

第四部分

维护基础知识

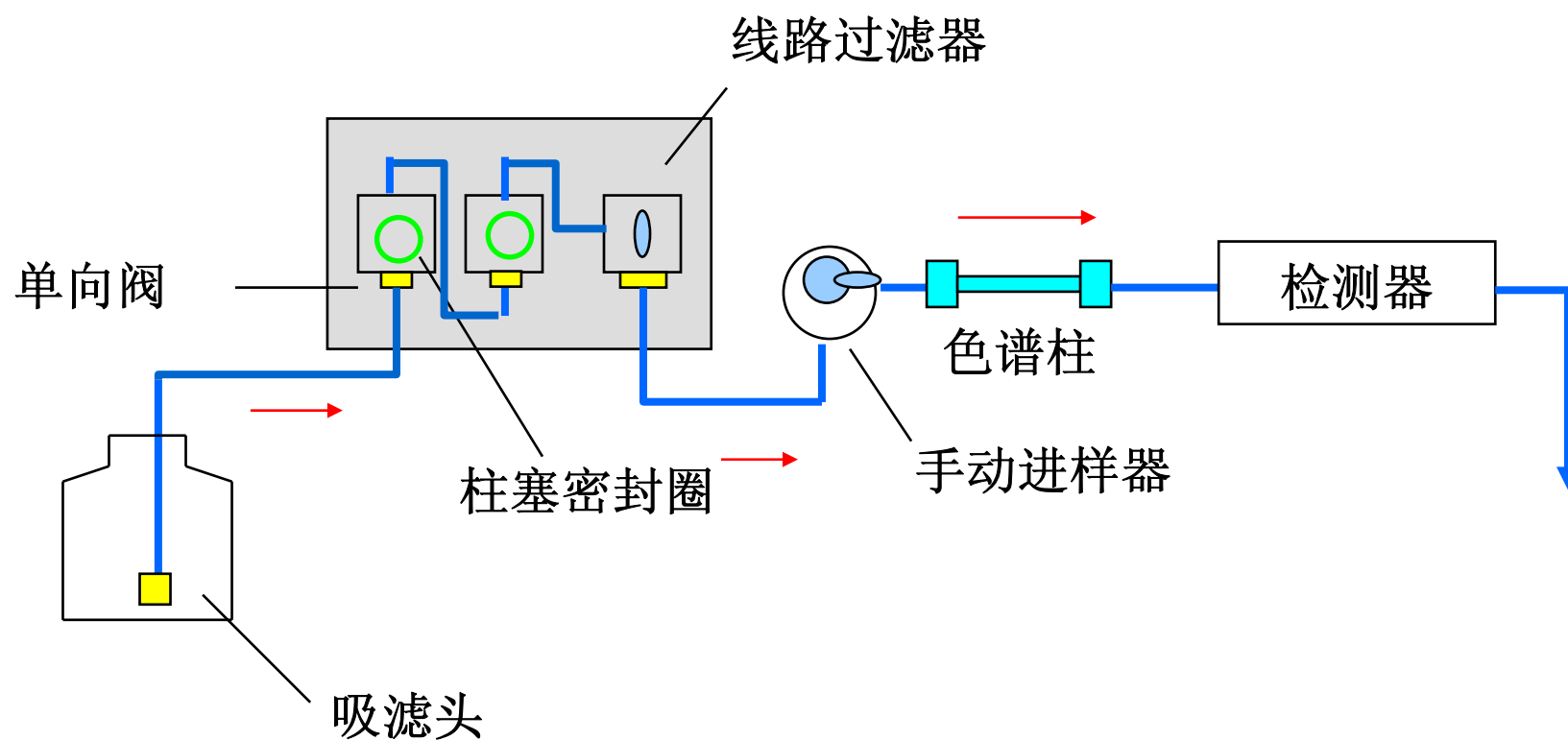
日常维护

目的：维持仪器处于正常运作状态，有效的**降低仪器发生故障的频率，延长仪器的使用寿命。**

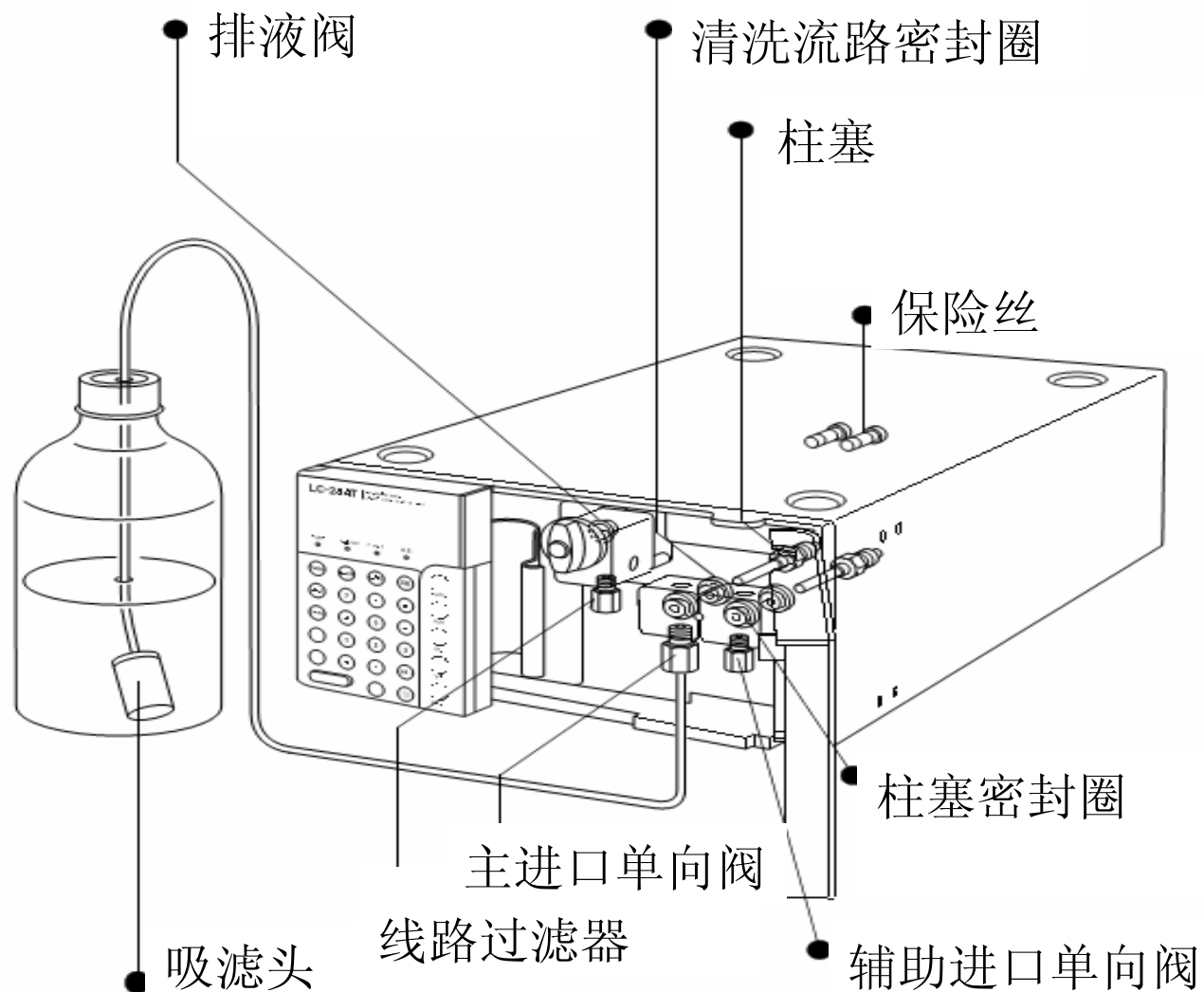
准备工作：

- ❖ 使用&维护日志
- ❖ 设备的耗材和备件
- ❖ 维护工具箱
- ❖ 试剂（甲醇、异丙醇、稀硝酸等）
- ❖ 超声波清洗机

液相系统维护流程图



输液系统日常维护部件



管线选择

❖ 材料

不锈钢

特氟隆 (Teflon)

聚醚醚酮 (PEEK)

❖ 尺寸

不锈钢材质管路	PEEK材质管路
<u>0.1 mm I.D.</u> x 1.6 mm O.D.	
<u>0.3 mm I.D.</u> x 1.6 mm O.D.	<u>0.13 mm I.D.</u> x 1.6 mm O.D.
<u>0.5 mm I.D.</u> x 1.6 mm O.D.	<u>0.25 mm I.D.</u> x 1.6 mm O.D.
<u>0.8 mm I.D.</u> x 1.6 mm O.D.	

管线材料

- ❖ 不锈钢 (可用于所有连接)
 - ❖ 能承受几百MPa 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 25 MPa压力
 - ❖ 可在整个pH范围 (pH 1-14) 内使用
 - ❖ 不适用高溶解性溶剂如三氯甲烷、四氢呋喃等

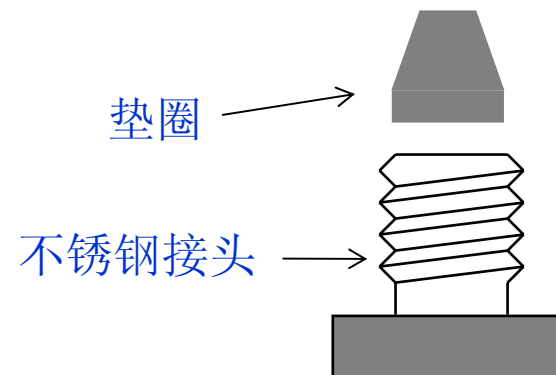
- ❖ Teflon (用于柱后阻尼管、反应管和排液管)
 - ❖ 化学惰性大
 - ❖ 仅能承受 0.5 MPa压力

