

岛津液相色谱维护培训

岛津国际贸易（上海）有限公司

分析中心



LC-10Avp



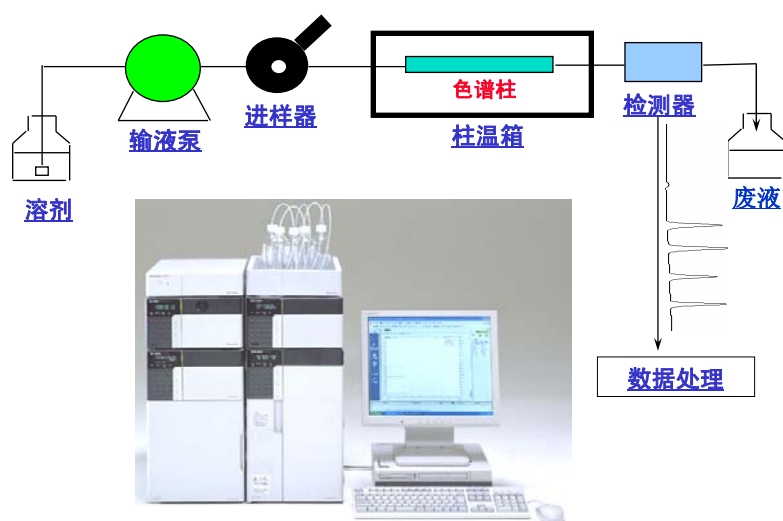
LC-20A Prominence



4

Shimadzu International Trading (Shanghai) Co. Limited

液相色谱简易流程图



5

Shimadzu International Trading (Shanghai) Co. Limited

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。

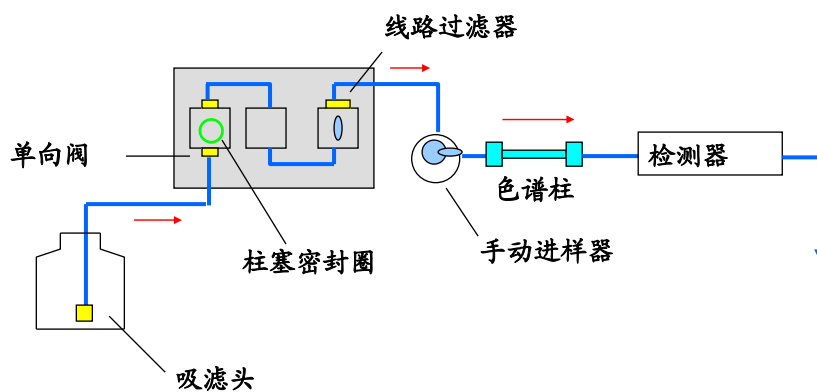
液相色谱故障排除经验

- 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

常见故障因素

- 仪器环境：
 - 实验室的温度、湿度、酸度等
 - 实验室震动、灰尘等问题
 - 电源及地线问题
- 使用条件：
 - 流动相（pH值、均匀度、气泡等）
 - 样品（样品分解、氧化、样品溶剂等）
 - 色谱柱（污染、堵塞、塌陷等）
- 硬件问题：
 - 输液泵
 - 进样器
 - 检测器

液相系统维护流程图



一、输液部分

管线选择

➤ 材料

不锈钢

Teflon

PEEK (聚醚醚酮)

➤ 尺寸

0.1 ml. D. x 1.6 mm O. D.

0.3 ml. D. x 1.6 mm O. D.

0.5 ml. D. x 1.6 mm O. D.

0.8 ml. 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/cm^2 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/cm^2 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/cm^2 压力

