

岛津液相色谱操作培训

---维护基础知识

岛津国际贸易（上海）有限公司

分析中心

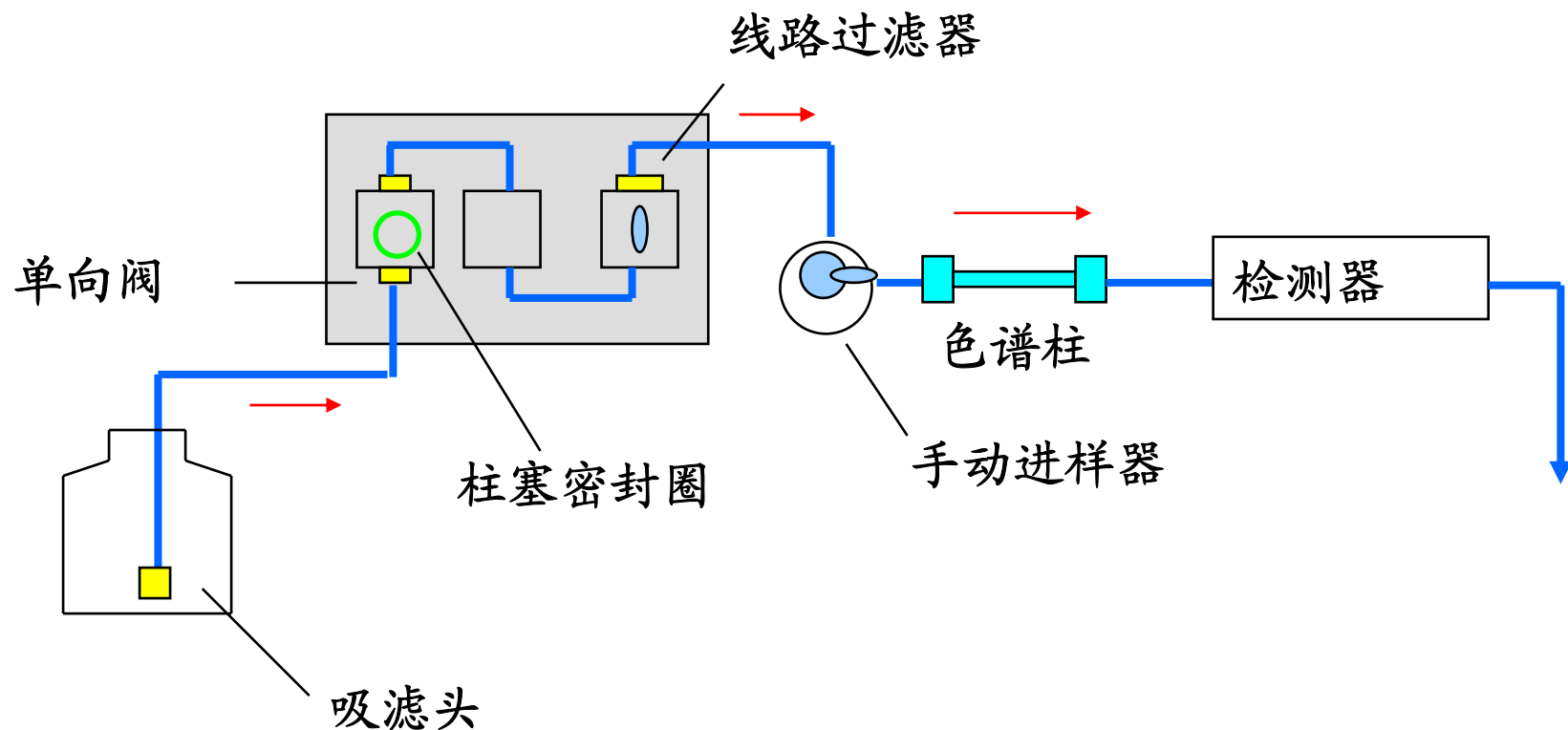
平常保养

- 做好平常的保养可以有效的降低故障的发生率
- 做好平常的保养可以延长仪器的使用寿命

常做的保养

- 保证仪器的使用环境（经常清洁仪器，尤其是灰尘）
- 泵的保养（使用缓冲盐时要清洗柱塞，水和盐不要长期保存在泵里）
- 进样器要经常清洗，避免污染物吸附或堵塞管路
- 尽量进行样品前处理
- 色谱柱要定期清洗，保证柱效及使用寿命
- 系统中不要长期保存水和盐，长时间不用时应将仪器所有部分全部更换为70%以上的甲醇，避免细菌的滋生及盐的析出。

液相系统维护流程图



管线选择

➤ 材料

不锈钢

Teflon

PEEK (聚醚醚酮)

➤ 尺寸

0.1 mm I.D. x 1.6 mm O.D.

0.3 mm I.D. x 1.6 mm O.D.

0.5 mm I.D. x 1.6 mm O.D.

0.8 mm I.D. x 1.6 mm O.D.

管线材料

- 不锈钢 (可用于所有连接)
 - 能承受几千 **kgf/cm²** 压力
 - 酸性或高浓度盐环境中易腐蚀 (尤其在pH小于2时)

- PEEK (可用于所有连接)
 - 能承受高达 **250 kgf/cm²**压力
 - 可在整个PH范围(pH 1-14)内使用
 - 不适用于高溶解性溶剂如氯仿等

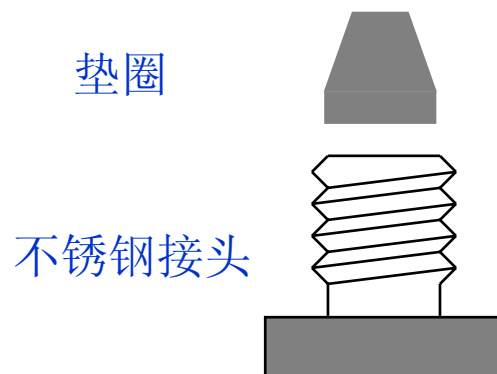
- Teflon (用于柱后阻尼管、反应管和排液管)
 - 化学惰性大
 - 能承受 **5 kgf/cm²** 压力