接头

❖ 不锈钢接头 / 垫圈

主要用于输液泵、进样器的管路连接

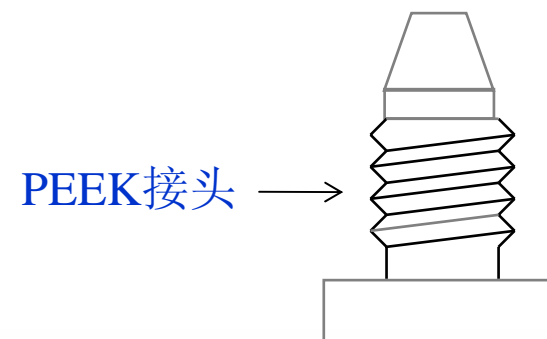
- ❖ 能承受 40 MPa 以上的压力
- ❖ 一旦固定，垫圈不可再动



❖ PEEK接头

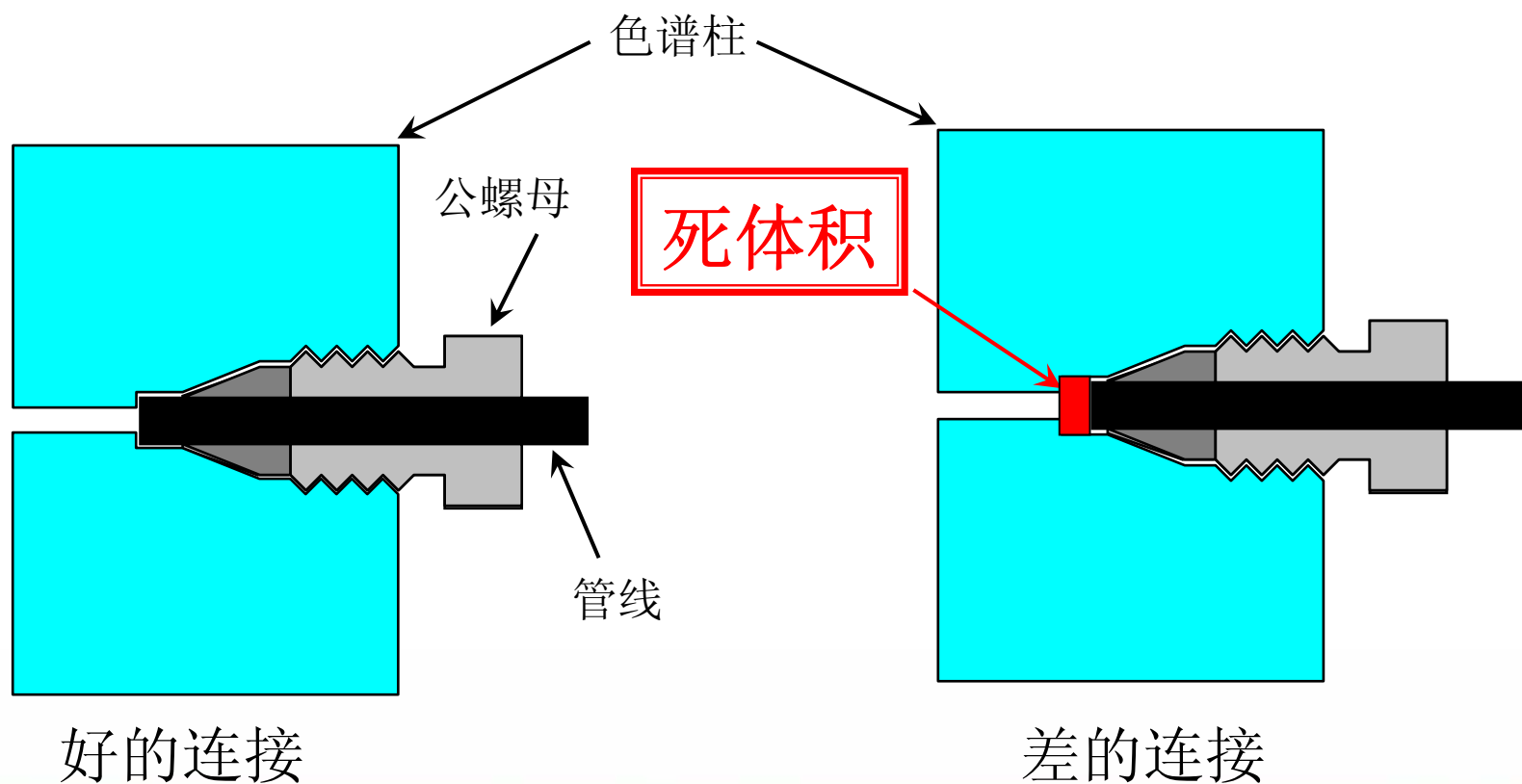
主要用于色谱柱、检测器的管路连接

- ❖ 易于安装
- ❖ 能承受 25 MPa 的压力
- ❖ 容易产生死体积



死体积

- ❖ 产生原因：由于管路连接不好产生的额外体积
- ❖ 死体积可能会引起分离度下降和重现性变差等问题



吸滤头

材料：不锈钢烧结(或陶瓷)，孔径 10 μm

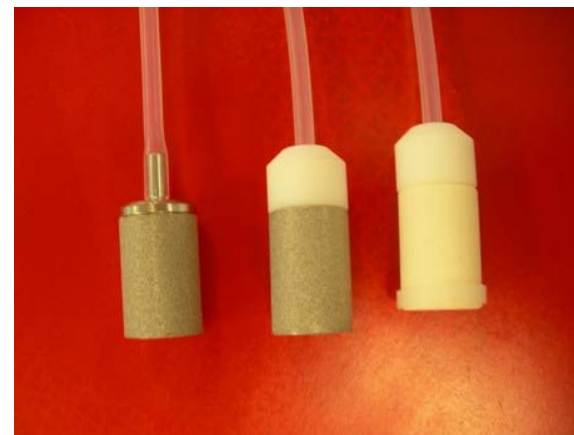
功能：防止较大固体不溶物进入液相色谱系统

日常维护：定期使用异丙醇（或5%稀硝酸）清洗

故障：吸滤头堵塞

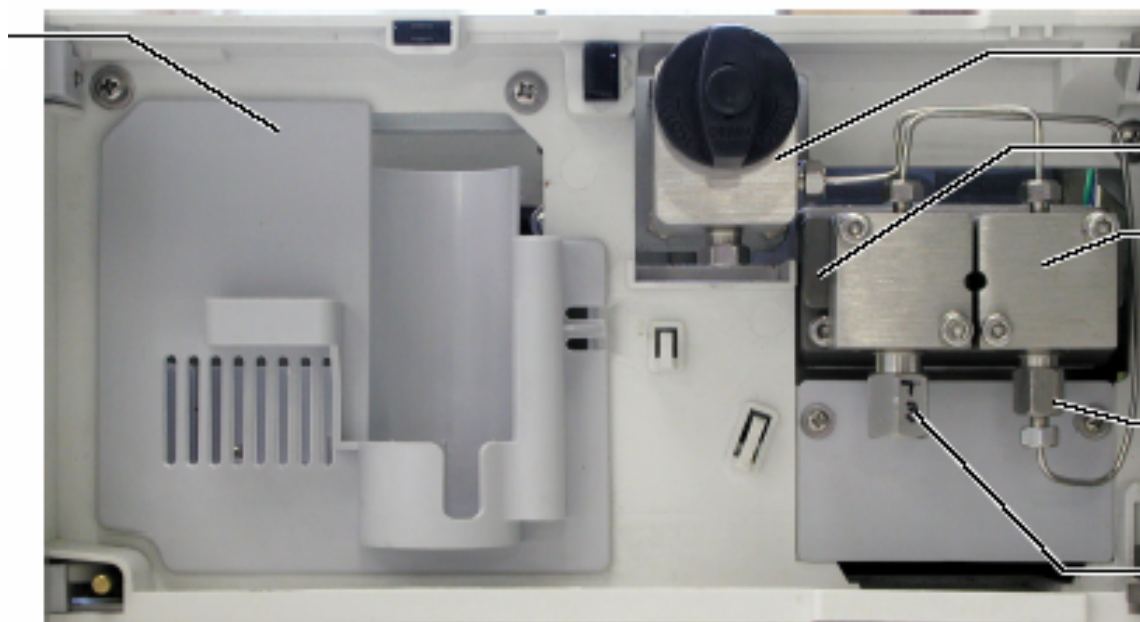
现象：管路中不断有气泡生成

措施：用异丙醇（或5%稀硝酸）浸泡并进行超声波浴清洗，再用蒸馏水清洗至中性



LC-20AT

选配件支架



压力传感器

泵头固定座

泵头

辅助进口单向阀

主进口单向阀

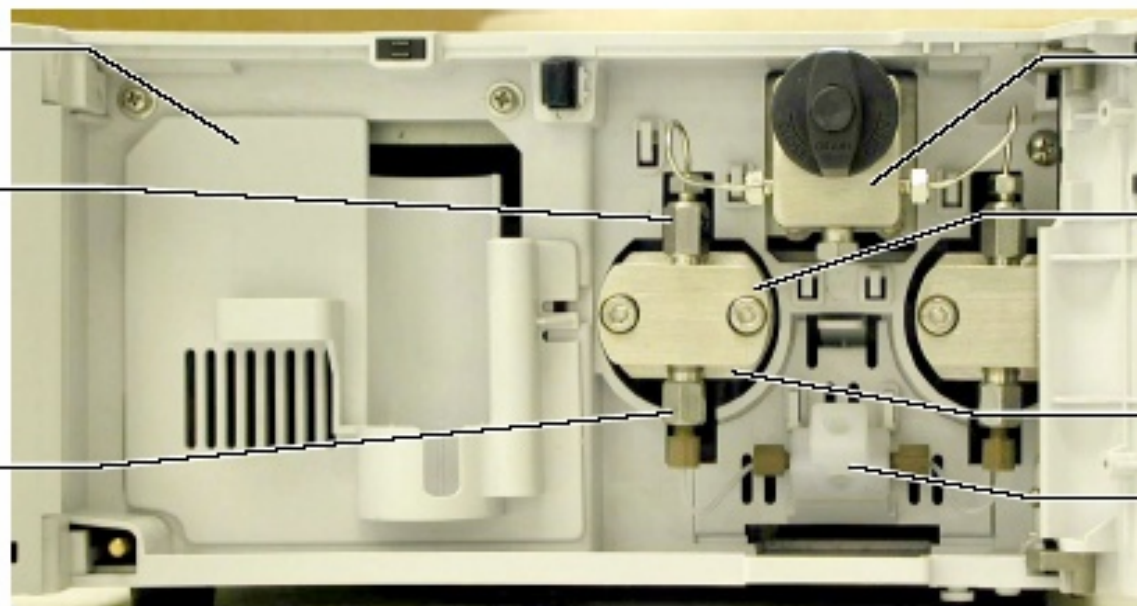
LC-20AT

LC-20AD

选配件支架

出口单向阀

进口单向阀



压力传感器

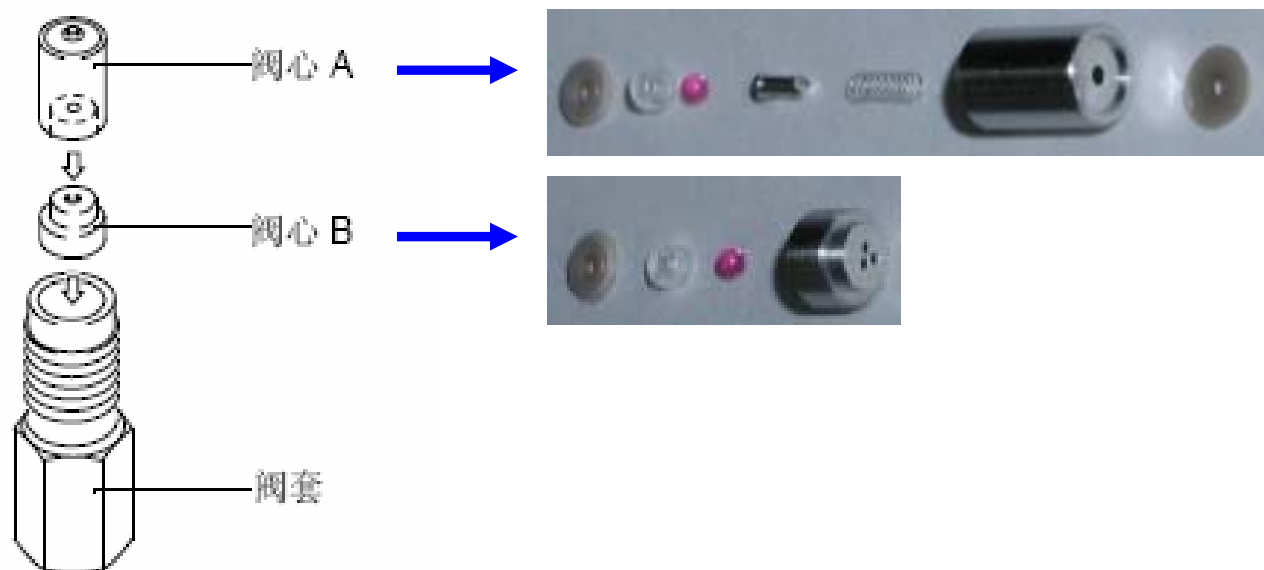
泵头

泵头固定座

进液口

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

单向阀故障处理

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：

- 1) 打开排液阀，用泵输送或用注射针打入异丙醇进行清洗
- 2) 拆下单向阀，放入异丙醇中，超声波浴清洗



注意：超声波清洗时开口端向上放置。

单向阀故障处理

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，利用产生的负压使宝石球
与垫片分开

2) 拆下单向阀，放入异丙醇或水中，用超声波浴清洗

柱塞密封圈



柱塞密封圈
LC-20AD
LC-20AB
LC-10ADvp
部件号 [228-35146](#)