接头

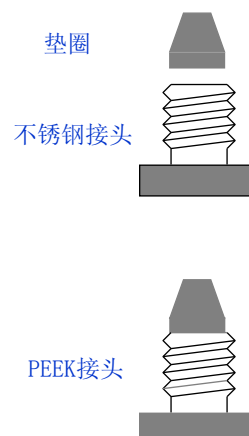
- 不锈钢接头 / 垫圈

主要用于输液泵、进样器的连接

 - 能承受 400 kgf/cm^2 压力
 - 一旦固定，垫圈不可再动
- PEEK接头

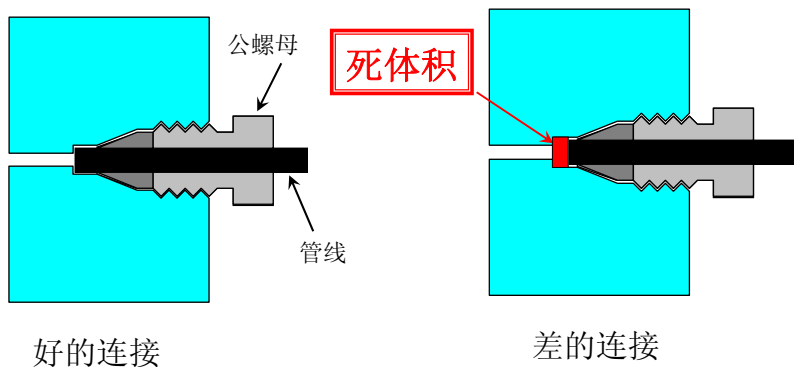
主要用于色谱柱、检测器的连接

 - 易于安装
 - 能承受 250 kgf/cm^2 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



吸滤头
部件号: 228-45707-91



吸滤头
部件号: 228-21984-01

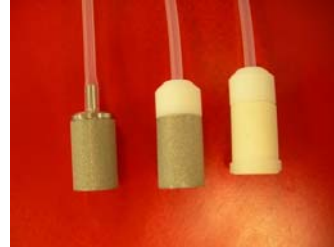
吸滤头

材料：不锈钢(或陶瓷)烧结，孔径10um

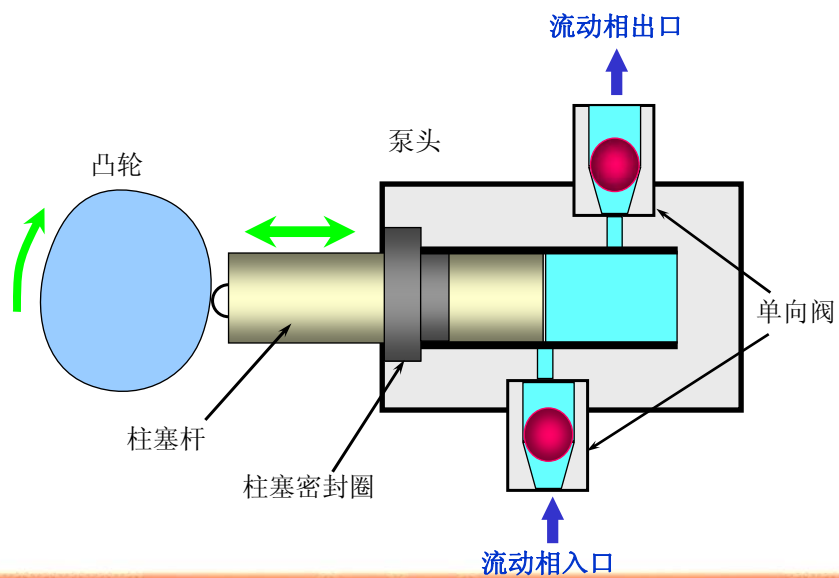
故障：堵塞

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



泵工作示意图



柱塞泵的基本结构

LC-10ATvp

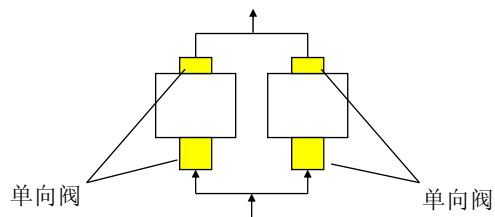
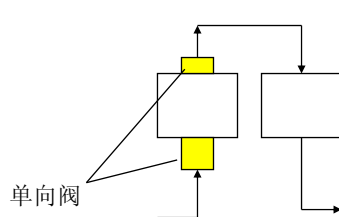
LC-10ADvp

