

高效液相色谱仪操作规程

LC-10A 高效液相色谱仪操作规程

一、操作前准备

1、流动相的准备

试剂：析谱纯

水：超纯水

调 pH：用精密 pH 计

配好的流动相应通过 0.45 μ m 适宜的滤膜滤过，用前脱气，并配充足的流动相待用。

2、供试液的配制

配好的供试液和对照液进样前应经 0.45 μ m 适宜的滤膜滤过，必要时样品液还要进行前处理，如提取净化、预过滤等。

二、操作步骤

1、开机

打印机→计算机→泵的电（POWER）

2、排气

待主机稳定后，将排气阀（DRAIN）旋至打开位置（open 方向 180°），按冲洗键（purge），排气完毕，按冲洗键（purge）（关），旋关 DRAIN（向右旋 180°）。

3、跑基线

1）按 pump 键

2）设置参数：func（功能键）→流速→最大压力（15）→最小压力（0.1）→Enter→CE，设置完毕。

注：流速要慢慢依次增加(0.2→0.4→0.6→0.8→1.0)待柱压稳定后换流动相,每次换流动相要依次减流速，并按 pump 键(关)，换好后，要排气，流速要依次增加。

3）开启检测器电源开关→自检完毕→设定参数（波长，光源等）（func→设定→Enter→CE）

4）查看基线（打开工作站，把衰减调至 0，直至基线平稳。）

4、进样

1）把进样器手柄放在载样位置（LOAD）

2）注射器吸样后要排气，把注射器的平头针直插至进样器的底部，注入供试溶液（为定量环的 3-5 倍）

3）叫零→进样（进样器手柄转至 Inject，定量环内供试液即被流动相带入流路），停留在 Inject 位置一段时间。

5、收集色谱数据

1）最后一峰出完后，应继续走一段时间，确定无组分流出现，方能结束记录。

2）含量测定的对照液和样品液每份至少注样 2 次，由全部注样结果（n>4）求得平均值，其相对标准偏差（RSD）应不大于 1.5%。

6、清洗和关机

- 1) 分析完毕→关检品→关数据处理器→冲柱（用甲醇冲 30 分钟，如使用含盐流动相，则先用 10%甲醇水冲 1h 以上，再用 50%甲醇水冲约 20 分钟，再用甲醇冲 1h 以上）
- 2) 冲柱期间进样品也应用相应的溶剂冲洗。
- 3) 冲洗完毕后，逐步降低流速至 0，关泵，关电源，登记。