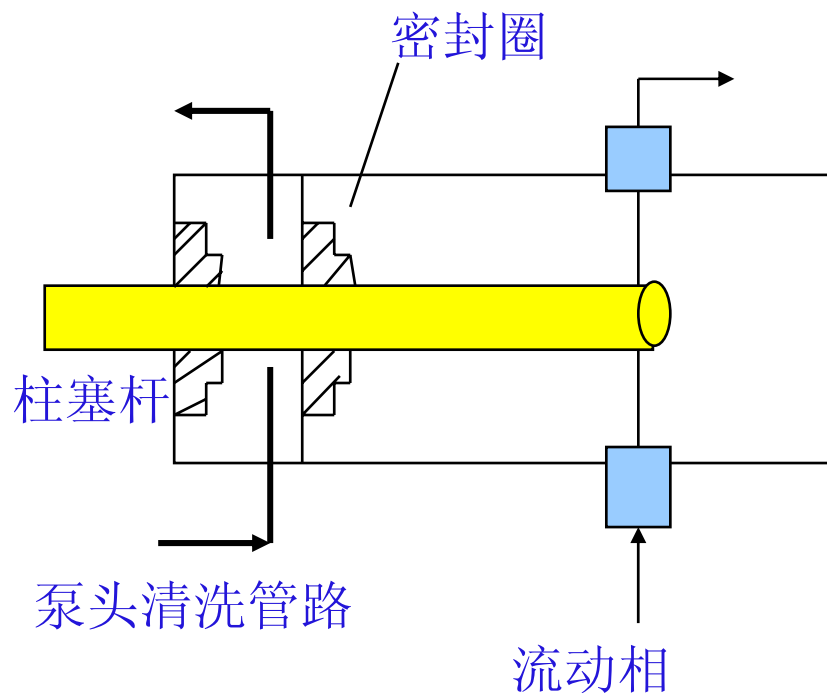


取下和安装
柱塞密封圈工具



柱塞密封圈
LC-20AT
LC-10ATvp
部件号: [228-35145](#)

柱塞密封圈故障处理



故障：密封圈磨损导致密封不良

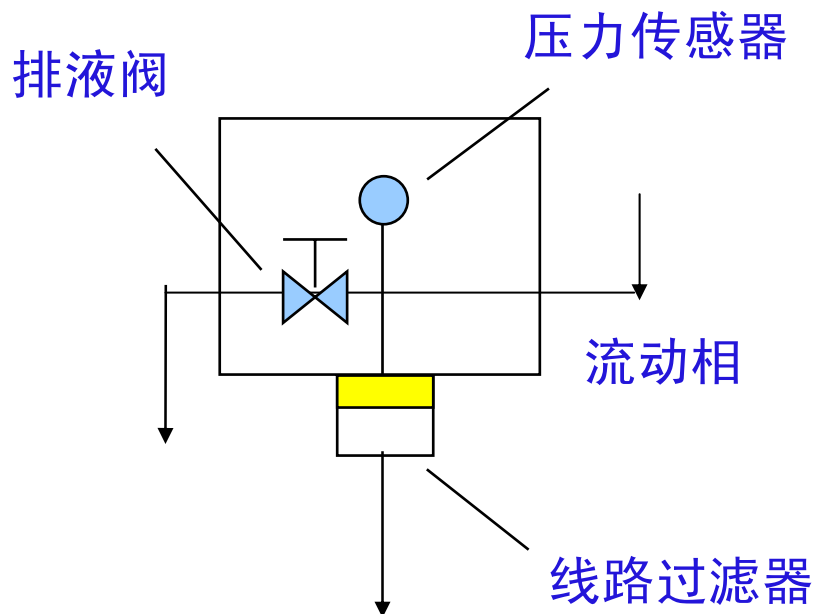
现象：系统压力波动大或漏液

措施：更换密封圈

注意：

拆卸泵头前，必须将柱塞杆复位（仪器面板上的P-SET界面）

线路过滤器



故障：堵塞

现象：系统压力偏高

判断依据：关闭排液阀，断开出口管路，设定流速1mL/min，如压力>0.3 MPa，可以判定为线路过滤器堵塞。

措施：以异丙醇(或5%稀硝酸)为清洗剂，超声波浴清洗。再用水洗至中性。



线路过滤器
10Avp、20A



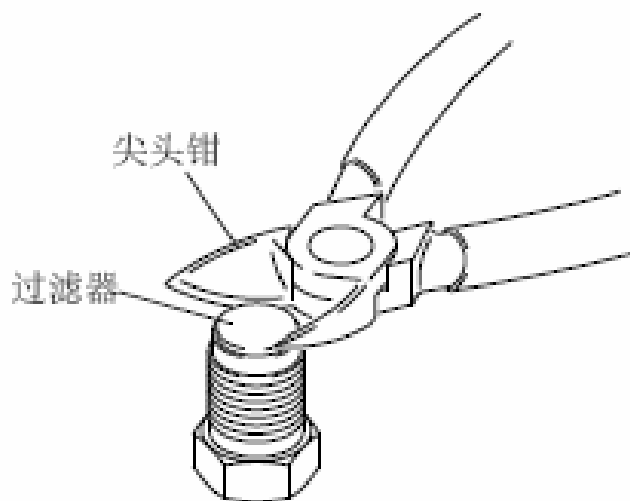
线路过滤器安装螺母
10Avp、20A



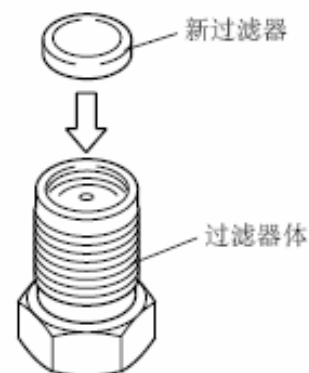
线路过滤器组件
LC-2010

过滤器的更换

- ❖ 如果清洗无法解决故障，需要更换线路过滤器。



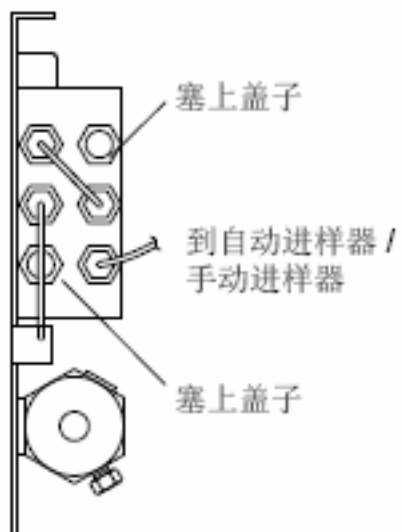
旧过滤器的取出



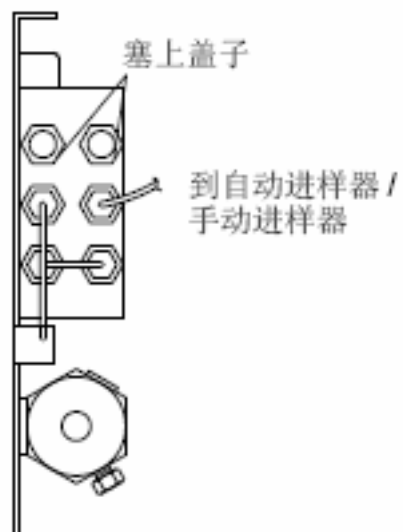
新过滤器的安装

混合器

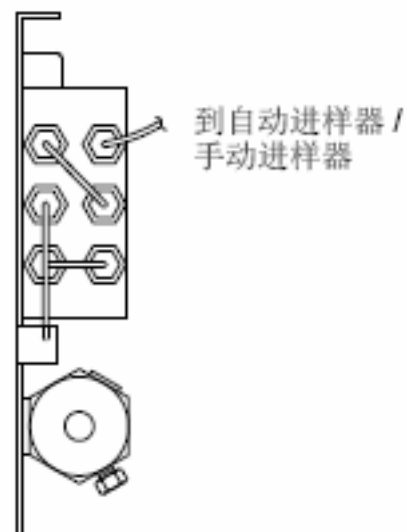
●0.5mL 管路



●1.7mL 管路



●2.6mL 管路



混合器不同体积的连接方法

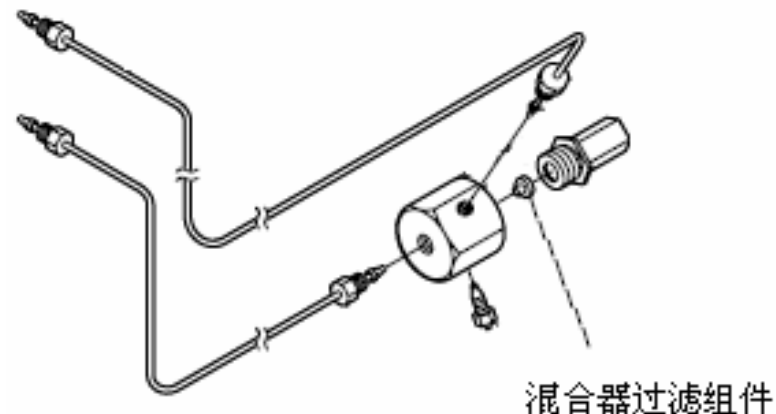
混合器故障处理

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波
浴清洗或更换新的组件



标准或半微量混合器用
部件号：228-18872-93

LC-20AT 各部件定期检查和维护清单

检查/维护项目	6个月	1年	2年	3年	备注
更换柱塞密封圈		×			
清洗并检查（更换） 柱塞		×			
更换清洗流路密封圈			×		
检查（更换）辅助进 口单向阀并做超声波 浴清洗		×			
检查（更换）主进口 单向阀并做超声波浴 清洗		×			
检查（更换）并清洗 线路过滤器	×				
检查（更换）并清洗 吸滤头			×		
更换排液阀				×	
泵组件润滑				×	请咨询岛津各办事处维修部
保险丝更换				×	

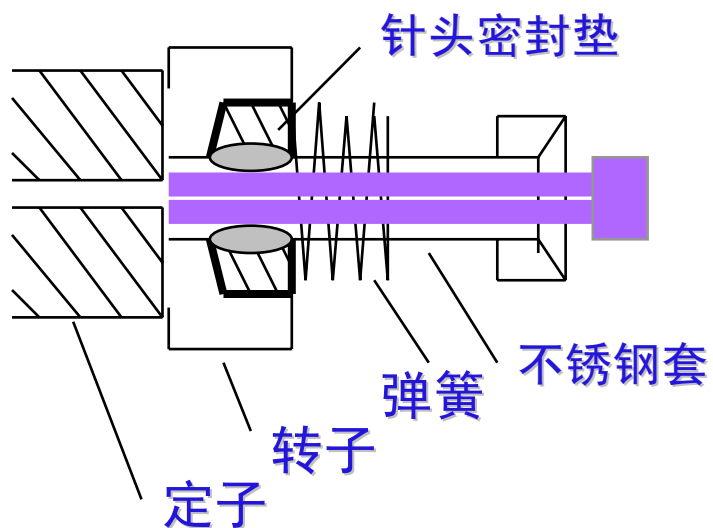
LC-20AD 各部件定期检查和维护清单

检查/维护项目	6个月	1年	2年	3年	备注
更换柱塞密封圈		×			
清洗并检查（更换） 柱塞		×			
检查（更换）膜片			×		更换柱塞时同时更换
检查（更换）出口单 向阀并做超声波浴清 洗		×			
检查（更换）进口单 向阀并做超声波浴清 洗		×			
检查（更换）并清洗 线路过滤器	×				
检查（更换）并清洗 吸滤头			×		
更换排液阀				×	
泵组件润滑				×	请咨询岛津各办事处维修部
保险丝更换				×	