接头

➤ 不锈钢接头 / 垫圈

主要用于输液泵、进样器的连接

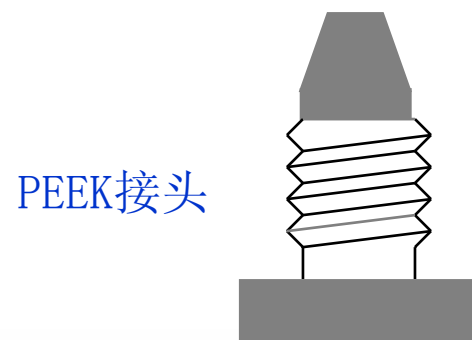
- 能承受 400 kgf/cm²压力
- 一旦固定，垫圈不可再动



➤ PEEK接头

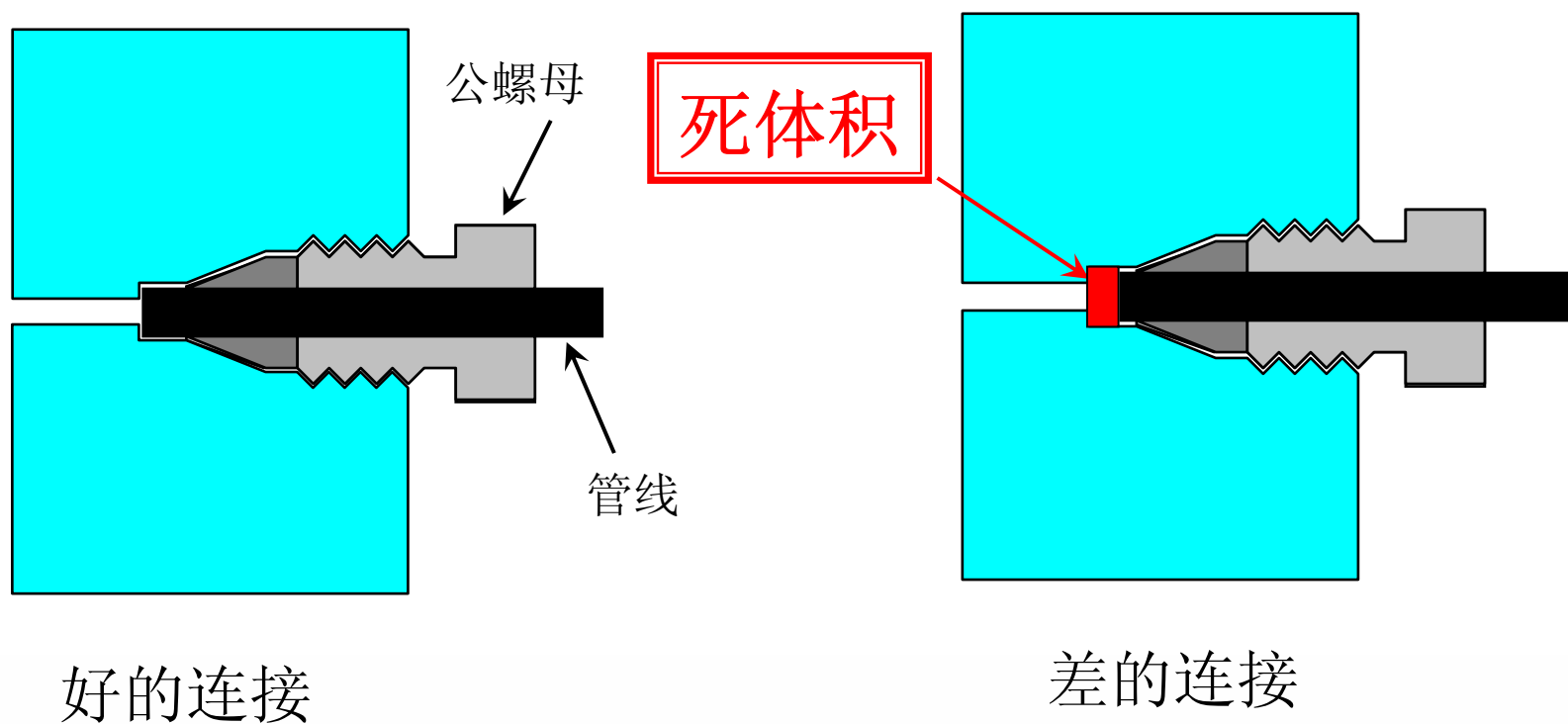
主要用于色谱柱、检测器的连接

- 易于安装
- 能承受 250 kgf/cm²压力
- 容易产生死体积



死体积

- 死体积可能会引起分离度变差和重现性变差等问题.



