilent ICF .....	60
3.10.3	其他 .....	61
4	单个模块的特殊测试流程 .....	63
4.1	简介 .....	64
4.2	UltiMate VWD-3x00 检测器 .....	65
4.2.1	使用虚拟流通池的噪声和漂移 .....	65
4.3	Thermo Scientific 自动进样器/载样柜 .....	66
4.3.1	样本温度准确度.....	66

4.4	Thermo Scientific 电喷雾检测器 .....	70
4.4.1	前提.....	71
4.4.2	需要的部件.....	71
4.4.3	配置系统.....	71
4.4.4	准备系统.....	71
4.4.5	开始测试.....	72
4.4.6	持续时间.....	73
4.5	Agilent G1321 荧光检测器 – 线性 .....	73
4.5.1	需要的部件.....	73
4.5.2	准备.....	74
4.5.3	执行检查.....	74
<b>5</b>	<b>Chromeleon 7 .....</b>	<b>75</b>
5.1	Chromeleon 7 术语.....	76
5.2	支持的模块.....	76
5.3	为验证测试创建序列.....	76
5.4	执行检查.....	82
5.5	评估测试序列.....	82
5.5.1	调整报告 .....	83
5.5.2	评估和签署.....	83
5.6	在 Chromeleon 7 中选择特殊测试流程 .....	85
<b>6</b>	<b>附录.....</b>	<b>87</b>
6.1	支持的模块.....	88
6.1.1	泵.....	88
6.1.2	自动进样器/载样柜 .....	90
6.1.3	恒温柱温箱.....	91
6.1.4	UV 检测器 .....	92
6.1.5	荧光检测器.....	94
6.1.6	电晕检测器.....	94
6.1.7	电化学检测器.....	95
6.1.8	示差折光检测器.....	95
6.1.9	蒸发光散射检测器.....	95

---

6.2	检查和限值概述 .....	96
6.2.1	泵 .....	96
6.2.2	手动进样阀.....	101
6.2.3	自动进样器.....	101
6.2.4	载样柜 .....	106
6.2.5	恒温柱温箱和柱温箱.....	106
6.2.6	带分析流通池的 UV 检测器 .....	109
6.2.7	带非分析流通池的 UV 检测器 .....	115
6.2.8	带分析流通池的荧光检测器.....	118
6.2.9	带非分析流通池的荧光检测器.....	120
6.2.10	电晕检测器.....	120
6.2.11	电化学检测器.....	121
6.2.12	示差折光检测器.....	121
6.2.13	蒸发光散射检测器.....	122
6.3	测试设计 .....	123
6.3.1	泵 .....	123
6.3.2	自动进样器.....	126
6.3.3	柱温箱 .....	131
6.3.4	UV 检测器.....	132
6.3.5	荧光检测器.....	137
6.3.6	电晕检测器.....	140
6.3.7	电化学检测器.....	143
6.3.8	RI 检测器 .....	144
6.3.9	蒸发光散射检测器.....	146
6.4	故障排除 .....	147
6.4.1	一般说明.....	147
6.4.2	单项检查失败.....	147





# 1 使用本手册

## 1.1 关于本手册

### 1.1.1 章节概要

下表说明了本手册的章节概要。

章节	内容
2 简介	不同的验证术语的概要
3 标准测试流程	包含所有关于如何执行标准 AutoQ™ 检查的说明。按照给定顺序执行本章中的操作说明。可以忽略对系统内未安装模块的说明。
小节 3.1 至 3.5	<ul style="list-style-type: none"><li>• 所需部件</li><li>• 所有准备步骤</li><li>• 所有系统配置步骤</li></ul>
小节 3.6 至 3.8	包含有关使用 Chromeleon™ 6.80 执行下列任务的说明： <ul style="list-style-type: none"><li>• 验证模板创建</li><li>• 测试执行</li><li>• 测试评估</li></ul> 使用 Chromeleon 7 时，请跳过这些章节，使用第 5 章中的说明。
小节 3.9 和 3.10	<ul style="list-style-type: none"><li>• 重复单项检查</li><li>• 已知限制条件</li></ul>
4 单个模块的特殊测试流程	包含关于如何执行不同于标准 AutoQ 检查需要的特殊测试设置的说明。可以忽略对系统内未安装模块的说明。
5 Chromeleon 7	包含有关使用 Chromeleon 7 执行下列任务的说明： <ul style="list-style-type: none"><li>• 验证模板创建</li><li>• 测试执行</li><li>• 测试评估</li></ul> 使用 Chromeleon 6.80 时，请跳过这些章节，使用小节 3.6 至 3.8 中的说明。
6 附录	包含有关支持的仪器、检查和限值概览以及测试设计的背景信息。它还包含示例仪器方法和报告。

**提示：**我们建议您通读手册，然后再开始 Chromeleon 操作或性能验证（AutoQ 例程），以获得对流程的全面了解。

### 1.1.2 序列模板版本的介绍

本手册中的说明涉及的是序列模板版本 9.1 或更高版本。发行说明附带的附录中介绍了对 9.1 以上版本序列模板所做的更改。附录是本手册的补充资料。报告模板的名称中指示了序列模板的版本号。

## 1.2 惯例

本节介绍本手册通篇使用的惯例。

### 1.2.1 特别声明和信息注释

本手册中的特别声明和信息注释与正文显示不同。它们显示在方框中，使用注释标签进行标识。标签文本使用大写字母，以粗体显示。

**注意：**强调防止仪器损坏或无效测试结果所需的信息。

**提示：**强调一般信息或可使任务简单化或优化仪器性能的帮助信息。

### 1.2.2 命名惯例

*LightPipe™* 流通池

除非另有说明，否则 LightPipe™ 流通池一词同时包含 10 mm 和 60 mm 路径长度版本的 LightPipe 流通池。

### 1.2.3 印刷惯例

下列印刷惯例适用于本手册中的说明：

符号	说明
<b>粗体</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 数据输入和输出：您使用键盘输入或使用鼠标选择的输入内容</li><li>• 您在屏幕上单击的按钮</li><li>• 您使用键盘输入的命令</li><li>• 名称，例如对话框、属性和参数的名称</li><li>• 路径： 为了表述简洁，长表达式和路径以压缩形式出现，例如：单击 <b>Start &gt; All Programs &gt; Thermo Chromeleon 7 &gt; Service Manager &gt; Start Instrument Controller</b>。</li></ul>
<i>斜体</i>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 正文文本中特别重要的词语</li><li>• 对其他文档的引用</li></ul>
“文本”	引号之间的文本：出现在屏幕上的消息
	单独选项

### 1.2.4 其他惯例

#### 1.2.4.1 视角

除非另有说明，否则本手册表述的*左侧*和*右侧*是从用户面对设备正面这一视角而言的。

#### 1.2.4.2 电子手册版本 (PDF)

电子手册版本 (PDF) 包含大量链接，您可以通过单击这些链接转到手册内其他位置。这些链接包括：

- 目录项表格
- 索引项
- 交叉引用（蓝色文本），例如对章节和插图的引用

## 2 简介

## 2.1 背景信息

越来越多的标准和正式法规证明，如果您想获得可靠的分析结果，监控用过的仪器以及确保其功能合乎预期极其重要。要使结果透明，需要进行符合 ISO 9000 标准的质量管理和以下监控，并记录不同时间的设备质量。

这正是以下章节介绍的操作验证 (OQ) 和性能验证 (PQ) 流程的用途。

## 2.2 术语定义

以下章节中定义的提供依据是 P. Bedson 与 M. Sargent 发表的“The development and application of guidance on equipment qualification of analytical instruments”（分析仪器设备验证指引的制定和运用）[Accred.Qual.Assur.(1996) 1: 265 - 274]。

### 2.2.1 操作验证

操作验证 (OQ) 的用途是证明并记录，在考虑具体环境条件的情况下，分析系统的功能符合其操作规程。

因此，供应商必须在模块规程中确切定义必须遵守的条件。在条件变化时（例如环境温度变化），必须使用更高的限值。

通常，OQ 只在新设备安装后直接执行。

### 2.2.2 性能验证

性能验证 (PQ) 的用途是证明并记录，分析系统的功能符合适用于系统常规操作的规程。随着系统在操作过程中受到损耗，可能发生不再符合供应商规程的情况。这意味着用于 PQ 的流程与用于 OQ 的流程相同，这简化了处理工作，但 PQ 的容许偏差不如 OQ 的严格。如有必要（例如，如果常规分析执行更严格的要求），用户可以调整限值。不过，调整后的限值不得窄于 OQ 限值。PQ 通常在维修后或执行常规系统维护流程后执行。

### 2.2.3 系统适用性测试

系统适用性测试 (SST) 的用途是证明并记录，符合特定测量应用的必要限值。必须将该应用所需的具体条件（例如溶剂、色谱柱材料和温度）考虑在内。检查可由供应商应要求开发。不过，它并非以下测试流程的一部分。

请勿使用比 PQ 所用限值更严格的 SSC 限值。

## 3 标准测试流程

## 3.1 要求与准备

### 3.1.1 软件要求

验证需要 Chromeleon™ 版本 ≥ 6.80 SR11 或 ≥ 7.1 SR1。

支持使用以下版本组合来验证由 Agilent 仪器控制 (ICF) 和 Chromeleon“LC 系统”驱动程序控制的 Agilent HPLC 系统：

OQ/PQ 版本	CM6 版本	CM7 版本	Agilent ICF 版本
8.0 – 8.4	6.80 SR11 – 6.80 SR11d	7.1 SR1 – 7.1 SR2 MUa	A.01.03
8.5 或更高版本	6.80 SR12 或更高版本	7.1 SR2 MUb 或更高版本	A.01.05 或更高版本

### 3.1.2 需要的部件

除非另行说明，否则验证需要下表所列材料。

材料	备注	部件号	数量
性能验证包	包含咖啡因标样。有关更多详情，请参阅小节 3.1.2.1 性能验证包第 18 页。	4832.5000A	1
柱温箱 PQ 包	有关详情，请参阅小节 3.1.2.2 柱温箱 PQ 包第 18 页。	6732.0010	1
K 型温度传感器	需要在验证 ACC-3000(T) 或 ECD-3000RS 柱温箱时使用。	6820.0010	1
标样包			
标样包	详见第 3.1.2.3 节，第 19 页。	3323.0010	1
RI 检测器标样包	需要在验证 RI 检测器时使用。详见第 3.1.2.3 节，第 19 页。	3325.0010	1



材料	备注	部件号	数量
溶剂			
HPLC 级甲醇	需要在测试 UV 检测器波长准确度时使用，但单波长检测器除外（包括 VWD-3400RS 和 VF-D40-A）。	-	100 mL
HPLC 级水	-	-	约 1100 – 1700 mL
使用丙酮加标的 HPLC 级水 丙酮浓度： 常规：0.1%v/v （例外情况：使用 60 mm LightPipe 流通池的系统：0.02%v/v）	需要在验证梯度泵时使用。	-	约 600 mL
模拟器池			
模拟器池 (QualifierRS)	用于验证带 DC 恒电位仪模块的电化检测器。	6070.4200	每个待测 DC 恒电位仪模块需要 1 个
模拟器池 (PulseQualifierRS)	用于验证带脉冲恒电位仪模块的电化检测器。	6070.4300	每个待测脉冲恒电位仪模块需要 1 个
流通池具有 10 mm 光路径的受支持 UV 检测器	用于验证 HPLC 系统中的泵和自动进样器（Thermo Scientific Vanquish™ 系统除外 [请参阅 第3.5 节，第 42 页]）。使用不同的检测器类型（例如，荧光检测器）或流通池具有不同光路径（例如 60 mm）的 UV 检测器这两种模块类型均无法进行验证。	请参阅操作手册有关检测器的内容	1
250 $\mu$ L 注射器升级套件	用于验证 WPS-3000(T)PL 和 WPS-3000(T)PLRS 自动进样器。	6820.0031	1

### 3.1.2.1 性能验证包

性能验证包（部件号 4832.5000A）中提供了下列必需材料和部件。

部件号	说明	数量
709.8021	10 $\mu$ L 样品定量环	1
754.ZU1M	SST 接头 0.5 mm ID, 1/16 OD	2
2200.5502	一体式手紧配件	2
3323.0010	标样包（咖啡因和苾）	1
6000.0011	手紧式 33 mm 配件包	1
5040.3000	阻尼管 Viper™ SST (ID: 0.18 mm; 长度: 15 m)	1
2251.6001	PEEK 管路 (ID: 0.25 mm)	2
套件中还提供了以下部件。不过，这些部件只有在验证 Thermo Fisher Scientific Vanquish UHPLC Horizon System 时才需要使用：		
22.61.5061	Viper 接头	1
5041.5125	nanoViper 毛细管 (ID: 50 $\mu$ m; L: 950 mm)	1
2268.5014	过滤器支架 (10 $\mu$ L Ti) 和过滤器筛板 (2 $\mu$ m)	1

**提示：**对于没有样品定量环的套件，请按部件号 4832.5010A 订购。

### 3.1.2.2 柱温箱 PQ 包

验证柱温箱时，需要使用校准过的温度计。柱温箱 PQ 包（部件号 6732.0010）中提供了温度计以及所有其他必需设备（温度传感器支架等）。

可以订购替换温度传感器（部件号 6705.0060）。可订购适用于 Vanquish 柱温箱 VH-C10-A-02 及更高版本的单独温度传感器支架（部件号 6732.0009）。

**提示：**在验证 ACC-3000(T) 或 ECD-3000RS 柱温箱时，除了柱温箱 PQ 包外，还需要一个挠性温度传感器。该温度传感器以温度计 P600/P700 的 K 型温度传感器形式提供（部件号 6820.0010）。

**注意：**更换温度传感器时，您可能需要调整温度计的校准值和传感器类型设置。要执行此操作，请遵循仪器自带的*操作手册*。否则，温度计可能显示错误的温度。例如，这在验证 ACC-3000(T) 时很重要，因为它是使用 K 型温度传感器验证的。此外，还要安排一家认证测试中心每年重新校准温度计和温度传感器。

### 3.1.2.3 标样包

#### 概述

标样包（部件号 3323.0010）包含七个必需的咖啡因和苈标样。由于法定货运限制，苈标样以固体形式发运。您必须先使用 1 mL HPLC 级甲醇溶解固体苈，才能使用该标样（请参阅第 3.1.3.1 节，第 20 页）。对于单波长检测器（包括 VWD-3400RS 和 VF-D40-A）咖啡因用于波长准确度检查，因此您不必准备（即溶解）苈标样。

#### RI 检测器

部件号为 3325.0010 的套件包含五个不同浓度的必需标样用于验证 RI 检测器。

物质	浓度
水中甘油	5 mg/mL
水中甘油	10 mg/mL
水中甘油	15 mg/mL
水中甘油	25 mg/mL
水中甘油	35 mg/mL

### 3.1.2.4 模拟器池

要验证电化检测器，您需要为想要测试的每个 DC 恒电位仪模块准备一个模拟器池 (QualifierRS)；模拟器池使用部件号 6070.4200 进行订购。对于脉冲恒电位仪模块，您需要使用部件号 6070.4300 进行订购的模拟器池 (PulseQualifierRS)。

**提示：**模拟器池寿命有限（有关详情，请参阅模拟器池自带的证书）。

## 3.1.3 准备

### 3.1.3.1 茚标样

完成以下步骤：

- 1) 拧下标示为 3  $\mu\text{g}$  茚的 1.5 mL 样品瓶的瓶帽。
- 2) 添加大约 1 mL 的甲醇（HPLC 级），约为样品瓶体积的一半。
- 3) 为样品瓶拧上瓶帽。确保瓶帽密封严实。
- 4) 晃动样品瓶大约 10 秒以溶解固体茚。
- 5) 将样品瓶置于自动进样器中的相应位置。

**提示：**茚标样用于检查所有 UV 检测器的波长准确度，但 UltiMate VWD-3400 和 Vanquish VH-D40 检测器以及所有其他支持的单波长检测器除外。浓度偏差  $\pm 30\%$  不影响测试结果。

### 3.1.3.2 溶剂

对于通道 A - D，制备下列溶剂（如有通道支持几种溶剂管路，使用第一条管路比如 A1 或 B1）：

通道	溶剂	数量	检查
A	甲醇（HPLC 级）	约 100 mL	UV 检测器波长准确度（例外：包括 VWD-3400RS 和 VF-D40-A 在内的单波长检测器）。
	水（HPLC 级）	约 600 – 1200 mL	除多波长和二极阵列检测器波长准确度之外的所有检查。
B <sup>(1)</sup>	丙酮水溶液（HPLC 级） 丙酮浓度： • 常规：0.1%v/v • 使用 60 mm LightPipe 流通池的系统： 0.02%v/v	约 300 mL	梯度准确度、梯度精度和波动。
C <sup>(1)</sup>	水（HPLC 级）	约 500 mL	
D <sup>(1)</sup>	丙酮水溶液（HPLC 级） （有关浓度，请参阅 B）	约 300 mL	

(1) 如果有该通道

对于 Thermo Scientific Accela 自动进样器，请使用溶剂储液罐 BT1（瓶）。

### 3.1.3.3 样品瓶在自动进样器中的位置

#### 概述

对于单波长和 VWD-3400RS/VF D40-A 检测器，不使用样品位置 RA1（或 1）。

样品位置 – 不同进样器			物质	浓度
Summit / UltiMate <sup>(1)</sup>	Vanquish	任何其他		
RA1	R:A1	1	甲醇中苊	3 µg/mL
RA2	R:A2	2	水中咖啡因	10 µg/mL
RA3	R:A3	3	水中咖啡因	60 µg/mL
RA4	R:A4	4	水中咖啡因	140 µg/mL
RA5	R:A5	5	水中咖啡因	220 µg/mL
RA6	R:A6	6	水中咖啡因	300 µg/mL

样品位置 – 不同进样器			物质	浓度
RA7	R:A7	7	水中咖啡因	2000 µg/mL
RA8	R:A8	8	水（溶剂）	-

<sup>(1)</sup> Summit / UltiMate 自动进样器：ASI-100(T)、WPS-3000(T)SL / PL、WPS-3000TBPL Analytical、WPS-3000T(B)FC Analytical、WPS-3000(T)(X)RS、WPS-3000(T)PL RS 和 ACC-3000(T)

#### 配备 WPS-3000T(B)FC Analytical 自动进样器的双梯度泵

要结合使用 WPS-3000T(B)FC Analytical 自动进样器验证双梯度泵 (DGP) 的流量精度，请将以下附加标样定位在第二台泵的转盘中（浓度取决于自动进样器配置）（测试序列：XQ\_INJECTOR\_FLOW\_REPRO\_P680DGP\_LEFT）。

样品位置	物质	浓度	WPS-3000T(B)FC Analytical – 配置
RC1	水中咖啡因	140 µg/mL	标样配置（样品环体积：50 µL）
		60 µg/mL	“大体积”配置（样品环体积：250 µL）

#### RI 检测器

下表显示需要将标样置于自动进样器的什么位置。

样品位置 – 不同进样器					物质	浓度
ASI 100	WPS-3000xx <sup>(1)</sup>	Vanquish <sup>(2)</sup>	Vanquish <sup>(3)</sup>	任何其他进样器		
RA9	RB1	R:A9	R:B1	9	水中甘油	5 mg/mL
RA10	RB2	R:B1	R:B2	10	水中甘油	10 mg/mL
RA11	RB3	R:B2	R:B3	11	水中甘油	15 mg/mL
RA12	RB4	R:B3	R:B4	12	水中甘油	25 mg/mL
RA13	RB5	R:B4	R:B5	13	水中甘油	35 mg/mL

<sup>(1)</sup> xx: WPS-3000(T)SL / PL、WPS-3000TBPL Analytical、WPS-3000T(B)FC Analytical、WPS-3000(T)(X)RS、WPS-3000(T)PL RS 和 ACC-3000(T)。

<sup>(2)</sup> 使用容量为 54 个样品瓶的样品瓶架时。

<sup>(3)</sup> 使用容量为 40 个样品瓶的样品瓶架时。

## 3.2 设置流路

以下步骤介绍 HPLC 系统的流路。为系统中的每个模块执行*所有*步骤。

### 3.2.1 自动进样器 – 检测器

需要的部件

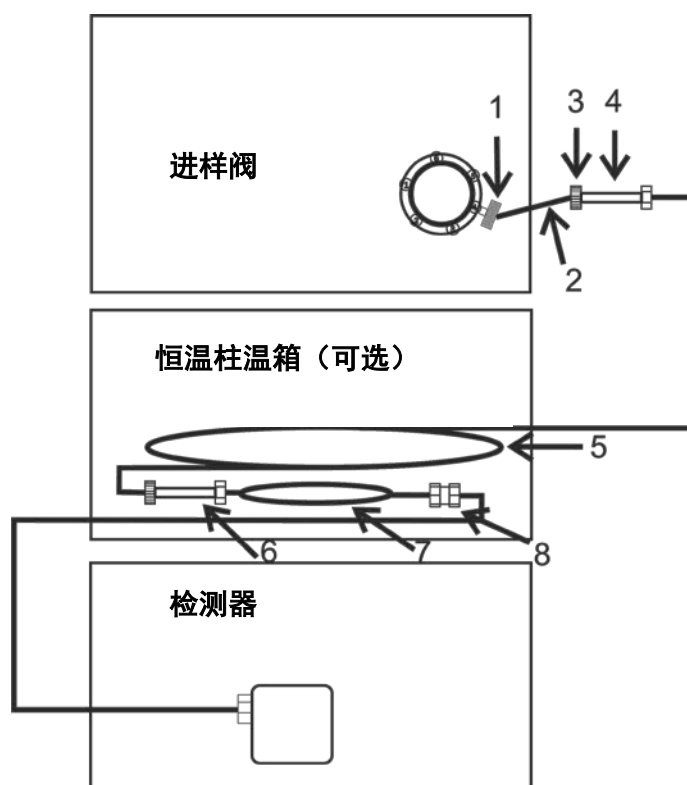


图1：安装在进样阀与检测器之间的阻尼管

编号	说明	部件号
连接不兼容 Viper		
1	手紧式配件, 33 mm	6000.0011
2	PEEK 管路, 约 10 cm	2252.6001
3	一体式手紧配件	2200.5502
4	接头	754.ZU1M
适用于所有系统		
5	阻尼管	5040.3000

编号	说明	部件号
仅适用于 Vanquish Horizon 系统		
6	Viper 接头	2261.5061
7	高压阻尼管	5041.5125
仅适用于 Vanquish LightPipe 流通池		
8	过滤器筛板	2268.5014

**注意：**只允许为不兼容 Viper 的 HPLC 系统通过 2、3 和 4 进行连接。

#### 执行以下步骤

- 1) 从系统上取下色谱柱。

**提示：**如果系统包括若干串联的检测器，请将阻尼管连接到与色谱柱相连的检测器。

- 2) 将阻尼管（图 1 中的第 5 项，第 23 页）直接连接到进样阀（Viper™ 接头系统）和 UV 检测器（Viper 接头系统）。视 HPLC 系统而定，可能必须在流路中安装其他组件：
  - ◆ 仅适用于不兼容 Viper 的进样阀连接：  
使用性能验证包中的 PEEK 管路（图 1 中的第 2 项）和两通接头（图 1 中的第 4 项）连接下列以下设备：
    - ◆ 进样阀和阻尼管（图 1 中的第 5 项）
    - ◆ 阻尼管（图 1 中的第 5 项）和检测器
  - ◆ 仅适用于 Vanquish Horizon 系统：  
对于压力在 850 bar 下的验证，系统中请使用 Viper 两通（图 1 中的第 6 项）串行连接高压阻尼管。
  - ◆ 仅适用于具有 Vanquish VH-D10-A 检测器和 LightPipe 流通池的系统：  
要保护流通池，请在阻尼管（图 1 中的第 5 或第 7 项）出口与流通池的入口毛细管之间安装一个过滤器筛板。
- 3) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果验证的是双梯度泵，请执行 3.2.2 双梯度泵 一节，第 25 页。
  - ◆ 如果验证的是柱温箱，请执行 3.3 连接温度传感器与柱温箱 一节，第 28 页。
  - ◆ 如果不是以上情况，请执行 3.4 在 Chromeleon 中 一节，第 32 页。



### 3.2.2 双梯度泵

1) 根据泵配置，遵守下列其中一项：

◆ **泵由两个不同系统共用：**

如果双梯度泵的泵单元在两个不同系统上共用，请按第 3.2.1 节第 23 页所述操作。验证与标准梯度泵（例如，UltiMate LPG-3400SD）类似。

◆ **同一系统上的两台泵：**

要验证（在同一系统内）一台双梯度泵使用相同自动进样器、阻尼管和检测器的两个泵单元，您需要使用外部机动切换阀，例如 Summit TCC-100、UltiMate TCC-3100、TCC-3200(B) 或 TCC-3000RS/SD 中的阀。

有关如何连接整个系统流路的信息，请参阅以下插图。

◆ **案例 a)：6 端口/2 位置阀**

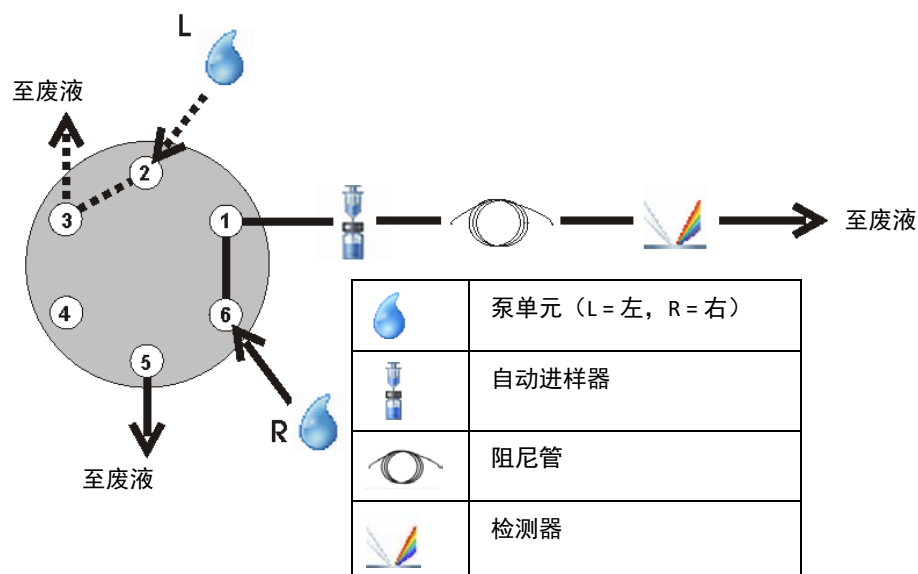


图2：使用6-端口/2-位置阀测试双梯度泵的流路连接（阀在位置A或1，取决于阀类型）

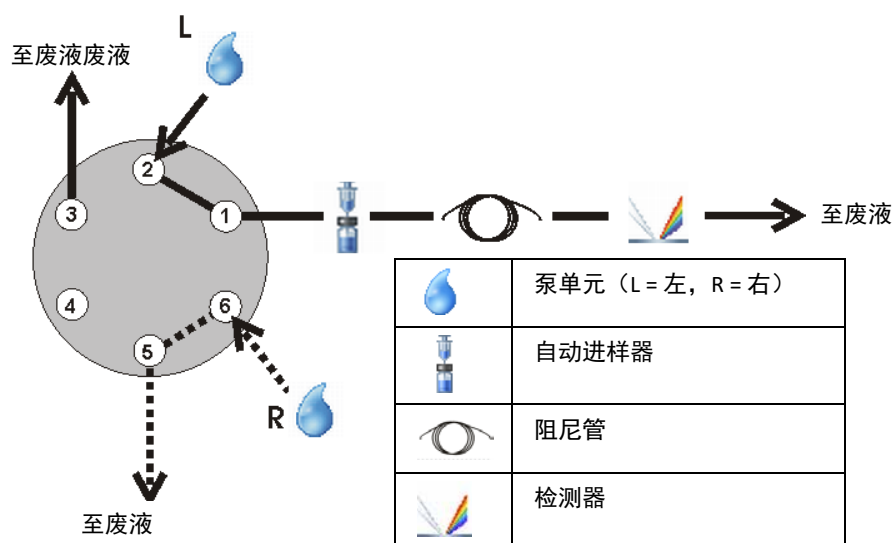


图3: 使用6-端口/2-位置阀测试双梯度泵的流路连接 (阀在位置B或2, 取决于阀类型)

◆ 案例 b): 10 端口/2 位置阀:

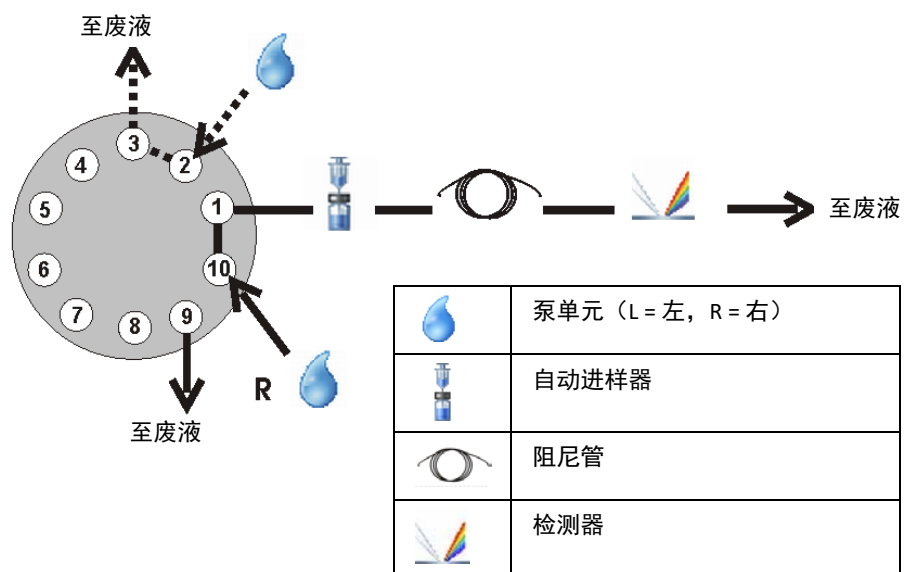


图4: 使用10-端口/2-位置阀测试双梯度泵的流路连接(阀在位置A)