岛津 LC-16 高效液相操作规程

1.开机

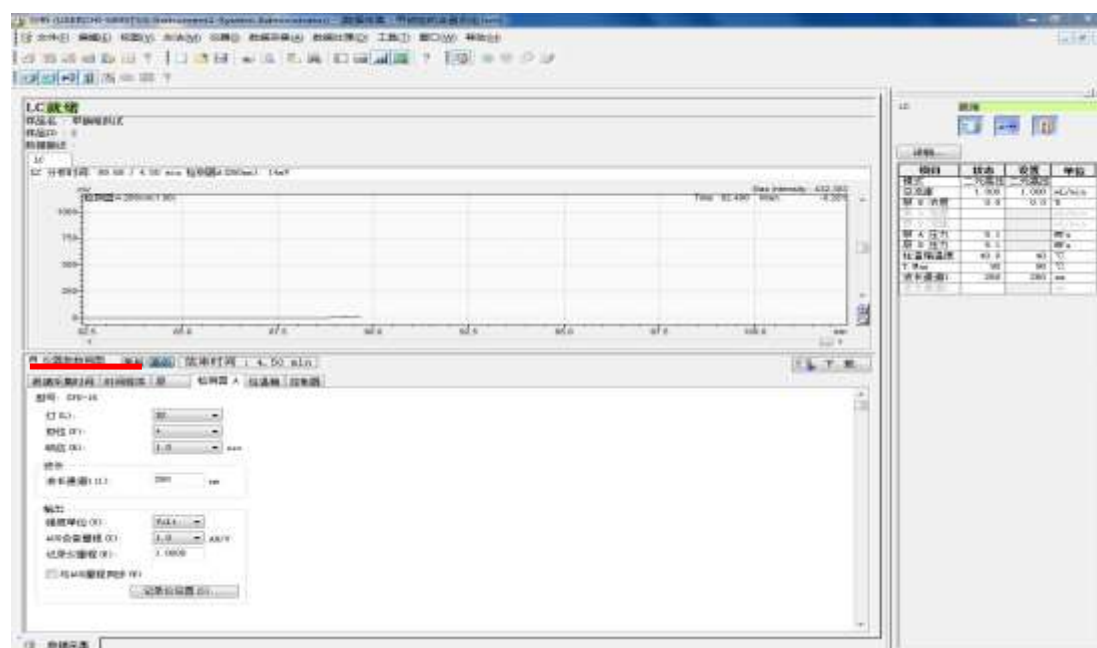
接通电源→泵电源（POWER）→检测器→仪器自检→自检完成（各灯变绿）→计算机

2.排气

打开排液阀（逆时针转动排液阀 180°）；按冲洗键“purge”（泵灯由绿转黄），仪器左边控制面板上的“pump”指示灯亮，泵按设定的流速（5ml/min）、时间(5min)冲洗，自动停止（泵灯由黄转绿），面板上的“pump”指示灯灭；旋关排液阀（顺时针旋转到底）。如管路中仍有气泡，则重复以上操作直至气泡排尽。

3.进样方法的设定

双击 Lcsolution 色谱工作站，点击左侧助手栏中的，进入数据采集界面。



进入“仪器参数视图”的“常规”选项卡（如果没出现“仪器参数视图”，需点击菜单栏“方法”下的“仪器参数”），**设置参数：**总流速、波长、结束时间、柱温、B 泵浓度、最高压力（15pa）和光源（点击“高级”选项卡设压力→检测器，设置氘灯 D₂ 开关）等，设置完成

后，点击菜单栏“文件”项“另存为进样方法”，保存方法(保存路径可设为：D→LC-16...)，也可设在桌面)；单击“下载”(相当于确定)将设置传输到仪器上。

4.查看基线

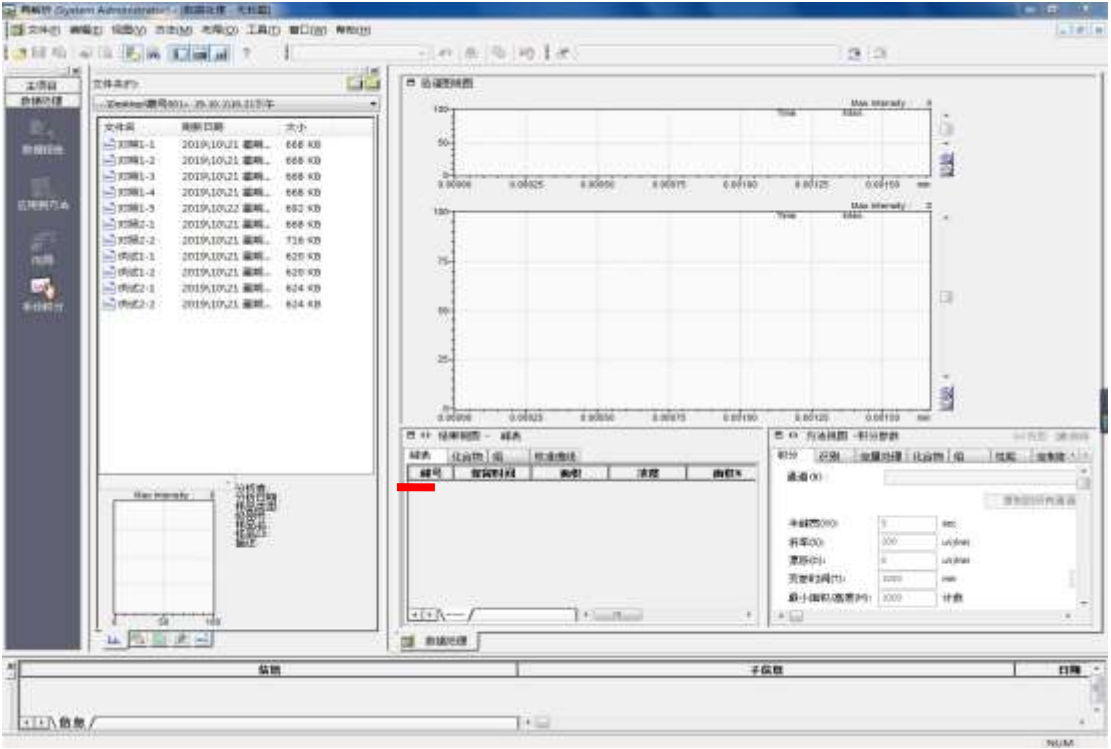
点击工具栏“泵 ON/OFF”的图标启动泵，查看基线，待基线平稳、柱温箱温度达到设定值后，可开始分析测定工作。