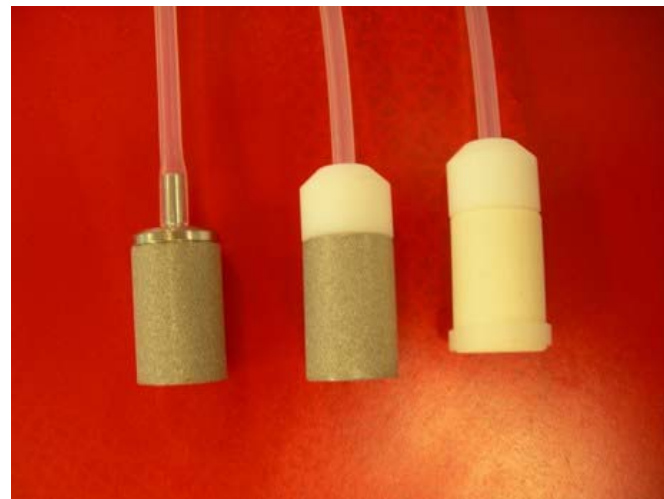
吸滤头

材料：不锈钢(或陶瓷)烧结，孔径10um

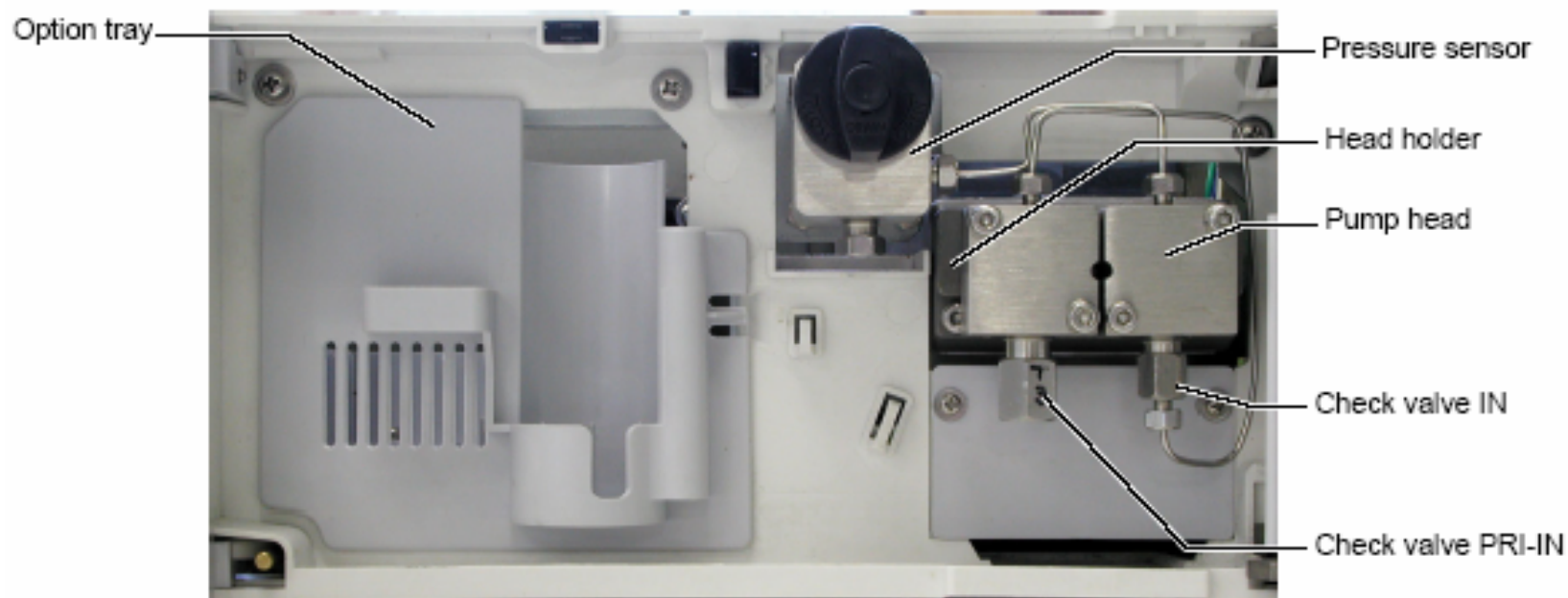
故障：堵塞

表现：管路中不断有气泡生成

措施：用异丙醇（或5%稀硝酸），超声波清洗，再用蒸馏水清洗

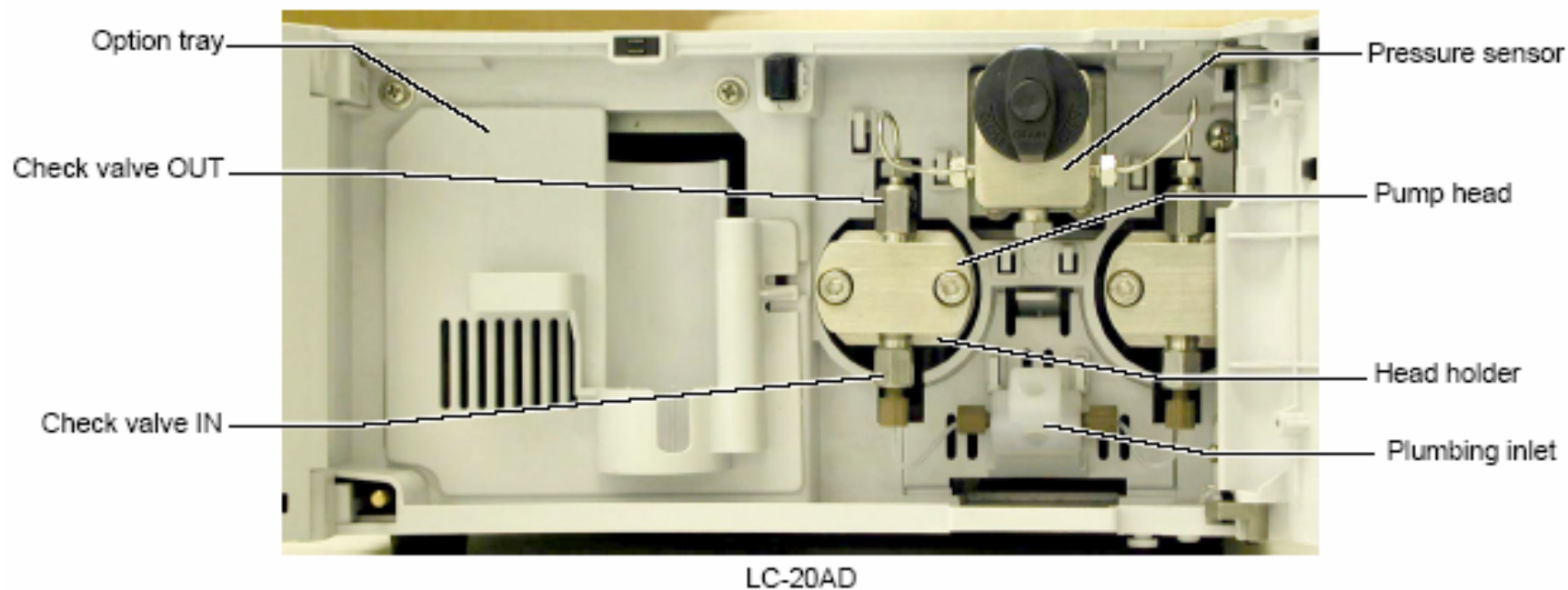


LC-20AT

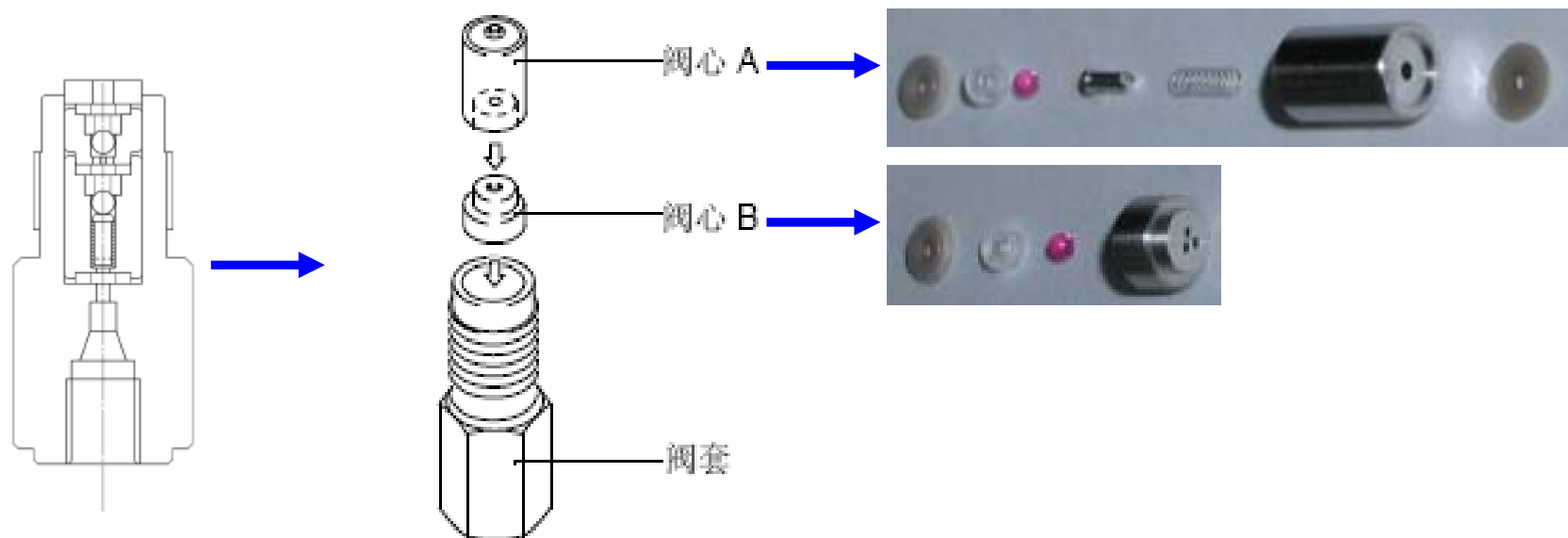


LC-20AT

LC-20AD



单向阀结构



注意： 请不要分解阀心A和阀心B
重新组装后性能不被保证，输液可能不稳定

单向阀清洗

故障：宝石球或球座受污导致密封不好

表现：系统压力波动大

措施：

- 打开排液阀，以异丙醇为流动相输液