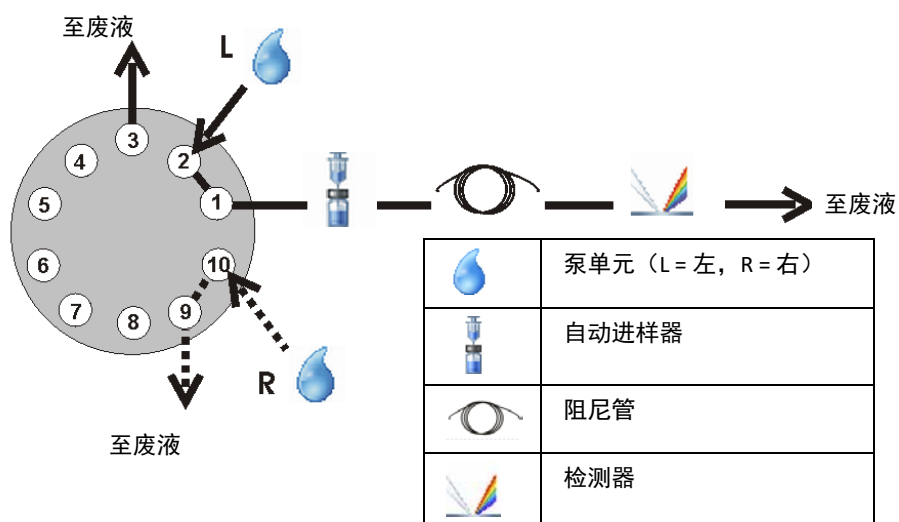


图5：使用 10-端口/2-位置阀测试双梯度泵的流路连接（阀在位置 B）

- 2) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
- ◆ 如果验证的是柱温箱，请执行 [3.3 连接温度传感器与柱温箱](#) 一节，第 28 页。
  - ◆ 如果验证的不是柱温箱，请执行 [3.4 在 Chromeleon 中](#) 一节，第 32 页。

## 3.3 连接温度传感器与柱温箱

验证柱温箱时，将温度计的温度传感器牢固地连接到加热块。验证下列柱温箱时，请参阅以下小节以了解更多详情：

- Accela 自动进样器的柱温箱
- Summit TCC-100 或 UltiMate TCC-3x00(SD/RS)
- UltiMate ACC-3000(T) 和 ECD-3000RS
- Vanquish VH-C10-A
- Shimadzu 柱温箱

### 3.3.1 Accela 自动进样器的柱温箱

- 1) 将温度传感器定位在烘箱内靠近内部温度传感器的位置。
- 2) 配置系统（请参阅 3.4 一节，第 32 页）。

### 3.3.2 Summit TCC-100 或 UltiMate TCC-3x00(SD/RS)

- 1) 如下图所示安装温度传感器。

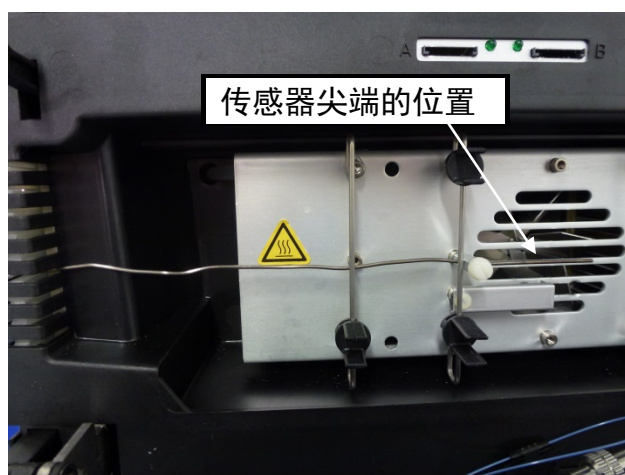


图 6：TCC-100/TCC-3x00(SD/RS) – 温度传感器的位置

- 2) 配置系统（请参阅 3.4 一节，第 32 页）。

### 3.3.3 UltiMate ACC-3000(T) 和 ECD-3000RS

- 1) 如下图所示安装温度传感器。

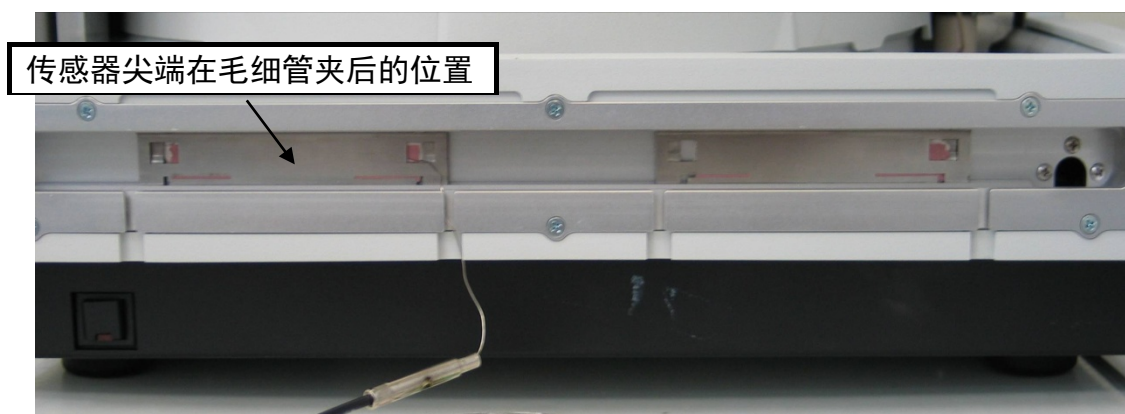


图7: ACC-3000(T)/ECD-3000RS – 温度传感器的位置

- 2) 使用 K 型温度传感器（而不是柱温箱 PQ 包中的传感器）。
- 3) 从烘箱中心垂直视角在距离导热垫 2 cm 处的左毛细管夹后方安装温度传感器。
- 4) 配置系统（请参阅 3.4 一节，第 32 页）。

### 3.3.4 Vanquish VH-C10-A

**注意：**注意不要在关门时弯折温度传感器的测量区域。这会损坏温度传感器。确保将温度传感器的整个有效测量区域都插入钻孔。

- 1) 分别按图 8 和/或图 9 所示为修订版 01 模块和/或修订版 02 模块固定温度传感器。

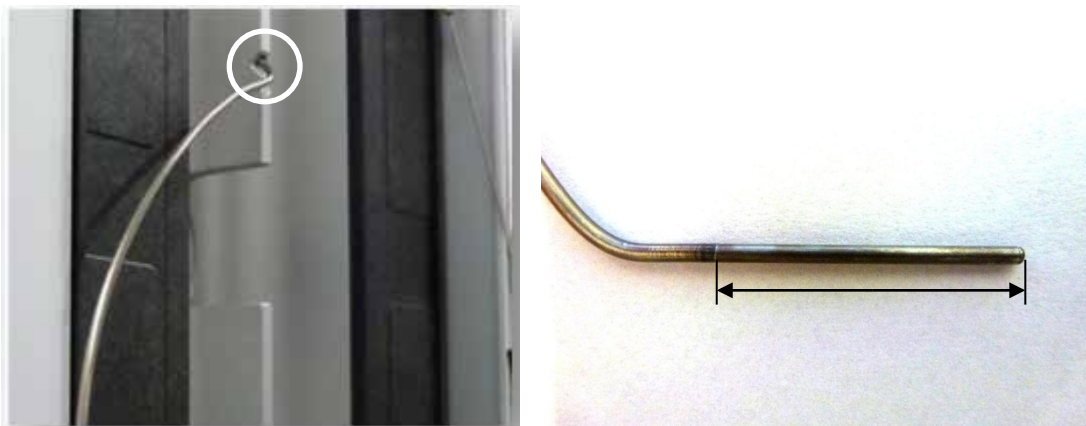


图8：左侧：VH-C10-A（修订版01）– 温度传感器的位置；右侧：温度传感器的测量区域



图9：左侧：VH-C10-A-02（修订版02）– 温度传感器的位置；右侧：需要手动安装在柱温箱中作验证用途的温度传感器支架

- 2) 配置系统（请参阅 3.4 一节，第 32 页）。

### 3.3.5 Shimadzu 柱温箱

- 1) 松开固定螺丝。
- 2) 在螺丝与金属块之间插入传感器，并小心地重新拧紧螺丝。
- 3) 配置系统（请参阅 [3.4 一节](#)，第 32 页）。

## 3.4 在 Chromeleon 中配置系统

以下步骤介绍在 Chromeleon 服务器配置程序或仪器上进行 OQ 和 PQ 所需的全部配置设置。为系统中的每个模块执行所有步骤。对于所有未明确提及的仪器，使用客户和/或默认设置。

### 3.4.1 概况

#### 3.4.1.1 设备名称和通道名称

您可以为除下表所列设备之外的所有设备使用用户定义设备名称和通道名称（按照 Chromeleon 服务器配置程序中的定义）。所有其他设备名称均可能与默认值不同。按上述说明创建的序列中的 PGM 文件将自动根据使用的设备和通道名称进行调整。

模块	名称
泵淋洗液通道的设备名称	%A、(%B)、(%C)、(%D)
外部温度计的设备名称	Thermometer
外部温度计的信号名称	TemperatureOVEN
虚拟通道的设备名称	VirtualChannels_01

#### 3.4.1.2 具有多个同类别模块的系统

对于具有多个同类别（模块类别示例：泵、自动进样器、柱温箱、UV 检测器、FL 检测器等）模块 (A + B) 的系统，主要流程如下：

- 从服务器配置中移除模块 B
- 为剩余的模块 A 运行 OQ/PQ 设置。
- 执行 OQ/PQ 测试。
- 如果您想验证同一类别的第二个模块 (B)，请暂时从服务器配置中移除模块 (A)。
- 添加模块 B。
- 为模块 (B) 运行 OQ/PQ 设置以创建模板。
- 执行 OQ/PQ 测试。



## 3.4.2 自动进样器

### 3.4.2.1 WPS-3000(T)PL 和 WPS-3000(T)PLRS

要成功验证 WPS-3000(T)PL 和 WPS-3000(T)PLRS 自动进样器，请执行以下操作：

- 1) 确保安装了 250  $\mu$ L 注射器升级套件。
- 2) 配置检测器（请参阅 3.4.4 一节，第 36 页）。

### 3.4.2.2 WPS-3000T(B)FC Analytical 自动进样器

- 1) 在自动进样器服务器配置的 Options 页面上激活 **WPS-3000TFC/WPS-3000TBFC** 复选框：支持的选项（体积）：

选项	注射器体积	缓冲液管路规格	环规格
Standard	250 $\mu$ L	500 $\mu$ L	50 $\mu$ L
Large Volume	250 $\mu$ L	1000 $\mu$ L	250 $\mu$ L

- 2) 配置检测器（请参阅 3.4.4 一节，第 36 页）。

### 3.4.2.3 WPS-3000TBPL Analytical 自动进样器

要确保验证成功，请执行以下操作：

- 1) 为 WPS-3000TBPL Analytical 自动进样器配备 Standard 或 Large Volume 配置：

选项	注射器体积	缓冲液管路规格	环规格
Standard	100 µL	500 µL	50 µL
Large Volume	250 µL	1000 µL	250 µL

- 2) 在自动进样器服务器配置的 Options 页面上激活 **WPS-3000TBPL Analytical** 复选框：

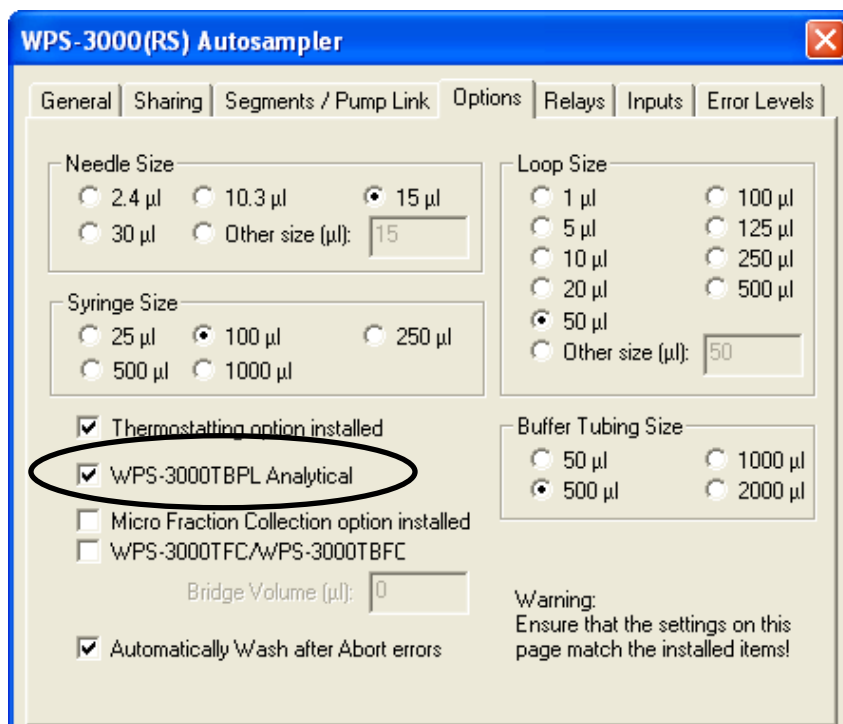


图 10：WPS-3000TB PL Analytical 配置

- 3) 配置检测器（请参阅 3.4.4 一节，第 36 页）。

### 3.4.2.4 使用用户定义样品定量环体积的 UltiMate 自动进样器

- 1) 样品定量环体积必须至少为 20  $\mu\text{L}$ 。此外，您还必须在服务器配置程序中将样品定量环体积设置为 Chromeleon 的预先定义的值（见表）。

自动进样器	用户定义样品定量环体积	样品定量环体积设置
WPS-3000(T)PL / WPS-3000(T)PLRS	20 – 39 $\mu\text{L}$	20 $\mu\text{L}$
	40 – 99 $\mu\text{L}$	50 $\mu\text{L}$
	100 – 124 $\mu\text{L}$	100 $\mu\text{L}$
	> 125 $\mu\text{L}$	125 $\mu\text{L}$
WPS-3000(T)SL / WPS-3000(T)RS		
-	20 – 39 $\mu\text{L}$	20 $\mu\text{L}$
	40 – 129 $\mu\text{L}$	Micro
	> 130 $\mu\text{L}$	Analytical
使用 250 $\mu\text{L}$ 进样量包	344 $\mu\text{L}$	344 $\mu\text{L}$
ACC-3000(T)	21 – 49 $\mu\text{L}$	20 $\mu\text{L}$
	51 – 199 $\mu\text{L}$	50 $\mu\text{L}$
	> 200 $\mu\text{L}$	200 $\mu\text{L}$

- 2) 配置检测器（请参阅 3.4.4 一节，第 36 页）。

### 3.4.3 手动进样阀

- 1) 确认进样阀装配了 10  $\mu\text{L}$  样品定量环。
- 2) 配置检测器（请参阅 3.4.4 一节，第 36 页）。

## 3.4.4 检测器

### 3.4.4.1 AD25 UV 检测器

- 1) 在服务器配置程序中 AD25 的 Signals 页面上，将单位更改为 **mAU** 而非 AU。
- 2) 将系数更改为 **1000** 而非 1.00。
- 3) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果验证的是柱温箱，请执行 [3.4.5 柱温箱 – 一般说明](#) 一节，第 37 页。
  - ◆ 如果使用的是 Agilent 仪器控制框架，请执行 [3.4.7 Agilent 仪器控制框架 \(ICF\)](#) 一节，第 41 页。
  - ◆ 如果不属于以上情况，准备系统（请参阅 [3.5](#) 一节，第 42 页）。

### 3.4.4.2 RF2000 荧光检测器

- 1) 将 RF2000 荧光检测器连接 Chromeleon 之前，将只能在模块上设置的 **ZWAVE** 和 **RATIO** 参数设置为 **1**。无法从 Chromeleon 设置该值：
  - a) 通过同时按 **Shift** 和 **CE** 禁用键盘联锁。
  - b) 反复按 **func** 直至 ZWAVE 命令出现在显示屏上。
  - c) 按数字小键盘上的 **1**。
  - d) 使用 **Enter** 确认。
- 2) 启用远程操作以将模块连接到 Chromeleon：
  - a) 按 **func** 直至 RS232 命令出现在显示屏上。
  - b) 使用 **Enter** 确认。
  - c) 按 **func**。  
在显示屏上，显示的内容为 CONNECT。
  - d) 使用 **Enter** 确认。
- 3) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果验证的是柱温箱，请执行 [3.4.5 柱温箱 – 一般说明](#) 一节，第 37 页。
  - ◆ 如果使用的是 Agilent 仪器控制框架，请执行 [3.4.7 Agilent 仪器控制框架 \(ICF\)](#) 一节，第 41 页。
  - ◆ 如果不属于以上情况，准备系统（请参阅 [3.5](#) 一节，第 42 页）。

### 3.4.4.3 ECD-3000RS EC 检测器

**提示：**要验证同时使用多达八个通道的检测器，需要 HPLC OQ/PQ 9.00 或更高版本。如果使用了任何旧版 HPLC OQ/PQ，则对通道数量超过四个的模块的验证需要分两步执行，每个步骤最多验证四个通道。

- 1) 将模拟器池连接到恒电位仪。
- 2) 在**服务器配置**程序 ECD-3000RS 驱动程序的 **Detector** 页面上单击 **Read Smart Cells**，然后选择检测池。
- 3) 确认 **Mode and Range** 下的 **DC Mode (nA)** 或 **Pulse Mode (nC)** 选项处于选定状态。否则，将不提供用于验证检测器的模板。
- 4) 通过单击 **OK** 确认您的选择。
- 5) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果验证的是柱温箱，请执行 [3.4.5 柱温箱 – 一般说明](#) 一节，第 37 页。
  - ◆ 如果使用的是 Agilent 仪器控制框架，请执行 [3.4.7 Agilent 仪器控制框架 \(ICF\)](#) 一节，第 41 页。
  - ◆ 如果不属于以上情况，准备系统（请参阅 [3.5 一节](#)，第 42 页）。

### 3.4.5 柱温箱 – 一般说明

#### **注意 - LightPipe 流通池易损**

如果是对包含 Vanquish 检测器和 LightPipe 流通池的系统内的非 Vanquish 柱温箱进行验证：

为保护 LightPipe 流通池，不支持按照第 [3.7.1 常规检查](#) 节，第 [3.7.1 页](#) 所述对包括安装有 LightPipe 流通池的 Vanquish 检测器的系统中的非 Vanquish 柱温箱进行验证。如果您想验证非 Vanquish 柱温箱，您需要按照 [3.7.2 一节](#)，第 [56 页](#) 所述执行验证。

以下三个方案需要修改 Chromeleon 服务器配置。如果因客户限制而不允许这样做，建议按照第 [3.7.2 节](#)，第 [56 页](#) 所述手动验证柱温箱。

方案 A：使用柱温箱 PQ 包

- P500/600 温度计：
  - 1) 将温度计连接到 Chromeleon 服务器 PC 上一个空闲的 COM 端口。

**提示：**如果使用的服务器 PC 没有 COM 端口，可以使用 USB 转 RS-232 适配器电缆（部件号 6073.2000）连接 Dostmann 温度计 P500/P600。

- 2) 在 **Chromeleon 服务器配置** 程序中安装 Dostmann 温度计 P500/P600 驱动程序（Chromeleon 7：P5xx/P6xx/P7xx 温度计）。
- 3) 在 **General** 页面上，选择温度计连接的 COM 端口。
- 4) 安装一个虚拟通道（设备名称：VirtualChannels\_01；信号名称：TemperatureOVEN）。
- 5) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果验证的是 Vanquish 柱温箱，请执行 [3.4.6 Vanquish 柱温箱](#) 一节，第 40 页。
  - ◆ 如果使用的是 Agilent 仪器控制框架，请执行 [3.4.7 Agilent 仪器控制框架 \(ICF\)](#) 一节，第 41 页。
  - ◆ 如果不属于以上情况，准备系统（请参阅 [3.5](#) 一节，第 42 页）。
- P700 温度计：

完成以下步骤将 P700 温度计与 Chromeleon 服务器 PC 相连：

  - 1) 将 USB 电缆一端连接到温度计的 USB 端口。
  - 2) 将 USB 电缆另一端连接到 Chromeleon 服务器 PC 上的一个 USB 端口，或另一个与 Chromeleon 服务器 PC 相连的模块上的一个 USB 端口。
  - 3) 如果虚拟 COM 端口的安装未自动完成，请按以下步骤安装：要安装虚拟 COM 端口，请使用 Chromeleon 安装盘 **Drivers\USB Virtual COM Port** 目录中提供的 FTDI 驱动程序应用程序。安装后，USB 设备将以附加 COM 端口形式出现在 **Windows 设备管理器** 中。有关 FTDI 驱动程序安装的详情，请参阅 Chromeleon 安装盘中提供的安装说明。
  - 4) 将温度计连接到 Chromeleon 服务器 PC 上的虚拟 COM 端口。
  - 5) 停止并重新启动 **Chromeleon 仪器控制器**。
  - 6) 安装一个虚拟通道（设备名称：VirtualChannels\_01；信号名称：TemperatureOVEN）。

7) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：

- ◆ 如果验证的是 Vanquish 柱温箱，请执行 [3.4.6 Vanquish 柱温箱 一节，第 40 页](#)。
- ◆ 如果使用的是 Agilent 仪器控制框架，请执行 [3.4.7 Agilent 仪器控制框架 \(ICF\) 一节，第 41 页](#)。
- ◆ 如果不属于以上情况，准备系统（请参阅 [3.5 一节，第 42 页](#)）。

#### 方案 B：以模拟信号形式自动采集数据

在 **Chromeleon 服务器配置程序** 中，将外部温度计（设备：积分器驱动程序）的模拟输出以名为 **TemperatureOVEN** 的模拟通道形式进行安装。

#### 方案 C：手动数据采集

**提示：**方案 C（通过手动数据采集验证柱温箱）不支持 Agilent、Shimadzu 和 Waters 模块。也不支持 Thermo Fisher Scientific Vanquish 模块。

- 1) 在 **Chromeleon 服务器配置程序** 中，安装 **STH\_manual** 设备。**Manufacturers** 列表上的 **Generic** 下提供了驱动程序。
- 2) 确认驱动程序处于 **Demo Mode**。
- 3) 安装一个虚拟通道（设备名称：VirtualChannels\_01，信号名称：TemperatureOVEN）。
- 4) 在色谱图生成期间，在 **OQ\_PQ\_STH\_manual** 控制面板上输入外部温度计上指示的温度。
- 5) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果验证的是 Vanquish 柱温箱，请执行 [3.4.6 Vanquish 柱温箱 一节，第 40 页](#)。
  - ◆ 如果使用的是 Agilent 仪器控制框架，请执行 [3.4.7 Agilent 仪器控制框架 \(ICF\) 一节，第 41 页](#)。
  - ◆ 如果不属于以上情况，准备系统（请参阅 [3.5 一节，第 42 页](#)）。

### 3.4.6 Vanquish 柱温箱

- 1) 根据所用系统或模块组件，可能提供两个具有不同温度范围的不同序列模板。下表概要说明了这两个可用的序列模板的使用方法：

VH-D10-A LightPipe 流通池已安装	柱后冷却器已配置	序列	最高温度 (OQ)
是	否	Column_Oven_LT (CM7: ...低温)	50°C
否	不相关	Column_Oven (CM7: ...高温)	> 50°C
是	是	Column_Oven_LT (推 荐) (CM7: ...低温)	50°C
		Column_Oven (可选) (CM7: ...高温)	> 50°C

**注意：**切勿在温度超过 50 °C 操作 Vanquish LightPipe 流通池。在开始整个温度范围内验证柱温箱之前，确保柱后冷却器已正确安装并连接。

**提示：**在 OQ/PQ 设置向导中禁用序列 **Column\_Oven\_LT**。要获得整个温度范围的验证模板，请启用序列 **Column\_Oven**。

- 2) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
- ◆ 如果使用的是 Agilent 仪器控制框架，请执行 [3.4.7 Agilent 仪器控制框架 \(ICF\) 一节](#)，第 41 页。
  - ◆ 如果使用的不是 Agilent 仪器控制框架，请准备系统（请参阅 [3.5 一节](#)，第 42 页）。



### 3.4.7 Agilent 仪器控制框架 (ICF)

#### 概述

OQ/PQ 模板只能用于验证只包括 Agilent 模块的“纯”Agilent 系统。

#### 有关电机切换阀的提示

验证 Agilent 系统不需要使用柱温箱的电机切换阀。不过，如果 Agilent 系统包括带电机切换阀的柱温箱，创建的仪器方法将自动根据阀类型设置阀位置（与 **Instrument Method Editor** 窗口中的第一个位置一致）。

**注意：**对于此情况，请确保阀未空载切换，以防止阀受损。

## 3.5 准备 HPLC 系统

要为 HPLC 系统做 OQ 或 PQ 准备，请执行以下步骤。按正确顺序为系统中的模块执行所有步骤。

### 3.5.1 泵

根据系统配置执行此部分的步骤：

- 1) 要验证 Corona™ 检测器，请执行 4.4 一节，第 70 页的说明。
- 2) 对于带 RI 检测器的系统：遵循 3.5.3.4 一节，第 44 页所述的步骤。
- 3) 按以下所述冲洗通道 A(1):
  - ◆ 系统带单波长检测器和 UltiMate VWD-3400RS / Vanquish VF-D40-A 检测器，或者未检查波长准确度：用水冲洗通道 A(1)。
  - ◆ 系统带多波长检测器和光电二极管阵列检测器：用甲醇冲洗通道 A(1)。
- 4) 用 3.1.3.2 一节，第 21 页所列溶剂充分冲洗泵的所有其他可用通道。

**注意：**冲洗流路中带电晕检测器的 HPLC 系统可能使电晕检测器损坏。为避免损坏，请从 HPLC 系统分离电晕检测器的流路，然后再冲洗 HPLC 系统。

- 5) 如果流路中包括电晕检测器，请断开电晕检测器与 HPLC 系统的流路连接。
- 6) 用通道 A(1) 中使用的溶剂冲洗整个 HPLC 系统。
- 7) 执行 3.5.2 自动进样器 一节，第 43 页中的步骤。

## 3.5.2 自动进样器

**提示：**尽管甲醇用作首次 OQ 和 PQ 检查的溶剂，但请用水冲洗自动进样器，因为水是所有后续检查的溶剂。在经过波长准确度检查后，确保准备充足的流动相后自动冲洗系统。

- 1) 通过注入 250  $\mu\text{L}$  的用水彻底冲洗自动进样器至少五次。如果自动进样器允许的最大进样量较小，则注入五次最大的可能进样量。
- 2) 确保流体成分不含气泡。
- 3) 执行 [3.5.3 检测器](#) 一节，第 43 页中的步骤。

## 3.5.3 检测器

### 3.5.3.1 UV 检测器

- 1) 打开 UV 检测器灯至少六小时，然后再开始检查。
- 2) 使用带额外 VIS 灯的检测器时，关闭 VIS 灯。
- 3) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果不验证另一个检测器，请检查流路（请参阅 [3.5.4 一节](#)，第 44 页）。

### 3.5.3.2 荧光检测器

- 1) 准备检测器：
  - ◆ 带持续燃油灯（例如 Summit RF2000）的检测器：  
打开检测器灯大约 30 分钟，然后再开始检查。
  - ◆ 带闪光灯（例如 UltiMate FLD-3x00）的检测器：  
确保检测器已充分平衡（例如，流通池温度）。
- 2) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果不验证另一个检测器，请检查流路（请参阅 [3.5.4 一节](#)，第 44 页）。

### 3.5.3.3 电化学检测器

**提示：**即使是在只验证检测器（不验证泵和自动进样器）的情况下，也要确保泵的流动相来源中有足够的流动相（水），并且连接了背压管。

- 1) 将检测器和流通池从 HPLC 系统流路中分离。
- 2) 将模拟器池（DC 模式为 QualifierRS，脉冲模式为 PulseQualifierRS）连接到您想验证的所有恒电位仪。
- 3) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果不验证另一个检测器，请检查流路（请参阅 3.5.4 一节，第 44 页）。

### 3.5.3.4 RI 检测器

- 1) 打开模块至少一小时，然后再开始检查。
- 2) 确保流通池中没有气泡。如果有气泡，请用甲醇或异丙醇冲洗流通池。
- 3) 通过 **Purge** 按钮以 1.0 mL/min 的流速（流动相：水）冲洗流通池的样本和参比部分。
- 4) 除 UltiMate VWD-3x00 / Vanquish VF-D40-A 检测器和所有单波长检测器以外的所有检测器：如果您使用甲醇检查 UV 检测器的波长准确度，请断开 RI 检测器与 HPLC 系统流路部分的连接。
- 5) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果不验证另一个检测器，请检查流路（请参阅 3.5.4 一节，第 44 页）。

### 3.5.3.5 蒸发光散射检测器

- 1) 打开检测器灯大约 30 分钟，然后再开始检查。
- 2) 根据您的系统配置，可能需要执行下列其中一个步骤：
  - ◆ 如果是验证另一个检测器，请执行下面相应节中的操作。
  - ◆ 如果不验证另一个检测器，请检查流路（请参阅 3.5.4 一节，第 44 页）。

### 3.5.4 流路

在进样阀或自动进样器上，执行以下操作：

- 1) 确认当阀在 Load / Bypass 和 Inject 之间双向切换时没有压力波动。  
压力波动表示系统泄漏或污染。
- 2) 消除所有泄漏和污染，然后再开始检查。
- 3) 为检查准备 Chromeleon（请参阅 [3.6 一节](#)，第 46 页）。

