

1020 液相色谱操作规程

一：开机

- 1: 分别打开检测器及输液泵电源开关（开关位于仪器后面板左侧偏下）；仪器进行自检，过一分钟后再打开电脑上的色谱工作站软件。
- 2: 打开色谱柱温箱电源开关（位于柱温箱右边）。

二：输液泵排气

- 1: 在色谱工作站上点击快捷菜单上的“仪器控制面板”，此时会弹出仪器联机提示界面“**A 泵联机成功；检测器联机成功**”；如果没有出现该提示则表明仪器和电脑没有正常通讯，此时电脑上的色谱软件将无法控制液相色谱仪器。
- 2: 把事先配置处理好的流动相放到仪器上方的溶剂托盘上，把输液泵吸滤头插入到流动相储液瓶中并且确保滤头接触到瓶底；往逆时针方向打开输液泵的排气阀约 1 圈，点击“仪器控制面板”上 A 泵的“冲洗”键（此时输液泵面板上 PURGE 旁边的绿色指示灯亮起），按一下泵面板上面的“CE”按键，此时泵的流速为 3ml/min 运行，运行 3 分钟后泵将自动停止（此时泵面板上 PURGE 旁边的指示灯灭掉），最后顺时针关紧排气阀。

注意：点击“冲洗”按钮前必须确保泵的排气阀门已经打开 1 圈，关闭排气阀门前必须确保输液泵已经停止排气即输液泵面板上“PURGE”旁边的指示灯灭掉。

三：参数设置

1. 在“仪器控制面板”上将 A 泵的流速设置成 1ml/min 并点击旁边的“确认”按钮，再点击旁边的“启动”按钮，观察输液泵的显示屏上流速是否为 1ml/min，工作压力是否能正常往上升，（一般用纯甲醇做流动相，当流速设置为 1ml/min，柱温 30 度时，输液泵的压力正常在 6-7MP 之间）。

注意：如果药典或者是参考的方法上没有规定输液泵的流速，通常情况下就设置 1ml/min 即可，如果有特殊要求流速则根据实际情况进行设置相应的流速。

2. 设置检测波长：点击“控制面板”上的“检测器”项；在“基本控制”栏的“波长”框中输入需要的波长并点击旁边的“确认”即可，时间常数以软件默认的值“1”即可。
3. 色谱柱温箱的温度默认是 30 度，如果必要可以根据实际情况更改温度，但是最高温度不允许超过 60 度。



四：样品分析前准备

1. 点击“控制面板”上的“检测器”项；点击“归零”按钮将检测器显示屏上的 ABS 数值归零（也可以按一下检测器面板上面的“ZERO”按钮），点击软件上的采集谱图按钮（该按钮为绿色小圆点，采集数据过程中为红色），观察基线，系统运行 30 分钟后若基线稳定了即可停止采集，再按一下检测器上的“Zero”按键将检测器吸光度 ABS 归零。

注意：在采集基线的时候一般将时间坐标设置成 30 分钟，量程坐标设置成 50mv 即可。

五：样品分析

1. 用流动相（或者甲醇）将微量进样针清洗 2-3 次，将六通进样阀切换到 LOAD 位置且用微量进样针吸取一定量的样品注入到手动进样阀里面。

注意：如果药典或者方法上规定进样体积小于 20ul 时，此时通过微量进样器的刻度精密控制进样体积；如果药典或者是方法上规定进样体积为 20ul 时，此时用 100ul 的微量进样器吸取 60ul 以上的样品注入到手动进样器；如果规定进样体积大于 20ul 时则需要更换定量管后才能使用。

2. 按一下检测器上的“Zero”并迅速将六通进样阀的把手切换的 INJECT 位置，此时样品被流动相带入到色谱柱并且色谱工作站开始同步记录色谱图。
3. 待样品的所有组份都流出色谱柱时（即色谱峰已经全部出来且基线已经平稳），点击色谱工作站上的红色小圆点停止采集谱图并保存。

注意：在进样前必须确保色谱工作站没有处在数据采集状态，否则必须停止采集才能进样分析。

六：报告打印

1. 打开保存的色谱图，利用软件的相应谱图处理功能对谱图做必要的后处理（根据需要可进行）。

注意：报告格式及内容设置在软件“选项”下面的“打印”里面设置；通常报告需要输出：峰面积，组分名称，保留时间，理论塔板数，分离度，拖尾因子等。

2. 点击打印功能即可预览报告，再次点击报告上面的打印功能即可输出报告。

注意：该报告是 Word 格式，在报告上除了谱图不能更改外其他的数据都可以修改。

七：注意事项

- 7-1.做完实验后必须先在“控制面板”上面的“输液泵”中的“基本控制”中按“停止泵”，



此时输液泵上的“PUMP”旁边指示灯灭掉。

7-2.将流动相更换成色谱柱清洗液（80%水+20%甲醇），清洗色谱柱，清洗 40 分钟后再停止输液泵，把色谱柱清洗液更换成纯甲醇再清洗 15-20 分钟左右，最后停止输液泵等压力降到 0 左右即可将色谱工作站推出，关闭仪器电源。

7-3.在清洗色谱柱的同时也可同步进行泵头密封圈清洗，清洗泵头密封圈用（80%水+20%甲醇）即可，将清洗液放到溶剂托盘上面，把泵头清洗管插入到瓶子的液面下，将出口管用洗耳球往外吸几下，待出口端出液后把管子放到废液瓶中，清洗完毕后将入口管子拉出清洗液液面即可停止清洗（注意：该清洗液可以循环使用多次）。

7-4.若仪器长期不用则需要把系统中的水全部用甲醇替换掉，使输液泵、检测器及色谱柱都保存到纯甲醇中。

7-5.流动相使用前必须先过滤然后超声脱气 10-15 分钟方可使用。

7-6.进样时要确保微量注射器中没有气泡，若有气泡必须清除出去。

7-7.做试验过程中时刻注意流动相是否足够，废液瓶的废液是否已经溢出，如果流动相不足则需要重新配置，废液要及时倒掉。

7-8.色谱柱安装注意方向不要装反掉，色谱柱标签上表明的方向必须和流动相流动的方向一致。

7-9.流动相最好当天用当天配，不要存放过长时间，否则容易变质导致色谱柱及系统污染掉。

7-10.样品进样前必须用专门的样品过滤头进行过滤，注意滤头类型是否与样品的试剂相兼容，否则会导致滤膜腐蚀污染样品。

7-11.流动相过滤时也必须注意使用的滤膜是否与流动相相兼容，否则也会导致流动相污染而堵塞仪器。