- 拆下单向阀，放入异丙醇中，超声波清洗



注意：超声清洗时开口端向上放置。

单向阀清洗

- 故障：宝石球粘附于垫片
- 表现：泵无法吸液或排液，流路不通
- 措施：1) 用针筒抽出口单向阀以产生负压，使宝石球与垫片分开
2) 拆下单向阀，放入异丙醇或水中，用超声波清洗

柱塞密封圈



柱塞密封圈

LC-20AD

LC-20AB

LC-10ADvp

LC-2010



取下和安装
柱塞密封圈工具

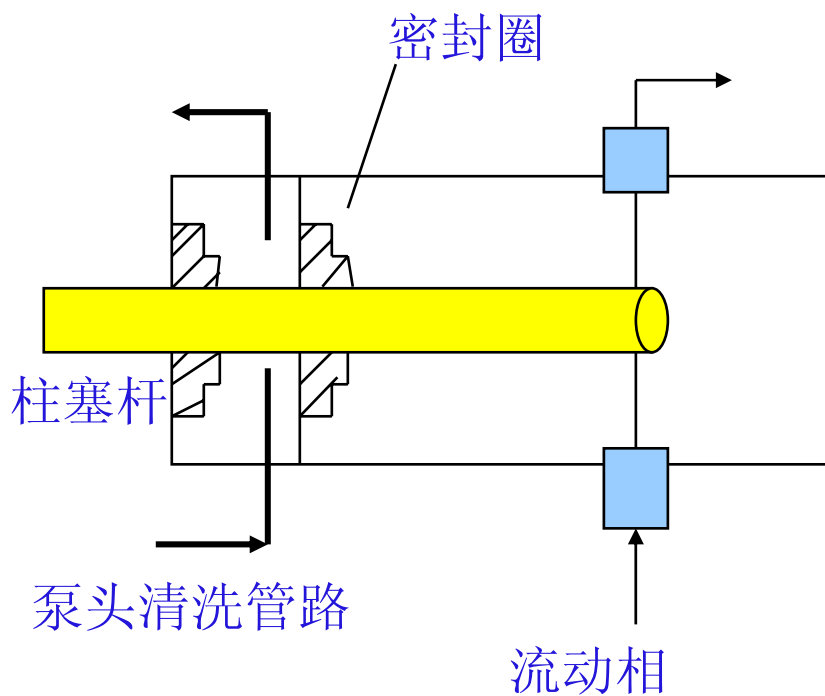


柱塞密封圈

LC-20AT

LC-10ATvp

柱塞密封圈的更换



故障：密封圈磨损导致密封不良

现象：系统压力波动大或漏液

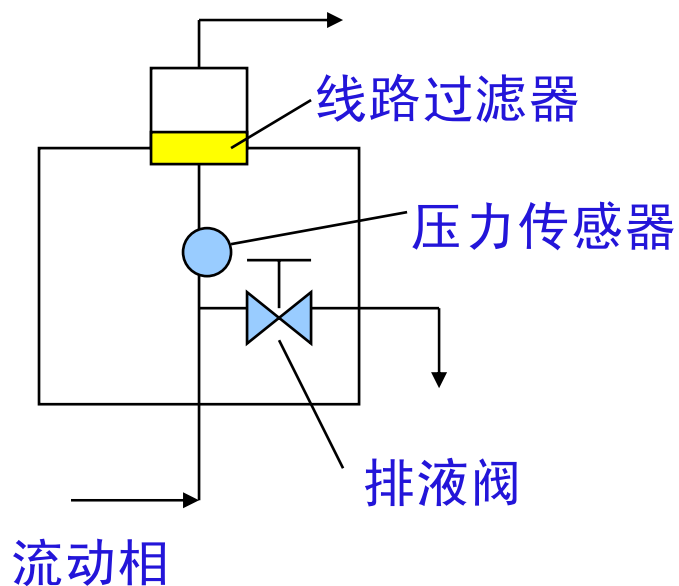
措施：更换密封圈

注意点：

1、拆卸泵头前，柱塞杆复位
(P—SET)