## 3.6 准备 Chromeleon 中的测试模板

### 3.6.1 Chromeleon CD 上的模板目录结构

Chromeleon CD 上的 **PQ\_OQ** 目录包含以下子目录（见下图）：

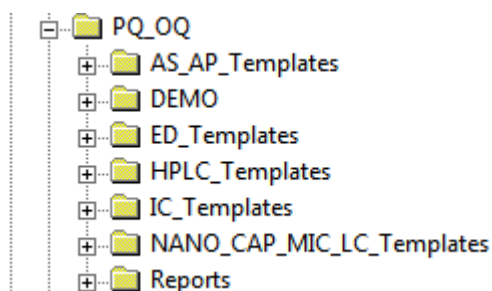


图1：Chromeleon CD 上的 PQ\_OQ 目录结构

创建序列模板时，向导只提供与时基匹配的序列：

系统配置	提供的目录
IC 和 BioLC 系统	IC_TEMPLATES
带电化学检测器的系统	ED_TEMPLATES
Nano,cap,micro 系统	NANO_CAP_MIC_LC_TEMPLATES
HPLC 系统	HPLC_TEMPLATES

**HPLC\_TEMPLATES** 目录包含常见 HPLC 配置 OQ 或 PQ 所需的全部主序列。该目录的 **SPECIAL HPLC TEMPLATES** 子目录用于特殊检查（请参阅第 4 章，第 63 页）。

**提示：** **HPLC\_TEMPLATES** 目录不支持验证包括 UltiMate FLM-3x00 Flow Manager、NCS 系统或 NCP 泵的系统。**NANO\_CAP\_LC\_TEMPLATES** 目录中提供了用于验证这些系统的序列。

### 3.6.2 一般流程说明

**注意：**这些 OQ/PQ 操作说明仅涉及 HPLC\_TEMPLATES 目录的序列。

在 Chromeleon 中运行操作验证或性能验证包括两个基本步骤：

- 1) 仅当系统已安装或更改了系统配置时：  
要创建配置专用系统主模板，请选择 **Qualification > PQ Setup...|OQ Setup...**。请参阅图 2 中的 (a) 和 3.6.3 一节，第 48 页。  
一个向导从 Chromeleon CD 的主序列生成序列模板，只提供与时基匹配的序列。此外，该向导还根据时基中安装的设备自动调整程序。每次安装系统或更改了系统配置时，都需要执行此步骤。
- 2) 调整报告和方法。请参阅 3.6.4 一节，第 51 页。
- 3) 仅当 PQ Setup.../OQ Setup... 已执行并且未更改系统配置时：  
要执行检查，请选择 **Qualification > Instruments PQ...|Instruments OQ...**。请参阅图 2 中的 (b) 和 3.7 一节，第 53 页。  
对于在同一系统配置上执行的每一项检查，都会创建单独的配置专用系统主模板副本。然后使用所复制模板的序列执行 OQ/PQ。

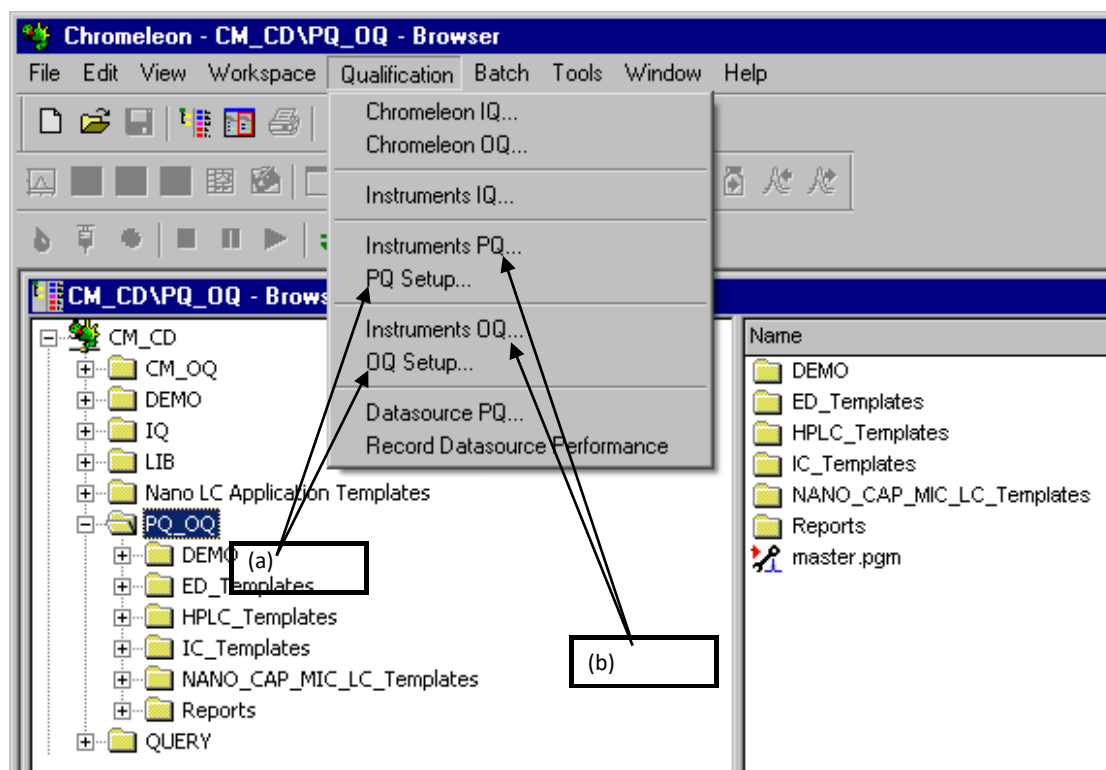


图2：执行OQ/PQ：(a) 步骤1：OQ/PQ 设置；(b) 步骤2：仪器OQ/PQ

### 3.6.3 创建系统主模板

要安装系统所需的序列，请执行以下步骤。如果您使用不同类型的流通池来验证包括 Vanquish VH-D10-A 检测器的系统，您需要为每个流通池类型创建相应的序列模板：

- 1) 插入 Chromeleon CD 或确认您可以访问 **PQ\_OQ** 目录。
- 2) 在浏览器中，单击 **Qualification > OQ Setup|PQ Setup**。

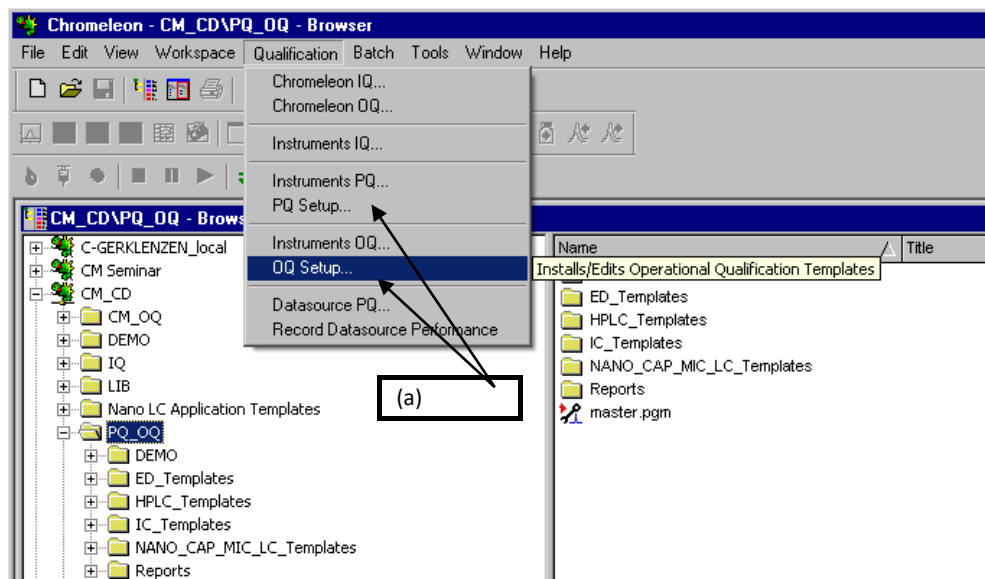


图 11: (a) 选择 OQ 或 PQ Setup

一个向导会引导您完成复制序列的过程。

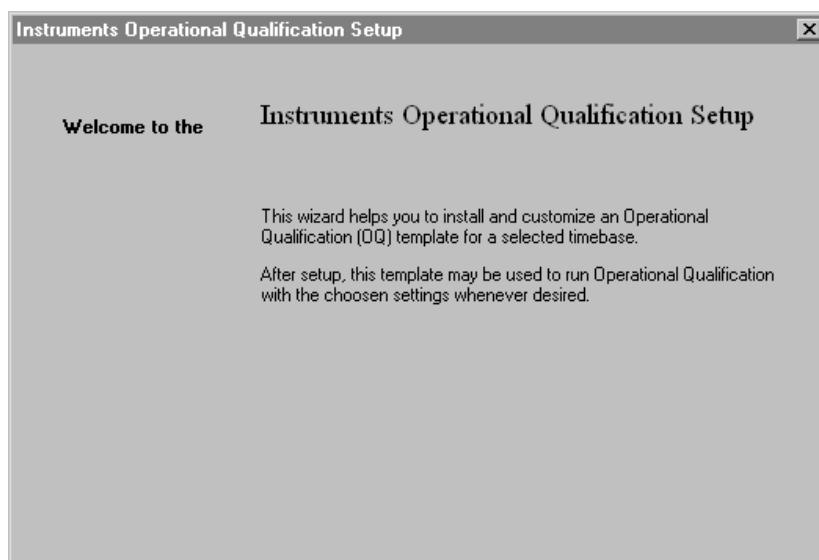


图 12: OQ/PQ 设置向导欢迎页面



- 3) 单击 **Next >** 转到下一步。
- 4) 选择您想执行的 OQ 或 PQ 所对应的时基，并输入安装时基的计算机的名称。

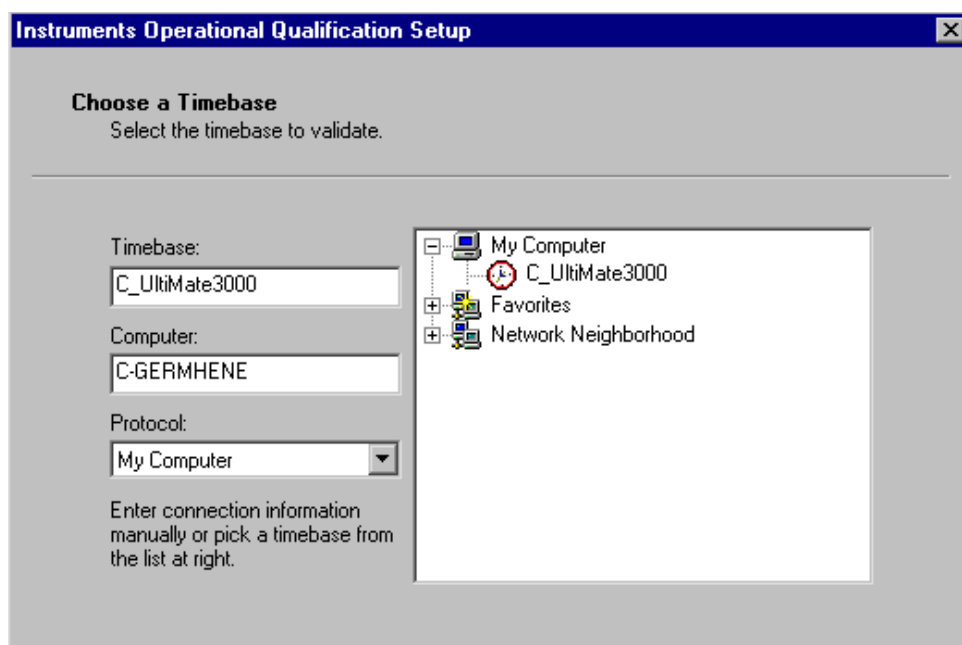


图 13：选择时基

- 5) 选择 **PQ\_OQ** 作为主序列的源目录。

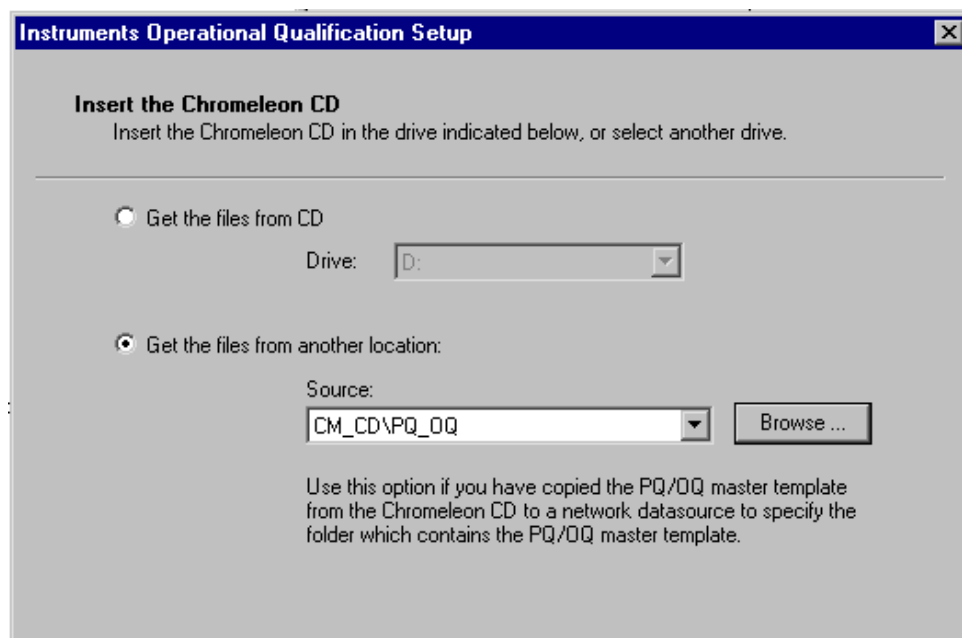


图 14：选择源目录

- 6) 选择一个唯一名称，包含该仪器所有序列模板的序列目录将使用该名称保存。

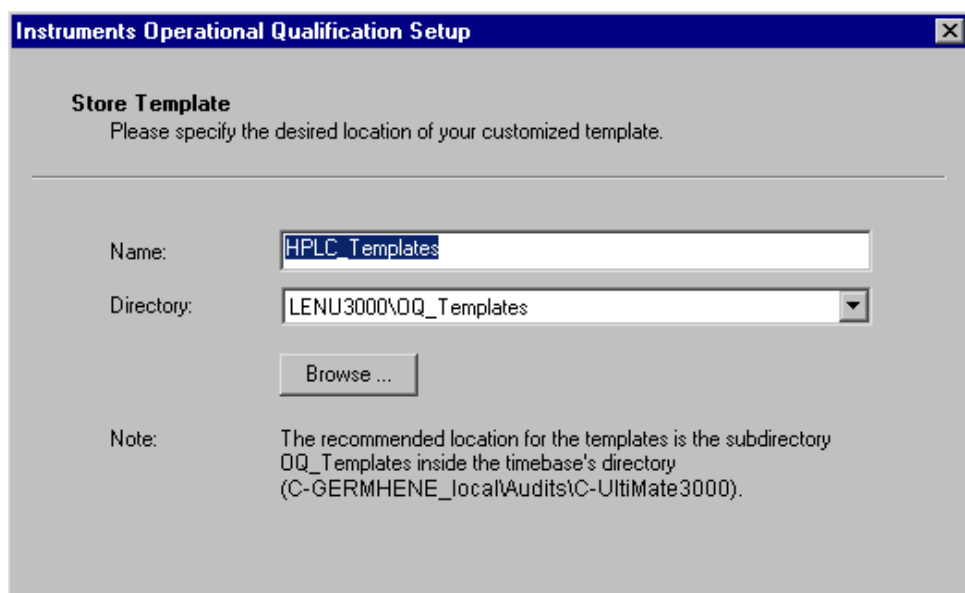


图 15：选择存储位置

- 7) 单击 **OK**。

显示检查/序列列表。该列表将根据 Chromeleon 服务器配置程序中定义的选定时基的仪器配置进行调整。

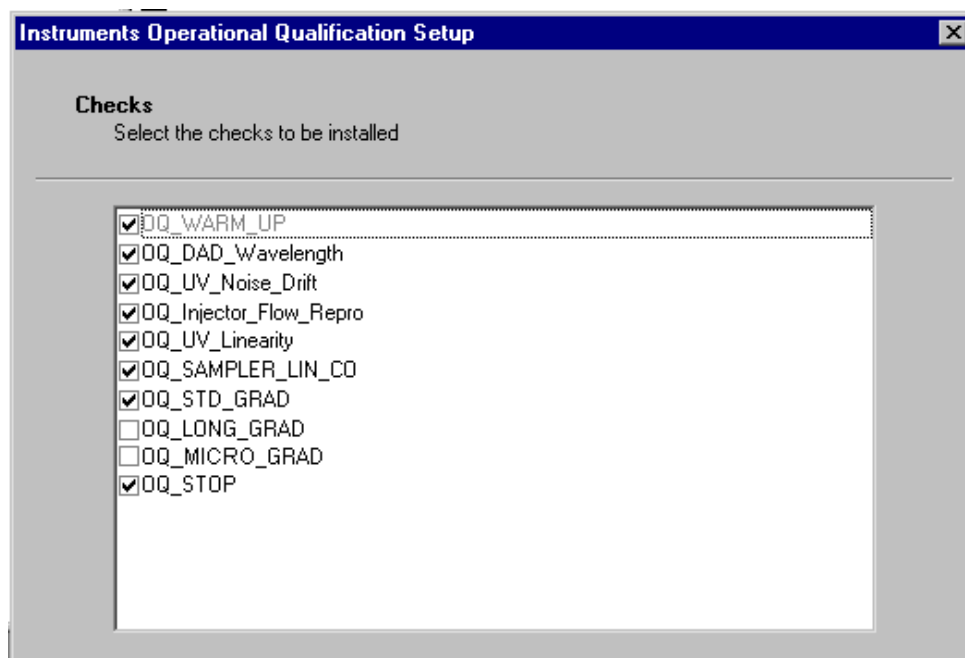


图 16：时基的检查列表

如果 Chromeleon 无法自动确定混合室体积，您可以根据需要选择序列。这适用于 Summit P680、UltiMate 和 Vanquish Flex 泵。有关详情，请参阅 6.3.1.2 一节，第 124 页。在任何其他情况下，该选项均是只读状态。选择您想执行的检查所需的序列（请参阅第 6 章，第 87 页）。所选序列自动复制到相应数据源。安装完成时，Specification 页面上会打开报告。

**提示：**如果您使用 TSP UV1000 UV 检测器，仅当检测器中安装了 UV 灯时才会提供序列。

8) 调整报告和方法（请参阅 3.6.4 一节，第 51 页）。

### 3.6.4 调整报告和方法

1) 要禁用报告的写保护，单击 **Edit > Layout Mode**。

2) 输入：

a) 批次编号

b) 失效日期

c) 标样的实际浓度

d) 客户和测试仪的名称

e) 用于生成背压的项目的名称

默认值：毛细管（L: 15 m; ID: 0.18 mm）

对于所有支持的模块，“预设”样本完成后报告打开时，设备名称和赛默飞世尔科技有限公司推荐的限值会自动输入到报告中。复制序列时该信息尚未输入。

**注意：**请勿为支持的设备填写报告（见下文）。可在 231 行及之后部分找到限值；仅当您需要使用赛默飞世尔科技有限公司所推荐限值以外的其他限值时，才需要更改限值。

f) 使用带非分析型流通池的 Summit 检测器 UVD 170S、UVD 340S、UVD 170U 或 UVD 340U 时，请手动在报告中输入 4.2 一节（第 65 页）和 6.2.7 一节（第 115 页）中所列的规格。不支持自动检测流通池。

g) 通常序列号会自动输入。如果情况并非如此，请在 K 列的 201 行开始输入序列号（字段具有黄色背景）。要删除相关方框中的值，请在 Edit 菜单上单击 Clear Values。这会从流通池中移除 Chromeleon 变量，并清除状态栏上流通池的 audit.xxx 条目。

h) 对于第三方设备，请在 D 列的 201 行开始输入制造商的名称。

- i) 通常型号会自动输入。如果情况并非如此，请在 H 列（具有黄色背景的单元格）中调整或输入型号名称，这会像以前一样删除现有 audit.xxx 条目。
  - j) 从 231 行开始，在具有相关型号名称的列中输入限值。
- 3) 要启用写保护，请单击 **Edit > Layout Mode**。
  - 4) 要保存报告，请单击 **Workspace > Save Report Definition**。
  - 5) 要检查 UV 检测器的线性，请将序列 QNT 文件中的数量调整为所用标样的实际数量。
  - 6) 开始检查（请参阅 [3.7.1 一节](#)，[第 53 页](#)）。

## 3.7 执行检查

此部分包含有关如何执行常规检查的所有说明。第 4 章，第 63 页包含有关如何执行需要的测试设置不同于标准检查的特殊检查的说明。

### 3.7.1 常规检查

#### 注意 - LightPipe 流通池易损

如果是对包含 Vanquish 检测器和 LightPipe 流通池的系统内的非 Vanquish 柱温箱进行验证：

为保护 LightPipe 流通池，不支持按照此部分所述对包括安装有 LightPipe 流通池的 Vanquish 检测器的系统中的非 Vanquish 柱温箱进行验证。如果您想验证非 Vanquish 柱温箱，您需要按照 3.7.2 一节，第 56 页所述执行验证。

要创建模板副本（请参阅 3.6.3 一节，第 48 页），执行以下操作：

- 1) 在浏览器中，单击 **Qualification > Instruments OQ... 或 Instruments PQ...**。  
一个向导会引导您完成复制序列的过程。
- 2) 要转到下一步骤，单击 **Next**。
- 3) 选择您想执行的 OQ 或 PQ 所对应的时基。
- 4) 输入安装时基的计算机的名称。
- 5) 选择要使用的模板的源目录。

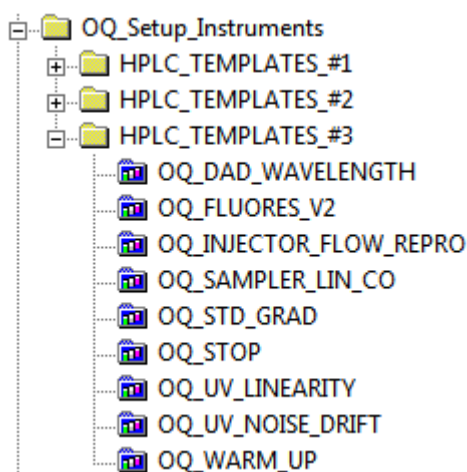


图 17：选择要使用的模板的源目录

**OQ\_Setup\_Instruments** 文件夹中的每个目录都包含一系列模块专用模板序列（请参阅 3.6.3 一节，第 48 页），如 **HPLC\_TEMPLATES\_#3** 目录所示。

- 6) 要选择 OQ\_Setup\_Instruments 目录，单击 **Browse**。  
显示包含仪器专用序列模板的目录列表：

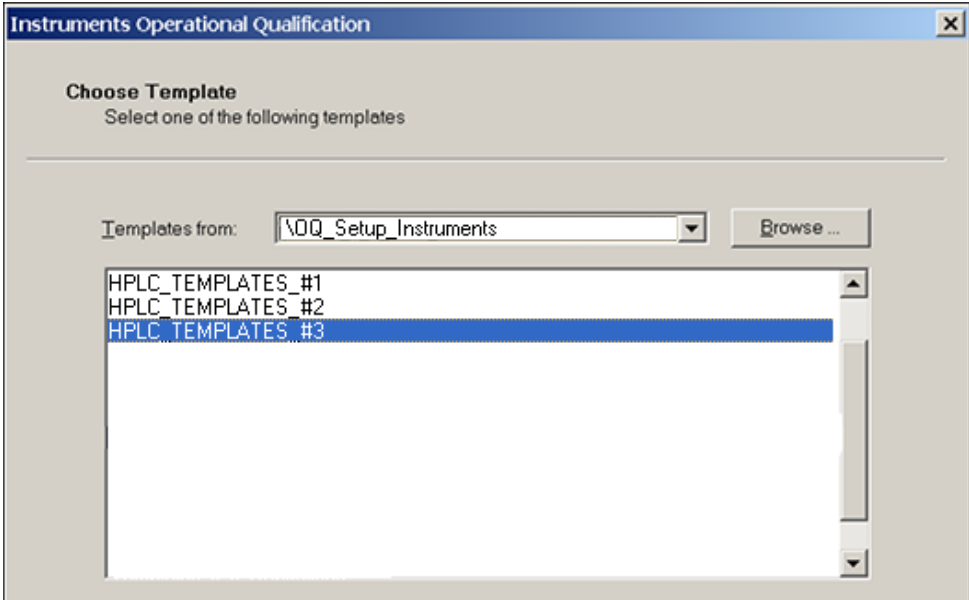


图18：选择模板目录

- 7) 输入用于保存副本的唯一名称（默认值：模板名称 + 日期）。  
显示对应模板所有序列的列表。
- 8) 单击以选择检查所需的序列（请参阅第 6 章，第 87 页）。  
随即创建一个副本。序列复制完毕后，会自动打开相应时基的批处理列表。
- 9) 开始批处理以运行序列。  
批处理列表包含以下顺序的检查：

顺序	检查	序列
1.	系统的流体准备	Warm up
2.	手动采集数据的柱温箱温度准确度	Column Oven
3.	UV 检测器的波长准确度	Wavelength
4.	UV 检测器的基线噪声和漂移	UV Noise Drift
5.	进样量和流量的精度	• Injector Flow Repro • Injector Flow Repro_P680DGP_Left（可选）
6.	UV 检测器的线性	UV Linearity
7.	进样量的线性	Sampler Lin CO
8.	自动进样器残留	Sampler Lin CO

顺序	检查	序列
9.	荧光检测器的基线噪声、信号高度和波长准确度	Fluorescence or Fluores_V2
10.	RI 检测器的基线噪声和漂移	RI_Noise_Drift
11.	RI 检测器的线性	RI_Linearity
12.	蒸发光散射检测器的基线噪声	ELS_Noise
13.	电化学检测器的基线噪声	ECD_Noise
14.	梯度泵的溶剂成分：准确度、精度和波动	<ul style="list-style-type: none"> <li>• STD_GRA</li> <li>• MICRO_GRAD</li> <li>• LONG_GRAD</li> <li>• STD_GRAD_P680DGP_Left</li> <li>• LONG_GRAD_P680DGP_Left</li> </ul>
15.	三元高压梯度泵的溶剂成分：准确度、精度和通道 C 与 B 之间的波动	Tern_Grad_C_B
16.	四元低压梯度泵的溶剂成分：准确度、精度和通道 C 与 B 之间的波动	Quad_Grad_C_D
17.	自动数据采集期间有限温度范围内 Vanquish 柱温箱 VH-C10-A 温度准确度 – 请参阅 3.4.6 一节，第 40 页	Column Oven_LT
18.	自动数据采集期间柱温箱温度准确度	Column Oven
19.	将溶剂流速重置为 0.05 mL/min 和客户专用参数	Stop

**提示：**当您使用手动进样阀时，确保未随样本注入空气。务必注入至少三倍样品定量环体积，即至少 30  $\mu$ L。

**提示：**当您开始批处理时，可能出现以下警告：

```
{SOLVENT_CHANGE (91)} SOLVENT_CHANGE (91): Warning P0001: The program start time is undefined.
{SOLVENT_CHANGE - Sampler} Missing inject command.
{Pump} Eluent %A changed from Methanol to Water.Is this correct?
{OQ_COLUMN_OVEN (64) - TemperatureOven} Setting of property 'Average' overrides channel type default.
[Warning] {LONG_GRADIENT (161) - Pump} Ramp step duration (0.000166666666666667 min) is out of
range.Minimum supported duration is 0.01 min. Minimum duration will be used.
Warning: The flow ramp between 0.000 and 1.000 min exceeds the maximum flow acceleration.
Warning: Sampler Program script for sample No. x contains no "Method" property assignment.
Warning: ECDRS Cells should be turned on before starting a queue.Otherwise, loss of data will occur.
```

**提示：**对于由 Agilent 控制框架控制的系统，可能（反复地）出现以下警告：  
{GRADIENT - LCSysytem} Automatically resolving method inconsistencies.Inconsistencies: Parameters for Thermostat are set, but not supported in current configuration.  
Warning: GRADIENT (Instrument Method) LCSysytem automatically resolving method inconsistencies.Inconsistencies: Parameters for Emulation Mode are not set.