手动进样器



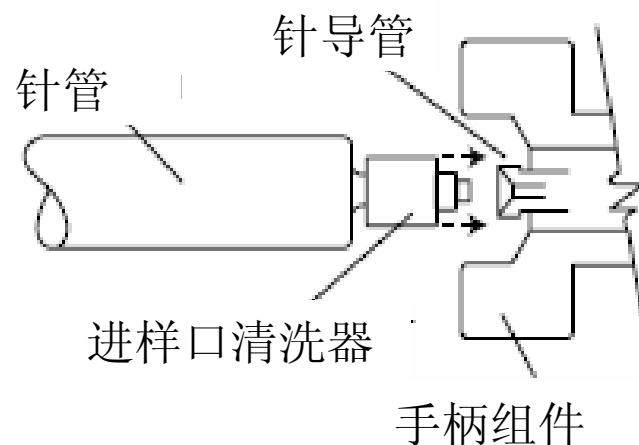
手动进样器操作注意事项



1. 进样请使用液相色谱专用平头进样针
2. 进样时，进样针应插入针导管到底
3. 清洗请使用专用进样口清洗器
4. 样品溶液pH小于10, 常用密封垫的Vespel材质（适用pH<10），否则换Tefzel或PEEK材质的密封垫（pH 0-14）
5. 不使用手动进样器时将针头留在进样器内

手动进样器维护要点

1. 将附件**进样口清洗器**装在注射器上
2. 用注射器吸入清洗液（试样溶液或者不含盐的流动相等）
3. 在进样（INJECT）状态下，将进样口清洗器压接在针导管上，注入清洗液约1mL
4. 使用缓冲溶液后，用纯化水清洗流路和针导管
5. 不能使用微型注射器清洗手动进样器
6. 请缓慢推压注射器，以免引起清洗液反喷



自动进样器



自动进样器各部件定期检查和维护清单

检查/维护项目	1年	2年	3年	6年	备注
更换针管密封圈		×			在大约40000次进样后更换
更换柱塞密封圈		×			
更换计量泵柱塞		×			
更换低压阀转子	×				在大约60000次进样后更换
更换低压阀定子				×	
更换高压阀转子			×		在大约100000次进样后更换
更换高压阀定子				×	
更换定量环		×			在大约40000次进样后更换
清洗并检查（更换） 溶剂过滤器	×				
针管更换		×			在大约40000次进样后更换
保险丝更换			×		
面板更换（仅适用于SIL-20AC）					如果样品冷却器存在过的冷凝则更换
润滑油		×			请咨询岛津各办事处维修部
清洗泵				×	6年后更换（大约 700000秒）

思考题

现象：在分析样品过程中，系统压力不断升高。

问题：如何确认压力升高的原因？

故障根源的确认：分段排除法

- ❖ 如果确认是由色谱柱引起的压力升高，应如何处理？在实验过程中，如何避免这种情况出现？

色谱柱常见故障分类

- ❖ 柱压过高
 - 不同色谱柱有差异
 - 不同系统有差异
 - 不同色谱条件有差异
- ❖ 柱效低
- ❖ 重复性差
- ❖ 回收率低甚至不出峰

柱压过高

原因

- ❖ 微粒堵塞
- ❖ 不可逆吸附
- ❖ 细菌生长

解决方法

1. 正向冲洗色谱柱
2. 反向冲洗色谱柱
3. 超声清洗色谱柱筛板

日常使用注意点

1. 过滤流动相和样品
2. 恰当的样品前处理方法
3. 使用保护柱
4. 注意冲洗系统

柱效低

原因

- ❖ 色谱柱被污染
- ❖ 筛板堵塞
- ❖ 柱内死体积增加

解决方法

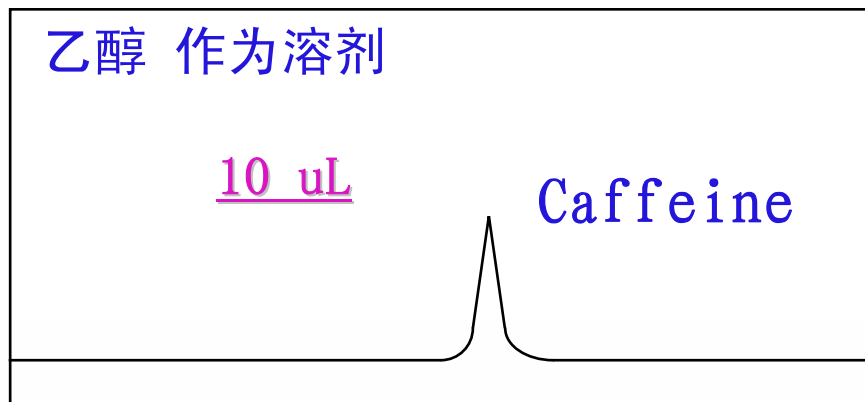
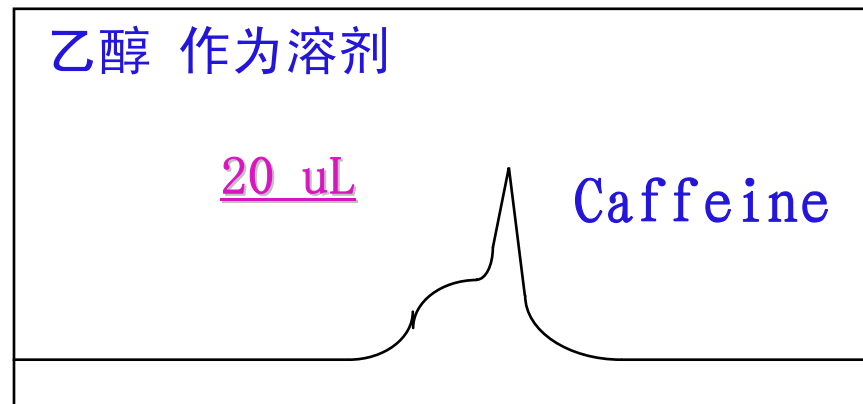
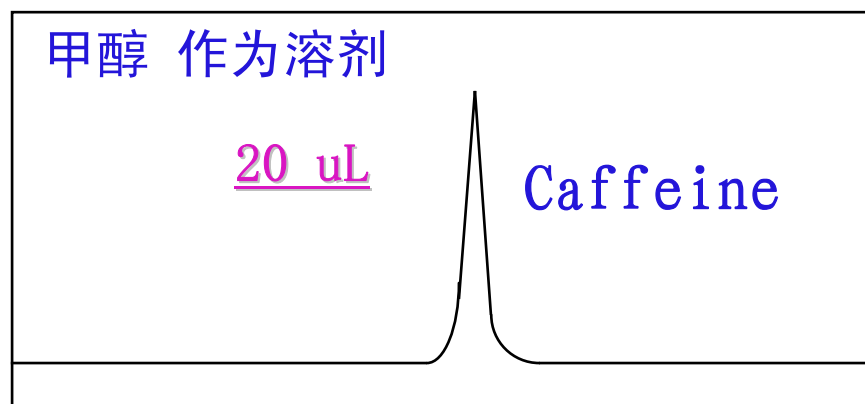
1. 正向冲洗色谱柱
2. 反向冲洗色谱柱
3. 超声清洗色谱柱筛板
4. 柱内死体积增加，需更换新柱