2、新密封圈用异丙醇浸泡15min
后再安装

线路过滤器



故障：堵塞

现象：系统压力偏高

措施：异丙醇（或5%稀硝酸），
超声波清洗

判断依据：关闭排液阀，断开出口管路，
设定流速1mL/min，如压力>0.3MPa，
则堵塞。



线路过滤器

10Avp、20A



线路过滤器安装螺母

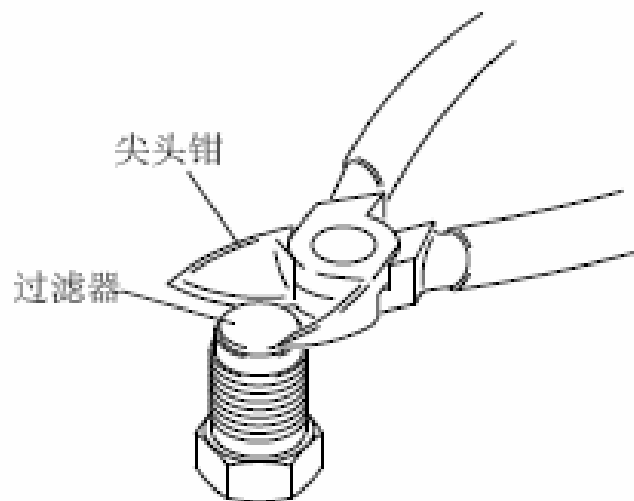
10Avp、20A



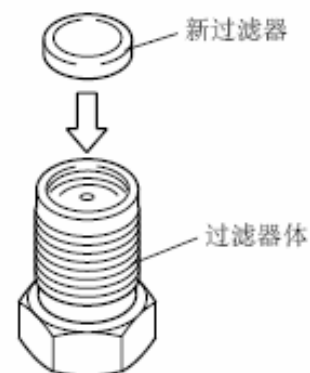
线路过滤器组件

LC-2010

过滤器的更换



旧过滤器的取出



新过滤器的安装

排液阀漏液

- 故障：排液阀垫圈损伤或密封不良
- 现象：打开排液阀进行排气时，从装有排液阀的螺口处漏液
- 措施：排液阀手柄按逆时针方向旋转取下
 - ☞ 确认垫圈表面有否损伤。
 - ☞ 有损伤，进行更换；
 - ☞ 附有脏物，擦洗掉，再确认。