10) 执行下列其中一项任务：

- ◆ 如果验证的是包括带 LightPipe 流通池的 Vanquish 检测器的 HPLC 系统内的非 Vanquish 柱温箱，请执行 3.7.2 一节，第 56 页。
- ◆ 否则，请执行 3.8 评估测试序列一节，第 58 页。

### 3.7.2 带 LightPipe 流通池的非 Vanquish 柱温箱

验证包括 Vanquish 检测器和 LightPipe 流通池的 HPLC 系统内的非 Vanquish 柱温箱：要保护 LightPipe 流通池，不支持根据 3.7.1 一节，第 53 页中的常规检查对带 Vanquish 检测器和 LightPipe 流通池的系统内的非 Vanquish 柱温箱进行验证。不过，如果您想同时验证柱温箱，则需要分两步来验证系统：一步包含安装的 LightPipe 流通池，一步不包含安装的 LightPipe 流通池。

- 1) 验证除带已安装 LightPipe 流通池的柱温箱以外的所有模块：根据常规检查执行验证（请参阅 3.7.1 一节，第 53 页）；将不提供验证柱温箱所需的测试。
- 2) 验证不带已安装 LightPipe 流通池的柱温箱：
  - a) 从检测器上取下流通池。
  - b) 断开入口和出口毛细管与流通池的连接。
  - c) 使用两通接头将它们互连。
  - d) 关闭检测器门。
  - e) 再次启动 Qualification Wizard。
  - f) 只选择适用于柱温箱的温度准确度测试。
  - g) 将序列模板添加到批处理列表。
  - h) 单击 **Start**。  
序列 **Warm up** 和 **Stop** 将不会重复。
- 3) 执行 3.8 评估测试序列一节，第 58 页。



### 3.7.3 持续时间

如果检查项目不包括柱温箱和非 UV 检测器，整个验证需要大约 3.5 小时。其他常规检查的额外持续时间如下（请参阅第 4 章，第 63 页，了解特殊检查的持续时间）：

模块类型	不同型号	额外持续时间
泵	<ul style="list-style-type: none"> <li>带混合室扩展的泵（Summit、UltiMate、Vanquish）</li> <li>双梯度泵（标准配置）</li> <li>UltiMate LPG-3400M(B) 泵</li> <li>UltiMate LPG-3400BM 泵</li> <li>Vanquish VH-P10-A 泵</li> </ul>	2 小时
	<ul style="list-style-type: none"> <li>双梯度微型泵（Summit、UltiMate）</li> <li>带混合室扩展的双梯度泵（Summit、UltiMate）</li> </ul>	4 小时
恒温柱温箱	-	3 小时
检测器	RI 检测器	1.5 小时
	ELS 检测器	0.5 小时
	ECD 检测器	1 小时
	FLD 检测器	1 小时
三元高压梯度系统（通道 C 和 B）	-	2 小时
带四元分析泵的系统（通道 C 和 D）	-	2 小时
带四元微型泵的系统（通道 C 和 D）	-	4 小时

检查 UV 检测器的波长准确度后，即大约 15 分钟或 3 小时 15 分钟后，系统会提示您将通道 A(1) 的溶剂从甲醇更换为水。如有必要，将 RI 检测器的流体组件连接到系统。如果安装了自动进样器，则 OQ/PQ 将自动运行。

**提示：**在验证以单波长检测器（包括 VWD-3400RS 和 VF-D40-A）作为 UV 检测器的系统时，不需要手动更换溶剂。

在验证 ERC RefractoMax524 RI 检测器（微型变量）时，系统会提示您断开检测器与 **RI Linearity** 序列末端系统的流路连接，因为验证序列使用的流速超过了检测器规格。

**注意：**对于通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 控制的 Agilent 系统，更换流动相的流程需要若干样本。在 Audit Trail 中检查有无描述必要手动任务的日志命令。在“溶剂更换步骤 1”样本后，系统会中止批处理，要求您将流动相更改为通道 A(1) 并重新启动批处理。之后将不再要求执行手动任务。

## 3.8 评估测试序列

在评估检测器线性之前：

- 1) 在 QNT 文件的数量列中输入所用标样的实际浓度。
- 2) 按照 6.2.6 和 6.2.7 两节针对您的检测器的说明检查是否浓度最高样本的峰高覆盖线性范围。如果不能覆盖，对所有用于线性检查的样本的进样量做相应调整，使得浓度最高样本的峰高覆盖线性范围，并重复检查（请参阅 6.3.4.3 一节，第 135 页）。

Chromeleon CD 上的主序列，以及根据它为 OQ 和 PQ 建立的所有副本都链接到相应报告。

**注意：**请勿更改此报告（某些页除外，请参阅 3.6.4 一节，第 51 页）。报告包含许多数据表之间的引用。如果您插入或删除行和列，这些引用将丢失，计算将会出错。

可通过两种方式评估和签署报告：

- 纸质签名
- 电子签名

**提示** 为了能够以电子方式签署测试序列，用户需要在 Chromeleon 用户数据库中注册，并且需要具备必要的签名权限。例如，如果现场服务工程师需要进行电子签名，需要将他添加到 Chromeleon 用户数据库，或由已注册的替代用户签名报告。有关电子签署流程的详细信息，另请参阅 *Chromeleon 帮助*。

### 纸质签名

- 1) 选择您想打印报告的序列。
- 2) 确认未选择样本。
- 3) 单击 **File > Batch Report**。
- 4) 要开始打印，单击 **OK**。
- 5) 在 **Submitter / Operator:** 和 **Reviewer:** 行中手动签名，包括日期。对于每个测试，签名区域都位于第一页底部。

### 电子签名

- 1) 选择您想以电子方式评估和签署的序列。
- 2) 单击 **File > Electronic Signature > Submit Results...**。
- 3) 要开始签名结果，单击 **OK**。
- 4) 检查签署的结果，如果结果正确，单击 **OK**。
- 5) 输入您的签名密码，并可选择性地输入注释。
- 6) 单击 **OK**。  
姓名和日期随即自动输入到 **Submitter / Operator:** 一行。
- 7) （可选步骤），为 **Review Results...** 和/或 **Approve Results...** 重复所有以上步骤。

## 3.9 重复单项检查

可能有必要重复一项或几项检查。在此情况下，请参阅 [6.4 一节](#)，[第 147 页](#)。此部分提供失败可能的原因。根据 GLP，您需要重复失败检查之后的所有检查。原因在于，几乎所有检查都要求上一项检查成功通过。

示例：如果 UV 检测器线性检查失败，有关进样量线性的结果就有问题，因为检测器线性是检查进样量的先决条件。

## 3.10 已知限制条件

### 3.10.1 Thermo Scientific Vanquish 系统

#### 3.10.1.1 Vanquish 柱温箱 VH-C10-A

在合并模式下不支持 Vanquish 柱温箱 VH-C10-A。在时基内使用多个柱温箱时，请在 Chromeleon 服务器配置程序中禁用合并模式，并添加您想测试的柱温箱。柱温箱需要逐一进行验证。对于第一个柱温箱的验证，请使用验证设置中的序列模板。对于所有后续设备，您需要手动创建序列模板的副本。

#### 3.10.1.2 带 LightPipe 流通池的 Vanquish 检测器

仅支持对 Vanquish 柱温箱进行包括带 LightPipe 流通池的 Vanquish 检测器的 HPLC 系统的柱温箱验证。不支持所有其他柱温箱，因此，不会为 Vanquish 柱温箱以外的其他柱温箱提供验证序列。有关如何验证此类系统的信息，请参阅 3.7.2 一节，第 56 页。

### 3.10.2 Agilent ICF

#### 注意

仪器方法须知：

当您通过 Agilent ICF 方法编辑器更改仪器方法时，这会改变脚本视图中的命令顺序，或者将会有命令添加到脚本视图中。因此，切勿打开 Agilent ICF 方法编辑器，并切勿保存任何更改，因为这会导致仪器方法无效。

#### 注意

兼容性须知：

使用不兼容版本时（HPLC OQ/PQ、Chromeleon 和 Agilent ICF），根据仪器配置，在就绪检查期间可能发生以下错误或类似错误。因此，请仅使用支持的版本组合（请参阅 2.2 一节，第 14 页）。

**[Error] {OQ\_COLUMN\_OVEN - MySystem} Manual method resolution required.**

**Inconsistencies: Xml schema version mismatch (xml version: 1.0.5, expected version: 1.0.3)**

**No schema version upgrade available for xml version 1.0.5**

**Invalid xml**

**Parameters for Column Valve Position are not set.**

### 3.10.3 其他

PGM/仪器方法：压力上限设置为驱动程序（服务器配置）中定义的值。该值可能超过允许范围（因四舍五入差异）而造成就绪检查错误，但这种情况很罕见。要解决此问题，请执行以下操作：

- 1) 打开服务器配置。
- 2) 打开泵驱动程序。
- 3) 选择 **Limit** 选项卡。
- 4) 输入允许的最大压力值并按 **OK**。
- 5) 通过向导新建一组验证模板。



## 4 单个模块的特殊测试流程

## 4.1 简介

此部分介绍的测试流程与第 3 章，第 15 页所述的流程存在根本性的差异。这些特殊流程只能用于某些模块。此外，所有测试序列都必须依次运行，因为测试需要不同的系统配置。第 3 章，第 15 页和 6.3 一节，第 123 页中介绍的测试流程充当以下说明的基础，此部分尤其侧重于差异。如果测试步骤完全相同，您可以找到对这些部分的引用。

**SPECIAL\_HPLC\_TEMPLATES** 目录中提供了这些测试的序列模板（请参阅图 1，第 46 页）。按 3.6.3 一节，第 48 页所述从该目录启动 OQ/PQ 设置。



## 4.2 UltiMate VWD-3x00 检测器

### 4.2.1 使用虚拟流通池的噪声和漂移

对于带虚拟流通池的 VWD-3100 和 VWD-3400 检测器的验证，将提供两个序列。

- **UV\_NOISE\_DRIFT\_VWD3x00**: 在 254 nm 波长下测量噪声和漂移
- **UV\_NOISE\_VWD3X00\_230nm**: 在 230 nm 波长下测量噪声

这些序列只能用于以上检测器，并且测试流程要求将流通池更换两次。如果您想连续运行两次测试，您不必在序列之间更换流通池。不过，您仍需手动确认相关消息。

下表显示的是特定波长下虚拟流通池的漂移和噪声限值。您需要手动在报告中输入规格。

模块	参数	说明	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VWD-3100/VWD-3400RS (虚拟流通池)	基线噪声	波长: 254 nm	0.010 mAU	0.020 mAU
	漂移	使用检测器自带的虚拟流通池测量 (无流路)。	0.2 mAU/h	0.2 mAU/h
	基线噪声	波长: 230 nm 使用检测器自带的虚拟流通池测量 (无流路)。	0.004 mAU	0.008 mAU

<sup>(1)</sup> 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 4.3 Thermo Scientific 自动进样器/载样柜

### 4.3.1 样本温度准确度

此部分介绍如何确定下列自动进样器和载样柜的样本温度准确度：

- UltiMate 3000（所有恒温 WPS- / ACC-3000 自动进样器）
- Thermo Scientific Accela
- Vanquish 自动进样器/载样柜

#### 4.3.1.1 已知限制条件提示

##### 提示

- 对于固件版本  $\geq 4.07$  的 UltiMate 模块和固件版本  $\geq 1.03$  的 Vanquish 自动进样器）：  
如果检查中断，则之后不会自动开启转盘移动。在此情况下，请重复检查或使用 **Tray\_Rotation\_On** 程序将其再次开启。只需将程序添加到批处理（对象类型：程序）并启动批处理。
- 对于固件版本  $< 4.07$  的 UltiMate 模块：  
这些模块不支持转盘旋转。当您发出与转盘旋转有关的命令时，Audit Trail 中会显示以下错误消息：  
**[Error] 13:50:25 0.000 {Sampler} Unknown property.Perform a driver and/or firmware update.**
- 对于固件版本  $< 1.03$  的 Vanquish 自动进样器：  
不支持该测试。将固件版本更新至 1.03 或更高。

### 4.3.1.2 需要的部件

下表列出了执行该测试所需的材料。

自动进样器/载样柜	部件号	备注	数量
Vanquish			
柱温箱 PQ 包	6732.0010	-	1
含水的标准玻璃瓶 (1.8 mL)	-	瓶子里加水但不要密封	1
其他			
柱温箱 PQ 包	6732.0010	-	1
P600/P700 温度计的 K 型温度传感器	6820.0010	-	1
含水的标准玻璃瓶 (1.8 mL)	-	瓶子里加水但不要密封	1

### 4.3.1.3 准备系统

- 按照温度计操作说明中所述将所需温度传感器（请参阅 4.3.1.1 一节，第 66 页）连接到温度计并进行必要的设置（传感器类型和校准值）。
- 为打开的标准玻璃瓶 (1.8 mL) 加水，并将其置于以下样品位置：
  - ◆ UltiMate 自动进样器：RC8.
  - ◆ Vanquish 自动进样器：R:C8
  - ◆ Vanquish 载样柜：架位置：任意；建议使用位置 2，因为有利于进行温度传感器走线。
  - ◆ Accela 自动进样器：C1.
- 仅适用于 Accela 自动进样器：将另一个含水标准玻璃瓶置于样本位置 A8。

### 4.3.1.4 配置系统

阅读 3.4.5 一节，第 37 页“方案 A：使用柱温箱 PQ 包”下的信息。

### 4.3.1.5 准备 Chromeleon

要验证样本温度准确度，选择以下序列：对于自动进样器，选择 **SAMPLER\_TEMP\_ACC**。对于载样柜，选择 **CHARGER\_TEMP\_ACC**。

#### 4.3.1.6 执行检查

- 1) 启动包含 **SAMPLER\_TEMP\_ACC** 和/或 **CHARGER\_TEMP\_ACC** 序列的批处理。  
样本温度（ACC-3000T：15°C，Accela 自动进样器：30°C，所有其他进样器：10°C）  
将自动设置。必要时，系统会停止自动转盘移动。

##### 注意 – 常规

移动针支撑臂或转盘可能会损坏温度计或模块。请勿在测试期间执行任何自动进样器或载样柜命令。

- 2) 当消息框提示您定位温度传感器时，将温度传感器从上方成直角插入样品瓶，直至其尖端触及瓶底。

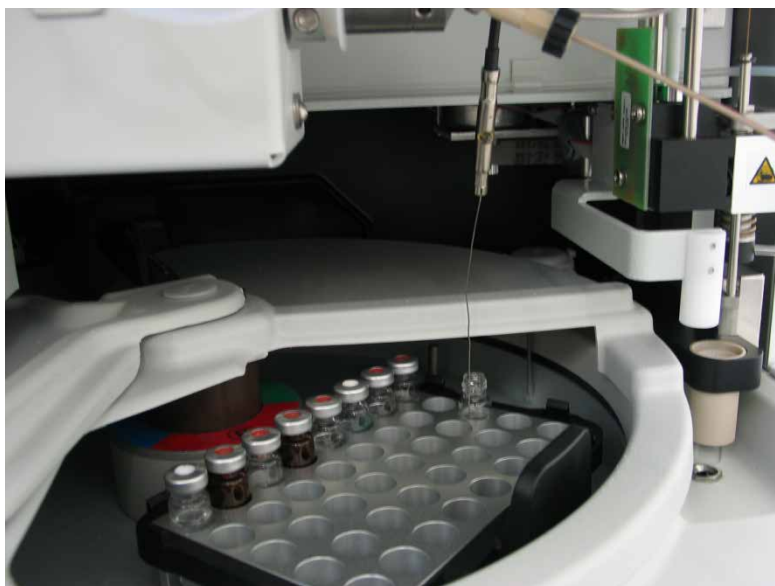


图 19：温度传感器已插入样品瓶（此处：以 UltiMate 自动进样器为例）；传感器电缆可固定于任何可用毛细管上。



图20：穿过温度传感器并将温度传感器定位在样品瓶中（此处：Vanquish 自动进样器）

#### 注意 – Vanquish 载样柜

关闭载样柜门后，载样柜会执行库存扫描。为避免与推进器发生任何碰撞：

- 将温度传感器水平置于门附近。
- 确保安装温度传感器后托盘位置仍然正确。

- 3) 仅适用于载样柜：当消息框提示您定位温度传感器时，按图中所示将温度传感器插入样品瓶。

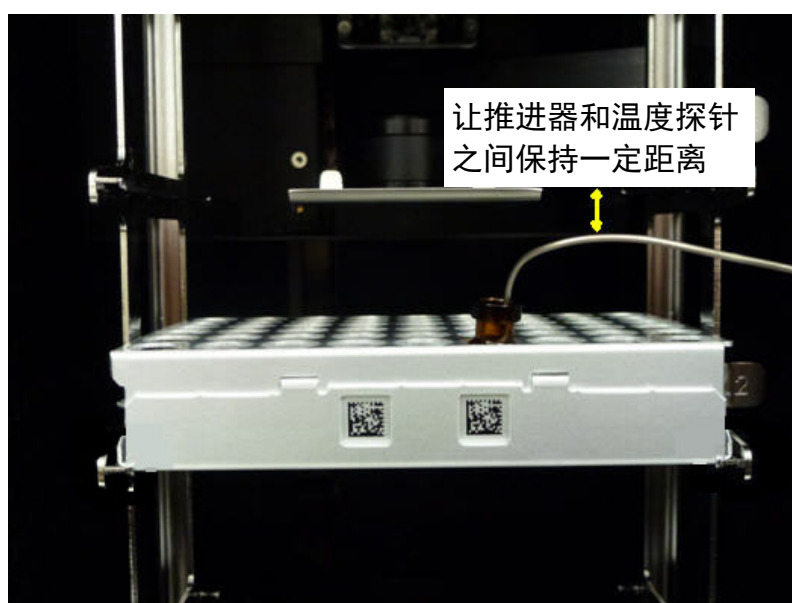


图21：温度传感器和托盘的位置（Vanquish 载样柜）

- 4) 仅适用于 UltiMate 自动进样器：旋转转盘，直至转盘盖完全闭合。

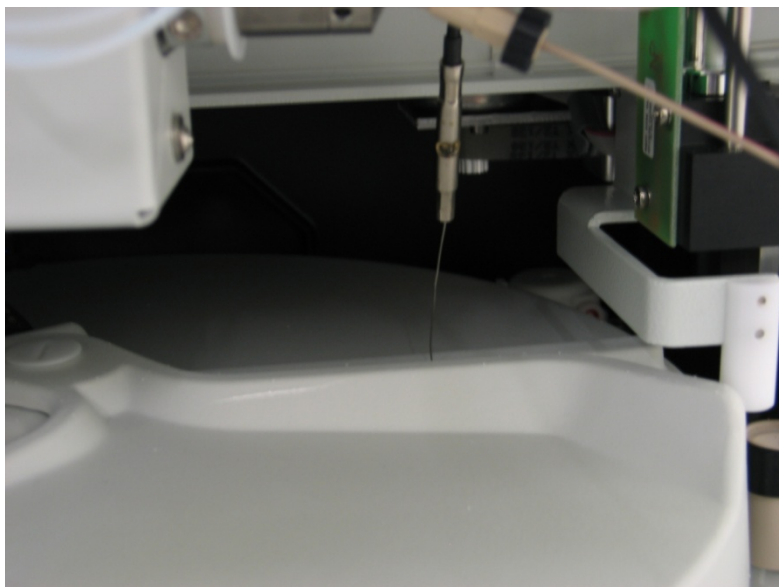


图 22：闭合的转盘盖（此处：UltiMate 自动进样器）

- 5) 仅适用于 Thermo Scientific 自动进样器：将自动进样器门关严。
- 6) 检查开始时确认 Chromeleon 消息。  
达到标称温度时，外部温度计用于在 60 分钟时段内记录样本温度。
- 7) 当检查结束系统提示您取下温度传感器时，取下温度传感器。
- 8) 确认 Chromeleon 消息。  
重新启动自动进样器。

#### 4.3.1.7 持续时间

每个模块（自动进样器或载样柜）的测试需要大约 75 分钟。

## 4.4 Thermo Scientific 电喷雾检测器

除了待验证的检测器，此测试还需要自动进样器和 HPLC 泵。

**提示：**需要使用支持的 UV 检测器来验证其他系统模块。

### 4.4.1 前提

验证检测器前，确保系统中的其他模块（例如，泵和自动进样器）都已成功验证。验证其他系统模块需要支持的 UV 检测器。在此情况下，请注意 3.5 一节，第 42 页中有关电晕检测器的信息。

### 4.4.2 需要的部件

下表列出了验证检测器所需的所有项目。

部件	部件号	说明
电晕验证包	6081.2250	包括以下部件： <ul style="list-style-type: none"> <li>• Shiseido 预柱支架，20 mm，适用于 2 和 4 mm ID 预柱盒（部件号 88-12414）</li> <li>• Shiseido C18 预柱，20 x 4.0 mm，3 <math>\mu</math>m（见下文提示）（部件号 88-12307）</li> <li>• 标样包，包括含五种不同咖啡因溶液的样品瓶（部件号 70-6565）</li> </ul>
流动相 A：水/甲醇 (80:20% v/v)，已脱气	-	约 500 mL 使用超纯去离子水或同等纯度的水。 仅使用 LC-MS 级甲醇，例如 Fisher Scientific 的 Optima™ LC/MS 甲醇。

### 4.4.3 配置系统

确保在服务器配置中启用检测器的数字信号（单位：pA）。

### 4.4.4 准备系统

**提示：**在 1 mL/min 流速下使用 100% 甲醇平衡新预柱至少 15 分钟。

- 1) 标样包包括含五种不同咖啡因溶液的样品瓶。将溶液加入 1.8 mL 自动进样器样品瓶，并按下表所示将它们在自动进样器中。

样品位置 – 不同进样器				物质	浓度 [ $\mu\text{g}$ / mL]
Summit / UltiMate	Vanquish <sup>(1)</sup>	Vanquish <sup>(2)</sup>	其他		
RD1	R:C7	R:D1	25	水中咖啡因	5
RD2	R:C8	R:D2	26		25
RD3	R:C9	R:D3	27		125
RD4	R:D1	R:D4	28		250
RD5	R:D2	R:D5	29		500

<sup>(1)</sup> 适用于容量为 54 个样品瓶的样品瓶架。

<sup>(2)</sup> 适用于容量为 40 个样品瓶的样品瓶架。

- 2) 确保：
- 气流持续足够长的时间 (> 5 分钟 - 请参阅 *操作手册*)。
  - 气压在要求范围内：
    - ◆ Corona、Corona ultra 系列: 35 psi  $\pm$  1 psi
    - ◆ Corona Veo™ 和 Vanquish 系列: 55-65 psi
  - 泵流速仍处于关闭状态。
- 3) 将通道 A(1)的流动相更改为水/甲醇 (80:20% v/v)。
- 4) 以 5 mL/min 流速冲洗系统至少 5 分钟。
- 5) 确保柱出口处的毛细管未连接检测器，而是直接通向废液。
- 6) 安装所需色谱柱。
- 7) 以 1 mL/min 流速平衡系统至少 15 分钟。
- 8) 连接从柱出口端的毛细管至检测器入口端。
- 9) 再平衡系统 30 分钟。

#### 4.4.5 开始测试

启动包含 CORONA\_(VEO)\_NOISE\_DRIFT\_SNR 和 CORONA\_(VEO\_)RESP\_CALIB 这两个验证序列的批处理。



### 4.4.6 持续时间

验证（即运行序列模板）需要大约 55 分钟。

**提示：**验证后必须手动关闭泵流速和气流。请注意，应在气流关闭前大约 15 分钟关闭泵流速（请参阅操作说明中的相关描述）。

## 4.5 Agilent G1321 荧光检测器 – 线性

### 4.5.1 需要的部件

要确定 Agilent 1100/12x0 系列 G1321 荧光检测器的线性，您需要：

部件	说明
色谱柱	例如，Thermo Scientific Acclaim™ 120（C18，5 μm，ID：4.6 mm，长度：100 mm）或类似的色谱柱。此柱可按部件号 059147 订购。
流动相 A：乙腈/水 (90:10% v/v)	约 200 mL
标样	浓度
乙腈/水	90:10 % v/v
乙腈中的蒽	0.5 mg / 100 mL
乙腈中的蒽	0.4 mg / 100 mL
乙腈中的蒽	0.3 mg / 100 mL
乙腈中的蒽	0.2 mg / 100 mL
乙腈中的蒽	0.1 mg / 100 mL
乙腈中的蒽	0.05 mg / 100 mL
乙腈中的蒽	0.005 mg / 100 mL

## 4.5.2 准备

将标样瓶放入下表所示位置。

物质	浓度 [mg / 100 mL]	样品位置
乙腈/水 (90:10 % v/v)	-	15
乙腈中的蒽	0.5	16
乙腈中的蒽	0.4	17
乙腈中的蒽	0.3	18
乙腈中的蒽	0.2	19
乙腈中的蒽	0.1	20
乙腈中的蒽	0.05	21
乙腈中的蒽	0.005	22

## 4.5.3 执行检查

- 1) 启动包含 **FLUORES\_LINEARITY** 序列的批处理。
- 2) 当 Chromeleon 在运行 **FLUORES\_LINEARITY** 序列的第一个样本中提示您时，请更换流动相并安装色谱柱。  
在下一样本中，系统已做好测量准备。因此，可以忽略手动平衡。  
序列结束时，流动相保留在系统内。

### 提示

流动相更换须知：

对于通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 控制的 Agilent 系统，更换流动相的流程分成若干样本。在 Audit Trail 中检查有无描述必要的手动任务的日志命令。在“溶剂更换步骤 1”样本后，系统会中止批处理，要求您更换通道 A(1) 上的流动相并重新启动批处理（系统仍包括来自早前执行的常规验证中的阻尼管）。在“溶剂更换步骤 3”样本后，系统会再次中止批处理，要求您安装所需色谱柱并重新启动批处理。

## 5 Chromeleon 7

## 5.1 Chromeleon 7 术语

**提示** 请注意，Chromeleon 7 术语不同于 Chromeleon 6.80 中使用的术语。有关详情，请参阅 Chromeleon 7 安装的 Documents 文件夹中提供的 *术语 - Chromeleon 7.x*。

## 5.2 支持的模块

一般而言，支持 6.1 一节，第 88 页所列所有模块，除非所涉及的 CM7 版本自带驱动程序。

用户可像在 CM6.x0 OQ/PQ 中那样，选择 OQ/PQ 序列的仪器方法中所使用的设备和通道名称。只有验证恒温柱温箱和柱温箱所需的附加模块需要定义名称（请参阅 3.4.1.1 一节，第 32 页）。

**提示：** 仅当 Dostmann 温度计的信号名称为 **TemperatureOven** 时，才会为支持的柱温箱提供验证序列（另请参阅 3.4.5 柱温箱 – 一般说明一节，第 37 页）。

## 5.3 为验证测试创建序列

对于在 Chromeleon 7 中执行 OQ 和 PQ 测试，不必从 Chromeleon CD 创建和复制序列模板。Instrument Qualification Wizard 会自动为您执行这些步骤，并创建待运行的序列。不会创建仪器专用序列模板。

- 1) 要启动该向导，请在 Chromeleon 控制台上单击 **Tools > Instrument Qualification**。

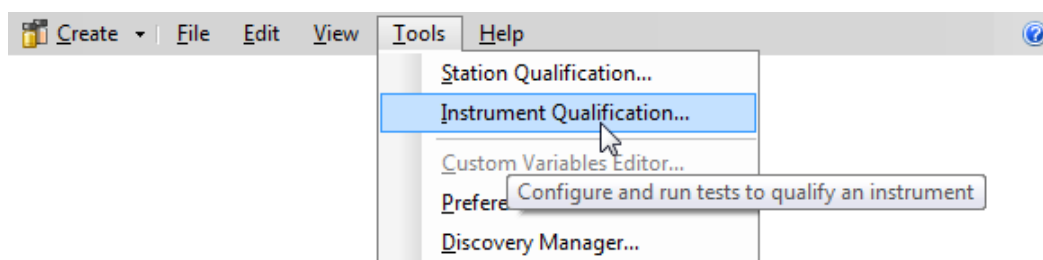


图 23：启动 Instrument Qualification Wizard

## 2) 选择验证类型：

- ◆ 安装：安装的验证
- ◆ 操作：工作环境的验证
- ◆ 性能验证：日常操作期间的验证

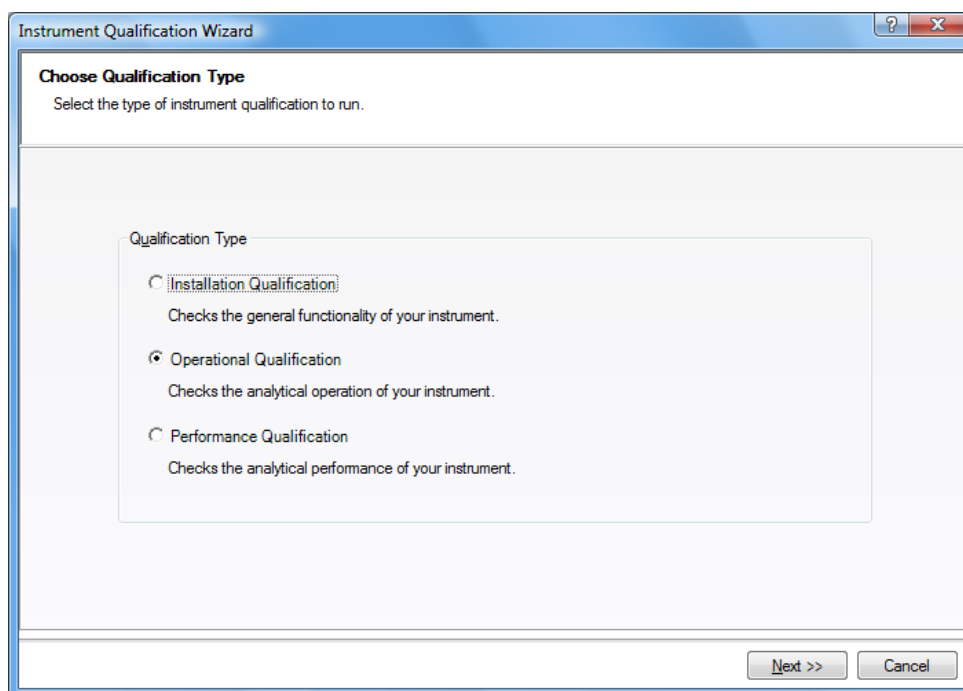


图 24：选择验证类型

## 3) 选择您想验证的仪器。

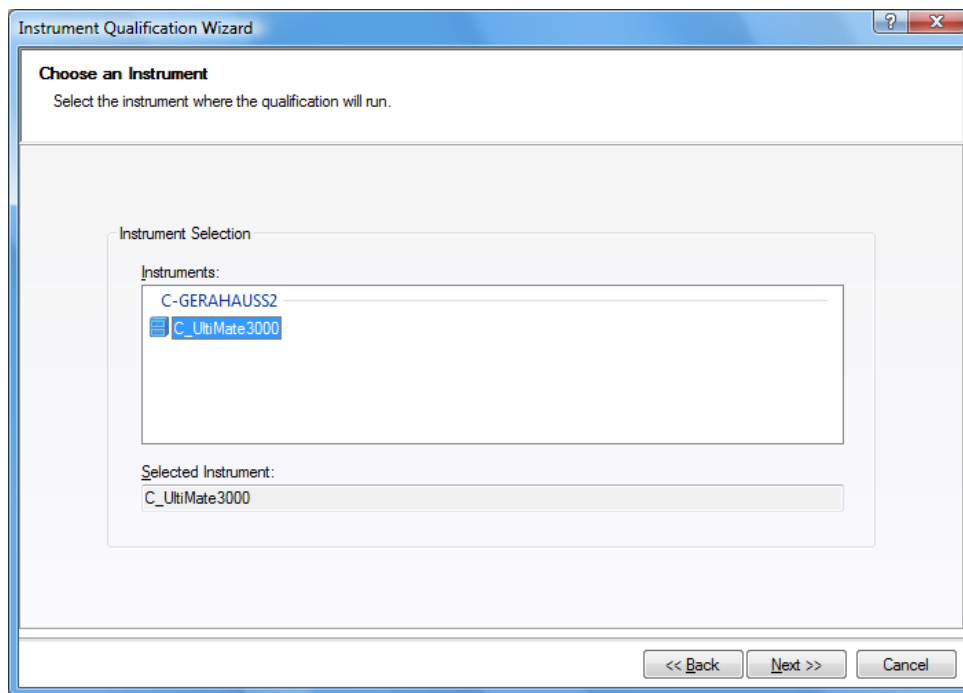


图 25：选择仪器

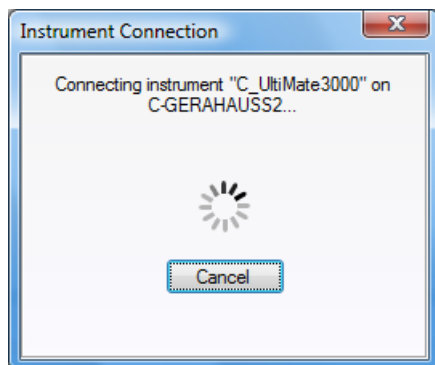
4) 要将所选仪器连接到 Chromeleon，单击 **Next >>**。  
Instrument Connection 对话框显示连接过程。