日常使用注意点

1. 定期冲洗色谱柱
2. 防止机械震动和柱压急剧变化
3. 关注色谱柱柱效变化

例子：溶解样品的溶剂选择不当

- ❖ 建议使用流动相溶解样品，不要选择高溶解性的试剂

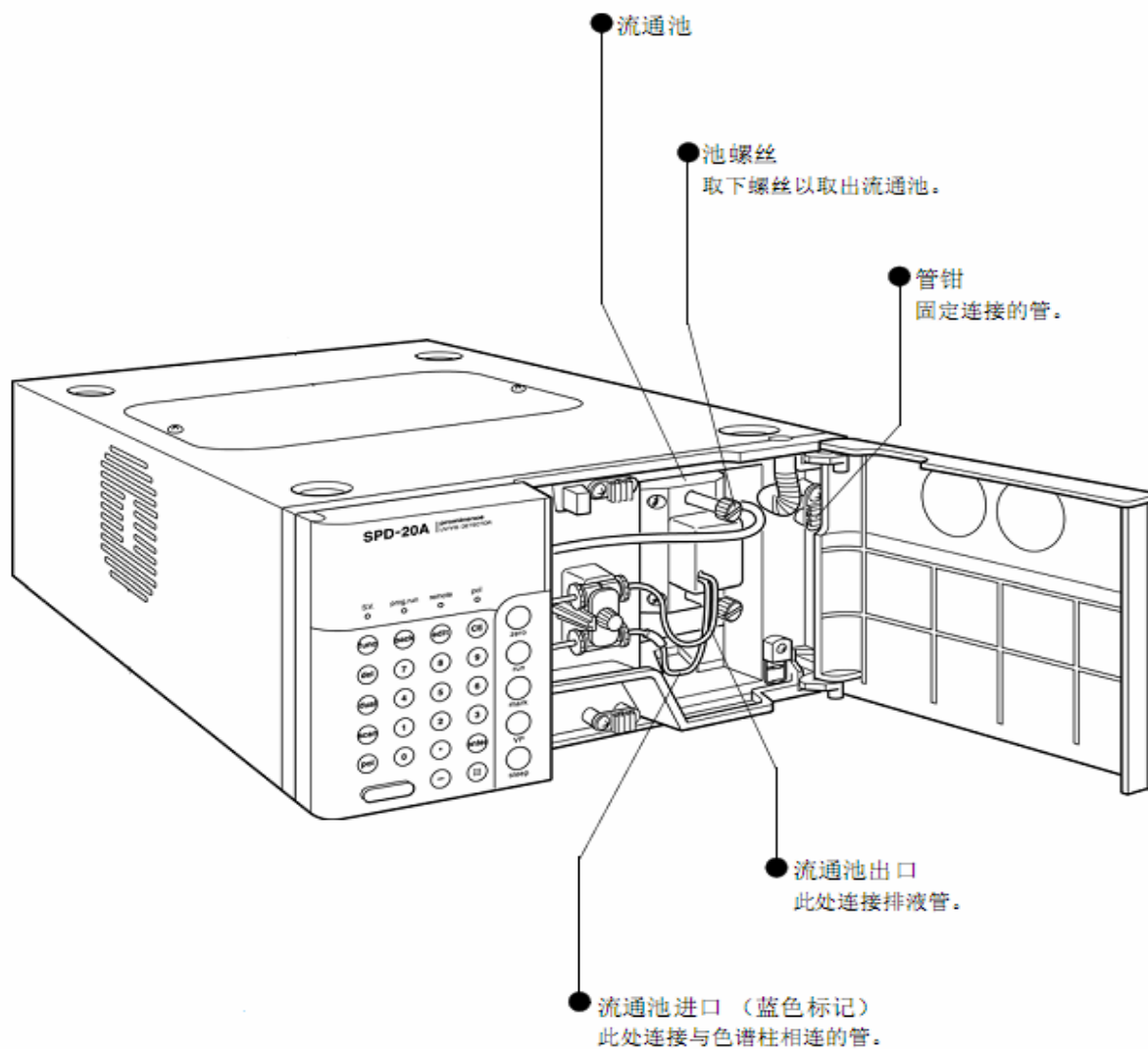


注意：方法开发阶段，请选择合适的进样量

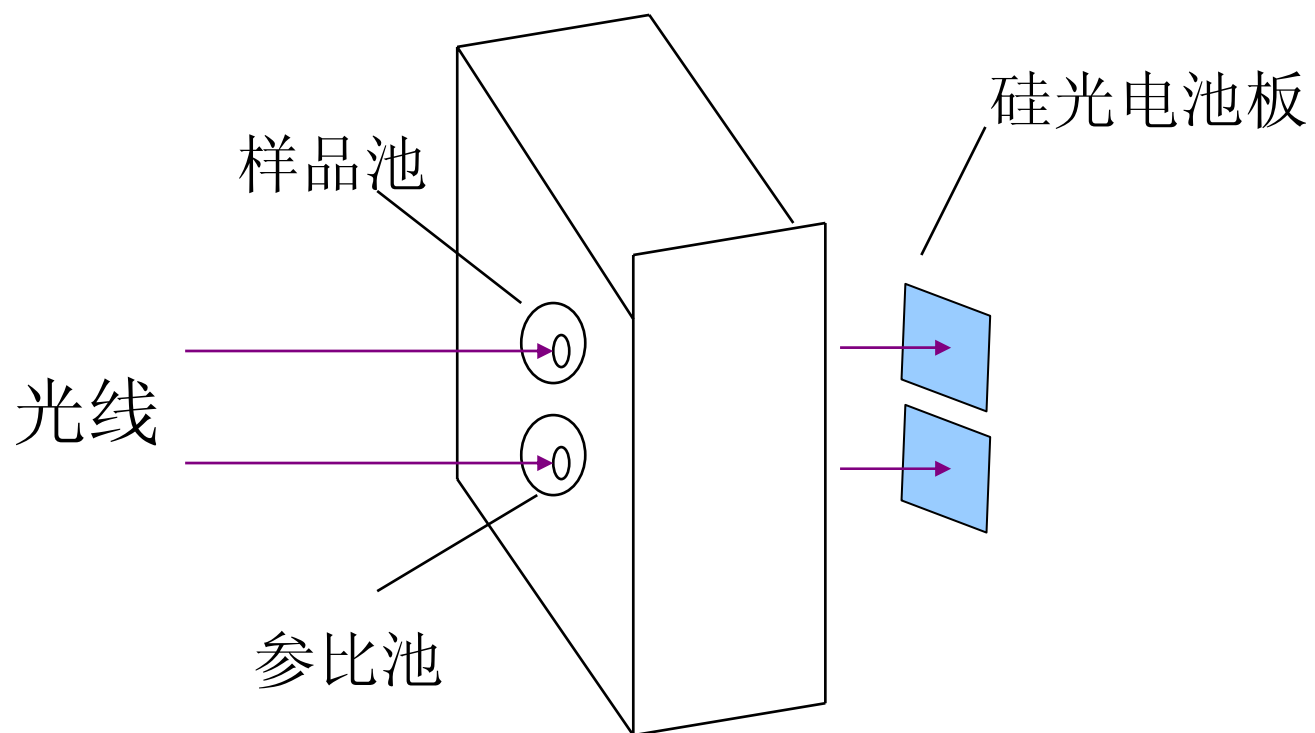
色谱柱的使用注意点

- ❖ 购买新柱后请务必仔细阅读**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**，保留所得色谱图，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**
- ❖ 确认样品在流动相中有好的溶解度；进样前请使用0.45 μm 或0.2 μm 的一次性滤膜过滤样品，或者进行其他**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（说明书推荐的溶剂）清洗或再生色谱柱
- ❖ 长期不用色谱柱时，应在**彻底清洗**后使用说明书中指定的溶剂保存柱子。然后从仪器上卸下色谱柱，用堵头**密封保存**
- ❖ 定期用合适的流动相清洗保存的柱子，避免干涸

紫外检测器



紫外检测器



检测器基线异常

- ❖ 基线噪音异常大
 - ❖ 输液泵或检测器内存在气泡
 - ❖ 检测器污染
 - ❖ 灯老化

- ❖ 出现漂移或波动
 - ❖ 系统污染，如色谱柱、管路、检测器和流动相等
 - ❖ 室温变化（如空调出风口直吹检测器）

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：样品池污染

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，则样品池污染

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。



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

更换氙灯

❖ 判断氙灯能量:

设定220 nm波长，检查参比池能量，
如能量低于800，需考虑更换氙灯。

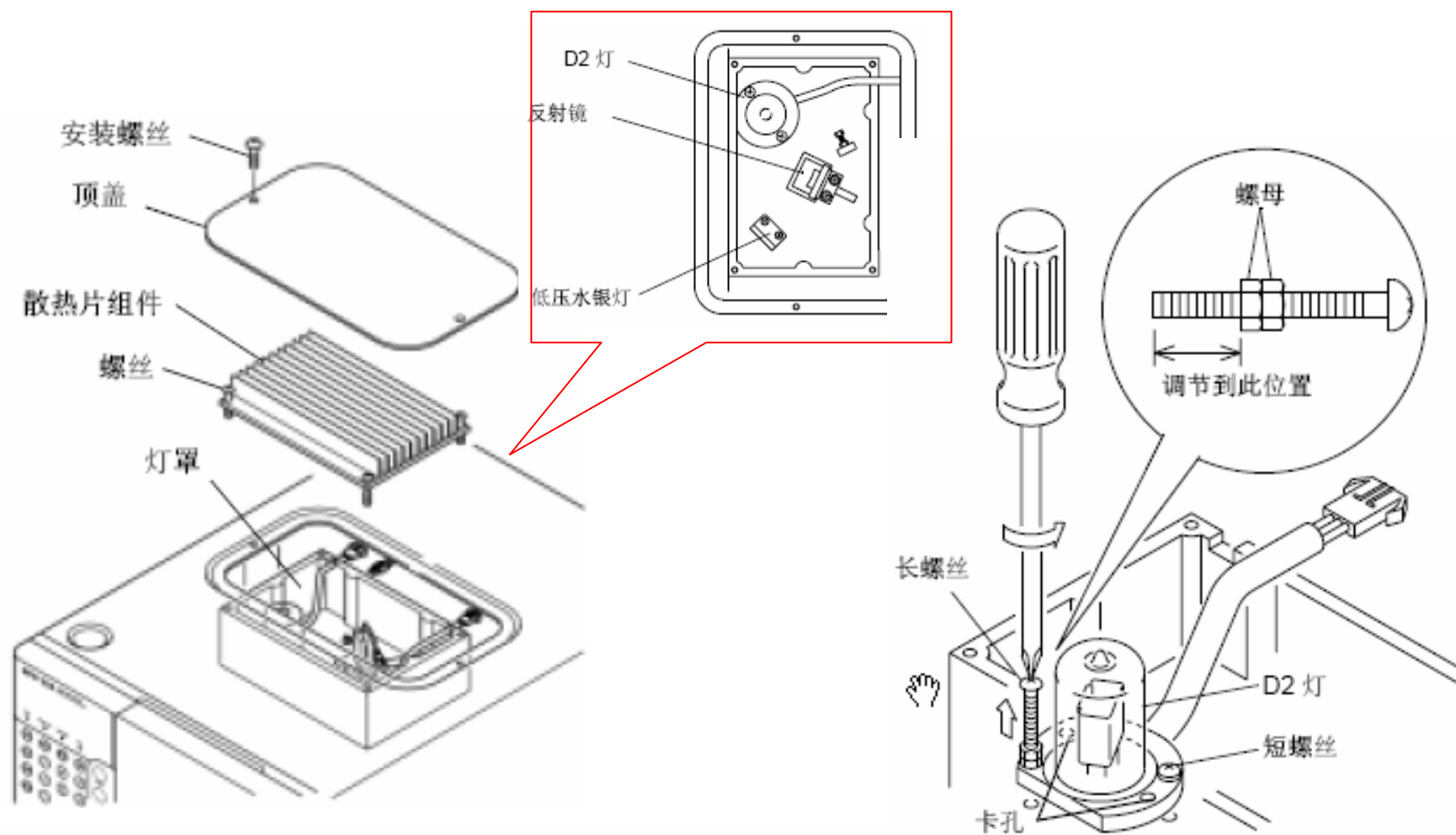


部件号: 228-34016-02
SPD-10A/SPD-10Avp
SPD-20A/AV用

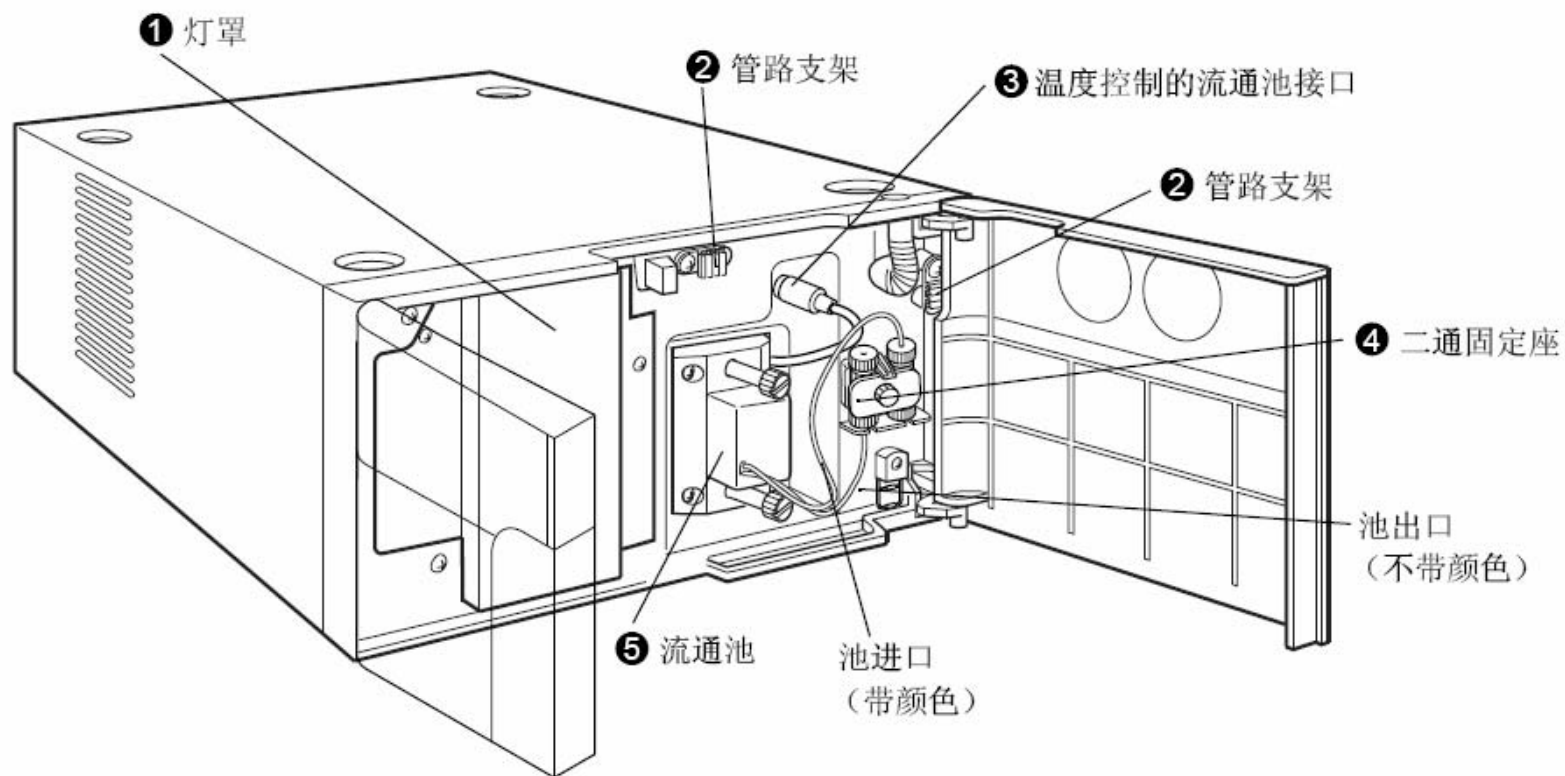


部件号: 228-34016
SPD-M10Avp/SPD-M20A用

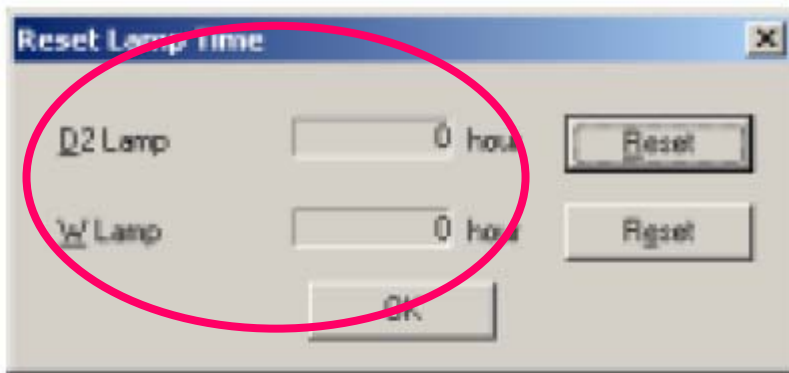
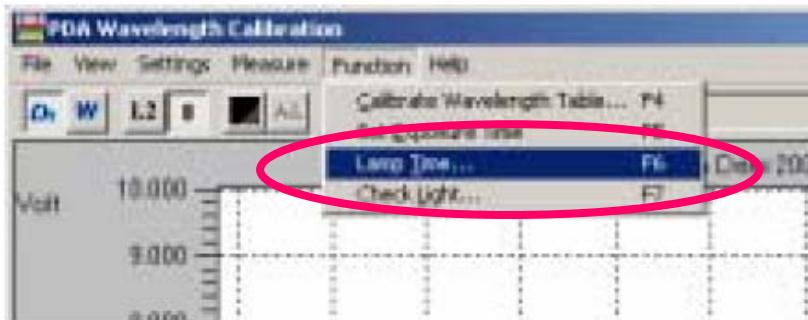
更换氙灯



二极管阵列检测器维护

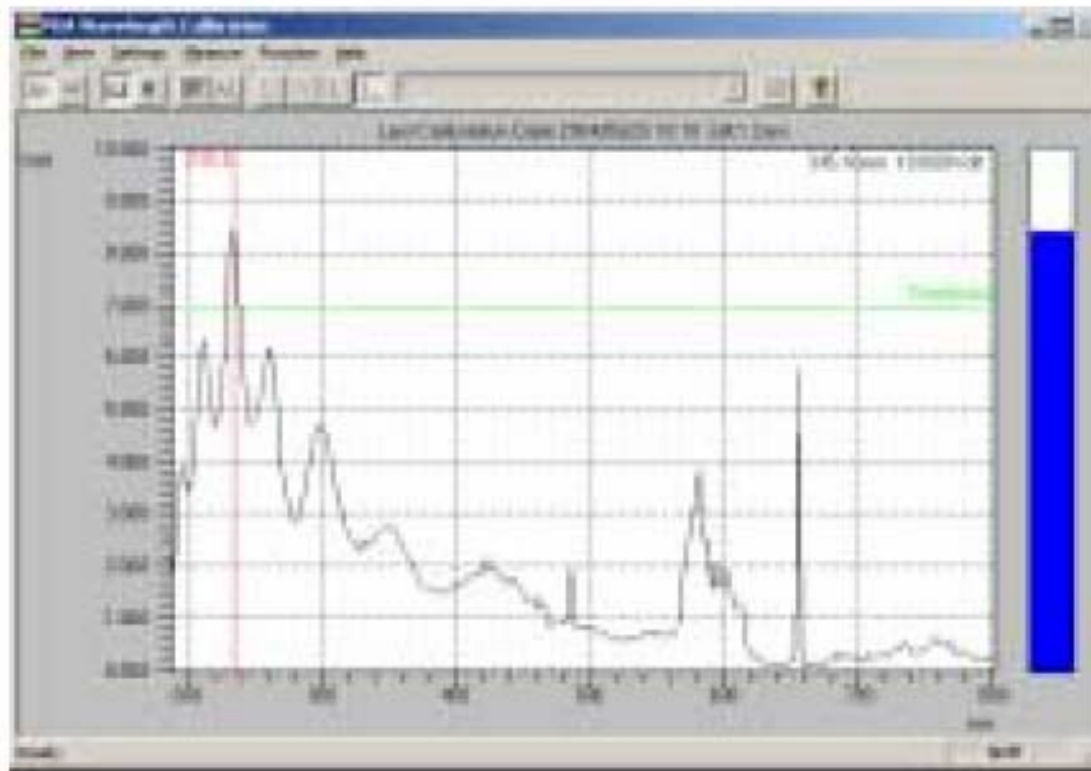


光源使用时间检查



- ❖ D2 灯建议使用时间：
2,000小时
- ❖ W灯最长使用时间：
2,000小时
- ❖ D2达到额定寿命后，如果
满足使用灵敏度要求，**可
继续使用**
- ❖ W灯达到额定寿命后，**必
须进行更换。**

灯强度检查



建议评判标准：

- ❖ D2： 200-260 nm或附近，最大强度 ≥ 3.5 V
- ❖ W： 400-800 nm或附近，最大强度 ≥ 2.5 V

灯强度检查注意事项

- ❖ 排除流通池中的气泡
- ❖ 用水、甲醇或乙腈替换流通池中的溶剂，
使用230 nm以上无紫外吸收的溶剂
- ❖ 流通池窗无污染
- ❖ 灯使用寿命检查

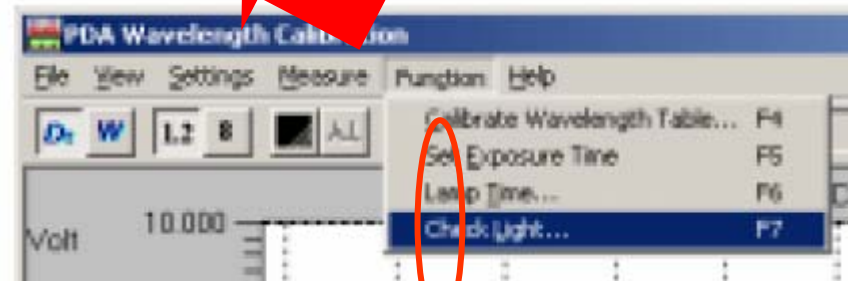
灯强度检查操作步骤

1. 将水、甲醇或乙腈注入流通池。

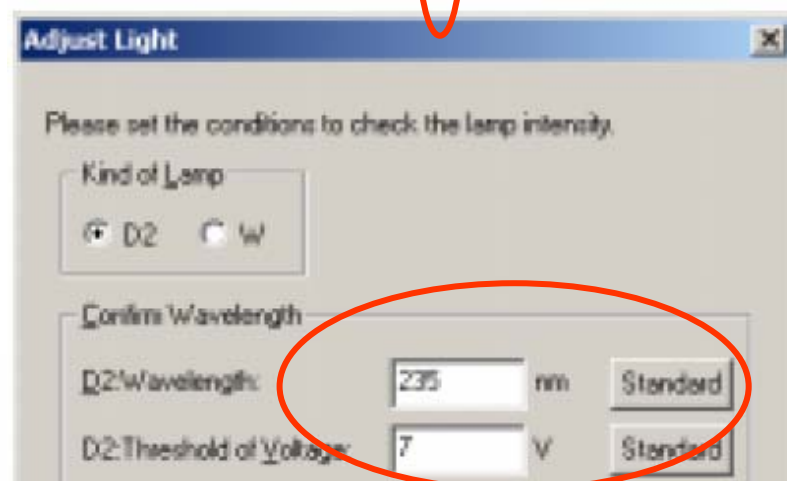
2.



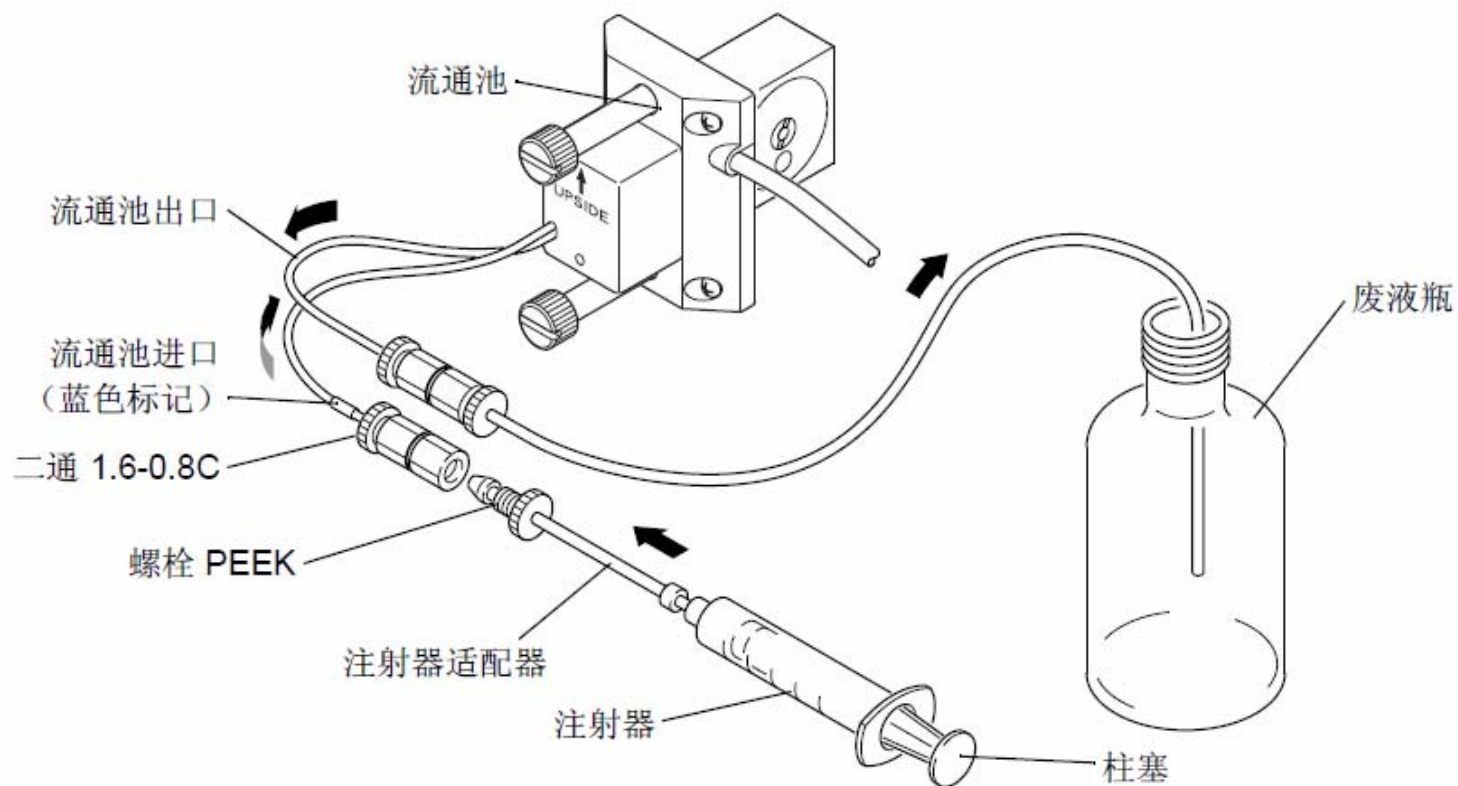
3.



