

液相色谱保养常识介绍

——上海鑫饰化工科技有限公司

一、仪器安装条件注意事项

安装本仪器的实验台应水平，稳固，并具有足够的放置空间，避免在有腐蚀性气体、大量灰尘或能产生强磁场的地方安装本仪器，否则会影响仪器正常运转并且缩短仪器使用寿命。

由于仪器所用溶剂是易燃并且有毒，故安装设备的房间应彻底通风，否则会引起中毒或刺激，也会引起火灾。

确保仪器电源的电压稳定，否则会导致仪器的不正常运作。

实验室的室温尽可能控制在 15℃-30℃ 范围内，并且波动要小；湿度在 45%-85% 范围内。

由空调或其他设备产生的气流不要直吹仪器，避免光线直射及振动。

仪器启动顺序：先开仪器，待紫外检测器自检完毕，回到默认波长 254nm 后，打开工作站软件。

仪器关闭顺序：先按泵停止，关闭检测器，退出工作站软件，关闭总电源。

二、各单元日常维护

1. 贮液器

清洁是保持流动相贮液器正常使用的关键，必须使用 HPLC 级或相当于该级别的流动相，并要先经 0.45μm 薄膜过滤。改变流动相时应防止交叉污染，陈旧的流动相和用久了的试剂瓶应定期废弃，防止生长微生物和组分改变。贮器内壁定期清洗，里面的附件要经常更换。

2. 泵

泵的密封圈是最易磨损的部件，密封垫圈的损坏可引起系统的许多故障。有人建议 3 个月换一次垫圈。但也不能一概而论，要看垫圈的材料质量，使用压力大小、保养以及缓冲液的情况而定。采取下列措施可以延长垫圈的寿命：

- ① 每天要把泵中的缓冲液体洗干净，防止盐沉积，泵要浸在无缓冲液的溶液或有机溶剂中；
- ② 用 HPLC 级试剂；
- ③ 使用过滤滤芯，以注意防止因泵阻塞造成压力过高而损坏柱塞杆或烧坏电机。

泵的压力不稳定

在安装调试时以及在日常使用过程中，若出现压力不稳的现象。原因有几点：

- a. 管路里有气泡，建议由流动相多走些时间。或打开排空阀，用配件里的针筒多抽几下。还有就是关紧排空阀，堵住检测器上的背压管，使流通池的压力增加，赶出气泡。

分离纯化技术咨询电话：15800716931 联系人：刘工

上海鑫饰化工科技有限公司提供中高压制备色谱，各种规格中高压玻璃柱，球形硅胶、C8、C18，色谱树脂等。同时提供专业色谱分离纯化技术服务及工艺放大服务，化合物定制合成。

b. 输入单向阀失效所致，这也是经常遇见的。首先如何判断输入单向阀失效。判断步骤为：

如果是双泵梯度分析系统，故泵压力不稳必然是其中一台泵压力不稳所致，须逐个分析。

- 1 在不开 UV 检测器，工作站的前提下，将其中一台泵接上蒸馏水作为流动相。
- 2 打开排空阀，用针筒抽出些流动相，确认泵中已有该流动相，然后将针筒内的液体排出，并重新接在排空阀上。
- 3 启动冲洗功能。流量 3ml/min，时间 5min（注意：此时排空阀仍要打开，否则将冲坏色谱柱）
- 4 冲洗完毕后，查看针筒内流动相体积是否为 15ml（ $3 \times 5 = 15$ ），若正确，则说明该泵在低压情况下无故障；若不正确，则说明该泵中某一单向阀失效（一般为输入单向阀）。
- 5 用同样方法测试另外一泵
6. 等度只要测试一台就可以了。

造成单向阀失效原因有几点：

1. 液相色谱从成品到客户手中有一段时间，出厂前每台仪器都要经过调试，一段时间内不用会造成内部残留流动相与宝石球粘连的情况。客户长期不用也会造成类似情况，建议客户在长期不使用情况下，每周用甲醇作为流动相，开机 1 小时使管路充满液体。
2. 流动相内杂质或其它原因污染了单向阀。虽然有的客户认为流动相已过滤过了，但长期使用后，由于液相色谱是微量分析仪器，难免会产生类似情况。这是液相色谱的普遍现象，国内外的泵只要是被动单向阀，都会有类似现象发生，这并不是仪器的质量问题，而是日常维护的一部分。现在介绍一个简单而有效的单向阀失效的处理办法。

单向阀失效处理方法：

拧下输入单向阀（一共两个）

将 2 个单向阀放入有蒸馏水的超声波清洗器，清洗 10 分钟。

完毕后，将输入单向阀装回原位即可。（注意单向阀须拧紧）

若两个泵在低压状态下流量都正确，则建议分别将两泵连接上色谱柱进行高压测试。

高压测试具体操作方法：

分离纯化技术咨询电话：15800716931 联系人：刘工

上海鑫饰化工科技有限公司提供中高压制备色谱，各种规格中高压玻璃柱，球形硅胶、C8、C18，色谱树脂等。同时提供专业色谱分离纯化技术服务及工艺放大服务，化合物定制合成。