LC-20AT

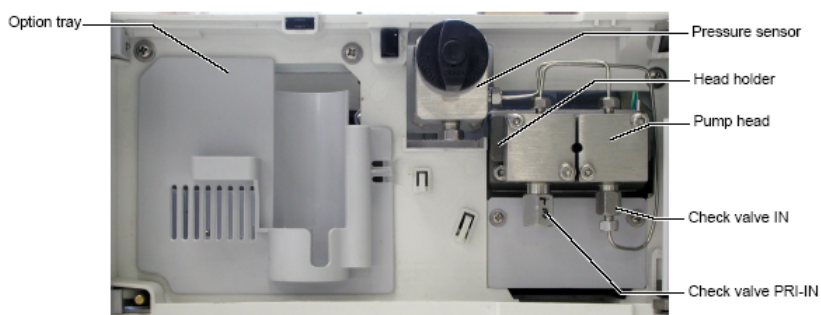
LC-20AD

串联式柱塞往复泵

并联式微体积柱塞往复泵

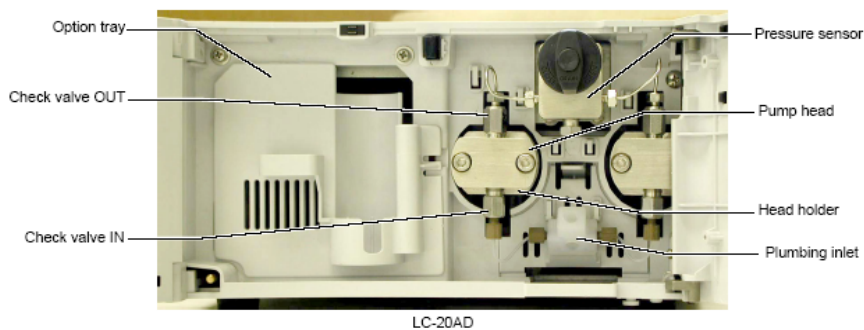


LC-20AT



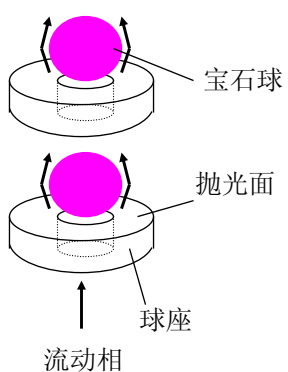
LC-20AT

LC-20AD

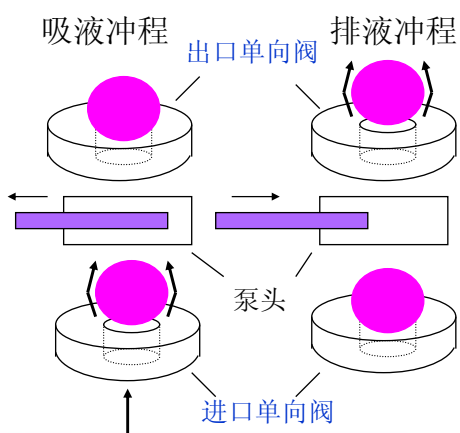


单向阀

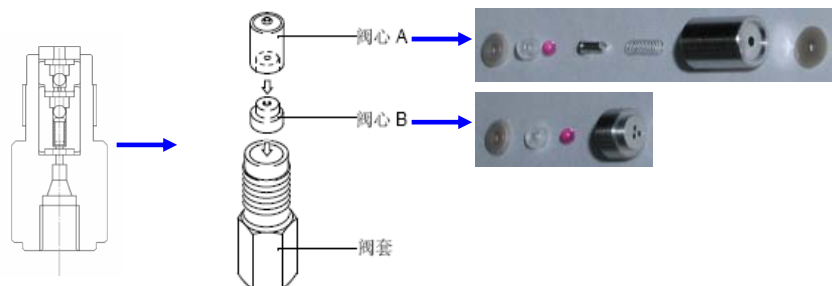
单向阀结构



单向阀工作原理



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



LC20AT主入口阀
部件号: 228-45704-92



LC20AD入口阀
LC20AT副入口阀
部件号: 228-45704-91



LC20AD出口阀
部件号: 228-45705-91



LC10ADvp入口阀
部件号: 228-39093-92



LC10ADvp出口阀
LC10ATvp出口阀
部件号: 228-34976-91



LC10ATvp入口阀
部件号: 228-32166-91

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。

柱塞密封圈



柱塞密封圈

LC-20AD
LC-20AB
LC-10ADvp
部件号228-35146



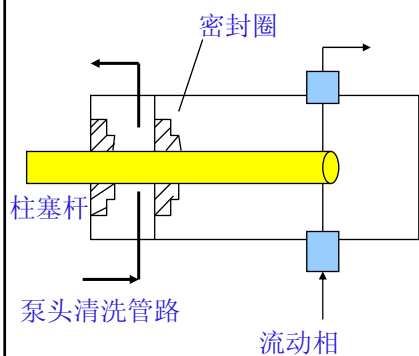
取下和安装
柱塞密封圈工具



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

柱塞杆



柱塞杆
LC-10ADvp用
部件号：228-35281-91



柱塞杆
LC-10ATvp用
部件号：228-35009-92



柱塞杆
LC-20AD/LC-20AB用
部件号：228-35281-95



柱塞杆
LC-20AT用
