

1020 液相色谱操作规程

一. 开机

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。

二. 输液泵排气

把事先配置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放空阀约 1 圈，按“清洗”（PURGE）键（此时该按键旁边的绿色指示灯亮起）泵按照默认的大流速 3ml/min 运行，直到流动相输送管里面没有气泡即可再次按“PURGE”键停止排气（此时该按键旁边的指示灯灭掉），最后顺时针关紧排气阀。

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

三. 参数设置

1. 点击色谱软件上面的“控制面板”按钮，此时跳出“控制面板”界面并且下方的“仪器运行信息”中提示：A,B 泵联机成功；检测器联机成功。
2. 泵设置：根据分析需要进行等度或者是梯度设置

3.等度设置：

3-1.在控制面板上“基本控制”栏中设置“流速”（ml/min），设置好后必须点击旁边的“确认”按钮。

3-2.设置 A.B 泵的比例；如果单泵的话直接将 A 泵的比例设置 100%并点击旁边的“确认”按钮；若是 A.B 泵，则输入 A 泵的比例后点击旁边的“确认”按钮则 B 泵的比例自动为 $B=100\%-A$ 。

4.梯度设置

4-1.选中“梯度控制”项中的“使用梯度表”

4-2.在梯度表中根据梯度方法进行梯度程序编写，编写时必须一行一行往下，不能跳行。

4-3.确保“基本控制”栏中的流速与梯度表中的流速一致，A.B 的比例必须与梯度表中的初始比例一致。

5.工作压力阈值设置：最大压力（MP）通常设置为 20MP，最小压力设置为 0.1MP，设置完后必须点击旁边的“确认”按钮。



6. 冲洗设置：仪器默认的冲洗流速为 3ml/min, 冲洗时间为 3min, 若需要更改则输入新的数值后必须点击旁边的“确认”按钮。

注意：按“冲洗”按钮前必须把泵的排气阀门往逆时针旋转 1 圈左右，冲洗结束后必须把排气阀门往顺时针关紧；此功能同第二项“运行”的清洗功能一摸一样。

7. 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，时间常数已软件默认的值“1”即可。

8. 打开色谱柱温箱电源，温度默认为 40 度，如果必要可以根据实际更改温度，但是最高温度不允许超过 60 度。

四：运行

1. 点击“控制面板”上的“输液泵”项，点击“基本控制”中的“启动”功能运行输液泵，观察输液泵显示屏上的压力是否正常上升，且显示的比例是否于软件上设置的一样。

2. 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，按一下检测器上的“Zero”按键将检测器吸光度归零。

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 位置且用待测标准样品或者是供试品清洗 2-3 次。

2. 吸取一定体积的对照或供试品进入到六通进样阀，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：报告分析

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（根据需要进行）。

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“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。
- 7-3.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。
- 7-4.在清洗色谱柱的同时也可同步进行泵头密封圈清洗，清洗泵头密封圈用纯水即可，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）。
- 7-5.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。
- 7-6.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。
- 7-7.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。
- 7-8.进样体积一般控制在定量环体积的 4 倍体积，例如定量环的体积 10ul 则进样时控制在 40ul 以上。
- 7-9.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。