排液阀

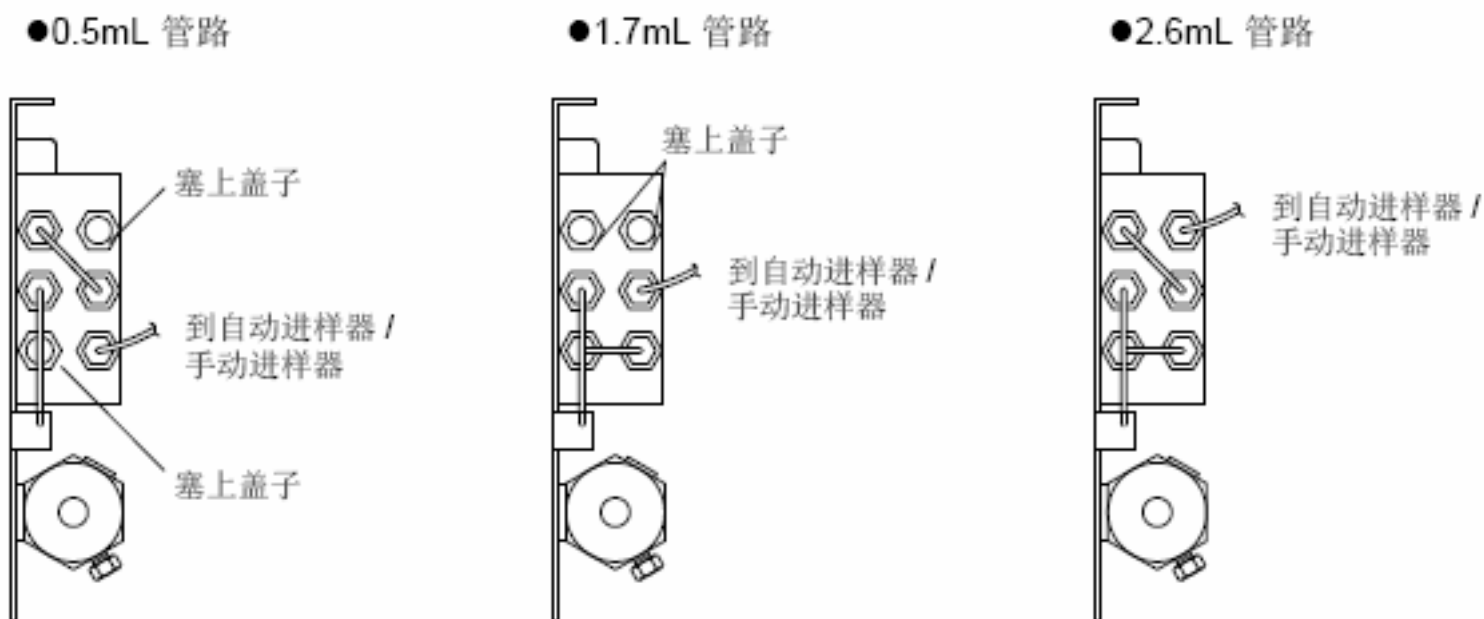


LC-20A系列泵



LC-10Avp系列泵

混合器



混合器不同体积的连接方法

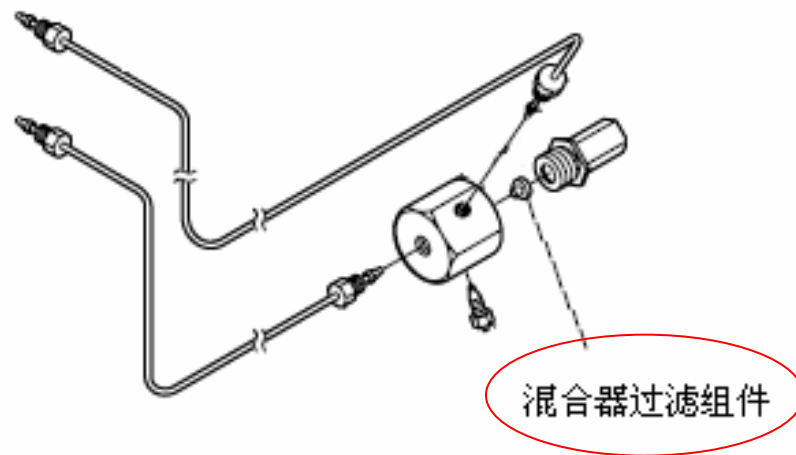
混合器过滤组件

常见故障：堵塞

混合器堵塞往往是由于混合器过滤组件堵塞引起的。

处理方法：

按图中结构卸下过滤组件，
5%稀硝酸或其他溶剂超声清洗或更换新的组件

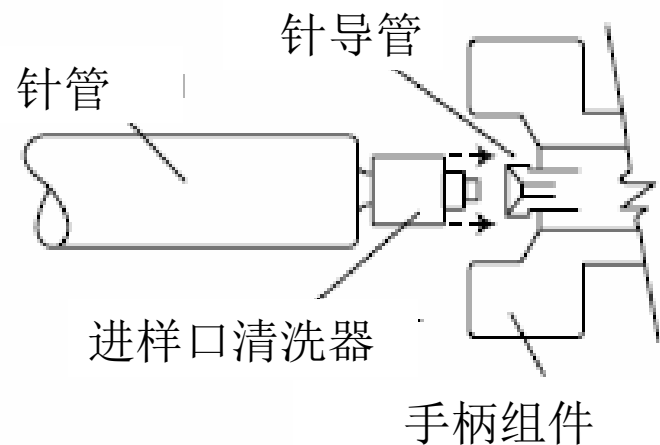


标准或半微量混合器用
(10Avp、20A)

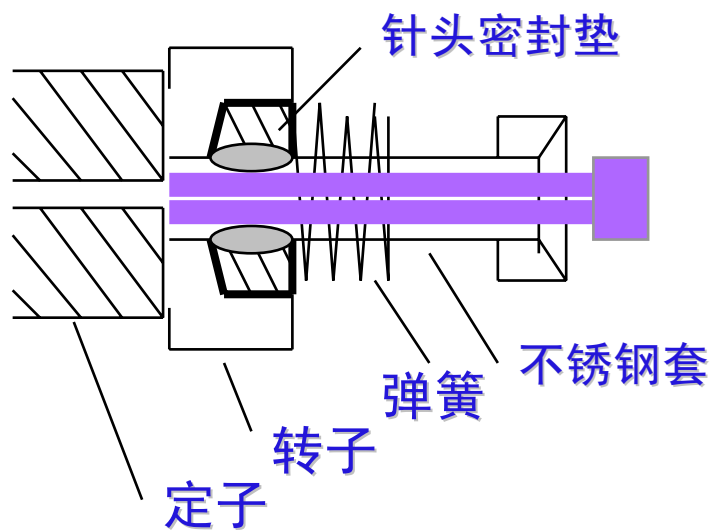
注意：请勿随意拆卸其它部分

进样口清洗

- (1) 将附件**进样口清洗器**连接在针管上，
不应使用微型注射器清洗。
- (2) 清洗液（试样溶剂或不含盐的流动相等）用注射器吸入
- (3) 在进样状态下，将针孔清洗器压接在针导管上，流入清洗液1ml左右
- (4) **使用缓冲盐后，用水清洗流路和针孔**
- (5) 清洗液可能反喷，因此注射器应慢慢地推压



手动进样器



操作注意点:

- 1) 进样时，进样针应插到底
- 2) 不使用时将针头留在进样器内
- 3) 进样应使用液相色谱专用平头进样针
- 4) 样品溶液pH小于10，常用密封垫的Vespe1材质，适用pH<10，否则换Tefzel或PEEK材质的密封垫pH 0-14
- 5) 清洗应使用专用针口清洗器

色谱柱的日常保养

- ☞ 购买新柱后一定要仔细阅读说明书，确认柱的使用条件以及清洗再生步骤，按照说明书条件测试色谱柱柱效，记录使用压力
- ☞ 定期检测柱压和柱效
- ☞ 不同流动相之间转换时应注意溶剂的互溶性
- ☞ 确认样品不会在流动相中析出或带有固体不溶物，请使用0.45um或0.2um的一次性滤膜过滤样品，或者进行前处理。
- ☞ 为了延长色谱柱使用寿命，请使用保护柱。
- ☞ 定期用合适的溶剂清洗或再生色谱柱
- ☞ 长期不用时，清洗干净后，使用柱子说明书中指定的溶剂保存。柱子要从仪器上卸下并用堵头密封后保存。
- ☞ 定期用合适的流动相清洗保存的柱子，避免干涸。

色谱柱柱效降低原因

- 滤片或填料堵塞
- 样品或流动相中杂质吸附
- 机械振动产生空隙
- 填料变性

滤片或填料堵塞

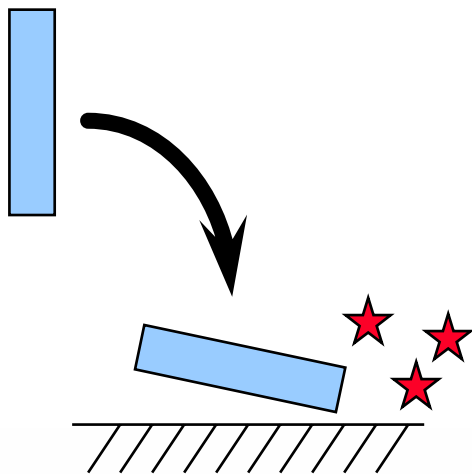
- 使用预柱
- 缓冲液和溶剂使用0.45um滤膜过滤
- 样品溶液使用0.45um滤膜过滤