图 26：连接仪器

- 5) 在第三个向导页面上，您可以为每个模块选择特殊测试流程。此选项仅可用于第 4 章，第 63 页和 5.6 一节，第 85 页中所列模块。  
如果所选仪器不包括其中一个模块，将会跳过该向导页面。

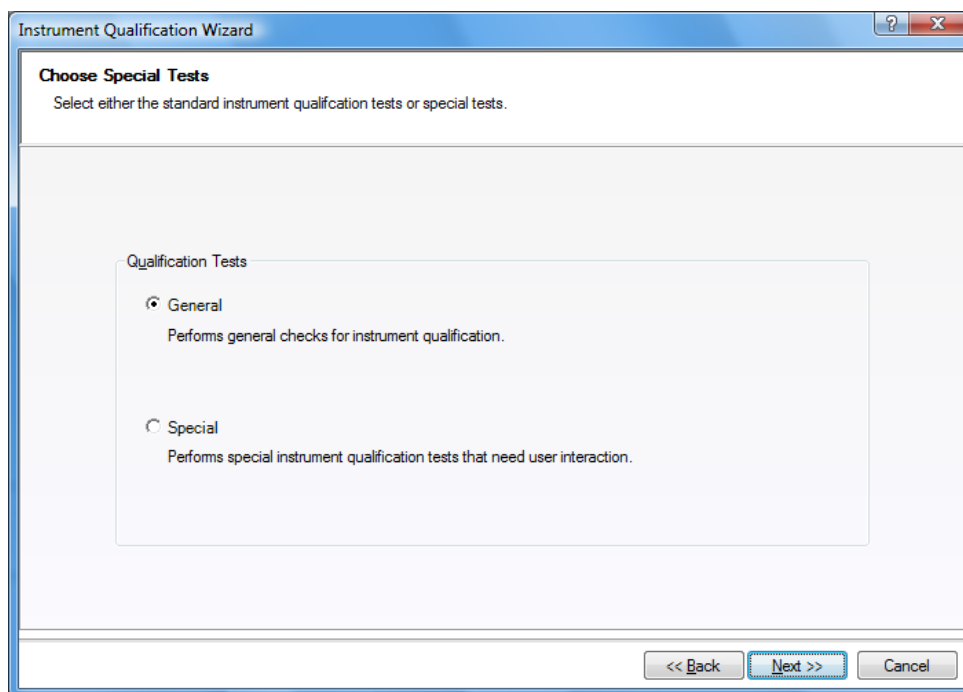


图 27：选择特殊测试

6) 单击 **Next >>**。

显示测试列表。该列表将根据 Chromeleon 仪器配置管理器中定义的所选仪器的仪器配置进行调整。

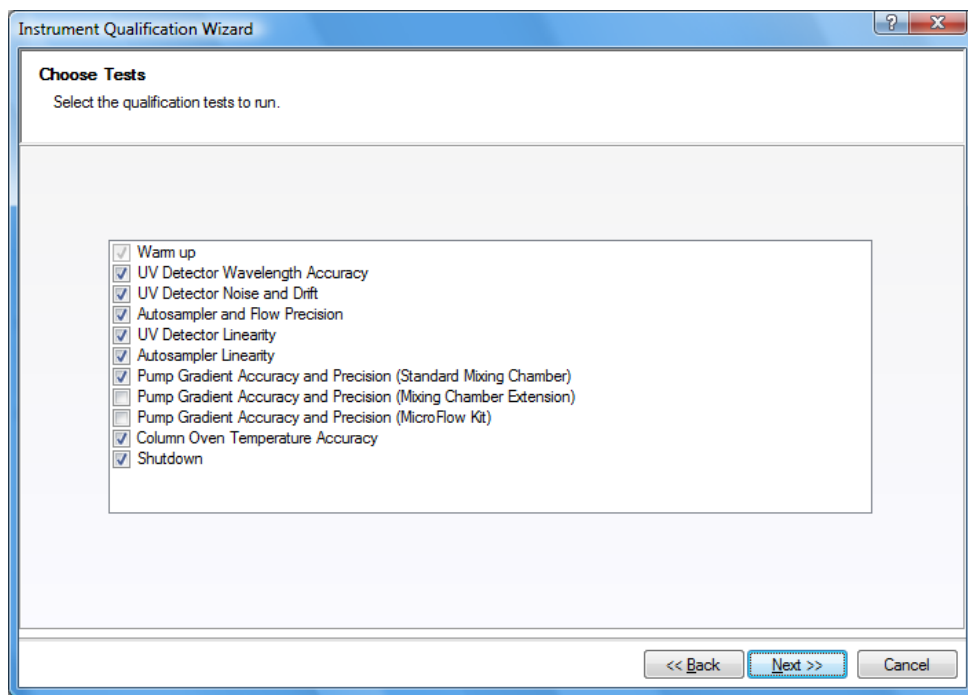


图 28：所选仪器的测试列表

## 7) 选择您想执行测试所需的序列。

**Warm up** 等强制性测试显示在列表中，但无法更改选择。

8) 单击 **Next >>**。



- 9) 在最后一个向导页面上，在保存该仪器的 OQ 和/或 PQ 序列目录下选择保存使用的唯一名称。

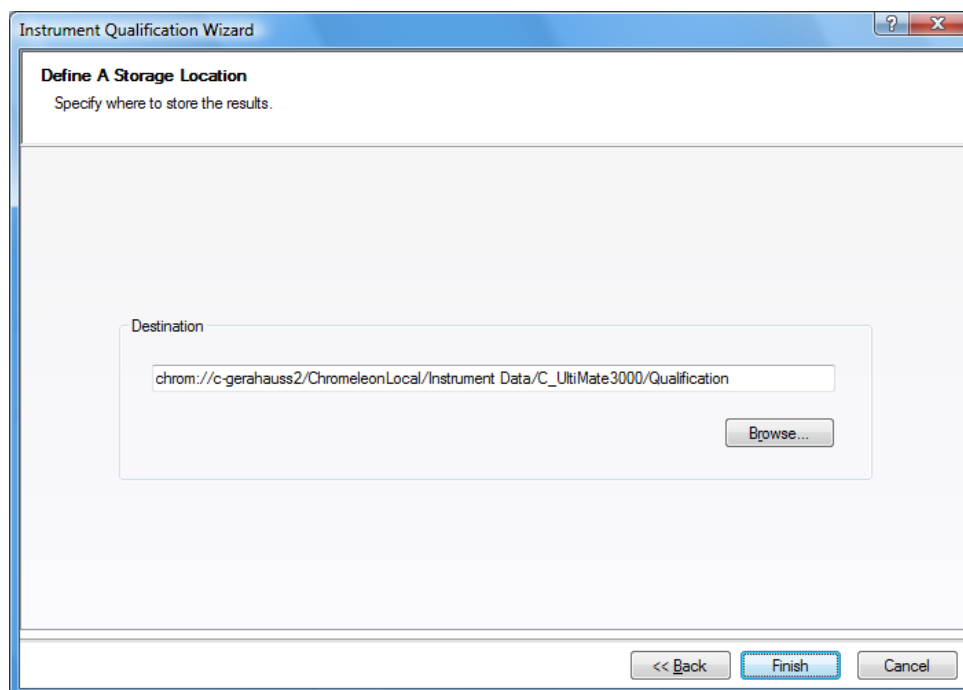


图 29: 选择存储位置

- 10) 单击 **Finish**。  
一个进度窗口显示哪些步骤已执行：

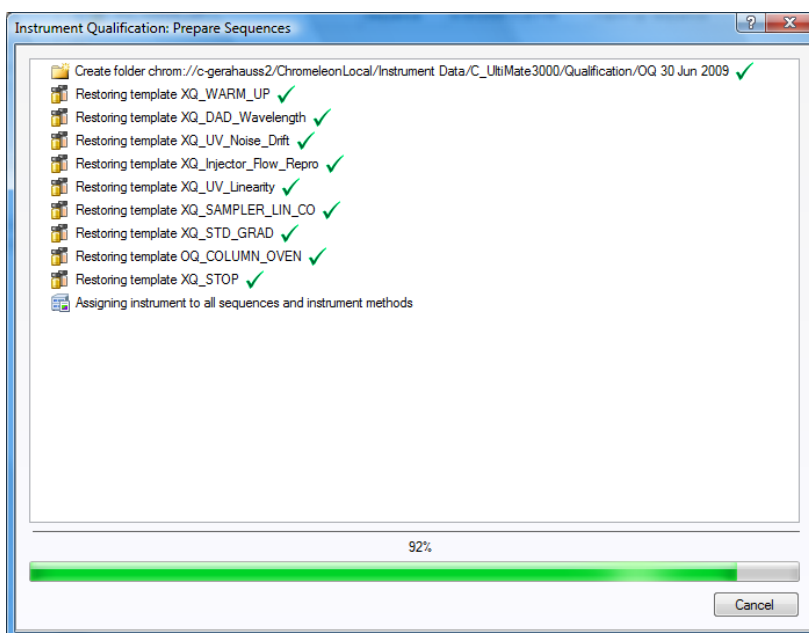


图 30: 序列创建期间的进度

最后会打开 Instrument View 对话框，其中显示了 **Queue** 选项卡。它包含创建的所有序列。

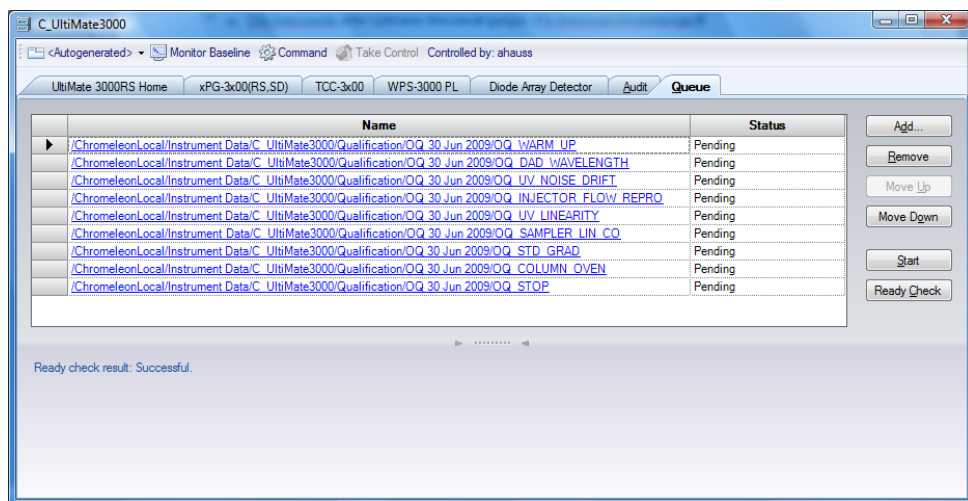


图 31：序列队列

提示：对于可能出现的就绪检查警告，请参阅 3.7.1 一节，第 53 页。

## 5.4 执行检查

要开始仪器验证，请单击 **Queue** 选项卡上的 **Start**。Chromeleon 随即运行序列。

## 5.5 评估测试序列

验证序列保存在向导中所选择的路径下（请参阅 5.3 一节，第 76 页）。序列还包括一个报告模板。

在评估检测器线性之前：

- 1) 在处理方法的含量列中输入所用标样的实际浓度。
- 2) 检查是否最高浓度进样的峰高覆盖 6.2.6 和 6.2.7 两节针对您的检测器的说明的线性范围。  
如果不能覆盖，对所有用于线性测试的进样的进样量做相应调整，使得浓度最高进样的峰高覆盖线性范围，并重复测试（请参阅 6.3.4.3 一节，第 135 页）。

### 5.5.1 调整报告

要调整报告：

1) 打开报告。

**注意：**请勿更改任何其他报告页。报告包含许多数据表之间的引用。如果您插入或删除行和列，这些引用将丢失，计算将会出错。

2) 通过 **Home** 功能区和 **Protection** 组从 SPECIFICATION 页移除保护。

3) 输入以下信息：

- ◆ 客户和实验员的名称
- ◆ 样本信息，例如：
  - ◆ 批次编号
  - ◆ 失效日期
  - ◆ 标样的实际浓度
- ◆ 用于生成背压的项目的名称  
默认值：毛细管（L: 15 m; ID: 0.18 mm）

4) 启用 SPECIFICATION 页的保护。

5) 保存报告。

### 5.5.2 评估和签署

可主要通过两种方式评估和签署报告：

- 纸质签名
- 电子签名

**提示** 为了能够以电子方式签署测试序列，用户需要在 Chromeleon 用户数据库中注册，并且需要具备必要的签名权限。例如，如果现场维护工程师需要进行电子签名，需要将他添加到 Chromeleon 用户数据库，或由已注册的替代用户签署报告。有关电子签名流程的详细信息，另请参阅 *Chromeleon 帮助*。

## 纸质签名

**提示：**要确保正确读取和处理报告中的数据，务必从 Chromeleon 控制台打印（纸质或电子形式）报告。

要打印报告，有两种方法：

- 在 **Data** 类别中，右键单击您想打印报告的序列，然后单击 **Print Report**。

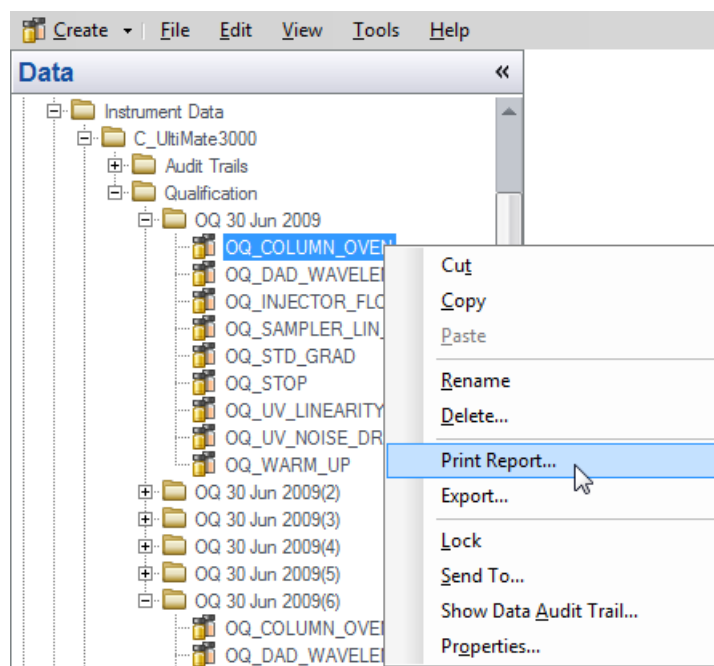


图 32：通过 Data 类别打印报告

- 在 **Sequence Editor** 工具栏上，单击 **Print**。



图 33：通过 Sequence Editor 工具栏打印报告

### 电子签名

- 1) 选择您想以电子方式评估和签署的序列。
- 2) 在 **Sequence Control** 工具栏上，单击 **Submit**。
- 3) 要创建电子报告，单击 **Finish**。
- 4) 检查结果，如果测试通过，输入您的签名密码，并可选择性地输入注释。
- 5) 单击 **OK**。  
姓名和日期随即自动输入到 **Submitter / Operator:** 一行。
- 6) （可选步骤），为 **Review Results...** 和/或 **Approve Results...** 重复所有以上步骤。

## 5.6 在 Chromeleon 7 中选择特殊测试流程

在 Chromeleon 7 中，这些测试的序列模板不得从 Chromeleon CD 下载—可以直接在向导中选择它们。将为以下模块显示特殊测试向导页面（另请参阅第 4 章（第 63 页）和 5.3 一节（第 76 页））：

- VWD-3100
- VWD-3400RS
- Corona（所有支持的类型）
- Vanquish 自动进样器和载样柜（外加带有 **TemperatureOVEN 通道** 的 Dostmann 温度计）
- WPS-3000T（外加带有 **TemperatureOVEN 通道** 的 Dostmann 温度计）
- ACC-3000T（外加带有 **TemperatureOVEN 通道** 的 Dostmann 温度计）
- Accela 自动进样器（外加带有 **TemperatureOVEN 通道** 的 Dostmann 温度计）
- Agilent G1321A/B

**提示：**仅当仪器配置包括带有 **TemperatureOVEN** 温度通道的 Dostmann 温度计时，才提供用于确定样本温度准确度的测试。

测试按照第 4 章，第 63 页所述进行准备和执行。例外情况：CM7 包括一个适用于 Dostmann 温度计的新驱动程序，您可以通过它将温度数据直接记录为信号通道。转到驱动程序配置的 **Signals** 选项卡页面，并输入信号名称 **TemperatureOVEN**：

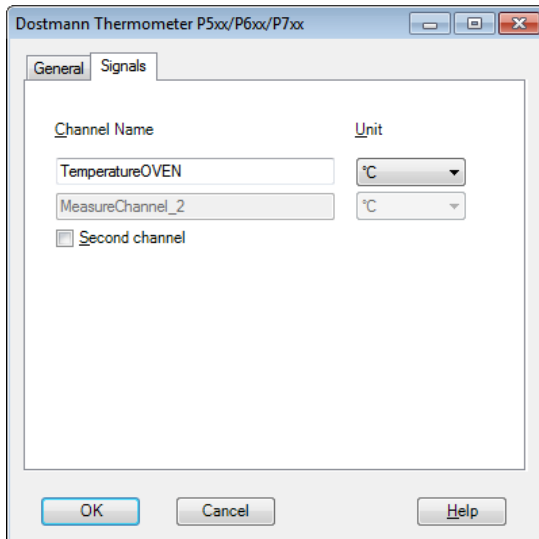


图 34：配置 Dostmann 温度计

## 6 附录

## 6.1 支持的模块

下述流程适用于以下模块：

### 6.1.1 泵

下述流程适用于以下模块。

#### 6.1.1.1 Thermo Scientific

系列	类型
Vanquish	<ul style="list-style-type: none"><li>• VH-P10-A</li><li>• VF-P10-A</li><li>• VF-P20-A</li></ul>
UltiMate 3000	<ul style="list-style-type: none"><li>• ISO-3100A</li><li>• ISO-3100SD</li><li>• ISO-3100BM</li><li>• LPG-3400A(B)</li><li>• LPG-3400XRS</li><li>• LPG-3400RS</li><li>• LPG-3400SD(N)</li><li>• LPG-3400M(B)</li><li>• LPG-3400BM</li><li>• DGP-3600A(B)</li><li>• DGP-3600RS</li><li>• DGP-3600SD(N)</li><li>• DGP-3600M(B)</li><li>• HPG-3200A</li><li>• HPG-3200M</li><li>• HPG-3200RS</li><li>• HPG-3200SD</li><li>• HPG-3400M</li><li>• HPG 3400RS</li><li>• HPG 3400SD</li></ul>
Summit / GynkoteK	<ul style="list-style-type: none"><li>• P680</li><li>• P580</li><li>• M300</li></ul>



系列	类型
Accela	泵
光谱系统 (TSP)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• P2000</li> <li>• P4000</li> </ul>

### 6.1.1.2 第三方模块

供应商	类型
Agilent	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1100/12x0 系列 G1310A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1310B<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1311A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1311B<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1311C<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G5611A<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1312A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1312B<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1312C<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G4220A<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G4220B<sup>(1)</sup></li> </ul>
Waters	Waters Alliance 2690 分离模块的泵
Shimadzu	<ul style="list-style-type: none"> <li>• LC-2010 泵</li> <li>• LC-10Ai</li> <li>• LC-10AD</li> <li>• LC-10ADvp</li> <li>• LC-10AT</li> <li>• LC-10ATvp</li> <li>• LC-20AD</li> <li>• LC-20ADXR</li> <li>• LC-20AT</li> </ul>

<sup>(1)</sup> 支持通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 进行控制。

<sup>(2)</sup> 支持通过 1100/1200 HPLC 系统驱动程序进行控制。

## 6.1.2 自动进样器/载样柜

下述流程适用于以下模块。

### 6.1.2.1 Thermo Scientific

系列	类型
Vanquish	<ul style="list-style-type: none"> <li>• VH-A10-A</li> <li>• VF-A10-A</li> <li>• VH-A90-A</li> </ul>
UltiMate 3000	<ul style="list-style-type: none"> <li>• ACC-3000(T)</li> <li>• OAS-3300TXRS</li> <li>• WPS-3000TXRS</li> <li>• WPS-3000(T)(B)RS</li> <li>• WPS-3000(T)(B)SL</li> <li>• WPS-3000(T)(B)PL(RS)</li> <li>• WPS-3000TBPL Analytical</li> <li>• WPS-3000T(B)FC Analytical</li> </ul>
Summit	<ul style="list-style-type: none"> <li>• ASI 100</li> <li>• GINA 50</li> </ul>
Accela	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 自动进样器</li> <li>• 开放式自动进样器</li> </ul>
光谱系统 (TSP)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• AS3000</li> <li>• AS3500</li> </ul>

### 6.1.2.2 第三方模块

供应商	类型
Agilent	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1100/12x0 系列 G1313A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1329A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1329B<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1367A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1367B<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1367C<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1367D<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1367E<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G4226A<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G5667A<sup>(1)</sup></li> </ul>

供应商	类型
Waters	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Waters Alliance 2690 分离模块的自动进样器</li> <li>• Waters WISP 717plus</li> </ul>
Shimadzu	<ul style="list-style-type: none"> <li>• LC-2010 自动进样器</li> <li>• SIL-10A</li> <li>• SIL-10Ai</li> <li>• SIL-10AF</li> <li>• SIL-HTA</li> <li>• SIL-HTC</li> <li>• SIL-10ADvp</li> <li>• SIL-20AHT</li> <li>• SIL-20ACHT</li> <li>• SIL-20AXR</li> <li>• SIL-20ACXR</li> </ul>

<sup>(1)</sup> 支持通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 进行控制。

<sup>(2)</sup> 支持通过 1100/1200 HPLC 系统驱动程序进行控制。

### 6.1.3 恒温柱温箱

#### 6.1.3.1 Thermo Scientific

系列	类型
Vanquish	VH-C10-A
UltiMate 3000	<ul style="list-style-type: none"> <li>• ACC-3000(T)</li> <li>• TCC-3000RS</li> <li>• TCC-3000SD</li> <li>• TCC-3000</li> <li>• TCC-3100</li> <li>• TCC-3200(B)</li> </ul>
Summit	<ul style="list-style-type: none"> <li>• STH 585</li> <li>• TCC-100</li> </ul>
Accela	自动进样器 (柱温箱)
光谱系统 (TSP)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• AS3000</li> <li>• AS3500 可选</li> </ul>

### 6.1.3.2 第三方模块

供应商	类型
Agilent	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1100/12x0 系列 G1316A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1316B<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1316C<sup>(1)</sup></li> </ul>
Waters	Waters Alliance 2690 分离模块的柱温箱
Shimadzu	<ul style="list-style-type: none"> <li>• LC-2010 柱温箱</li> <li>• CTO-10A</li> <li>• CTO-10Avp</li> <li>• CTO-10AC</li> <li>• CTO-10ACvp</li> <li>• CTO-10ASvp</li> <li>• CTO-20A</li> <li>• CTO-20AC</li> </ul>

<sup>(1)</sup> 支持通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 进行控制。

<sup>(2)</sup> 支持通过 1100/1200 HPLC 系统驱动程序进行控制。

### 6.1.4 UV 检测器

#### 6.1.4.1 Thermo Scientific

系列	类型
Vanquish	<ul style="list-style-type: none"> <li>• VH-D10-A</li> <li>• VF-D40-A</li> </ul>
UltiMate 3000	<ul style="list-style-type: none"> <li>• DAD-3000(RS)</li> <li>• MWD-3000(RS)</li> <li>• VWD-3100</li> <li>• VWD-3400RS</li> <li>• PDA-3000</li> </ul>
Summit	<ul style="list-style-type: none"> <li>• PDA-100</li> <li>• PDA-100U</li> <li>• UVD 340U</li> <li>• UVD 170U</li> <li>• UVD 340S</li> <li>• UVD 170S</li> </ul>
Dionex	AD25

系列	类型
Accela	Accela PDA
光谱系统 (TSP)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• UV1000 单 Lambda 检测器</li> <li>• UV2000 双 Lambda 检测器</li> <li>• UV3000 (模拟和数字数据采集)</li> <li>• UV6000 PDA</li> </ul>

### 6.1.4.2 第三方模块

供应商	类型
Agilent	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1100/12x0 系列 G1315A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1315B<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1315C<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1315D<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G4212A<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G4212B<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1314A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1314B<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1314C<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1314D<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1314E<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1314F<sup>(1)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1365A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1365B<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1365C<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1365D<sup>(1,2)</sup></li> </ul>
Waters	<ul style="list-style-type: none"> <li>• PDA996 二极管阵列检测器</li> <li>• PDA2996 二极管阵列检测器</li> <li>• 2487 双 Lambda 吸收检测器</li> </ul>
Shimadzu	<ul style="list-style-type: none"> <li>• LC-2010 SPD</li> <li>• SPD-10A</li> <li>• SPD-10Avp</li> <li>• SPD-10AV</li> <li>• SPD-10AVvp</li> <li>• SPD-20A</li> <li>• SPD-20AV</li> </ul>

<sup>(1)</sup> 支持通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 进行控制。

<sup>(2)</sup> 支持通过 1100/1200 HPLC 系统驱动程序进行控制。

## 6.1.5 荧光检测器

### 6.1.5.1 Thermo Scientific

系列	类型
Vanquish	<ul style="list-style-type: none"> <li>• VF-D50-A</li> <li>• VF-D51-A</li> </ul>
UltiMate 3000	<ul style="list-style-type: none"> <li>• FLD-3100</li> <li>• FLD-3400RS</li> </ul>
Summit	<ul style="list-style-type: none"> <li>• RF2000</li> <li>• RF1002</li> </ul>

### 6.1.5.2 第三方模块

供应商	类型
Agilent	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1100/12x0 系列 G1321A<sup>(1,2)</sup></li> <li>• 1100/12x0 系列 G1321B<sup>(1)</sup></li> </ul>

<sup>(1)</sup> 支持通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 进行控制。

<sup>(2)</sup> 支持通过 1100/1200 HPLC 系统驱动程序进行控制。

## 6.1.6 电晕检测器

### 6.1.6.1 Thermo Scientific

系列	类型
Vanquish	<ul style="list-style-type: none"> <li>• VH-D20-A</li> <li>• VF-D20-A</li> </ul>
-	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Corona Veo SD</li> <li>• Corona Veo RS</li> <li>• Corona ultra</li> <li>• Corona ultra RS</li> <li>• Corona</li> <li>• Corona plus</li> </ul>

## 6.1.7 电化学检测器

### 6.1.7.1 Thermo Scientific

系列	类型
UltiMate 3000	ECD-3000RS

## 6.1.8 示差折光检测器

### 6.1.8.1 第三方模块

供应商	类型
Agilent	1100/12x0 系列 G1362A <sup>(1,2)</sup>
ERC	<ul style="list-style-type: none"> <li>• RefractoMax521</li> <li>• RefractoMax524</li> </ul>
Shodex	RI-101

<sup>(1)</sup> 支持通过 Agilent 仪器控制框架 (ICF) 进行控制。

<sup>(2)</sup> 支持通过 1100/1200 HPLC 系统驱动程序进行控制。

## 6.1.9 蒸发光散射检测器

### 6.1.9.1 第三方模块

供应商	变型
Polymer Laboratories	<ul style="list-style-type: none"> <li>• ELS2100</li> <li>• ELS 2100 Ice</li> </ul>
Varian	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 380-LC ELS 检测器</li> <li>• 385-LC ELS 检测器</li> </ul>

## 6.2 检查和限值概述

以下表格概要说明 Chromeleon 检查的参数，并列出每个 HPLC 模块的建议 PQ 限值。

### 6.2.1 泵

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.1 一节，第 123 页。

#### 6.2.1.1 Thermo Scientific

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-P10-A VF-P10-A VF-P20-A ISO-3100A ISO-3100SD ISO-3100BM LPG-3400A(B) LPG-3400XRS LPG-3400RS LPG-3400SD(N) LPG-3400M(B) LPG-3400BM DGP-3600A(B) DGP-3600RS DGP-3600SD(N) DGP-3600M(B) DGP-3600BM HPG-3200A HPG-3200RS HPG-3200SD HPG-3200M HPG-3400A HPG-3400M HPG-3400RS HPG-3400SD P680 和 P580 (带分析泵头)	流量精度	流速: 0.3 mL/min 使用咖啡因的保留时间精度 (标准偏差和相对标准偏差) 确定。较大的值为有效限值。	RSD ≤ 0.05 % 或 SD ≤ 0.01 min	RSD ≤ 0.1 % 或 SD ≤ 0.02 min