部件号：228-35009-93

柱塞杆更换

- ➡ 更换柱塞密封圈后仍然频繁漏液时
- ➡ 柱塞密封圈使用寿命短时
- ➡ 柱塞杆损伤时

柱塞隔膜

- ➡ 更换柱塞时，应同时更换隔膜。
- ➡ 隔膜损坏导致泵头后部漏液时，应更换隔膜。

注意：只有D系列泵有隔膜，
T系列泵由于设计不同，没有隔膜。

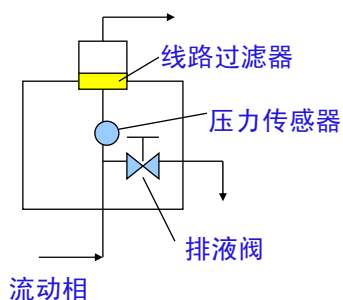


隔膜

LC-20AD/LC-20AB/LC-10ADvp用

部件号：228-32784-91

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

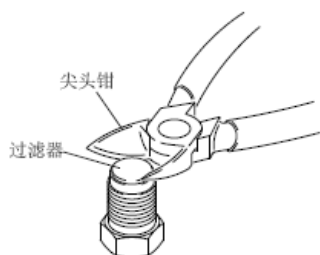
判断依据：关闭排液阀，断开出口管路，
设定流速1mL/min，如压力>0.3MPa，
则堵塞。



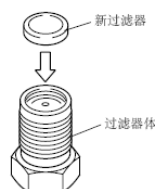
线路过滤器

部件号：228-32744

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



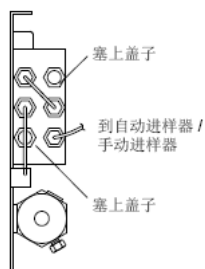
LC-20A系列泵
部件号：228-45574-91



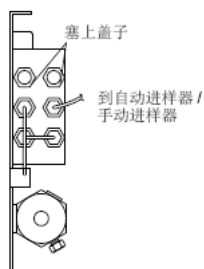
LC-10Avp系列泵
部件号：670-11518

混合器

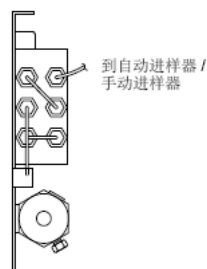
●0.5mL 管路



●1.7mL 管路



●2.6mL 管路



混合器不同体积的连接方法

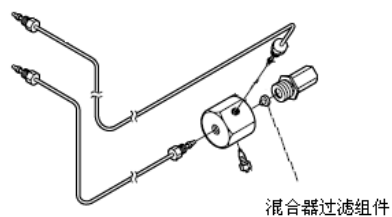
混合器过滤组件

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
部件号：228-18872-93

注意：请勿随意拆卸其它部分

二、进样部分

进样器

- 自动进样器
- 手动进样器 (7725/7725i)