措施：

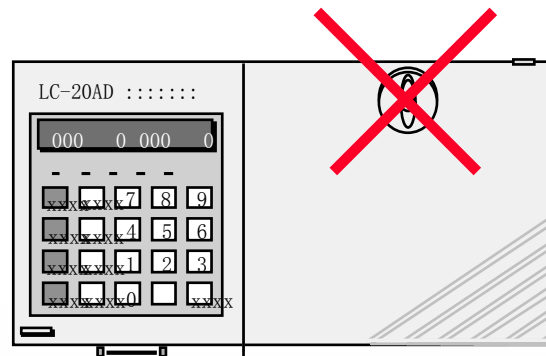
- 反向连接色谱柱，使用清洗溶剂以小流量送液
- 打开柱头，清洗或更换滤片

机械振动产生空隙

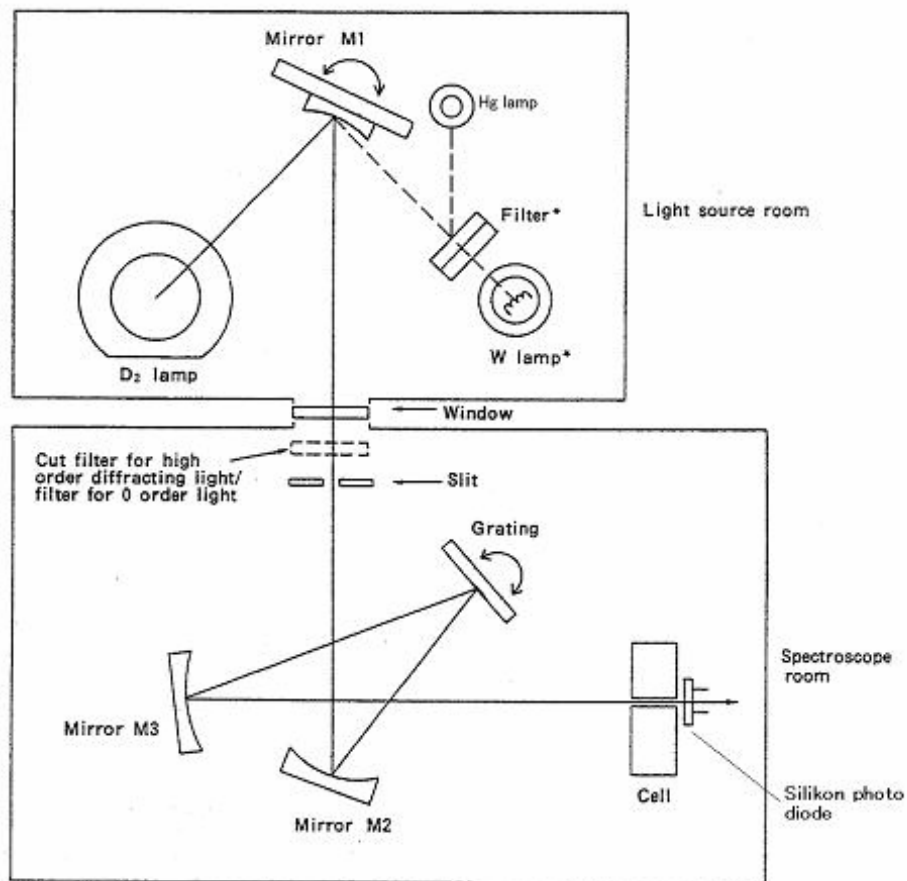
- 不要撞击色谱柱，如：色谱柱掉落或柱压急剧变化。



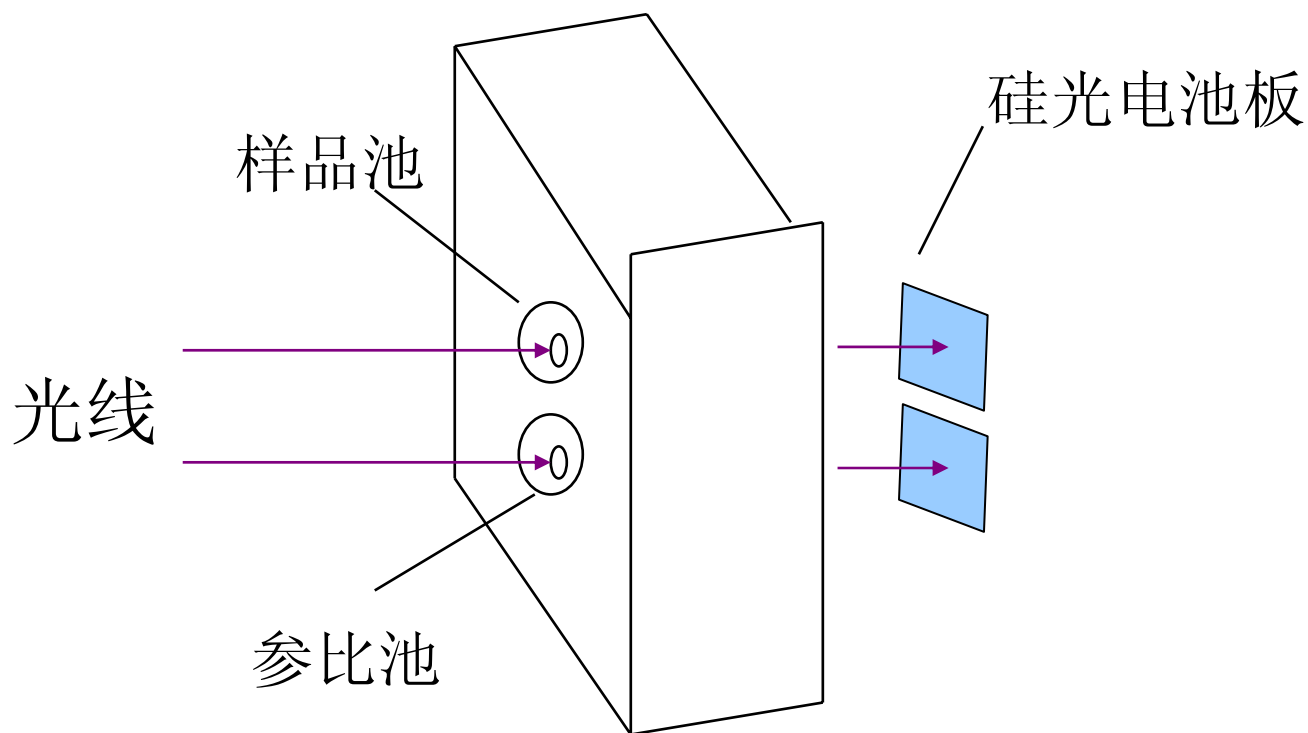
输液时不要打开排液阀



紫外检测器光路图



紫外检测器



紫外检测器故障判断

性能判断

	新的时候	A	B
SMPL EN	800	100	100
REF EN	900	800	150

A:池子、透镜污染

B:灯老化

检测池清洗

故障：样品池受污

表现：样品池和参比池能量相差较大