模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
LPG-3400A(B) DGP-3600A(B) HPG-3200A HPG-3200M HPG-3400A HPG-3400M P580 (HPG 和 LPG) 以及 P680 (HPG、LPG 和 DGP: 所有带分析泵头的混合室类型)	梯度准确度	步进梯度通道 A/B 和 C/D (C/D: 仅限 LPG-3400A(B)) : 步进: 1、50、99% 通道 B 或 D 流速: 2 mL/min	HPG: ≤ 0.2 % LPG/DGP: ≤ 1.0 % (A/B) ≤ 2.0 % (C/D)	HPG: ≤ 0.5 % LPG/DGP: ≤ 2.0 %
	梯度精度		SD ≤ 0.2 %	SD ≤ 0.5 %
	波动		≤ 0.5 %	≤ 0.5 %
LPG-3400M(B) DGP-3600M(B)	梯度准确度	步进梯度通道 A/B 和 C/D (C/D: 仅限 LPG-3400LPG-3400M(B)) : 步进: 10、50、90% 通道 B 或 D 流速: 1 mL/min	≤ 2.0 % (A/B) ≤ 3.0 % (C/D)	≤ 3.0 %
	梯度精度		SD ≤ 0.5 %	SD ≤ 0.5 %
	波动		≤ 0.5 %	≤ 0.5 %
VF-P10-A VF-P20-A HPG-3200RS HPG-3200SD HPG-3400RS HPG-3400SD LPG-3400RS LPG-3400SD(N) DGP-3600RS DGP-3600SD(N)	梯度准确度	步进梯度通道 A(1)/B(1) 和 C/D (C/D: 仅限四元泵: 步进: 1、50、99% 通道 B 或 D 流速: 2 mL/min	HPG: ≤ 0.2 % LPG/DGP: ≤ 1.0 % (A/B) ≤ 2.0 % (C/D)	HPG: ≤ 0.5 % LPG/DGP: ≤ 2.0 %
	梯度精度		SD ≤ 0.15%	SD ≤ 0.5%
	波动		≤ 0.5 %	≤ 0.5 %
LPG-3400BM DGP-3600BM	梯度准确度	步进梯度通道 A/B 和 C/D (C/D: 仅限 LPG-3400BM) 步进: 10、50、90% 通道 B 或 D 流速: 1 mL/min	≤ 1.0 % (A/B) ≤ 2.0 % (C/D)	≤ 2.0 %
	梯度精度		SD ≤ 0.3 %	SD ≤ 0.5 %
	波动		≤ 0.5 %	≤ 0.5 %
LPG-3400XRS	梯度准确度	步进梯度通道 A/B 和 C/D: 步进: 10、50、90% 通道 B 或 D 流速: 1 mL/min	≤ 1.0 % (A/B) ≤ 2.0 % (C/D)	≤ 2.0 %
	梯度精度		SD ≤ 0.2 %	SD ≤ 0.5 %
	波动		≤ 0.5 %	≤ 0.5 %

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-P10-A	梯度准确度	步进梯度通道 A1/B1:	$\leq 0.2 \%$	$\leq 0.4 \%$
	梯度精度	步进: 10、50、90% 通道 B1	$SD \leq 0.15 \%$	$SD \leq 0.3 \%$
	波动	流速: 1 mL/min	$\leq 0.5 \%$	$\leq 0.5 \%$
Accela 泵	流量精度	流速: 0.3 mL/min 使用咖啡因的保留时间精度 (标准偏差和相对标准偏差) 确定。较大的值为有效限值。	$RSD \leq 0.05 \%$ 或 $SD \leq 0.01 \text{ min}$	$RSD \leq 0.1 \%$ 或 $SD \leq 0.02 \text{ min}$
	梯度准确度	步进梯度通道 A/B 和 C/D	$\leq 2.0 \%$	$\leq 2.0 \%$
	梯度精度	步进: 10、50、90% 通道 B 或 D	$SD \leq 0.5 \%$	$SD \leq 0.5 \%$
	波动	流速: 1 mL/min	$\leq 0.5 \%$	$\leq 0.5 \%$
TSP P2000 <sup>(2)</sup> TSP P4000	流量精度	流速: 0.3 mL/min 使用咖啡因的保留时间精度 (标准偏差和相对标准偏差) 确定。较大的值为有效限值。	$RSD \leq 1.5 \%$ 或 $SD \leq 0.04 \text{ min}$	$RSD \leq 2.0\%$ 或 $SD \leq 0.06 \text{ min}$
	梯度准确度	步进梯度通道 A/B	$\leq 1.0 \%$	$\leq 2.0 \%$
	梯度精度	步进: 50% 通道 B	$SD \leq 1.0 \%$	$SD \leq 2.0 \%$
	波动	流速: 2 mL/min	$\leq 0.5 \%$	$\leq 0.5 \%$
TSP P4000	梯度准确度	步进梯度通道 C/D	$\leq 1.0 \%$	$\leq 2.0 \%$
	梯度精度	步进: 50% 通道 D	$SD \leq 1.0 \%$	$SD \leq 2.0 \%$
	波动	流速: 2 mL/min	$\leq 0.5 \%$	$\leq 0.5 \%$

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) 要确定 TSP P2000 泵的梯度准确度和梯度精度，溶剂成分必须如下：溶剂 B 的 0、50 和 100%。这是因为泵不支持具有 9 个以上步进的梯度程序。

## 6.2.1.2 第三方模块 – Agilent

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
1100/12x0 系列： G1310A/B G1311A/B/C G5611A G1312A/B/C	流量精度	流速：0.3 mL/min 使用咖啡因的保留时间精度 （标准偏差和相对标准偏差） 确定。较大的值为有效限值。	RSD ≤ 0.07 % 或 SD ≤ 0.02 min	RSD ≤ 0.07 % 或 SD ≤ 0.02 min
1100/12x0 系列： G1311A/B/C G5611A G1312A/B	梯度准确度	步进梯度通道 A/B（仅限 G1312A/B）： 步进：1、50、99% 通道 B 步进梯度通道 A/B （仅限 G1311A/B/C 和 G5611A）： 步进：20、50、80% 通道 B 流速：2 mL/min	G1311/G5611 ： ≤ 1.5 % G1312： ≤ 0.7 %	G1311/G5611 ： ≤ 1.5 % G1312： ≤ 0.7 %
	梯度精度		SD ≤ 0.5 %	SD ≤ 0.5 %
	波动	步进梯度通道 C/D（仅限 G1311A/B/C）： 步进：20、50、80% 通道 D 流速：2 mL/min	≤ 0.5 %	≤ 0.5 %
1290 系列： G4220A/B	流量精度	流速：0.3 mL/min 使用咖啡因的保留时间精度 （标准偏差和相对标准偏差） 确定。较大的值为有效限值。	RSD ≤ 0.07 % 或 SD ≤ 0.005 min	RSD ≤ 0.07 % 或 SD ≤ 0.005 min
	梯度准确度	步进梯度通道 A/B	≤ 0.7 %	≤ 0.7 %
	梯度精度	步进：1、50、99% 通道 B	SD ≤ 0.5 %	SD ≤ 0.5 %
	波动	流速：2 mL/min	≤ 0.5 %	≤ 0.5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.1.3 第三方模块 – Waters

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Alliance 2690 分离模块的泵模块	流量精度	流速: 0.3 mL/min 使用咖啡因的保留时间精度 (标准偏差和相对标准偏差) 确定。较大的值为有效限值。	RSD ≤ 4.0 % 或 SD ≤ 0.1 min	RSD ≤ 4.0% 或 SD ≤ 0.1 min
	梯度准确度	步进梯度通道 A/B	≤ 0.5 %	≤ 0.5 %
	梯度精度	步进: 1、50、99% 通道 B	SD ≤ 0.5 %	SD ≤ 0.5 %
	波动	流速: 2 mL/min	≤ 0.5 %	≤ 0.5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.1.4 第三方模块 – Shimadzu

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
LC-2010 LC-10Ai LC-10AD LC-10ADvp LC-10AT LC-10ATvp LC-20AD(XR) LC-20AT	流量精度	流速: 0.3 mL/min 使用咖啡因的保留时间精度 (标准偏差和相对标准偏差) 确定。较大的值为有效限值。	RSD ≤ 0.075 % 或 SD ≤ 0.02 min	RSD ≤ 0.15 % 或 SD ≤ 0.04 min
	梯度准确度	步进梯度通道 A/B	≤ 1.0 %	≤ 2.0 %
	梯度精度	步进: 1、50、99% 通道 B	SD ≤ 0.5 %	SD ≤ 0.5 %
	波动	流速: 2 mL/min	≤ 0.5 %	≤ 0.5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.2 手动进样阀

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.2 一节，第 126 页。

设备	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
手动进样阀	进样量精度	进样量：10 $\mu\text{L}$	$\text{RSD} \leq 0.30 \%$	$\text{RSD} \leq 0.50 \%$

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.3 自动进样器

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.2 一节，第 126 页。

### 6.2.3.1 Thermo Scientific

Vanquish

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-A10-A	进样量精度	进样量：1 $\mu\text{L}$	$\text{RSD} \leq 0.25 \%$	$\text{RSD} \leq 0.50 \%$
VF-A10-A	进样量线性	进样量范围：1 – 25 $\mu\text{L}$ (25 $\mu\text{L}$ 样品定量环，– 部件号 6850.1911) 进样量范围：1 – 10 $\mu\text{L}$ (10 $\mu\text{L}$ 样品定量环，– 部件号 6850.1915) 进样量范围：1 – 100 $\mu\text{L}$ (100 $\mu\text{L}$ 样品定量环 – 部件号 6850.1913 和 Vanquish 10-mm LightPipe 流通池) 进样量范围：1 – 50 $\mu\text{L}$ (100 $\mu\text{L}$ 样品定量环 – 和 Vanquish 60 mm LightPipe 流通池)	$r \geq 99.999 \%$ $\text{RSD} \leq 0.5 \%$	$r \geq 99.90 \%$ $\text{RSD} \leq 1.0 \%$
	残留	进样量：10 $\mu\text{L}$ (10 和 25 $\mu\text{L}$ 样品定量环) 进样量：20 $\mu\text{L}$ (100 $\mu\text{L}$ 样品定量环)	$\leq 0.01 \%$	$\leq 0.01 \%$
	温度准确度	温度：10°C	$- 2 / + 4^\circ\text{C}^{(2)}$	$\pm 4^\circ\text{C}^{(2)}$

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) 对  $< 33^\circ\text{C}$  的环境温度 (标称测试温度：10°C，冷却性能： $\geq 23\text{ K}$  低于环境温度) 和  $\leq 80\%$  相对湿度有效。

## UltiMate 3000

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
ACC-3000(T)	进样量精度	进样量: 5 $\mu$ L (20 和 50 $\mu$ L 样品定量环) 进样量: 20 $\mu$ L (200 $\mu$ L 样品定量环)	RSD $\leq$ 0.5 %	RSD $\leq$ 1.0 %
	进样量线性	进样量范围: 1 – 10 $\mu$ L (20 $\mu$ L 样品定量环) 进样量范围: 5 – 25 $\mu$ L (50 $\mu$ L 样品定量环) 进样量范围: 5 – 80 $\mu$ L (200 $\mu$ L 样品定量环)	$r \geq$ 99.95 % RSD $\leq$ 1.0 %	$r \geq$ 99.90 % RSD $\leq$ 1.0 %
	残留	进样量: 10 $\mu$ L (20 和 50 $\mu$ L 样品定量环) 进样量: 20 $\mu$ L (200 $\mu$ L 样品定量环)	$\leq$ 0.02 %	$\leq$ 0.02 %
	温度准确度	温度: 15°C	$\pm$ 2°C	$\pm$ 4°C
OAS-3300TXRS	进样量精度	进样量: 10 $\mu$ L	RSD $\leq$ 0.5 %	RSD $\leq$ 1.0 %
	进样量线性	进样量范围: 4 – 12 $\mu$ L	$r \geq$ 99.99 % RSD $\leq$ 1.0 %	$r \geq$ 99.90 % RSD $\leq$ 1.0 %
	滞留	进样量: 10 $\mu$ L	$\leq$ 0.10 %	$\leq$ 0.10 %
WPS-3000(T)(B)RS WPS-3000(T)(B)SL (分析变型、微型选项和 250 $\mu$ L 进样量包) WPS-3000TXRS	进样量精度	进样量: 5 $\mu$ L (分析) 进样量: 2 $\mu$ L (微型 + XRS) 进样量: 10 $\mu$ L (250 $\mu$ L 包)	RSD $\leq$ 0.3 %	RSD $\leq$ 0.5 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 90 $\mu$ L (分析) 进样量范围: 1 – 20 $\mu$ L (微型 + XRS) 进样量范围: 10 – 160 $\mu$ L (250 $\mu$ L 包)	$r \geq$ 99.99 % RSD $\leq$ 0.5 %	$r \geq$ 99.90 % RSD $\leq$ 1.0 %
	残留	进样量: 10 $\mu$ L (微型 + XRS) 进样量: 20 $\mu$ L (其他变型)	$\leq$ 0.01 %	$\leq$ 0.01 %
	温度准确度	温度: 10°C	$\pm$ 2°C <sup>(2)</sup>	$\pm$ 4°C <sup>(2)</sup>
WPS-3000(T)(B)PL	进样量精度	进样量: 5 $\mu$ L	RSD $\leq$ 0.3 %	RSD $\leq$ 0.5 %

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
WPS-3000(T)(B) PLRS (仅带有 250 $\mu$ L 注射器升级包)	进样量线性	进样量范围: 1 – 12 $\mu$ L (20 $\mu$ L 样品定量环) 进样量范围: 1 – 20 $\mu$ L (50 $\mu$ L 样品定量环) 进样量范围: 5 – 50 $\mu$ L (100 $\mu$ L 样品定量环) 进样量范围: 5 – 80 $\mu$ L (125 $\mu$ L 样品定量环)	$r \geq 99.99\%$ $RSD \leq 0.5\%$	$r \geq 99.90\%$ $RSD \leq 1.0\%$
	残留	进样量: 10 $\mu$ L (20 和 50 $\mu$ L 样 品定量环) 进样量: 20 $\mu$ L (其他类型)	$\leq 0.05\%$	$\leq 0.05\%$
	温度准确度	温度: 10°C	$\pm 2^\circ\text{C}^{(2)}$	$\pm 4^\circ\text{C}^{(2)}$
WPS-3000TBPL Analytical (标准和 大体积配置)	进样量精度	进样量: 5 $\mu$ L (标准) 进样量: 20 $\mu$ L (大体积)	$RSD \leq 0.3\%$	$RSD \leq 0.5\%$
	进样量线性	进样量范围: 5 – 25 $\mu$ L (标准) 进样量范围: 20 – 140 $\mu$ L (大体积)	$r \geq 99.99\%$ $RSD \leq 0.5\%$	$r \geq 99.90\%$ $RSD \leq 1.0\%$
	残留	进样量: 10 $\mu$ L (标准) 进样量: 20 $\mu$ L (大体积)	TBPL: $\leq 0.03\%$ T(B)FC: $\leq 0.05\%$	TBPL: $\leq 0.05\%$ T(B)FC: $\leq 0.10\%$
	温度准确度	温度: 10°C	$\pm 2^\circ\text{C}^{(2)}$	$\pm 4^\circ\text{C}^{(2)}$
WPS-3000T(B)FC Analytical (标准和 大体积配置)				

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) 对  $\leq 25^\circ\text{C}$  的环境温度和  $\leq 50\%$  的相对湿度有效。

### Accela

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Accela 自动进样 器 (25 $\mu$ L 样品定量 环)	进样量精度	进样量: 10 $\mu$ L	$RSD \leq 1.0\%$	$RSD \leq 2.0\%$
	进样量线性	进样量范围: 2.5 – 12.5 $\mu$ L	$r \geq 99.95\%$ $RSD \leq 1.0\%$	$r \geq 99.90\%$ $RSD \leq 1.0\%$
	残留	进样量: 10 $\mu$ L	$\leq 0.1\%$	$\leq 0.1\%$
	温度准确度	温度: 30°C	$\pm 2^\circ\text{C}$	$\pm 4^\circ\text{C}$

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## Summit

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
ASI 100 (250 µL 注射器)	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 0.3 %	RSD ≤ 0.5 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 80 µL	r ≥ 99.99 % RSD ≤ 0.5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.0 %
	滞留	进样量: 20 µL	≤ 0.1 %	≤ 0.1 %
Gina 50	进样量精度	进样量: 10 µL	RSD ≤ 0.4 %	RSD ≤ 0.5 %
	进样量线性	进样量范围: 10 – 80 µL	r ≥ 99.99 % RSD ≤ 0.5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.0 %
	残留	进样量: 20 µL	≤ 0.1 %	≤ 0.1 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## TSP

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
TSP AS3000/3500	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 1.0 %	RSD ≤ 2.0 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 80 µL	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.5 %
	残留	进样量: 20 µL	≤ 0.1 %	≤ 0.1 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.3.2 第三方模块 – Agilent

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
1100/12x0 系列: G1313A G1329A/B G1367A/B/C/D	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 1.0 %	RSD ≤ 1.0 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 80 µL 进样量范围: 5 – 40 µL (仅限 G1367D)	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.0 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.0 %
	残留	进样量: 20 µL	≤ 0.2 %	≤ 0.2 %
12x0 系列: G1367E G5667A G4226A	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 0.5 %	RSD ≤ 0.5 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 80 µL 进样量范围: 1 – 20 µL (仅限 G4226A)	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.0 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 1.0 %
	残留	进样量: 10 µL	≤ 0.2 %	≤ 0.2 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。



## 6.2.3.3 第三方模块 – Waters

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Alliance 2690 分离模块的进样器模块	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 1.0 %	RSD ≤ 1.0 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 80 µL	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %
	残留	进样量: 20 µL	≤ 0.1 %	≤ 0.1 %
WISP 717plus 自动进样器	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 1.0 %	RSD ≤ 1.0 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 80 µL	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %
	残留	进样量: 20 µL	≤ 0.1 %	≤ 0.1 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.3.4 第三方模块 – Shimadzu

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
SIL-10A SIL-10Ai SIL-10AF	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 1.0 %	RSD ≤ 2.0 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 50 µL	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %
	残留	进样量: 20 µL	≤ 0.02 %	≤ 0.02 %
LC-2010 SIL-10HTA SIL-10HTC SIL-10ADvp SIL-20A(C)HT SIL-20A(C)XR	进样量精度	进样量: 5 µL	RSD ≤ 0.3 %	RSD ≤ 0.5 %
	进样量线性	进样量范围: 5 – 50 µL (SIL-10ADvp、SIL-20A(C)XR) 进样量范围: 5 – 80 µL (其他自动进样器)	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %	$r \geq 99.90$ % RSD ≤ 1.0 %
	残留	进样量: 20 µL	≤ 0.02 %	≤ 0.02 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.4 载样柜

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.2.4 一节，第 131 页。

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-A90-A	温度准确度	温度：10°C	- 2 / + 4°C <sup>(2)</sup>	± 4°C <sup>(2)</sup>

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) 对 < 32°C 的环境温度（标称测试温度：10°C，冷却性能：≥ 22 K 低于环境温度）和 ≤ 80% 相对湿度有效。

## 6.2.5 恒温柱温箱和柱温箱

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.3 一节，第 131 页。

### 6.2.5.1 Thermo Scientific

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-C10-A	温度准确度	不带柱后冷却器，但带有 VH-D10-A LightPipe 流通池： OQ：测量温度：5、20、35、50°C PQ：测量温度：10、25、35、50°C  带柱后冷却器和 VH-D10-A LightPipe 流通池，或不带 LightPipe 流通池： OQ：测量温度：5、40、80、120°C PQ：测量温度：10、40、80、100°C	± 1°C	± 2°C
ACC-3000(T) 自动进样器的柱温箱模块	温度准确度	OQ：测量温度 <sup>(2)</sup> ：35、40、50°C PQ：测量温度 <sup>(2)</sup> ：35、40、45°C	± 2°C	± 3°C
ECD-3000RS 检测器的柱温箱	温度准确度	OQ：测量温度 <sup>(3)</sup> ：35、40°C PQ：测量温度 <sup>(3)</sup> ：35、40°C	± 2°C	± 3°C
TCC-3000RS	温度准确度	OQ：测量温度：10、30、60、105°C PQ：测量温度：15、30、60、90°C	± 1°C	± 2°C
TCC-3000SD	温度准确度	OQ：测量温度（固件 < 1.30）： 10、30、50、65°C OQ：测量温度（固件 ≥ 1.30）： 10、30、50、80°C PQ：测量温度：15、30、45、60°C	± 1°C	± 2°C

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
TCC-3000 TCC-3100 TCC-3200(B) TCC-100	温度准确度	OQ: 测量温度: 10、30、60、80°C PQ: 测量温度: 15、30、45、60°C	± 1°C	± 2°C
STH 585	温度准确度	OQ: 测量温度: 5、20、60、85°C PQ: 测量温度: 15、30、45、60°C	± 1°C	± 2°C
Accela 自动进样器的柱温箱	温度准确度	OQ: 测量温度 <sup>(4)</sup> : 30°C PQ: 测量温度 <sup>(4)</sup> : 30°C	± 2°C	± 3°C
TSP AS3000/AS3500 自动进样器的柱温箱	温度准确度	OQ: 测量温度: 20、40、60、80°C PQ: 测量温度: 25、35、45、60°C	± 2°C	± 3°C

- (1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。
- (2) 根据柱温箱模块的规格，只允许高于环境温度的目标温度。正因如此，不会对 35°C 以下的测量点进行评估。
- (3) 由于支持温度范围的缘故，只会在两个测量点测试温度准确度。
- (4) 根据柱温箱的规格，只能在样本环境内设置目标温度。因此，只会在单一测量点测试温度准确度。

### 6.2.5.2 第三方模块 – Agilent

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
1100/12x0 系列: G1316A G1316B	温度准确度	OQ: 测量温度 <sup>(2)</sup> : 5、20、60、80°C PQ: 测量温度 <sup>(2)</sup> : 15、30、45、60°C	± 2°C	± 2°C
1290 系列: G1316C	温度准确度	OQ: 测量温度 <sup>(3)</sup> : 20、60、95°C PQ: 测量温度 <sup>(3)</sup> : 30、50、75°C	± 2°C	± 2°C

- (1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。
- (2) 当上述 Agilent 柱温箱由 Agilent ICF 控制时，将省略对第一个测量点的验证（另请参阅脚注<sup>(3)</sup>）。
- (3) 当保留时间为负值时，无法在柱温箱模块上设置温度。在样本启动后 10 分钟读取第一个测量值。此时，柱温箱的平衡可能尚未完成。因此，为第二个测量点设置了相同温度。只有第二个测量点达到了目标温度，也视为柱温箱模块通过了检查。

## 6.2.5.3 第三方模块 – Waters

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Alliance 2690 分离模块的柱温箱模块	温度准确度	OQ: 测量温度 <sup>(2,3)</sup> : 35、45、55°C PQ: 测量温度 <sup>(2,3)</sup> : 35、45、55°C	± 1°C	± 2°C

- (1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。
- (2) 当保留时间为负值时，无法在柱温箱模块上设置温度。在样本启动后 10 分钟读取第一个测量值。此时，柱温箱的平衡可能尚未完成。因此，为第二个测量点设置了相同温度。即使只有第二个测量点达到了目标温度，视为柱温箱模块通过了检查。
- (3) 根据柱温箱模块的规格，只允许高于环境温度的目标温度。正因如此，不会对 35°C 以下的测量点进行评估。

## 6.2.5.4 第三方模块 – Shimadzu

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
恒温柱温箱 • LC-2010 • CTO-10ASvp	温度准确度	OQ: 测量温度 <sup>(2)</sup> : 20、40、60°C PQ: 测量温度 <sup>(2)</sup> : 25、35、50°C	± 3°C	± 3°C
恒温柱温箱 • CTO-10A • CTO-10Avp • CTO-20A	温度准确度	OQ: 测量温度 <sup>(2,3)</sup> : 35、60、80°C PQ: 测量温度 <sup>(2,3)</sup> : 35、45、60°C	± 3°C	± 3°C
恒温柱温箱 • CTO-10AC • CTO-10ACvp • CTO-20AC	温度准确度	OQ: 测量温度 <sup>(2)</sup> : 20、60、80°C PQ: 测量温度 <sup>(2)</sup> : 25、45、60°C	± 3°C	± 3°C

- (1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。
- (2) 当保留时间为负值时，无法在柱温箱模块上设置温度。在样本启动后 10 分钟读取第一个测量值。此时，柱温箱的平衡可能尚未完成。因此，为第二个测量点设置了相同温度。只有第二个测量点达到了目标温度，视为柱温箱模块通过了检查。
- (3) 根据柱温箱模块的规格，只允许高于环境温度的目标温度。正因如此，不会对 35°C 以下的测量点进行评估。

## 6.2.6 带分析流通池的 UV 检测器

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.4 一节，第 132 页。

### 6.2.6.1 Thermo Scientific

Vanquish

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-D10-A (10 mm LightPipe 流通池)	基线噪声	测量波长: 230 nm	≤ 0.030 mAU	≤ 0.050 mAU
	漂移		≤ 0.5 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm 标称波长 1: 333.3 nm (茈萘最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 2.0 AU	r ≥ 99.95 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
VF-D40-A (标准 [生物型] 流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.025 mAU	≤ 0.050 mAU
	漂移		≤ 0.1 mAU/h	≤ 0.2 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 272.5 nm (咖啡因最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 2.5 AU	r ≥ 99.97 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## UltiMate 3000

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VWD-3100 VWD-3400RS (分析流通池) <sup>(2)</sup>	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.025 mAU	≤ 0.050 mAU
	漂移		≤ 0.3 mAU/h	≤ 0.3 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 272.5 nm (咖啡因最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 2.5 AU	r ≥ 99.97 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
DAD-3000(RS) MWD-3000(RS) (分析流通池) <sup>(2)</sup>	基线噪声	测量波长: 254 nm。	≤ 0.03 mAU	≤ 0.10 mAU
	漂移		≤ 1.0 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm (仅限 DAD) 标称波长 2: 333.3 nm (茚三酮最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.95 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) 验证带有非分析流通池 (例如微型、毫微或虚拟流通池) 的检测器时, 根据检测器类型, 您可能需要手动在报告中输入相应的规格。原因是并非在任何情况下都支持自动识别微型和毫微流通池。有关非分析流通池限值的信息, 请参阅 6.2.7 一节, 第 115 页中的表格。

## Summit

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
UVD 340S UVD 170S UVD 340U UVD 170U (分析流通池) <sup>(2)</sup>	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.03 mAU	≤ 0.05 mAU
	漂移		≤ 0.8 mAU/h	≤ 2.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm (仅限 UVD-340x) 标称波长 2: 333.3 nm (茈最大值)	± 0.75 nm	± 0.75 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.98 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
PDA-3000 PDA 100 PDA 100U	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.03 mAU	≤ 0.10 mAU
	漂移		≤ 1.0 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm 标称波长 2: 333.3 nm (茈最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## Accela

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Accela PDA (路径长度 1 cm 的分析流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm。	≤ 0.30 mAU	≤ 0.50 mAU
	漂移		≤ 2.0 mAU/h	≤ 2.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm 标称波长 2: 333.3 nm (茈最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.2 AU	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## Dionex

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
AD25	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.03 mAU	≤ 0.04 mAU
	漂移		≤ 0.2 mAU/h	≤ 0.2 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 272.5 nm (咖啡因最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 光谱系统 (TSP)

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
TSP UV1000	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.50 mAU	≤ 0.10 mAU
	漂移		≤ 0.5 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	未检查	未检查	未检查
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%
TSP UV2000	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.05 mAU	≤ 0.10 mAU
	漂移		≤ 0.5 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 239 nm (茚最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%
TSP UV3000	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.08 mAU	≤ 0.15 mAU
	漂移		≤ 0.5 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 333.3 nm (茚最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%
TSP UV6000	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.06 mAU	≤ 0.10 mAU
	漂移		≤ 2.0 mAU/h	≤ 4.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm 标称波长 2: 333.3 nm (茚最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.2 AU	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。



## 6.2.6.2 第三方模块 – Agilent

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
1100/12x0 系列: G1314A/B/C/D/E/F G1315A/B/C/D G1365A/B/C/D	漂移	测量波长: 254 nm	≤ 5.0 mAU/h	≤ 5.0 mAU/h
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU 吸收范围: 最大 2.5 AU (仅限 G1314D/E/F)	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
G1315A/B/C/D G1365A/B/C/D	基线噪声	测量波长: 254 nm。	≤ 0.05 mAU	≤ 0.05 mAU
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm (仅限 DAD) 标称波长 2: 333.3 nm (茚最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
G1314A/B/C/D/E/F	基线噪声	测量波长: 254 nm	G1314A-E: 0.04 mAU G1314F: 0.05 mAU	G1314A-E: 0.04 mAU G1314F: 0.05 mAU
	波长准确度	标称波长: 272.5 nm (咖啡因最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
1290 系列: G4212A/B	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.03 mAU	≤ 0.05 mAU
	漂移		≤ 3.0 mAU/h	≤ 3.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm 标称波长 2: 333.3 nm (茚最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 2.0 AU	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.6.3 第三方模块 – Waters

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Waters PDA996 Waters PDA2996	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.10 mAU	≤ 0.10 AU
	漂移		≤ 1.0 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm 标称波长 2: 333.3 nm (茈最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%
Waters 2487 双 Lambda 吸收检测器	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.05 mAU	≤ 0.05 mAU
	漂移		≤ 0.5 mAU/h	≤ 0.5 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 239 nm (茈最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.6.4 第三方模块 – Shimadzu

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Shimadzu LC-2010 SPD SPD-10A(V) SPD-10A(V)vp SPD-20A(V)	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.05 mAU	≤ 0.10 mAU
	漂移		≤ 0.8 mAU/h	≤ 2.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 333.3 nm (茈最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 2.5 AU	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%	r ≥ 99.90% RSD ≤ 5%

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.7 带非分析流通池的 UV 检测器

验证带有非分析流通池（例如微型、毫微或虚拟流通池）的检测器时，根据检测器类型，您可能需要手动在报告中输入相应的规格。原因是自动识别微型和毫微流通池并非始终可行或不予支持。有关非分析流通池限值的信息，请参阅下表。