在双泵分析系统连接的前提下，只须先打开其中一泵（确认接好流动相） 设置流量 1ml 启动泵：观察运行期间，泵的压力是否稳定。若稳定，说明泵无问题；若泵压力不稳，则应检查各管路接头有无泄露，并将有泄漏的接头拧紧；若无泄漏，则问题可能还是出在单向阀上，须再次冲单向阀，反复试验。

（注：不必打开 UV 检测器）

重复上述步骤，对另一台泵进行高压测试

如还出现压力不稳的情况，有可能密封圈受损，建议更换。

3. 检测器

要保持检测器清洁，每天用后连同色谱柱一起冲洗。提倡不定期用强溶剂反向冲洗检测池（脱开柱）。用脱过气的流动相，防止空气泡卡在池内。**为了延长灯的使用寿命，不要频繁开关检测器，因为频繁的开关，会缩短灯的使用寿命**

4. 手动进样阀的维护注意事项

对于手动进样阀，停机后要用溶剂冲洗干净进样器内残留的样品和缓冲盐，防止无机盐沉积和样品微粒造成阀转子面磨损或阻塞。特别是当使用缓冲溶液后，或者进浓度差异比较大的样品时要用专用工具而不是带针头的注射器冲洗进样阀，冲洗时必须冲洗进样阀两头数次，每次数毫升。

安装时进样阀的 5，6 出口要与注射器在同一水平线上，以防止虹吸现象的发生，导致进样量的重复性变异。

进样量的多少要根据定量管的环体积决定：

当样品量较少时：进样体积由注射器的进样体积决定。

当样品量较多时：进样体积由定量管的体积决定，为保证样品完全把定量管的流动相置换干净，需注射 5-6 倍的环体积。

要使用专用的液相注射器进样，绝对不可用气相注射器尖针头进样。

5. 色谱柱

防止柱性能下降有以下几方面的措施：

溶剂的化学腐蚀不能太强；

分离纯化技术咨询电话：15800716931 联系人：刘工

上海鑫饰化工科技有限公司提供中高压制备色谱，各种规格中高压玻璃柱，球形硅胶、C8、C18，色谱树脂等。同时提供专业色谱分离纯化技术服务及工艺放大服务，化合物定制合成。

避免微粒在柱头沉降；

泵上要装压力限制器，防止压力过高冲击大；

流动相 $\text{pH} > 7$ 时用大粒度同种填料作预柱；

为了保护色谱柱，延长其使用寿命，建议在使用时，加上保护柱，防止柱头堵塞，影响分析效果。

色谱柱长时间不用，存放时，柱内应充满溶剂（甲醇或乙腈），两端封死。

上海鑫饰化工科技有限公司一家专业从事分离纯化技术服务和提供中高压制备色谱仪，以及化合物定制合成（如鱼藤素，石杉碱甲等）的公司。我公司最大的亮点是提供专业级分离纯化技术服务和工艺放大服务，同时提供各种高附加值化合物的定制合成服务，化合物结构解析以及活性测试，全自动中高压制备色谱，中高压玻璃柱，塑料柱等等。

目前，我方面已经成功分离纯化过的天然产物单体超过 1000 个，拥有解决各种天然产物，药物杂质，合成产物分离纯化难题的能力，欢迎同行业广泛交流。 我公司的中高压制备色谱在化学成分分离和中草药提纯等方面用的最多。目前为客户纯化过的样品种类繁多，例如：花色苷、人参皂苷、芦荟苷、叶黄素和儿茶素、矢车菊素、芍药苷、卵磷脂等等。同时也承担药物杂质的分离纯化工作以及各种化合物定制合成项目，化合物结构解析和活性测试。

色谱分离纯化过程中常见问题例如：1、水溶性化合物分离纯化问题，极性很大，正丁醇部位或者水提取物；2、异构体的分离纯化问题；3、有的化合物从头到尾都出来，就是分离纯化不出单体；4、样品小量制备可实现很好的分离纯化效果，但是样品量一旦大了就分离纯化不好；5、怎么把 HPLC 分析条件转化为中高压制备色谱分离纯化条件，一次进样几十毫克—几克级别的问题，而且纯度 98% 以上；6、样品溶解性差，分离纯化上样难的问题。因涉及问题众多，这里就不逐个列举出来了，真诚欢迎与各位朋友交流。

咨询电话：15800716931

交流 QQ：835997796

联系人：刘工

E-mail: 15800716931@163.com

地址：上海市浦东新区三林路 235 号

分离纯化技术咨询电话：15800716931 联系人：刘工

上海鑫饰化工科技有限公司提供中高压制备色谱，各种规格中高压玻璃柱，球形硅胶、C8、C18，色谱树脂等。同时提供专业色谱分离纯化技术服务及工艺放大服务，化合物定制合成。