检查方法：设定250 nm波长，通甲醇或水，查看SMPL EN 和 REF EN，如两者相差较大，则样品池受污

措施：用针筒注入异丙醇，清洗样品池；如污染严重，拆开样品池，将透镜等放入异丙醇中清洗。



更换氙灯

- 判断氙灯能量:

设定220nm波长，检查参比池能量，如能量低于800，需考虑更换氙灯。



SPD-10A/SPD-10Avp
SPD-20A/AV用

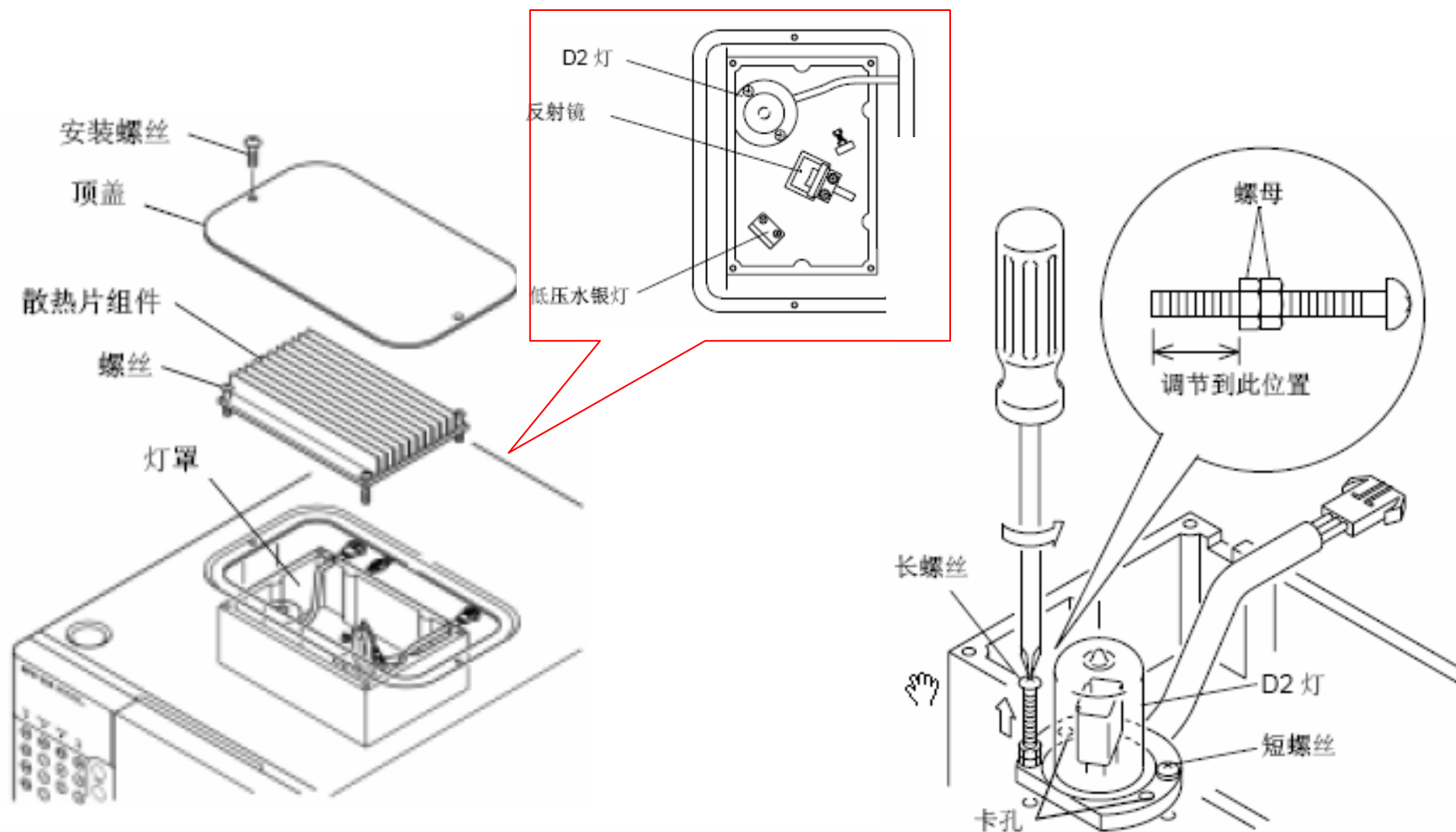


SPD-M10Avp/SPD-M20A用



LC-2010系列用

氙灯的更换



紫外灯的保养

- ➡ 氙灯保证寿命为2000小时
- ➡ 保证仪器的使用环境
- ➡ 在分析前、柱平衡得差不多时，再打开检测器紫外灯；
- ➡ 不要频繁的开关紫外灯，同样会损害紫外灯的寿命。一般间隔时间在三小时以上时

非常感谢
大家对岛津的支持!!!