**提示：**验证 Vanquish 和 UltiMate 系列检测器（VWD-3x00 或 DAD / MWD-3000）时，系统自动检测流通池类型，并自动在报告中输入规格。验证 Summit 系列的检测器 (UVD) 时，必须手动输入规格。

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.4 一节，第 132 页。

### 6.2.7.1 Thermo Scientific

#### Vanquish

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-D10-A (60 mm LightPipe 流通池)	基线噪声	测量波长: 230 nm	≤ 0.030 mAU	≤ 0.050 mAU
	漂移	响应时间: 4 s; 裂缝/带宽: 4 nm。	≤ 3.0 mAU/h	≤ 5.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm 标称波长 2: 333.3 nm (芘最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 2.0 AU	r ≥ 99.95 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
VF-D40-A / (半微型 [生物型] 流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.035 mAU	≤ 0.070 mAU
	漂移		≤ 0.1 mAU/h	≤ 0.2 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 272.5 nm (咖啡因最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 2.5 AU	r ≥ 99.95 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## UltiMate 3000

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VWD-3100 VWD-3400RS (微型流通池 半微型流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.035 mAU	≤ 0.070 mAU
	漂移		≤ 0.3 mAU/h	≤ 0.3 mAU/h
	波长准确度	标称波长: 272.5 nm (咖啡因最大值)	± 2.0 nm	± 2.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.7 AU	r ≥ 99.95 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
DAD-3000(RS) MWD-3000(RS) (半分析流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.04 mAU	≤ 0.15 mAU
	漂移		≤ 1.0 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm (仅限 DAD) 标称波长 2: 333.3 nm (茚三酮最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.95 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
DAD-3000(RS) MWD-3000(RS) (半微型流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.06 mAU	≤ 0.20 mAU
	漂移		≤ 1.0 mAU/h	≤ 1.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm (仅限 DAD) 标称波长 2: 333.3 nm (茚三酮最大值)	± 1.0 nm	± 1.0 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.95 % RSD ≤ 3 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## Summit

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
UVD 340S <sup>(2)</sup> UVD 170S <sup>(2)</sup> UVD 340U <sup>(2)</sup> UVD 170U <sup>(2)</sup> (微型流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm。	≤ 0.15 mAU	≤ 0.20 mAU
	漂移		≤ 1.5 mAU/h	≤ 2.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm (仅限 UVD-340x) 标称波长 2: 333.3 nm (茈最大值)	± 0.75 nm	± 0.75 nm
	线性	吸收范围: 最大 1.5 AU	r ≥ 99.98 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %
UVD 340S <sup>(2)</sup> UVD 170S <sup>(2)</sup> UVD 340U <sup>(2)</sup> UVD 170U <sup>(2)</sup> (毫微流通池)	基线噪声	测量波长: 254 nm	≤ 0.20 mAU	≤ 0.30 mAU
	漂移		≤ 3.0 mAU/h	≤ 4.0 mAU/h
	波长准确度	标称波长 1: 272.1 nm (仅限 UVD-340x) 标称波长 2: 333.3 nm (茈最大值)	± 0.75 nm	± 0.75 nm
	线性	吸收范围: 8 μL 下最大 1.0 AU	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %	r ≥ 99.90 % RSD ≤ 5 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) 必须手动在报告中输入规格。

## 6.2.8 带分析流通池的荧光检测器

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.5 一节，第 137 页。

### 6.2.8.1 Thermo Fisher

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VF-D50-A VF-D51-A FLD-3100 FLD-3400RS (分析流通池)	信噪比	激发波长 350 nm；发射波长前 20 分钟为 397 nm，之后 20 分钟为 450 nm。	ASTM： ≥ 550 暗信号： ≥ 2100	ASTM： ≥ 225 暗信号： ≥ 1100
	波长准确度 激发	发射波长 397 nm。 标称激发波长：350 nm (水拉曼信号最大值)	± 3 nm	± 3 nm
	波长准确度 发射	激发波长：350 nm。 标称发射波长：397 nm (水拉曼信号最大值)	± 3 nm	± 3 nm
RF2000	基线噪声	激发波长：350 nm； 发射波长：397 nm	≤ 0.30 mV	≤ 0.30 mV
	信号最小值	激发波长：350 nm；	≥ 40 mV	≥ 40 mV
	信号最大值	发射波长范围：450 - 397 nm	≤ 80 mV	≤ 80 mV
	波长准确度 <sup>(2)</sup>	激发波长：350 nm 发射波长范围： 380 - 410 nm (步进：1 nm) 标称发射波长：397 nm (最大值)	± 10 nm	± 10 nm
RF1002	基线噪声	激发波长：350 nm；发射波长： 397 nm	≤ 0.60 mV	≤ 0.60 mV
	信号最小值	激发波长：350 nm；	≥ 40 mV	≥ 40 mV
	信号最大值	发射波长范围： 450 - 397 nm	≤ 80 mV	≤ 80 mV
	波长准确度 <sup>(2)</sup>	激发波长：350 nm 发射波长范围： 380 - 410 nm (步进：1 nm) 标称发射波长：397 nm (最大值)	± 10 nm	± 10 nm

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) 激发和发射波长的制造商规格± 2 nm 只能通过使用特殊流通池和汞灯进行检查。对于 OQ 和 PQ，应最好使用测量用组件检查模块。

## 6.2.8.2 第三方模块 – Agilent

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
1100/12x0 系列 G1321A (标准流通池)	信噪比	激发波长 350 nm；发射波长前 20 分钟为 397 nm，之后 20 分钟为 450 nm。	暗信号： ≥ 500	暗信号： ≥ 200
G1321B	信噪比	激发波长 350 nm；发射波长前 20 分钟为 397 nm，之后 20 分钟为 450 nm。	ASTM： ≥ 500 暗信号： ≥ 2000	ASTM： ≥ 200 暗信号： ≥ 1000
G1321A/B	波长准确度 激发	发射波长 397 nm。 标称激发波长：350 nm (水拉曼信号最大值)	± 3 nm	± 3 nm
	波长准确度 发射	激发波长：350 nm。 标称发射波长：397 nm (水拉曼信号最大值)	± 3 nm	± 3 nm
	线性	激发波长：250 nm。 发射波长：400 nm 吸收范围：最大约 10 LU	r ≥ 99.8 % RSD ≤ 1.5 % 偏移： ≤ 1.5 %	r ≥ 99.0 % RSD ≤ 3 % 偏移： ≤ 3 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.9 带非分析流通池的荧光检测器

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.5 一节，第 137 页。

**提示：**验证 Vanquish 或 UltiMate 系列检测器时，系统自动检测流通池类型，并自动在报告中输入规格。

### 6.2.9.1 Thermo Scientific

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VF-D50-A VF-D51-A FLD-3100 FLD-3400RS (微型流通池)	信噪比	激发波长 350 nm；发射波长前 20 分钟为 397 nm，之后 20 分钟为 450 nm。	ASTM： ≥ 225 暗信号： ≥ 1025	ASTM： ≥ 110 暗信号： ≥ 500
	波长准确度 激发	发射波长 397 nm。 标称激发波长：350 nm (水拉曼信号最大值)	± 3 nm	± 3 nm
	波长准确度 发射	发射波长 350 nm。 标称激发波长：397 nm (水拉曼信号最大值)	± 3 nm	± 3 nm

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

## 6.2.10 电晕检测器

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.6 一节，第 140 页。

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
VH-D20-A VF-D20-A Corona Veo SD Corona Veo RS	基线噪声	过滤器：5 s	≤ 20.0 fA	≤ 20.0 fA
	加标高度		≤ 60.0 fA	≤ 60.0 fA
	漂移		≤ 40.0 fA/min	≤ 40.0 fA/min
	信噪比	咖啡因浓度：5 µg/mL	≥ 10	≥ 10
	精度（高度）		RSD ≤ 10.0 %	RSD ≤ 10.0 %
	信号校准	信号范围：最大约 40 pA	r2 ≥ 99.90 %	r2 ≥ 99.90 %
Corona Corona plus	基线噪声	过滤器：无（Corona、Corona plus）	≤ 40.0 fA	≤ 40.0 fA
	加标高度		≤ 200.0 fA	≤ 200.0 fA



模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Corona ultra (RS)	漂移	过滤器: Corona (Corona ultra) 过滤器: 4 (Corona ultra RS)	≤ 40.0 fA/min	≤ 40.0 fA/min
	信噪比	咖啡因浓度: 25 µg/mL	≥ 10	≥ 10
	精度 (高度)		RSD ≤ 10.0 %	RSD ≤ 10.0 %
	信号校准	信号范围: 最大约 40 pA	r <sup>2</sup> ≥ 99.90 %	r <sup>2</sup> ≥ 99.90 %

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

### 6.2.11 电化学检测器

有关测试流程的详细说明, 请参阅 6.3.7 一节, 第 143 页。

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
ECD-3000RS	基线噪声	DC 模式, 过滤器: 10 s	< 0.75 pA	< 1.50 pA
		脉冲模式, 过滤器: 中	< 5.00 pC	< 10.00 pC

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

### 6.2.12 示差折光检测器

有关测试流程的详细说明, 请参阅 6.3.8 一节, 第 144 页。

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
ERC RefractoMax521 / RefractoMax524 Shodex RI-101 Agilent 1100/1200 G1362A	基线噪声	温度: 35°C	≤ 50 nRIU	≤ 50 nRIU
	漂移		≤ 500 nRIU/h	≤ 2500 nRIU/h
	线性	信号范围: 最大约 500 µRIU	r ≥ 99.9%	r ≥ 99.9%

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

### 6.2.13 蒸发光散射检测器

有关测试流程的详细说明，请参阅 6.3.9 一节，第 146 页。

模块	参数	标称值和条件	限值 <sup>(1)</sup>	
			OQ	PQ
Polymer Laboratories ELS 2100 / ELS 2100 Ice Varian 380/385-LC ELS 检测器	基线噪声	蒸发器温度：90°C 载气流速：4.1 bar 下为 1.6 SLM <sup>(2)</sup>	≤ 0.300 mV	≤ 0.300 mV

(1) 使用最佳测量条件、建议 PQ 限值时的 OQ 限值。

(2) SLM：每分钟标准升。

## 6.3 测试设计

### 6.3.1 泵

#### 6.3.1.1 流量精度

##### 原理

可通过非常精确地称量在指定时段内输送的溶剂的重量得出流量精度。对于结果的统计评估，请重复此测量数次。不过，这需要大量工作：如果未以电子方式链接到称重流程，测量时间必须至少五分钟。否则，时间上的不准确会影响结果。还有一个缺点是，流程无法自动执行，并且使用的天平必须非常精确。

作为替代方法，可通过多次进同一标样得出流量精度。流量精度主要影响保留时间的精度。此方法在自动执行 OQ 和 PQ 时使用。

##### 流程和评估

通过 **Injector\_Flow\_Repro** 序列确定流量精度和进样量精度。将标样 4 进样十次，每次进样都使用 5  $\mu$ L 进样量（偏差请参阅 6.3.2.1 一节，第 126 页）。

十次进样保留时间的相对标准偏差 (RSD) 或标准偏差 (SD) 指示流量精度。较大的值为有效限值。

“较大的值为有效限值”这一表述是指可比值。这意味着必须将 RSD 转换成 SD 值或相反。此转换将感兴趣峰的绝对保留时间  $t_R$  考虑在内

对于 UltiMate 3000 系列带分析泵头的泵，值为  $RSD \leq 0.05\%$  或  $SD \leq 0.01$  min，我们假定咖啡因在大约 1.5 min 时洗脱。

包括

$$RSD = SD / t_R \quad \text{或} \quad SD = RSD * t_R$$

$RSD \leq 0.05\%$  对应  $SD \leq 0.00075$  min

$SD \leq 0.01$  min 对应  $RSD \leq 0.67\%$

这意味着  $SD \leq 0.01$  min 大于  $RSD \leq 0.05\%$ 。SD 的测量结果低于或等于 0.01 min 时，即通过测试。

### 6.3.1.2 梯度泵的溶剂组成、准确度、精度和波动

#### 原理

如果梯度泵内的泵液不准确，这主要会影响保留时间。为减轻测量工作量，根据 ASTM 说明检查了不同的组分。使用 100% 水作为溶剂 A、溶剂 B 是水和丙醇（体积 0.1%）的混合溶液。丙醇在  $\lambda = 265 \text{ nm}$  范围内具有高吸收率。梯度可在色谱图中观察。不需要进样。

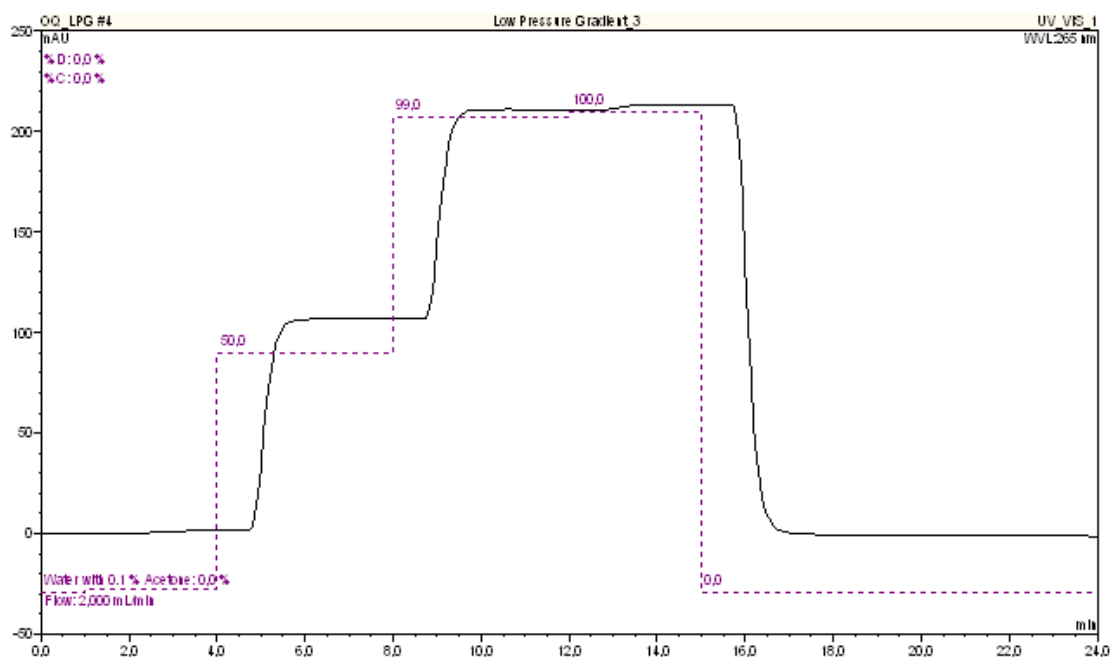


图 35：理论（断线）和实际梯度（梯度泵的 STD\_GRAD 标准序列）

#### 流程

混合下列溶剂组分（单位：%B）：0、1、50、99 和 100（标准步进梯度示例）。但由于某种原因（例如因规格限制），某些泵是使用不同步进梯度验证的。6.2.1 一节（第 96 页）提供了有关用于每个支持的泵的流动相成分的更多详情。

对于所介绍的布置和不变的溶剂组分，通过信号噪声来指示波动。要验证梯度泵（UltiMate 3000 和 P680 泵除外），需要使用 STD\_GRAD 或 Long\_GRAD 序列。

对于 Shimadzu 的三元高压梯度系统，向导会自动选择 TERN\_GRAD\_C\_B 序列。该序列用于确定梯度的准确度和精度以及溶剂通道 C 与 B 之间的波动。

对于 Thermo Scientific 的四元低压梯度系统（Vanquish、UltiMate、Accela 和 Spectra 系统）和 Agilent 系统，向导会自动选择 **QUAD\_GRAD\_C\_D** 序列。该序列用于确定梯度的准确度和精度以及溶剂通道 C 与 D 之间的波动。

对于 Summit P680、UltiMate、Vanquish Flex 二元和四元泵，提供多达三个序列：

- **STD\_GRAD**
- **MICRO\_GRAD**  
**MICRO\_GRAD** 序列用于验证混合器体积低于 200  $\mu\text{L}$  的泵和安装了 MicroFlow 包的泵。梯度成分时间表对应于 **STD\_GRAD** 序列的程序。不过，由于与使用标准混合器的泵相比混合量较低，检测器信号将改为较早的保留时间。检查的评估会考虑这一时间变化。
- **LONG\_GRAD**  
**LONG\_GRAD** 序列用于安装的混合器体积超过 400  $\mu\text{L}$  的情况。较大的混合室体积会延长梯度的平衡时间。梯度组分时间表和评估将相应进行调整。

**提示：**对于 UltiMate LPG-3400M(B) 和 LPG-3400BM 微型泵，只能使用 **LONG\_GRAD** 序列。

在 Summit P680 和 UltiMate 双梯度泵上，将为两个泵单元执行验证。序列 **STD\_GRAD** 和 **LONG\_GRAD** 用于检查右侧泵单元。序列 **STD\_GRAD\_P680DGP\_Left** 和 **LONG\_GRAD\_P680DGP\_Left** 用于检查左侧泵单元。

**提示：**对于 UltiMate DGP-3600M(B) 和 DGP-3600BM 微型泵，只能使用 **LONG\_GRAD** 和 **LONG\_GRAD\_P680DGP\_Left** 序列。

## 评估

为便于比较，吸收值转换后以 %B 表示（四元泵也以 %D 表示）。为补偿检测器漂移，在梯度的开头和末尾测量纯溶剂 A 的吸收（四元泵以 %C 表示）。这些值是用于校正整个色谱图基线的回归线的基础。

要定义梯度准确度，需要将测量的步进高度与必须在理论上产生于溶剂成分的高度进行比较。

要定义精度，需要记录三个梯度。步进高度的标准偏差表示精度。

确定所有步进的波动。为每个步进定义 0.4 分钟间隔。对于每个间隔，Chromeleon 都根据最小二乘法利用数据计算回归线。平行于回归线绘制两条穿过测量的最小值和最大值的线。泵送 100% 流动相 B 或 D 时，噪声值与吸收信号的比值表示波动（单位：[%]）。

## 6.3.2 自动进样器

### 6.3.2.1 进样量精度

#### 原理

进样量的精度主要受自动进样器注射器/计量装置质量和已根据进样量进行了调整的体积影响。此外，注射器移动/计量装置的机械结构也是进样量准确度和精度的决定性因素。

当您使用手动进样阀时要特别注意：

- 确认样本中没有气泡。
- 进样至少五倍样品定量环体积，即至少 50  $\mu\text{L}$ 。

改变进样量会影响峰面积，即使进样的是同一标样也是如此。

### 流程和评估

通过 **Injector\_Flow\_Repro** 序列，将咖啡因标样（溶剂：0.3 mL/min 流速的水；波长：272 nm）进样六次或十次。自动进样器类型决定需要使用的进样量和标样（见下表）。十次进样峰面积的相对标准偏差表示进样量的精度。

自动进样器	使用的标样 <sup>(1)</sup>	进样量/ $\mu\text{L}$
其他	标样 4	5
Summit Gina 50	标样 3	10
UltiMate ACC-3000(T) 样品定量环体积：200 $\mu\text{L}$	标样 3	20
UltiMate OAS-3300TXRS	标样 3	10
UltiMate WPS-3000(T)SL		
Micro	标样 5	2
使用 250 $\mu\text{L}$ 进样量包	标样 3	10
UltiMate WPS-3000TBPL / WPS3000T(B)FC Analytical 大体积配置	标样 3	20
UltiMate WPS-3000(T)RS Micro 选项	标样 5	2
UltiMate WPS-3000TBRS	标样 5	2
UltiMate WPS-3000TXRS	标样 5	2
Accela 自动进样器	标样 3	10
Vanquish 自动进样器和带 10 mm LightPipe 流通池的 Vanquish VH-D10	标样 6	1
Vanquish 自动进样器和带 60 mm LightPipe 流通池的 Vanquish VH-D10	标样 3	1

(1) 另请参阅 3.1 一节，第 16 页。

### 6.3.2.2 残留

#### 原理

在进样高浓度样本后进样只包含溶剂的样本。理想情况下，色谱图中只显示溶剂的信号。不过，如果显示了样本的信号，则表示存在自动进样器残留。由于高浓度样本超出了检测器的线性范围，因此还会进样浓度低得多的参考样本。

### 流程和评估

通过 **Sampler\_Lin\_CO** 序列（溶剂：1.0 mL/min 流速的水，波长：272 nm）的样本 6 至 9 测量自动进样器残留。

样本编号	内容	浓度
6	水（与样本 9 同瓶）	-
7	咖啡因水溶液	10 µg/mL（标样 2 - 参考样本）
8	咖啡因水溶液	2000 µg/mL（标样 7）
9	水（与样本 6 同瓶）	-

残留（CO，以 [%] 表示）的计算方式如下：

$$\begin{aligned}
 CO &= \frac{Area_{Water,corr}}{Area_{Conc:2000\mu g/ml}} = \frac{Area_{Water,CarryOver} - Area_{Water}}{Area_{Reference} \times \frac{C_{HighConcentratedSample}}{C_{Reference}}} \\
 &= \frac{Area_{Water,CarryOver} - Area_{Water}}{Area_{Reference}} \times \frac{C_{Reference}}{C_{Conc2000\mu g/ml}}
 \end{aligned}$$

其中：

符号	说明
$Area_{water,corr}$	水样本中咖啡因峰的面积（样本 9 – 样本 6）
$Area_{Conc:2000\mu g/mL}$	高浓度咖啡因样本的峰面积（样本 8）
$Area_{water,CarryOver}$	残留样本（样本 8）进样后水进样（样本 9：溶剂和咖啡因峰）的峰面积
$Area_{water}$	残留样本（样本 8）进样前水进样（样本 6：溶剂峰）的峰面积
$Area_{Reference}$	参考样本的峰面积（样本 7）
$C_{Reference}$	参考溶液的咖啡因浓度（浓度：10 µg/mL）
$C_{Conc:2000\mu g/mL}$	残留溶液的咖啡因浓度（浓度：2000 µg/mL）

**提示：**自动峰积分的检测参数设置旨在可靠而又精确地确定积分线。不过，由于水进样的峰形可能很小并且多噪声，因此确保正确的自动积分并非总是可行。在此情况下，我们建议手动更正峰积分。



### 6.3.2.3 进样量线性

#### 原理

进样量的线性及其精度取决于注射器质量和已根据进样量进行了调整的注射器体积。此外，自动进样器机械结构的质量也会影响结果。

选择标样的浓度，标样以不同体积进样，以使检测器在进行所有进样时都在线性范围内工作，这一范围通常是 10 mAU 至 1000 mAU。

#### 流程和评估

通过 **Sampler\_Lin\_CO** 序列，将咖啡因标样（溶剂：1 mL/min 流速的水；波长：272 nm）进样五次。自动进样器类型决定进样量和标样（见下表）。

自动进样器	使用的标样 <sup>(1)</sup>	进样量/ $\mu\text{L}$
其他	标样 2	5 / 10 / 20 / 40 / 80
Agilent G1367D	标样 2	5 / 10 / 20 / 30 / 40
Agilent G4226A	标样 3	1 / 5 / 10 / 15 / 20
Shimadzu SIL-10A / SIL-10Ai / SIL-10AF / SIL-10ADvp / SIL-20A(C)XR	标样 2	5 / 10 / 20 / 40 / 50
Summit Gina 50	标样 2	10 / 20 / 40 / 60 / 80
UltiMate ACC-3000(T)		
样品定量环体积：20 $\mu\text{L}$	标样 3	1 / 3 / 5 / 7 / 10
样品定量环体积：50 $\mu\text{L}$	标样 3	5 / 10 / 15 / 20 / 25
UltiMate OAS-3300TXRS	标样 3	4 / 6 / 8 / 10 / 12
UltiMate WPS-3000(T)SL / WPS-3000(T)RS		
Analytical	标样 2	5 / 10 / 20 / 40 / 90
Micro	标样 3	1 / 5 / 10 / 15 / 20
使用 250 $\mu\text{L}$ 进样量包	标样 2	10 / 20 / 40 / 80 / 160
UltiMate WPS-3000(T)PL / WPS-3000(T)PLRS		
样品定量环体积：20 $\mu\text{L}$	标样 3	1 / 3 / 6 / 9 / 12
样品定量环体积：50 $\mu\text{L}$	标样 3	1 / 5 / 10 / 15 / 20
样品定量环体积：100 $\mu\text{L}$	标样 2	5 / 10 / 20 / 40 / 50

自动进样器		使用的标样 <sup>(1)</sup>	进样量/ $\mu\text{L}$
UltiMate WPS-3000TBPL / WPS-3000T(B)FC Analytical			
	标准配置	标样 3	5 / 10 / 15 / 20 / 25
	大体积配置	标样 2	20 / 50 / 80 / 110 / 140
UltiMate WPS-3000(T)RS Micro 选项		标样 3	1 / 5 / 10 / 15 / 20
UltiMate WPS-3000TBRS		标样 3	1 / 5 / 10 / 15 / 20
UltiMate WPS-3000TXRS		标样 3	1 / 5 / 10 / 15 / 20
Accela 自动进样器		标样 3	2.5 / 5 / 7.5 / 10 / 12.5
Vanquish 自动进样器和 10 mm LightPipe 流通池			
	样品定量环体积: 10 $\mu\text{L}$	标样 3	1 / 3 / 5 / 7 / 10
	样品定量环体积: 25 $\mu\text{L}$	标样 3	1 / 5 / 12.5 / 20 / 25
	样品定量环体积: 100 $\mu\text{L}$	标样 2	1 / 25 / 50 / 75 / 100
Vanquish 自动进样器和 60 mm LightPipe 流通池			
	样品定量环体积: 10 $\mu\text{L}$	标样 2	1 / 3 / 5 / 7 / 10
	样品定量环体积: 25 $\mu\text{L}$	标样 2	1 / 5 / 12.5 / 20 / 25
	样品定量环体积: 100 $\mu\text{L}$	标样 2	1 / 10 / 25 / 40 / 50

(1) 另请参阅 3.1 一节，第 16 页。

峰面积和进样量呈现在一个图形内，并得出回归线。该线的相关系数和标准偏差指示线性。

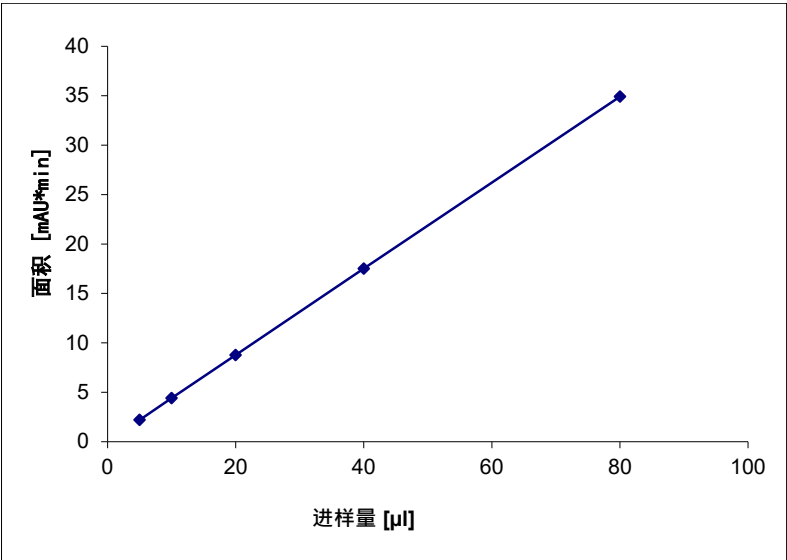


图 36：进样量线性

### 6.3.2.4 自动进样器/载样柜的样本温度准确度

专门针对某些设备的测试 – 另请参阅 4.3 一节，第 66 页。

#### 原理

样本温度准确度主要取决于自动进样器/载样柜的冷却和加热准确度、样本箱的隔热性以及向样品瓶的热传递。

#### 流程和评估

借助外部温度计来确定样本温度准确度。温度传感器置于一个装满水的标样瓶 (1.8 mL) 内。测试期间转盘盖或自动进样器/载样柜门必须关闭。自动进样器温度设置为标称温度（例如 10°C），具体视自动进样器类型而定。记录 60 分钟时间内的样本（水）温度。样本温度会在 60 分钟内达到一个稳定值。温度准确度是样本温度与标称自动进样器温度之间的温差。

## 6.3.3 柱温箱

### 6.3.3.1 温度准确度

#### 原理

根据应用类型，溶剂（尤其是色谱柱）的温度波动可能造成显著的保留时间波动。除了通过柱温箱实现温度精度外，温度的准确度也同样重要。只有高准确度才能实现将应用传送至不同系统。

#### 流程和评估

使用四个测量点来检查柱温箱的准确度。检查通过 **Column\_Oven(LT)** 序列执行。使用校准过的外部温度计来测量达到的温度。

将达到的温度与设定值比较。差值即表示温度准确度。

备注：

**提示：**如果因客户限制而不允许修改 Chromeleon 服务器配置，请按 3.7.2 一节，第 56 页中的说明执行手动验证。

- 视系统配置而定，可能为柱温箱（例如 Vanquish 柱温箱）提供 **Column\_Oven** 和 **Column\_Oven\_LT** 序列（另请参阅 3.4.6 一节，第 40 页）。

- 当保留时间为负值时，无法在某些柱温箱模块（Waters Alliance 2690 分离模块、Shimadzu 和 Agilent G1316）上设置温度。在样本启动后 10 分钟读取第一个测量值。此时，柱温箱的平衡可能尚未完成。因此，为第二个测量点设置了相同温度（50 分钟）。即使只有第二个测量点达到了目标温度，视为柱温箱模块通过了检查。这意味着只为三个测量点执行评估。
- 由于温度范围较小，将只为 UltiMate ACC-3000(T) 和 ECD-3000RS 柱温箱执行三个和/或两个测量点的评估。
- 对于 Accela 自动进样器的柱温箱，只能在样本环境内设置目标温度。因此，只会在单一测量点测试温度准确度。