原理：（六通阀）

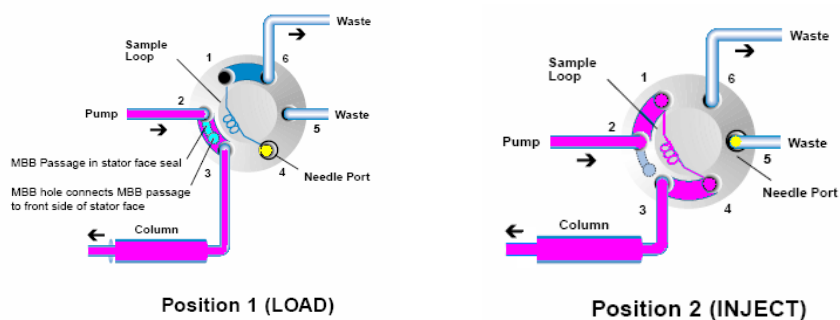
注入方式：

- 1) 全量注入
- 2) 部分注入



7725i手动进样阀

手动进样器的原理图



MBB流路

MBB (Make Before Break) 设计使切换过程中，流动相不间断流动。流动相连续流过转子密封槽和MBB流路直到切换到位

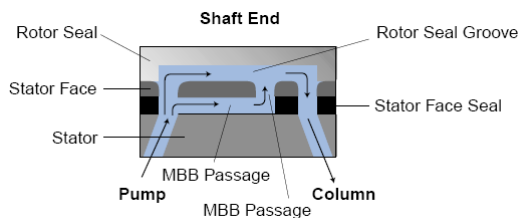
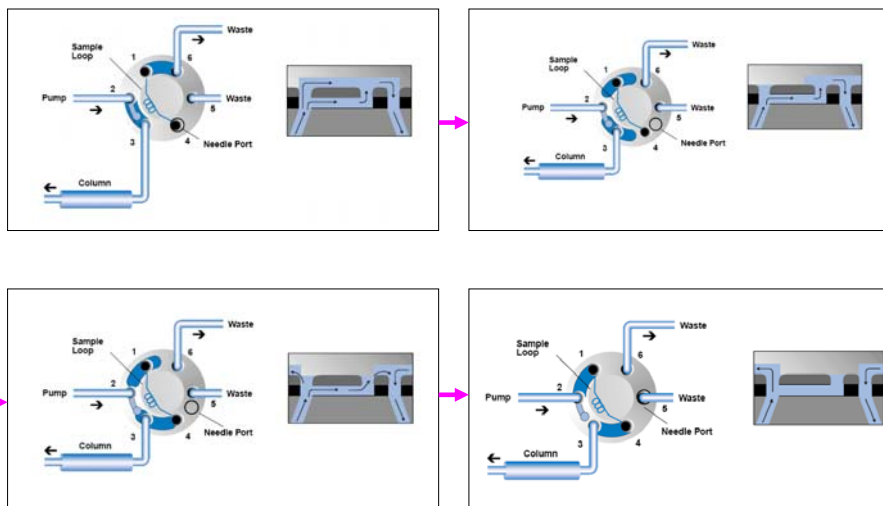


图 MBB设计截面图

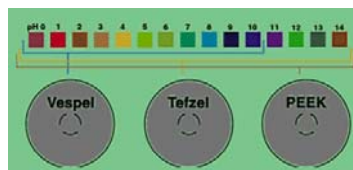
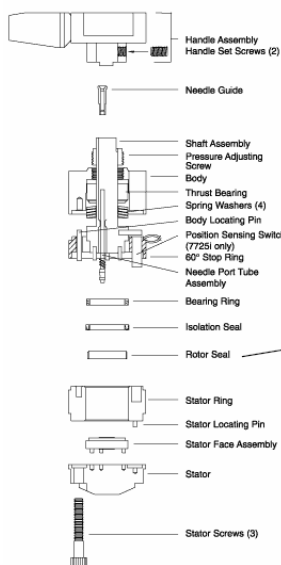
MBB流路切换示意图