5.进样

点击工具栏“数据采集”中“单次分析”，选择分析方法，输入创建数据文件的名称和保存路径后点击确定；将进样阀手柄置载样位置（LOAD），注射器的平头针直插至进样器的底部，注入供试品溶液，将进样阀手柄转到进样位置（Injec）点击开始(或不用点击)，工作站自动采集数据。

6.数据处理:

回到 LC Solution 色谱工作站首页，点击左侧助手栏中的，在左侧助手栏中点击“主项目”中“数据处理”，选择相对应的文件序号（例如供试 1—2）进行数据处理分析界面。在峰表位置中可查看峰面积等相关数据



7.清洗和关机

（1）分析完毕后，关检测器（或关氘灯），参照 3 进行冲柱方法设置，运行方法进行冲柱，或改变流速按 Enter 后冲柱（用甲醇冲 30 分钟，如使用含盐流动相，则先用 10%甲醇水冲

1h 以上，再用 50%甲醇水冲约 20 分钟，再用甲醇冲 1h 以上）如需更换流动相，冲洗前先按 2 操作排气；

(2) 冲柱期间进样器也应用相应的溶剂冲洗；

(3) 冲洗完毕后，逐步降低流速至 0，关泵，关电源，登记。

安捷伦 1260 液相色谱操作规程

1 开机

1.1 更换新鲜的流动相；

1.2 打开 1260 液相电源开关。

1.3 打开计算机；

1.4 打开仪器的联机工作站

1.5 打开仪器的排气阀进行排气泡(流速设为 5.0mL/min，分别对使用到的通道排气)，待气泡排完之后（每通道 3 分钟），关闭排气阀。

1.6 调用方法，平衡色谱柱，待基线平衡好之后进行进样分析。

如果新建方法，从“方法”菜单中选择“编辑完整方法（E）...”项，选中除“数据分析”外的三项，点击“确定”，进入下一画面。分别对四元泵、自动进样器、柱温箱、检测器等参数进行设定(具体的设定方法详见使用说明书)。

2 单针进样

点击“运行控制”菜单下的“样品信息”，告诉数据额储存路径以及样品瓶位置，再选择“运行方法”

3 序列进样

点击“序列”菜单下的“新建序列模板”，

点击“序列”菜单下的“序列表”，

点击“序列”菜单下的“保存序列模板”，

点击“序列”菜单下的“序列参数”，

点击“运行控制”菜单下的“运行序列”，

4 数据分析方法编辑

4.1 点击“脱机”快捷方式，点击“数据分析”进入数据分析画面。

4.2 从“文件”菜单中选择“调用信号...”选项，选中您的数据文件名，点击确定，则

数据被调出。

4.3 通过调整积分参数，对谱图进行优化，最后建立校正曲线(具体的设定方法详见使用说明书)。

4.4 设定报告格式并打印报告(具体的设定方法详见使用说明书)。

5 关机

5.1 实验结束后，首先冲洗管路(若是反向色谱柱，首相用水:甲醇=90:10 冲洗管路至少 30min，接着用水:甲醇=10:90 冲洗管路至少 30min)；

5.2 退出化学工作站；

5.3 关闭仪器电源；

5.4 关闭计算机。

6 注意事项

6.1 当冲洗阀打开，流速设为 5mL/min，系统的压力高于 5bar 时，注意更换泵的过滤白头；

6.2 每次做完试验后，注意要清洗管路以及色谱柱，防止管路、脱气机及色谱柱的堵塞；

6.3 每次更换流动相后一定要更改溶剂瓶中流动相的体积；

6.4 若使用盐时，一定要将盐过滤并且现配现用，不用后将盐立即倒掉，不可将盐放在溶剂瓶中；同时将盐或水放在 A 和 D 通道，将有机溶剂放在 B 和 C 通道；

6.5 切忌用纯的乙腈去冲洗管路；