## 6.3.4 UV 检测器

### 6.3.4.1 基线噪声和漂移

#### 原理

漂移和基线噪声是 UV 检测器的重要因子。基线噪声增加会显著降低灵敏度，因为无法区分低水平信号和噪声。漂移增加时，正确积分信号的难度增大，因为基线越不稳定，积分就越不准确。检测器的基线噪声主要取决于灯的状况。

如果使用光强度差的旧灯，噪声会显著增加。当流通池肮脏时也会出现这种情况。此外，确保测量和环境条件不变，并且流通池没有气泡。

要测量 UV 检测器的漂移，还要确保测量和环境条件不变。此外，灯必须已打开几个小时，这很重要。在检测器环境中，避免气流和阳光直射。

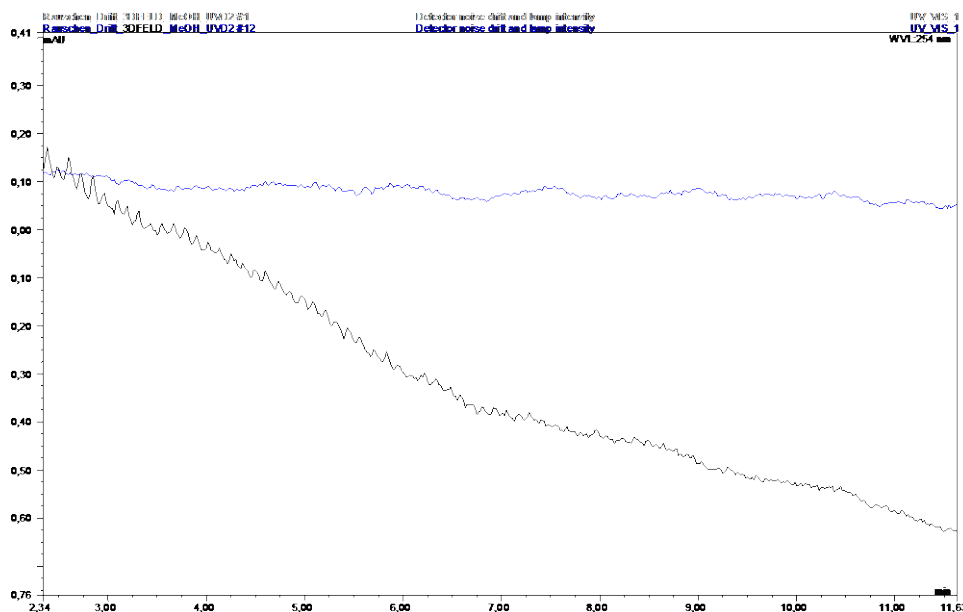


图 37: 灯刚打开后的漂移（下方色谱图）和打开六小时后的漂移（上方色谱图）

灯工作时强度会下降。此外，频繁开关会使灯老化。

### 流程和评估

UV\_Noise\_Drift 序列中包括噪声和漂移检查。

对于这些检查，需要通过流通池以 1 mL/min 流速泵送水。UV 信号在 254 nm（Vanquish 二极管阵列检测器：230 nm）下记录。

要计算噪声，需要将测量信号拆分成 20 个各为 1 分钟的间隔。对于每个间隔，Chromleon 都会使用最小二乘法根据测量值计算回归。平行于回归线绘制两条穿过距离该回归线最远的值的线。噪声就是这些线的距离。对计算值取所有 20 个间隔的平均值，得出最终值。

为计算漂移，Chromleon 会根据最小二乘法使用 1 至 21 分钟范围内的所有数据点计算一条回归线。回归线的斜率就是计算的漂移。

### 6.3.4.2 波长准确度

#### 流程和评估

向导会自动选择以下序列：

- 单波长检测器、UltiMate VWD-3400RS 和 Vanquish VF-D40-A：  
**Wavelength\_Single。**

波长准确度使用 1 mL/min 流速水中咖啡因浓度 ( $c = 60 \mu\text{g/mL}$ ) 得出。由于使用水作为溶剂，因此不必手动更换溶剂。

记录的波长	评估
270 nm、272 nm 和 274 nm	根据咖啡因信号的信号高度和波长计算抛物线。得出抛物线最大值，并与咖啡因的理论光谱最大值 (272.5 nm) 进行比较

- 多波长检测器、光电二极管阵列检测器以及其他检测器：
  - ◆ 不带 PDA 选项的多波长 UV 检测器：**UV\_Wavelength。**
  - ◆ 光电二极管阵列检测器：**DAD\_Wavelength。**  
为下列检测器提供了单独的序列：TSP UV 2000、Waters 2487、Shimadzu LC-2010 SPD、SPD-10A(V) 和 SPD-10A(V)vp 检测器。波长准确度使用 1 mL/min 流速甲醇中苳浓度 ( $c = 3 \mu\text{g/mL}$ ) 得出。

检测器类型	记录的波长	评估
多波长和 Shimadzu 检测器（两个通道）	331 nm、333 nm 和 335 nm	根据苳信号的信号高度和波长计算抛物线。得出抛物线最大值，并与苳的理论光谱最大值 (333.3 nm) 进行比较。
光电二极管阵列检测器	记录 250 nm 和 350 nm 之间的苳 UV 光谱。	Chromeleon 得出 250 nm 和 290 nm 之间以及 330 nm 和 350 nm 之间的光谱最大值，并将它们与其理论值 (272.1 nm 和 333.3 nm) 进行比较。
TSP UV2000 和 Waters 2487 检测器（两个通道）	235 nm、240 nm 和 245 nm	根据苳信号的信号高度和波长计算抛物线。得出抛物线最大值，并与苳的理论光谱最大值 (239.4 nm) 进行比较。

下图显示的是光电二极管阵列检测器记录的苳的典型 UV 光谱。

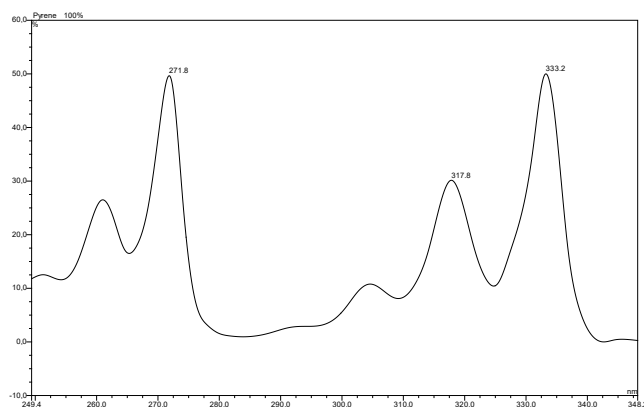


图38：甲醇中芘的UV 光谱

### 6.3.4.3 线性

#### 原理

检测器的线性主要取决于光学和电子系统。对于电子系统，暗电流和暗电流漂移会导致非线性。可使用暗测量来补偿这些因素的影响。

不过，随着灯强度因灯老化或流动相或样本的吸收而下降，暗电流对线性的影响会增加。因为测试流程使用水作为溶剂，在此情况下，流动相的影响不显著。在此测试流程中充分利用样本的影响来确定检测器线性。要考虑到，线性行为产生的偏差仅在吸收率极高 ( $> 1.5$  AU) 时才有意义。

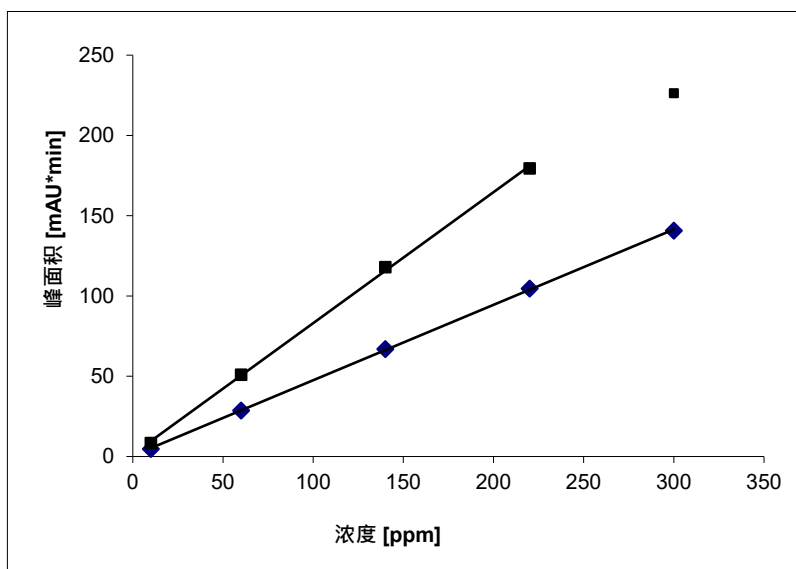


图39：取决于峰面积的检测器信号线性

### 流程和评估

在下列条件下测量检测器线性：

参数	说明
使用的序列	UV_LINEARITY
使用的标样	5 种不同的咖啡因标样
设置浓度	10 µg/mL、60 µg/mL、140 µg/mL、220 µg/mL 和 300 µg/mL， 溶水浓度；实际浓度输入到 QNT 文件并纳入考虑范围。
流动相	水
流速	1 mL/min.
波长	272 nm

浓度和峰面积呈现在图形内。该线性的相关系数和相对标准偏差指示线性。

**提示：**如 6.2.6 和 6.2.7 两节中所述，对于每个检测器，浓度最高样本的峰高都必须覆盖线性范围。下表列出了建议进样量。如果浓度最高的样本不在线性范围内，请为所有用于线性检查的样本调整进样量：调整后，要使浓度最高样本的峰高匹配要求的值。

检测器	进样量/ µL
其他	10.0
PDA-100 / PDA-3000 / AD25	8.0
VWD-3100 / VWD-3400RS	13.0
VH-D10-A (60 mm LightPipe 流通池)	1.7
VF-D40-A (半微型 [生物型] 流通池)	10.5
VF-D40-A (标准 [生物型] 流通池)	11.5



## 6.3.5 荧光检测器

### 6.3.5.1 基线噪声/信号高度

#### 原理

漂移和基线噪声是 UV 检测器的重要因子。基线噪声增加会显著降低灵敏度，因为无法区分低水平信号和噪声。

检测器的基线噪声主要取决于灯的状况。如果使用光强度差的旧灯，噪声会显著增加。当流通池肮脏时也会出现这种情况。此外，确保测量和环境条件不变，并且流通池没有气泡。

除了基线噪声的绝对值外，信号高度噪声比同样重要。信号高度主要取决于灯和流通池的状况。污染的流通池可能导致荧光信号高度增加。

#### 流程和评估

使用以下序列：

- 所有荧光检测器（Summit RF1002 和 RF2000 检测器除外）：  
使用 **FLUORES\_V2** 序列来确定信噪比 (SNR)。通过流通池以 1 mL/min 流速泵送水。激发波长为 350 nm。在 397 nm 发射波长下记录 20 分钟的发射信号（水拉曼信号），然后在 450 nm 波长下再记录 20 分钟发射信号（暗电流）。

信噪比 (SNR) 评估方式如下：

- ◆ 450 nm 下噪声评估 – SNR（暗电流）

$$\text{SNR(Dark Current)} = \frac{\text{Average Signal Value}_{397 \text{ nm}} - \text{Average Signal Value}_{450 \text{ nm}}}{\text{Noise}_{450 \text{ nm}}}$$

- ◆ 根据 ASTM 在 397 nm 下进行噪声评估（仅适用于 UltiMate 和 Vanquish 检测器）

$$\text{SNR(ASM)} = \frac{\text{Average Signal Value}_{397 \text{ nm}} - \text{Average Signal Value}_{450 \text{ nm}}}{\text{Noise}_{397 \text{ nm}}}$$

要确定噪声，需要将测量信号拆分成 40 个各 30 秒的间隔。对于每个间隔，Chromeleon 都根据最小二乘法计算回归线。噪声值是两条平行线与穿过最低值和最高值的回归线之间的距离。对于计算值，将对 40 个间隔值取平均值。

- Summit RF1002 和 RF2000 荧光检测器：  
使用 **Fluorescence** 序列来确定噪声和信号高度。测试 Summit RF2000 时，确保检测器的 ZWAVE 参数设置为 1（请参阅 3.4 一节，第 32 页）。通过流通池以 1 mL/min 流速泵送水。激发波长为 350 nm；发射波长为 397 nm。

要确定噪声，需要将测量信号拆分成 30 个各 30 秒的间隔。对于每个间隔，Chromeleon 都根据最小二乘法计算回归线。噪声值是两条平行线与穿过最低值和最高值的回归线之间的距离。对于计算值，将对 30 个间隔值取平均值。

### 6.3.5.2 波长准确度

#### 流程和评估

使用以下序列：

- **所有荧光检测器（Summit RF1002 和 RF2000 检测器除外）：**  
使用 **FLUORES\_V2** 序列，利用光谱来确定波长准确度（发射和激发）。通过流通池以 1 mL/min 流速泵送水。在大约 397 nm（激发波长：350 nm）范围内记录发射光谱。在大约 350 nm（发射波长：397 nm）范围内记录激发光谱。得出两个光谱的相对信号最大值并将其与理论最大值进行比较。

**提示：**有关制造商规格的说明：激发和发射波长的  $\pm 2$  nm 制造商规格只能通过使用特殊流通池和汞灯进行检查。对于 OQ 和 PQ，应最好使用测量用组件检查模块。

- **Summit RF1002 和 RF2000 荧光检测器：**  
使用 **Fluorescence** 序列来确定发射光谱的波长准确度。通过流通池以 1 mL/min 流速泵送水。对于 350 nm 的激发波长，发射波长会以 1 nm 增量从 380 nm 变为 410 nm。相对信号最大值将与理论最大值进行比较。

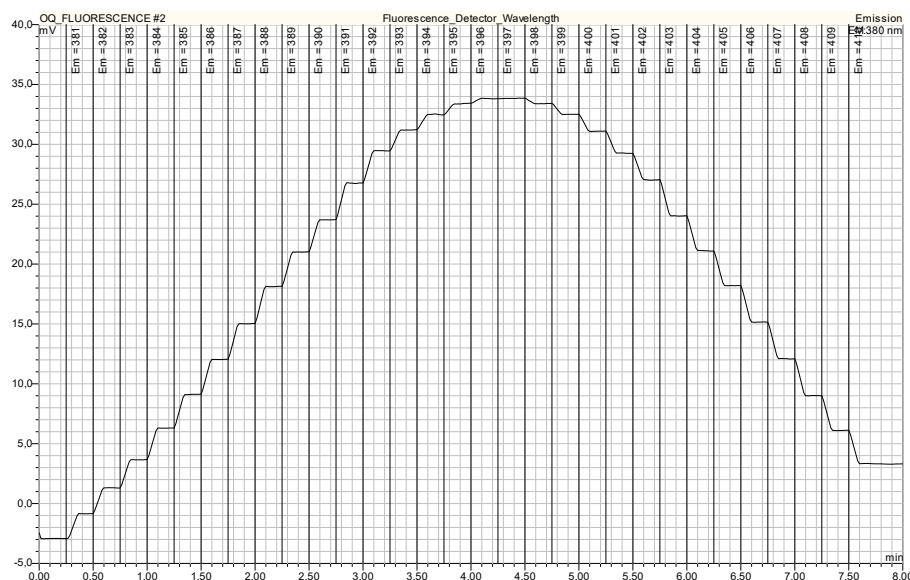


图 40：用于定义 380 nm 和 410 nm 之间发射光谱相对最大值的色谱图

### 6.3.5.3 线性

只专门针对某些设备的测试 – 另请参阅 6.2.8 和 6.2.9 两节。

#### 原理

荧光检测器的线性主要取决于光学和电子系统、样本浓度和流动相。对于电子系统，暗电流和暗电流漂移会导致非线性。可使用暗测量来补偿这些因素的影响。流通池或光学元件污染、极高的样本浓度或流动相可能导致影响检测器线性的杂散光。此外，可能发现来自流通池壁上样本的吸收具有很低的样本浓度。此效应也会影响检测器线性。

在此测试流程中充分利用合适浓度范围样本的影响来确定检测器线性。要考虑到，线性行为产生的偏差仅在样本浓度极高或极低时才有意义。因此，测试结果反映的是检测器本身对线性的影响。

#### 流程和评估

在下列条件下测量检测器线性：

参数	说明
使用的序列	FLUORES_LINEARITY
使用的标样	7 个乙腈标样
浓度	0.5 mg/100 mL、0.4 mg/100 mL、0.3 mg/100 mL、0.2 mg/100 mL、0.1 mg/100 mL、0.05 mg/100 mL 和 0.005 mg/100 mL，溶乙腈浓度。实际浓度输入到 QNT 文件并纳入考虑范围。
流动相	乙腈/水 (90:10% v/v)
流速	1 mL/min.
进样量	10 $\mu$ L

浓度和峰面积呈现在图形内。图形的回归系数、相对标准偏差和相对 y 轴截距（相对于浓度最高样本的峰面积）表示线性。

## 6.3.6 电晕检测器

### 6.3.6.1 基线噪声/信号高度/漂移/加标/精度

#### 原理

基线噪声是检测器的一个重要规格。基线噪声增加会显著降低检测灵敏度，因为无法区分小信号和噪声。除了基线噪声的绝对值外，信号高度噪声比同样重要。

可能影响这些规格的原因多种多样，模块的操作说明对此有详细描述。

#### 流程

**CORONA\_(VEO)\_NOISE\_DRIFT\_SNR** 序列执行下列检查：

- 噪声
- 加标高度
- 漂移
- 信噪比
- 高度精度

在下列条件下执行检查：

参数	说明
标样	水中咖啡因
标样浓度	Corona 和 Corona Ultra 系列：25 µg/mL Corona Veo 和 Vanquish 系列：5 µg/mL
流动相	水/甲醇 (80:20% v/v)
流速	1 mL/min.
进样量	10 µL

用于记录检测器信号的设置如下：

参数	类型	设置
过滤器	Corona	无
	Corona plus	
	Corona ultra	Corona
	Corona ultra RS	4
	Corona Veo /Vanquish 系列	5 s
喷雾器温度	Corona	关
	Corona plus	
	Corona ultra (RS)	25°C
	Corona Veo / Vanquish 系列	25°C
数据采集率	所有 Corona 检测器	10 Hz
电源功能	所有 Corona 检测器	1

要执行噪声、漂移和加标高度测试，需要泵送流动相经过检测器。对于信噪比和高度精度测试，执行六次咖啡因进样。

#### 评估 - 噪声和加标高度

测量信号拆分成 20 个各为 1 分钟的间隔。对于每个间隔，Chromeleon 都根据最小二乘法计算回归线。平行于回归线绘制两条穿过最小值和最大值的线。噪声就是这些线的距离。对计算值取所有 20 个间隔的平均值，得出最终值。

要计算最大加标的高度，还要将测量信号拆分成 20 个各为 1 分钟的间隔。对于每个间隔，Chromeleon 都会计算信号平均值、最小值信号和最大值信号。根据以下公式计算间隔内正加标高度：

$$\text{Spike Height}_{\text{Int. X}} = \text{Signal Maximum}_{\text{Int. X}} - \left( \text{Signal Average}_{\text{Int. X-1}} + \text{Signal Average}_{\text{Int. X+1}} \right) / 2$$

根据以下公式计算间隔内负加标的高度；但使用信号最小值替代信号最大值。所有间隔的绝对最大加标高度对应于最大加标的高度。测量信号之外第一个和最后一个间隔的信号平均值为外插值。

#### 评估 - 漂移

为计算漂移，Chromeleon 会根据最小二乘法使用 2 至 22 分钟范围内的所有数据点计算一条回归线。回归线的斜率就是计算的漂移。

### 评估 - 信噪比

信噪比 (SNR) 计算方式如下:

$$\text{SNR} = \frac{\text{Peak Height Average}}{\text{Signal Noise}}$$

### 评估 - 高度精度

六次进样峰高的相对标准偏差表示峰高的精度。

## 6.3.6.2 信号校准

### 原理

分析物质量和相应的检测器响应（峰面积）与平方根成正比。因此，此处使用的校准函数是二次回归函数。

### 流程和评估

在下列条件下测量信号校准:

参数	说明
使用的序列	CORONA_(VEO)_Resp_Calib
标样	水中咖啡因
标样浓度	Corona、Corona Ultra 系列: 25 µg/mL、125 µg/mL、250 µg/mL 和 500 µg/mL Corona Veo / Vanquish 系列: 5 µg/mL、25 µg/mL、125 µg/mL、250 µg/mL 和 500 µg/mL 实际浓度输入到 QNT 文件并纳入考虑范围。
流动相	水/甲醇 (80:20% v/v)
流速	1 mL/min.
进样量	10 µL

浓度和峰面积呈现在图形内，并得出二次回归。该二次回归的测定系数表示校准。

## 6.3.7 电化学检测器

### 6.3.7.1 基线噪声

#### 原理

基线噪声是检测器的一个重要规格。基线噪声增加会显著降低检测灵敏度，因为无法区分小信号和噪声。

#### 流程

使用序列 **ECD\_NOISE** 来测量检测器噪声。为每个恒电位仪使用模拟器池（用于 DC 模式的 QualifierRS，或用于脉冲模式的 PulseQualifierRS）执行检查。

对于每个恒电位仪（最多四个 DC 恒电位仪或一个脉冲恒电位仪），下表显示了用于为 DC 模式记录 ECD 信号的设置。

参数	设置
电势	300 mV
数据采集率	10 Hz
过滤器	10 s

下表中显示了用于为脉冲模式记录 ECD 信号的设置。

参数	设置
E1 电势	100 mV
E1 脉宽	800 ms
E2/E3/E4 电势	0 mV
E2/E3/E4 脉宽	10 ms
采集延迟	300 ms
GainRaingePulse	中

#### 评估

要计算噪声，需要将测量信号拆分成 20 个各为 1 分钟的间隔。对于每个间隔，Chromleon 都根据最小二乘法计算回归线。平行于回归线绘制两条穿过最小值和最大值的线。噪声就是这些线的距离。对计算值取所有 20 个间隔的平均值，得出最终值。

## 6.3.8 RI 检测器

### 6.3.8.1 基线噪声和漂移

#### 原理

漂移和基线噪声是 RI 检测器的重要因子。基线噪声增加会显著降低灵敏度，因为无法区分低水平信号和噪声。漂移增加时，正确积分信号的难度增大，因为基线越不稳定，积分就越不准确。

检测器的基线噪声主要取决于灯的状况。如果使用光强度差的旧灯，噪声会显著增加。当参比池或流通池污染时，噪声也会增加。

要测量 RI 检测器的漂移，确保：

- 测量和环境条件不变。
- 灯已燃烧几个小时，并且整个光具座都已充分加热。
- 样本和流通池的参考部分已充分冲洗。
- 流通池没有气泡。

#### 流程和评估

**RI\_NOISE\_DRIFT** 序列同时包括噪声和漂移检查。以 1 mL/min 流速泵送水经过样本池；参比池事先同样用水冲洗过。在 35°C 下记录 RI 信号。

要计算漂移和噪声，需要将测量信号拆分成 20 个各为 1 分钟的间隔。对于每个间隔，Chromeleon 都会使用最小二乘法根据测量值计算回归。该曲线的斜率对应于测量信号的漂移；斜率值即为漂移值。平行于回归线绘制两条穿过最小值和最大值的线。噪声就是这些线的距离。对计算值取所有 20 个间隔的平均值，得出最终值。



### 6.3.8.2 线性

#### 原理

检测器的线性主要取决于光学和电子系统。对于电子系统，暗电流和暗电流漂移会导致非线性。可使用暗测量来补偿这些因素的影响。不过，灯强度随着灯老化或样本折射而下降，暗电流对线性的影响会增加。在此情况下，流动相的影响不显著，因为测试流程期间使用的水在样本流通池以及参比池中都存在。在此测试流程中充分利用样本的影响来确定检测器线性。要考虑到，线性行为产生的偏差仅在样本浓度因光束强烈反射而极高（信号 > 600  $\mu$ RIU）时才有意义。

#### 流程和评估

在下列条件下测量检测器线性：

参数	说明
使用的序列	RI_LINEARITY
标样	5 个甘油标样
标样浓度	5 mg/mL、10 mg/mL、15 mg/mL、25 mg/mL 和 35 mg/mL，溶水浓度 实际浓度输入到 QNT 文件并纳入考虑范围。
流动相	水
流速	1 mL/min.
进样量	10 $\mu$ L
检测器温度	35°C

浓度和峰面积呈现在图形内。该线的回归系数表示线性。

## 6.3.9 蒸发光散射检测器

### 6.3.9.1 基线噪声

#### 原理

基线噪声是检测器的一个重要规格。基线噪声增加会显著降低检测灵敏度，因为无法区分小信号和噪声。检测器的基线噪声主要取决于灯的状况。如果使用光强度差的旧灯，噪声会显著增加。蒸发器温度和载气流速也影响噪声。因此，确保测量和环境条件保持不变。

#### 流程和评估

在下列条件下测量噪声：

参数	说明
使用的序列	ELS_NOISE
流动相	水
流速	1 mL/min.

用于记录 ELS 信号的条件如下：

参数	说明
喷雾器温度	50°C
蒸发器温度	90°C
载气流速	1.6 SLM (4.1 bar)

要计算噪声，需要将测量信号拆分成 20 个各为 1 分钟的间隔。对于每个间隔，Chromeleon 都会使用最小二乘法根据测量值计算回归。平行于回归线绘制两条穿过最小值和最大值的线。就是这些线的距离。对计算值取所有 20 个间隔的平均值，得出最终值。

## 6.4 故障排除

### 6.4.1 一般说明

连接阻尼管在后 1 mL/min 流速（溶剂：水）下系统压力远高于 130 bar，则表示毛细管被污染。请检查并更换毛细管（包括阻尼管）以确保 OQ 和 PQ 得以正确执行。

如果检查期间出现问题时按照以下说明无法解决问题，另请参阅操作手册的相关章节。

### 6.4.2 单项检查失败

#### 6.4.2.1 泵

测试	可能原因	补救措施
流量精度	自动进样器从样品瓶中抽到气泡。	样品瓶内的样品体积过小，或为 <b>Needle Depth</b> 参数设置的值过低。
	注射器内有气泡	为注射器和缓冲液管路排气。
	自动进样器泄漏	请参阅 <i>自动进样器手册</i>
	进样阀泄漏	请参阅 <i>自动进样器手册</i>
梯度准确度	系统内有空气	为系统排气。
	系统未平衡	冲洗系统。
	溶剂 B 或 D 的组分不正确	确保溶剂组分正确。
梯度精度	系统内有空气	为系统排气。
	系统未平衡	冲洗系统。
	系统内有空气	为系统排气。
波动	系统内有空气	为系统排气。
	系统未平衡	冲洗系统。

## 6.4.2.2 自动进样器

测试	可能原因	补救措施
进样量精度	自动进样器从样品瓶中抽到气泡。	样品瓶内的样品体积过小，或为 <b>Needle Depth</b> 参数设置的值过低。
	注射器内有气泡	注射器排气。
	自动进样器泄漏	请参阅 <i>自动进样器手册</i>
	进样阀泄漏	请参阅 <i>自动进样器手册</i>
进样量线性	检测器线性检查失败	见上文。
	注射器太旧	更换注射器。

## 6.4.2.3 UV 检测器

测试	可能原因	补救措施
波长准确度	光谱校准不成功。	根据检测器： 在 Chromeleon 中先断开再重新连接检测器，以触发波长校准。 在流通池充满水的情况下执行手动波长校准，同时确保灯打开时间至少达到您的检测器的规定时间（请参阅 <i>操作手册</i> 中有关检测器的信息）。
	漂移增加	见下文。
基线噪声	溶剂污染	更换溶剂。
	灯过旧	更换灯。
	流通池中有气泡	为流通池排气。
漂移	检测器尚未预热	为检测器留出足够的预热时间。
	Vanquish LightPipe 流通池污染	使用水和乙腈或甲醇在高流速 (1 – 3 mL/min) 下冲洗流通池
	系统未平衡	冲洗系统。
	灯有故障	更换灯。
	环境温度波动	必要时，关闭窗口并使模块免受空调系统影响。
	气流	必要时，关闭窗口并使模块免受空调系统影响。

测试	可能原因	补救措施
检测器线性	灯过旧	更换灯。
	标样浓度不正确	使用新标样。
	浓度最高样本的峰高不在为检测器指定的线性范围内（请参阅 6.2.6 和 6.2.7 两节）	减少为检测器线性检查使用的所有样本的进样量，以使浓度最高样本的峰高在检测器的线性范围内。
	流通池污染	清洁流通池。更换流通池。

#### 6.4.2.4 RF2000 荧光检测器

测试	可能原因	补救措施
波长准确度	水的拉曼峰不可见，因为每当波长变化时模块都会执行一次自动归零。	在模块上，将 ZWAVE 参数设置为 1（请参阅 3.5 一节，第 42 页）。

#### 6.4.2.5 电雾式/电晕检测器

可能的错误原因多种多样，模块操作说明使用许多示例对这些原因做了详细说明。因此，本手册不提供错误列表。

#### 6.4.2.6 电化学检测器

测试	可能原因	补救措施
基线噪声	错误的模拟器池	确认使用的是适用于 DC 模式的 QualifierRS 或适用于脉冲模式的 PulseQualifierRS 模拟器池

#### 6.4.2.7 RI 检测器

测试	可能原因	补救措施
基线噪声	流通池中有气泡	使用脱气泡的水（流速：1 mL/min）冲洗样本和参比池不超过一小时。反复按 Purge 键。必要时，使用甲醇重复此流程。
漂移	溶剂污染	使用新溶剂。
	环境温度波动	将检测器定位在温度波动很小的位置。
	流通池中有气泡	用脱气泡的水冲洗样本和参比池（见上文）。
检测器线性	标样浓度不正确	使用新标样。

6.4.2.8 ELS 检测器

测试	可能原因	补救措施
基线噪声	泵脉动过高	冲洗泵和所有通道（如有必要）。
基线加标	供气污染	更换供气。



[www.thermofisher.com](http://www.thermofisher.com)

---

Thermo Fisher Scientific Inc.  
168 Third Avenue  
Waltham  
Massachusetts 02451  
USA

**ThermoFisher**  
S C I E N T I F I C