41

Shimadzu International Trading (Shanghai) Co. Limited

7725/7725i手动进样器结构图



转子密封适用范围



转子密封

(Vespel) 部件号: 670-12098-51

(Tefzel) 部件号: 670-12098-56

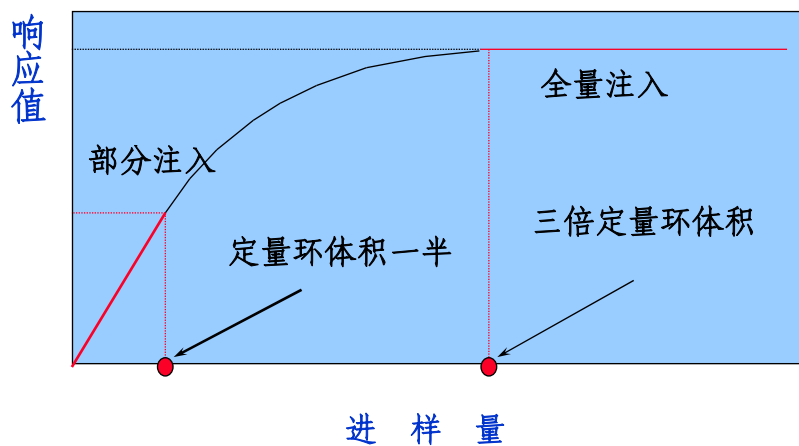
定子密封

部件号: 228-32211-31

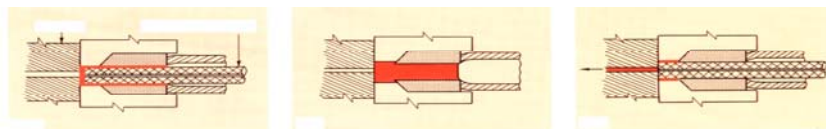
42

Shimadzu International Trading (Shanghai) Co. Limited

进样量和检测器响应的关系示意图



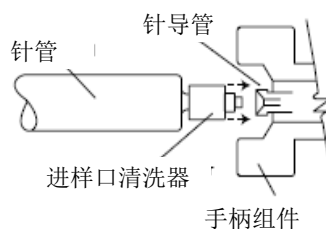
交叉污染的原因



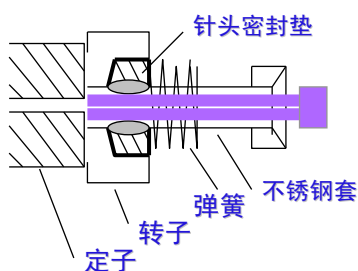
红色表示残留样品

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Tefze1或PEEK材质的密封垫pH 0-14
- 5) 清洗应使用专用针口清洗器

故障处理

⇒ 定子面漏液

调紧压力调整螺钉，如果不成功则应更换转子或定子面组件

⇒ 针密封漏液

从进样口取出针，用铅笔的橡皮头将针导管轻轻压入

三、分离部分

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

- 或
- 样 或 中
-
- 性

滤片或填料堵塞

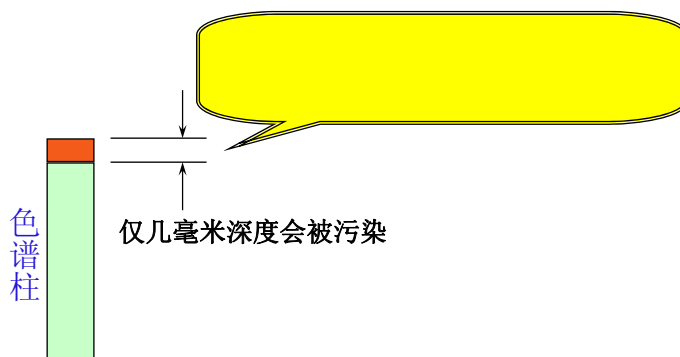
- 使用预柱
- 缓冲液和溶剂使用0.45um滤膜过滤
- 样品溶液使用0.45um滤膜过滤

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

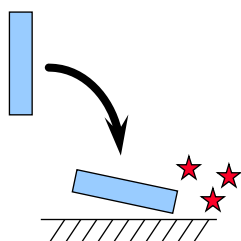
样品或流动相中杂质吸附

- 杂质会产生拖尾峰
 - 使用高溶解性溶剂清洗色谱柱

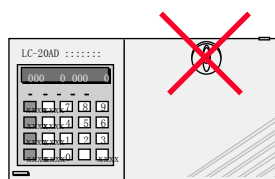


机械振动产生空隙

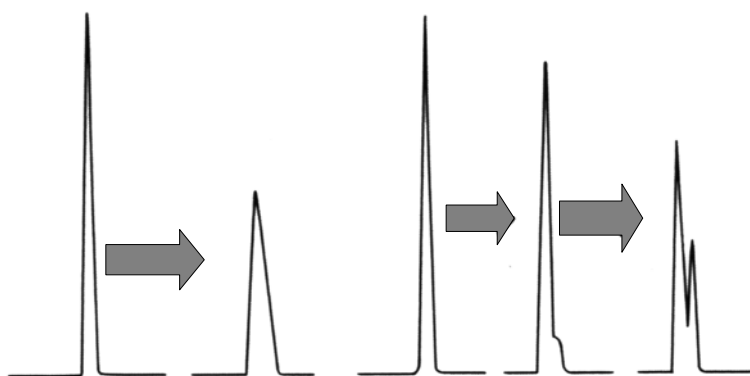
- 不要撞击色谱柱，如：色谱柱掉落或柱压急剧变化。



输液时不要打开排液阀



峰的变形



峰产生有肩或分叉的原因

1. 柱子劣化
(进口处产生不均匀的空隙)
2. 溶剂效应
3. 样品劣化
(生成氧化物、分解物等)

