

岛津高效液相色谱仪的日常分析注意事项，供您参考，具体如下：

1. 关于试剂

试剂类别：有机溶剂，无机化合物，水

试剂的要求：

- 1) 有机溶剂的级别 HPLC 以上专用试剂。
- 2) 无机化合物要求分析纯以上。
- 3) 水要求是去离子纯净水。

2. 流动相

要求：

- 1) 无气泡，通过超声脱气，通氮气等方法进行脱气。
- 2) 纯净无杂质，常用方法为用0.45微孔过滤膜进行过滤。

3. ODS 柱的注意事项

- 1) 压力 注意每根柱的耐压(最大使用压力)。
- 2) PH 的范围 不同柱子的 PH 值范围有所不同。
- 3) 清洗 柱子需要必要的清洗，请用户参考柱子的说明书。
- 4) 保存 长时间不使用柱子时需要合适的试剂进行保存，请参考柱子的说明书。

4. 样品的注入方式及进样量

1) 注入方式 在 INJ 位置将进样针插入，然后再将手柄扳到 Load 位，在 Load 位时将样品匀速推入定量环，在从 Load 位扳到 INJ 位置即完成进样过程。

2) 进样量 对于20微升定量环，进样量20微升以下，5微升以上可用微量注射针进样(看刻度)。5微升以下可能回会造成样品重复性变差。20 微升以上(利用定量环)建议用户注射量为定量环的3倍以上，即大于60微升。

以上建议主要是减少进样误差，提高重复性。

5. 检测器的背压及各种检测池的耐压

- 1) 紫外检测器 耐压< 30kg/cm²f
- 2) 检测器荧光 耐压< 30kg/cm²f
- 3) 示差检测器 耐压< 30kg/cm²f

检测器后面加一些背压主要目的是防止气泡滞留在检测器中。

高效液相色谱的常见故障及排除方式

1、关于吸滤过滤器堵塞

现象：塞吸现象、管路中不断产生气泡

处理方式：将吸滤头1从溶剂管中拔出，放在正己烷或稀硝酸(一般<10%)中超声清洗。

2、在线过滤器堵

现象： 不连接柱子及管路、混合器(松开泵进混合器或柱子的管路接头)，设定泵流速为1ml/min，泵压力大于0.3MPa，说明在线过滤器堵。

处理方式： 一般建议用户更换新的过滤器，仪器型号：LC-10ADVP，LC-10ATVP，LC-20A，LC-20AD，LC-10AT，LC-8A，LC-6AD 等可以将在线过滤器拆下，用稀硝酸(浓度小于10%)，进行超声清洗。

3、压力波动的原因及处理方法

产生波动的原因：有气泡；

密封圈有磨损，产生微量的泄液；

进口单向阀中有异物(较常见)；

在线过滤器，管路，柱子进口处有盐析出或杂物；

处理方法：流动相进行脱气，排除流路中的气泡；

更换密封圈；

清洗进出口单向阀，将单向阀置于烧杯中，用异丙醇进行超声清洗；

检查并清洗过滤器及流路。

4、混合器堵及解决方法

双泵高压梯度系统有高压混合器，长时间使用后会产生不同程度的内部过滤器堵。

处理方法：

1) 先把混合器的预混合腔整体拆下，再拆下1号和2号处。

2) 建议用户不可拆开2号和3号之间的连接。

3) 取出混合器内部的过滤器5-1。

4) 将过滤器置于稀硝酸中进行超声清洗。

5、引起柱压升高的原因

色谱柱长时间使用后用户发现柱压比以往要高出许多，造成此情况可能由以下几个因素引起。

1) 在线过滤器堵。

2) 高压混合器堵。

3) 进样器堵。

4) 流路中部分细管堵。

5) 流通池堵

(6) 柱子内部吸附样品产生堵

确认发法：进行分段检测，确认的确是柱子压力高还是以上5点原因中某个引起的。

6、进样峰分叉的原因

A) 流路及柱子等没有做任何改变的情况下，分析样品时，被检测峰产生分叉，则说明保护柱或分析柱柱效下降，需再生保护柱或分析柱。

B) 柱的出口到检测池的管路偏长或管路内径宽所致(常用内径0.3mm以下)，导致样品扩散，造成峰分叉。

7、什么情况下需更换 D2 Lamp?

A) 在 SPD-10A, SPD-10Avp, SPD-20A 上查看参比池的能量，若能量值(REF EN)偏低(220nm时)，一般在400以下，则被认为需要更换氘灯。

B) 显示 D2 Lamp ERROR 时，一般情况下认为氘灯不良需更换。

C) 氘灯超过使用时间(最多2000小时)，需要更换氘灯。

8、造成检测池能量低的原因

A. 氘灯使用时间过长(大于2000小时)，灯老化所致

B. 光路系统受到污染或老化

说明：检测池能量高低以参比池为准。

9、检测池中有气泡如何排除

一般情况下，很小的气泡会停留在检测池中，所以需要在池管路出口1处加一个背压管，池中气泡不易在池中产生。(加背压：出口处加上一段阻尼管增加压力)

10、如何清洗流通池

一般情况下，请用户不要将池拆散，而是用仪器附带的工具进行清洗。常用流程：水-----甲醇-----异丙醇-----甲醇，或再用稀硝酸冲洗池流路。

11、基线漂移，噪音增大的原因

- 1)、所用试剂不纯
- 2)、整个流路系统不干净
- 3)、流动池污染
- 4)、氘灯使用时间过长
- 5)、电压不稳，或者有环境干扰
- 6)、柱子污染等因素

12、梯度洗脱时可能产生的干扰峰

在进行梯度洗脱时，由于溶剂的变化，导致吸光度背景值的该改变。所以会产生基线上下波动，这是正常现象。由于不断的洗脱。特别是水及无机盐混合的流路，流过柱子后部分杂质被柱子吸附，随着体系洗脱液极性的变化，以及在不同的检测波长下，某些成分被检测，导致在没有进样情况下，基线上出现峰，即被认为干扰峰。

13、ODS 柱的再生

ODS 柱子使用一段时间后可能会导致柱效下降，此时需要对柱子进行再生，提高柱效。

- 1)、甲醇冲洗半小时
- 2)、三氯甲烷冲洗十分钟
- 3)、异丙醇冲洗十分钟
- 4)、三氯甲烷冲洗十分钟
- 5)、甲醇冲洗半小时

说明：柱使用时间的长短与被分离的样品有很大的关联，所以碰到像生物样品、血制品、发酵产品等中均含有不同程度的蛋白质及大分子量的组分，柱子很容易损坏，柱效易下降。这种情况下用以上方式进行再生几乎没有明显的改变。

以上内容转载自色谱仪网 (<http://www.hey17.com>), 希望对您有所帮助!