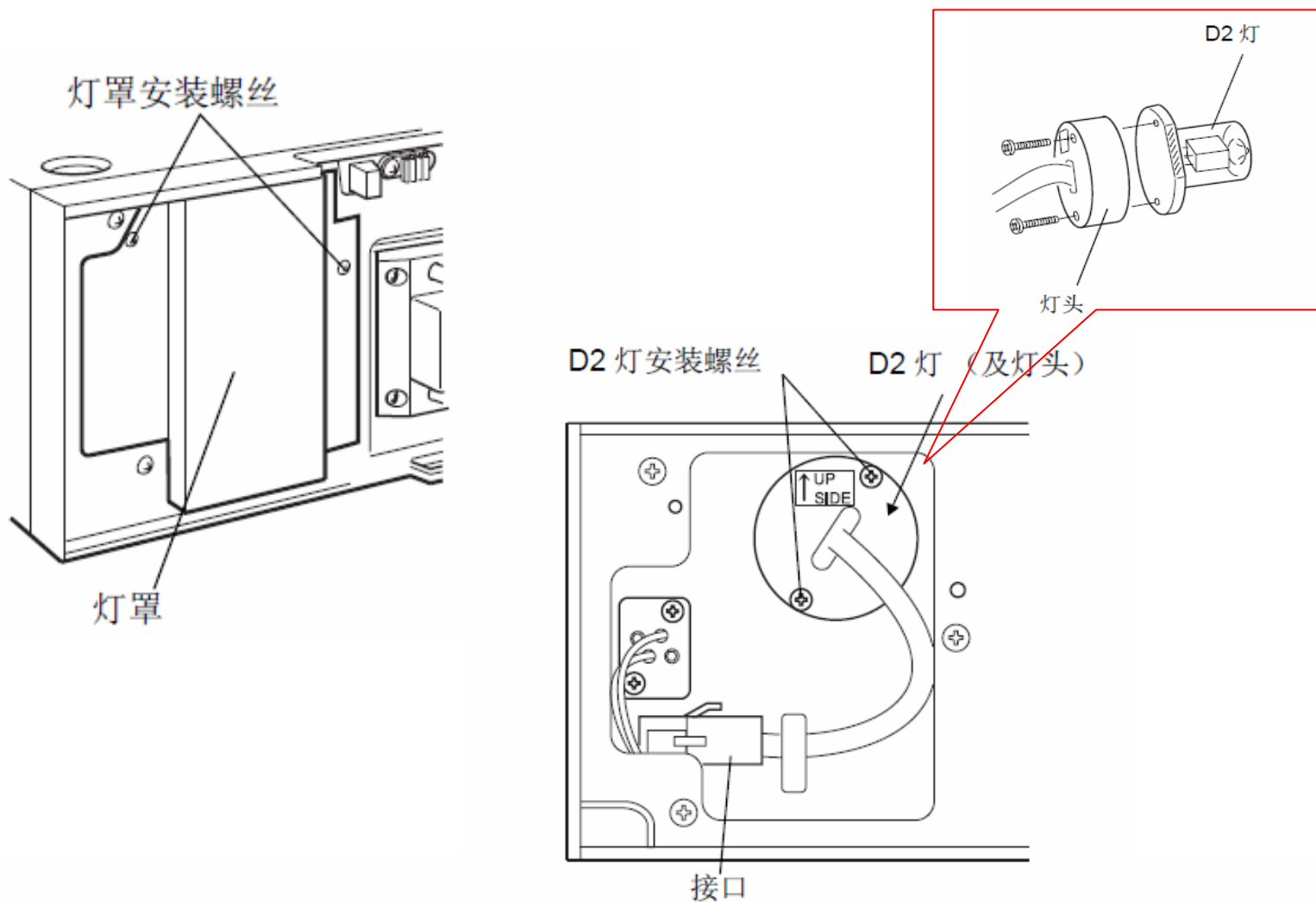
4.



流通池清洗



氙灯的更换



取下灯罩后灯会自动熄灭，无法打开，务必在打开灯前安装灯罩。

思考题

1. 如何简单判断脱气机脱气是否正常？

打开Purge阀，设定泵的流速2ml/min，提起当前所使用溶剂瓶内的溶剂过滤头，使之脱离液面一小段时间，此时溶剂传送管内会产生一小段气泡，放下过滤头，让此段气泡通过脱气机，如果脱气机正常，气泡应消失或缩小。

2. 泵压力不正常可能由那些原因引起？

气泡，入口/出口单向阀故障，密封垫或柱塞杆磨损，渗漏或堵塞，传感器故障，比例阀故障，使用比例阀混合时盐浓度太高

3. 基线噪音大可能由那些原因引起？

泵压不稳，气泡，色谱柱污染，系统管路污染，流通池污染，灯强度不足，光学系统老化或污染，参数设置不合理

日常维护小结

- ❖ 保持仪器的工作环境良好（温度，湿度，洁净度等）
- ❖ 填写使用&维护日志，关注耗材寿命
- ❖ 做好泵的保养（使用缓冲盐时要清洗柱塞；水和盐不长期保存在泵里）
- ❖ 经常清洗进样器，防止污染物吸附或管路堵塞
- ❖ 定期清洗色谱柱，保证色谱柱性能，延长使用寿命
- ❖ 定期清洗检测器流路，防止污染物吸附
- ❖ 长时间不使用液相色谱仪，须将所有部分全部更换为70%以上的甲醇水溶液，防止管路污染或堵塞。

小结：遇到故障如何处理？

- ❖ 故障的确定
 - 至少要重复出现两次以上
- ❖ 初步判断故障引起的原因
 - 方法或硬件
- ❖ 由经验或平时的积累确定故障原因
 - 平时做好观察和记录
- ❖ 当不能确认故障原因时
 - 采用排除法逐一考察可能引起故障的因素
- ❖ 确定故障能否自行处理
 - 不要贸然拆卸不熟悉的部件

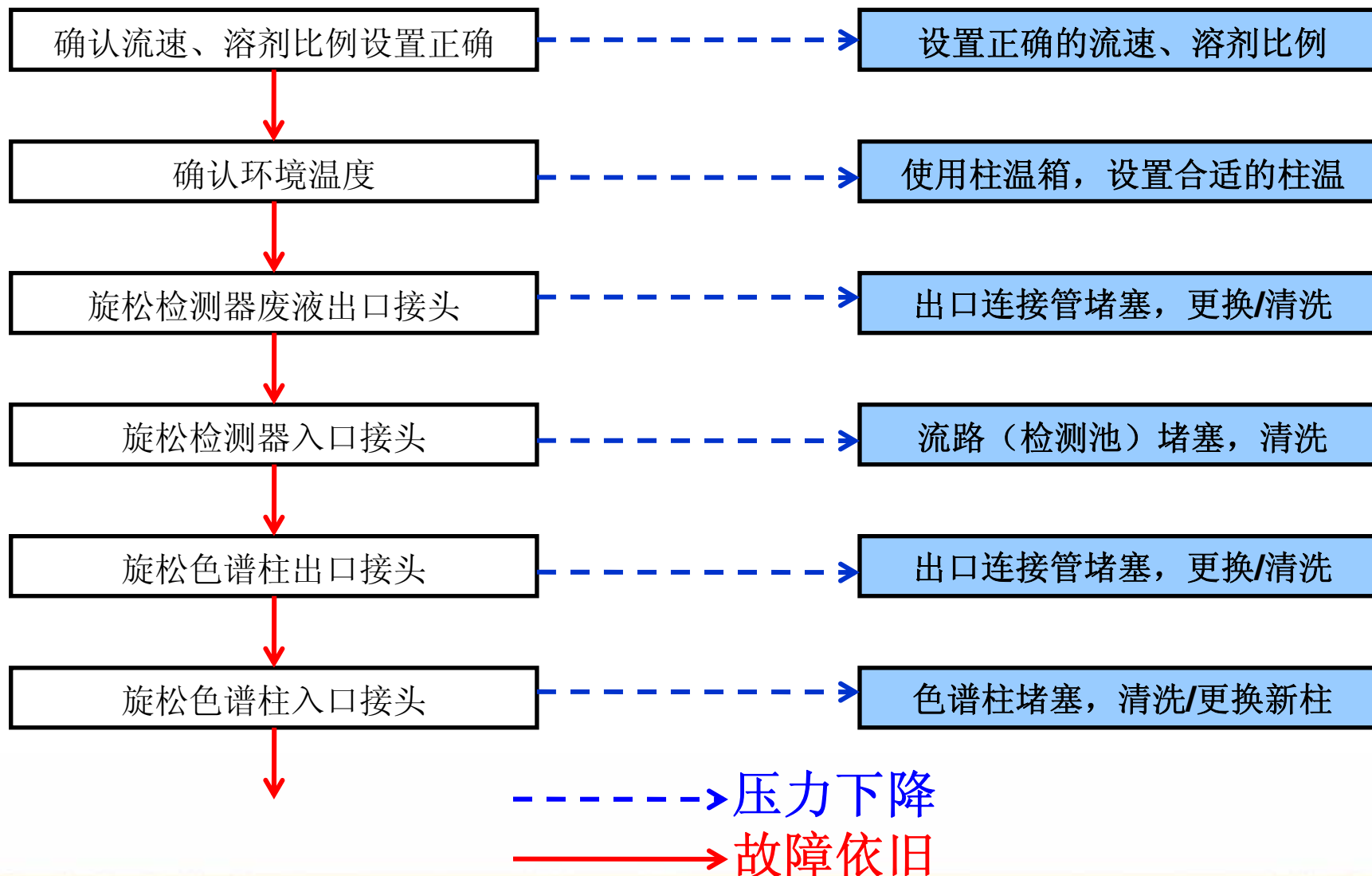
开关机前想一想，看一看

1. HPLC系统中各部分是否开机正常
2. 溶剂瓶内溶剂是否新鲜且脱气
3. 泵是否已初始化且工作正常
4. 系统管路及电路是否连接正常
5. 检测器是否通过自检且工作正常
6. 溶剂的pH值是否合适
7. 对温度敏感的检测器是否被阳光直射或被空调直吹
8. 溶剂瓶是否被阳光直射
9. 停机前是否将系统及柱子中的缓冲液置换干净
10. 较长时间停机之前是否将柱子取下，且系统最后用甲醇冲洗过(系统不能长时间保存有缓冲液或THF)
11. 样品在流动相中是否具有良好的溶解度
12. 所选用的过滤膜是否正确
13. 若用手动进样器，所用的进样针是否正确