判断标准

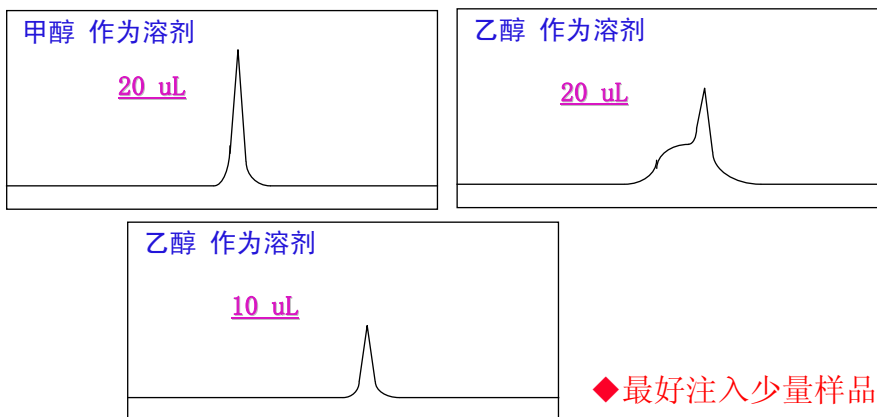
所有的峰都产生有肩峰或分叉时则为柱子劣化

产生峰变形的原因

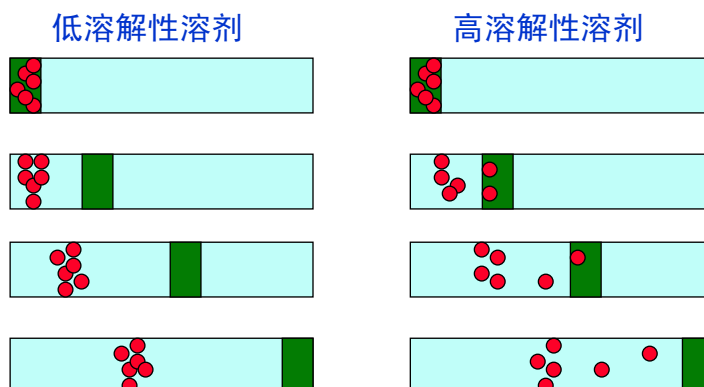
- 柱进口污染
- 柱内存在空隙
- 样品过载
- 溶解样品的溶剂选择不当
- 二次保留效应
 - 担体表面存在硅醇基
 - 担体表面残留重金属

溶解样品的溶剂选择不当

- 最好不要选择高溶解性的试剂作为溶解样品的溶剂

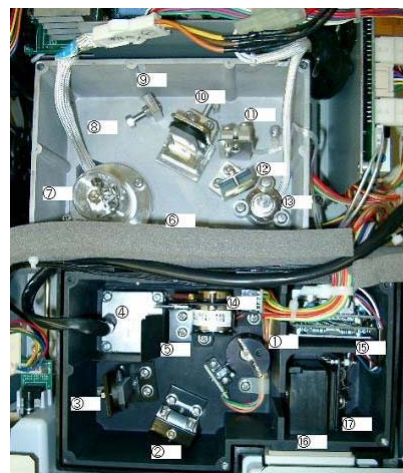
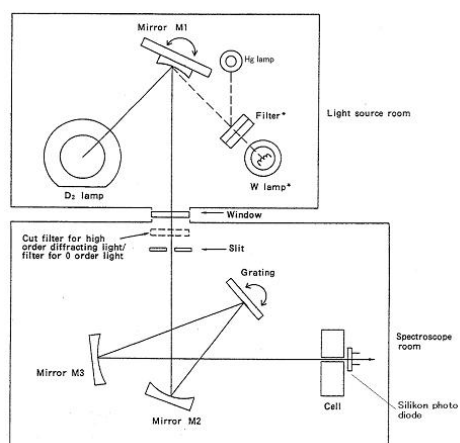