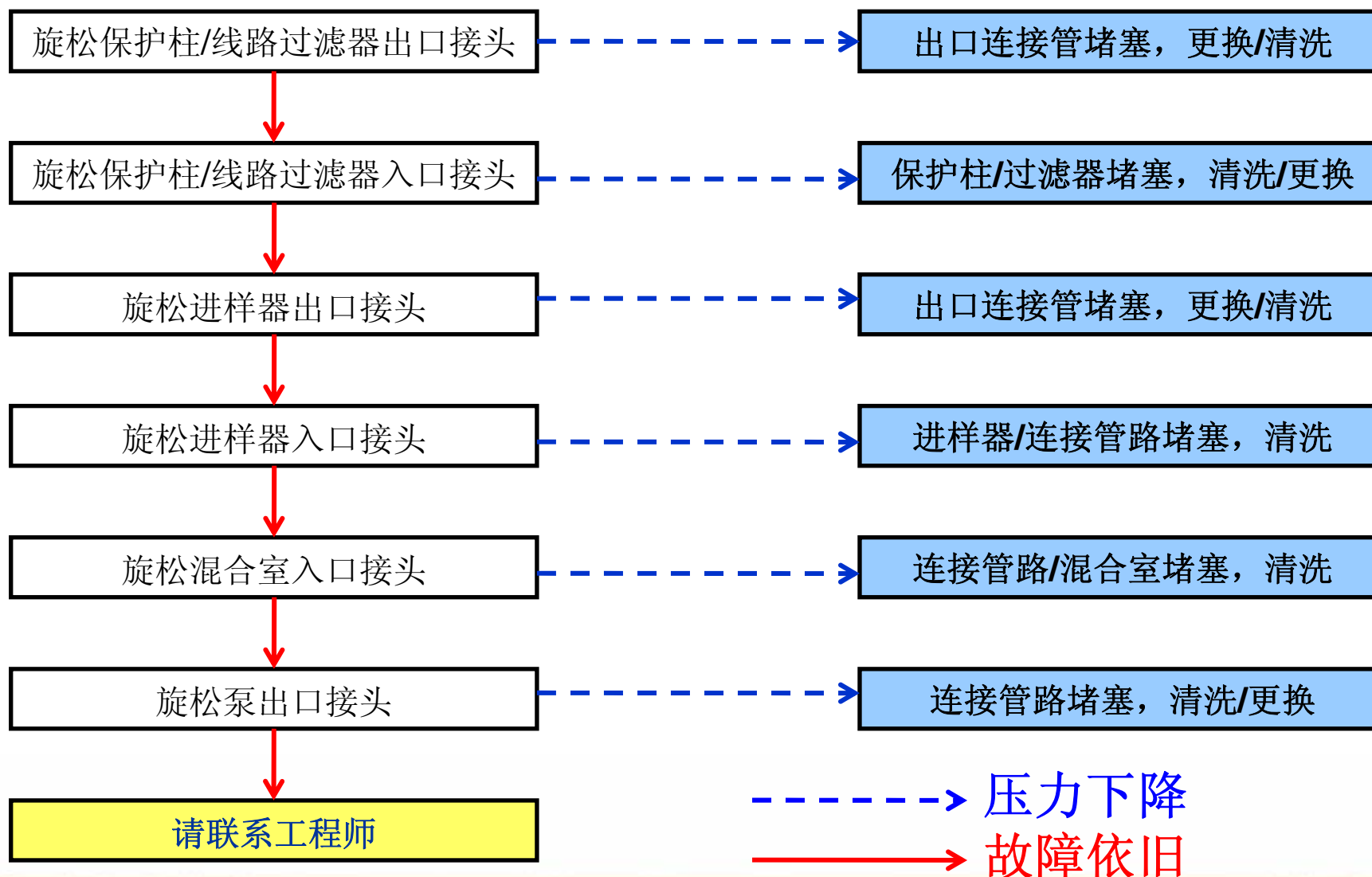
切忌下列操作

1. 示差折光检测器/荧光检测器的出口管路堵塞
2. 直接用甲醇置换缓冲液
3. 样品会在流动相中产生沉淀
4. 用水溶性滤膜过滤有机溶剂
5. 溶剂, 特别是缓冲液泄漏在仪器内部
6. 流速变化率太大
7. 高温使用下的柱子尚未降温就停泵
8. 阳光直射溶剂瓶或检测器
9. 空调直吹检测器
10. THF在不密封情况下长期存放

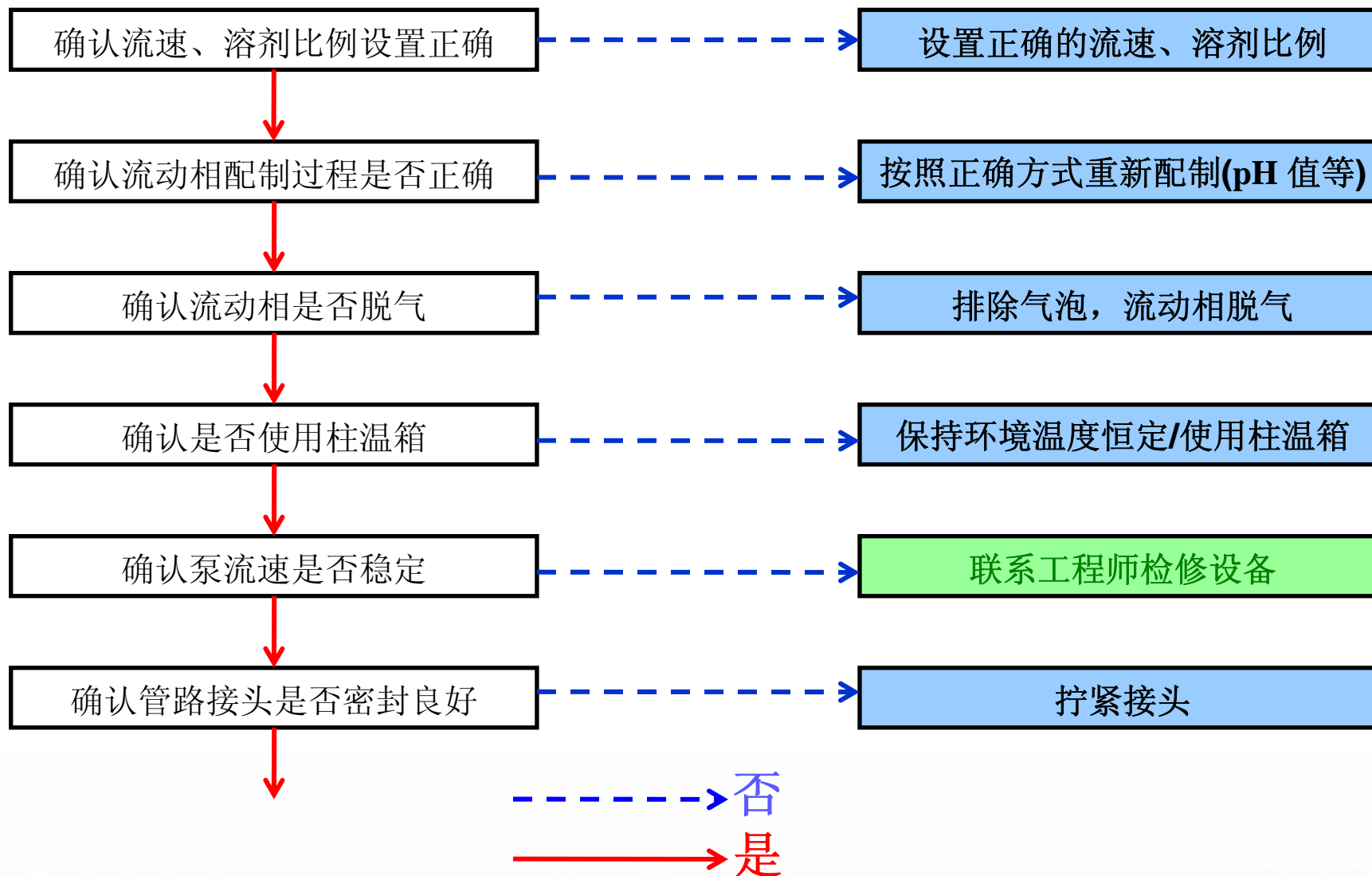
故障（压力升高）确认流程图



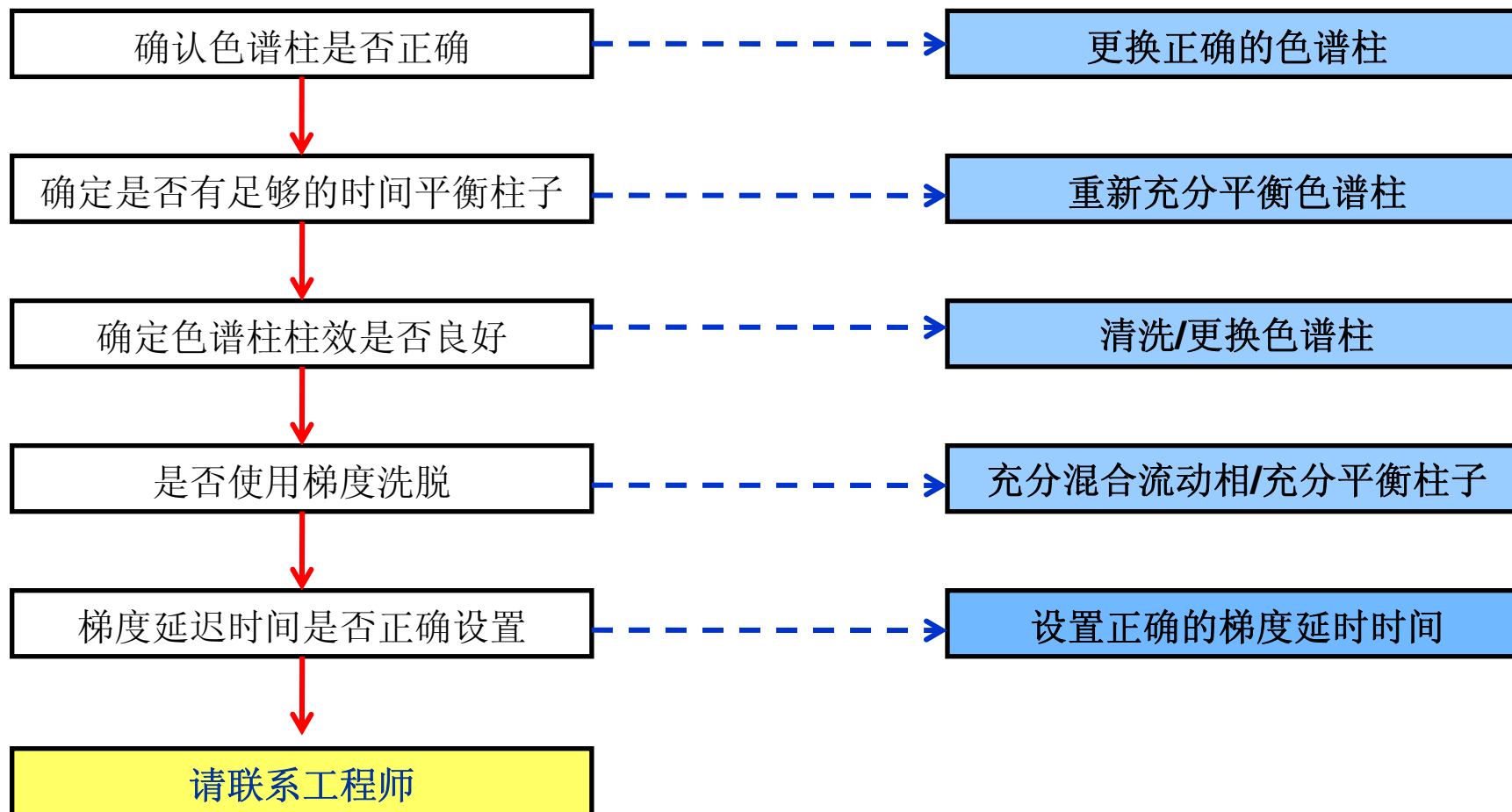
故障（压力升高）确认流程图



故障（保留时间重复性差）流程图



故障（保留时间重复性差）流程图



-----> 否
—————> 是