溶剂效应

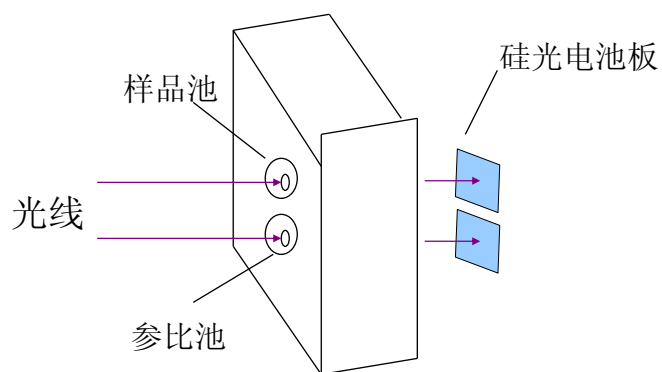


四、检测部分

紫外检测器光路图



紫外检测器



检测器基线异常

- ➡ 基线噪音异常大
 - 气泡未脱出
 - 检测器污染
 - 灯老化
- ➡ 出现漂移或不规则波动
 - 系统污染，如色谱柱、管路、检测器和流动相等
- ➡ 产生规则波动
 - 室温变化，如空气调节器直吹检测器
 - 泵的脉动

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

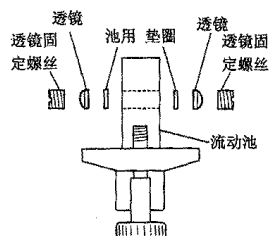
表现: 样品池和参比池能量相差较大

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

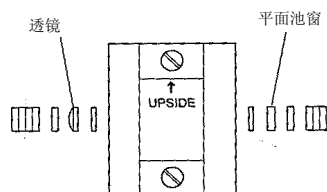
措施: 用针筒注入异丙醇, 清洗样品池; 如污染严重, 拆开样品池, 将透镜等放入异丙醇中清洗。



检测池拆卸



SPD-10Avp
LC-2010



SPD-20A系列
SPD-M10Avp, SPD-M20A



检测池用透镜
部件号: 228-14572



检测池用平面池窗
部件号: 228-18058

注意: 安装透镜时凸面向外, 否则会损坏透镜。

拆卸流通池应同时更换池垫圈

紫外灯的保养

- ➡ 氘灯保证寿命为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220nm波长，检查参比池能量，如能量低于800，需考虑更换氙灯。

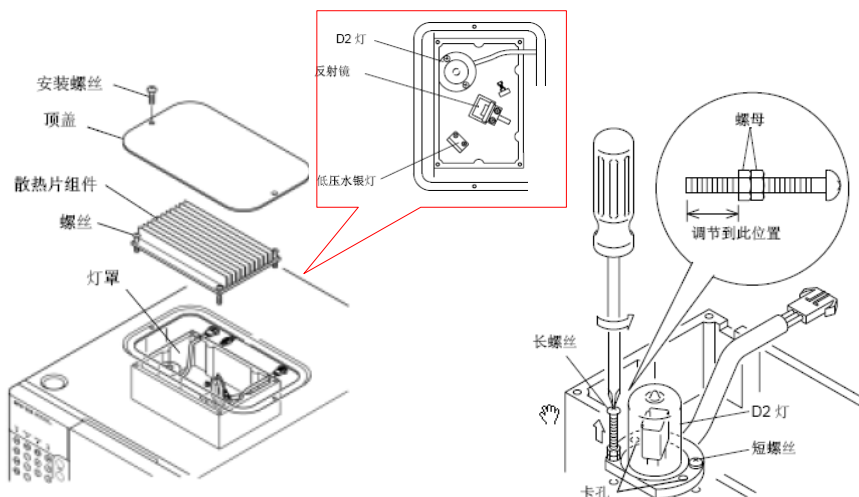


部件号：228-34016-02
SPD-10A/SPD-10Avp
SPD-20A/AV用



部件号：228-34016
SPD-M10Avp/SPD-M20A用

氙灯的更换



检测池背压

- 使用0.3 mmID x 2 m 塑料管作为阻尼管连接于检测器出口，否则检测池中会有气泡产生
- 连接阻尼管之前，必须先确认检测池能够承受的压力

任何问题请联系我们

免费咨询电话 800-810-0439

400-650-0439



维修部



010-85252375 (北京)

021-64451437 (上海)

020-87108631 (广州)

保税库

010-85252353

<http://www.shimadzu.com.cn>



非常感谢
各位对岛津的支持!!!