

安捷伦高效液相色谱仪的故障诊断及仪器维护

杨泽生

(天津市药品检验所 天津 300070)

摘要 高效液相色谱仪的故障诊断遵循一定的步骤, 由于各家公司的仪器设计各不相同, 步骤也有不同, 下面以安捷伦 1100 液相色谱仪为例, 将各指示灯代表的意义、故障现象, 确认及排除的方法介绍如下, 供维修人员在以后的故障修理中参考。

关键词 液相色谱仪 指示灯意义 故障现象 确认 排除方法

1 通过指示灯判断仪器运行状态

1.1 电源指示灯

电源打开后, 该灯亮绿色。如灯不亮, 请检查是否有电源输入。确认有电源则跟安捷伦公司联系。

1.2 状态指示灯

状态指示灯位于各自模块的右上方: 呈黄色: 该仪器在未准备好状态 (Not-ready) 或正在自检。呈绿色: 该仪器正在运行, 采集数据 (Run)。无颜色: 该仪器已准备好等待运行 (Pre-run)。呈红色: 该仪器检测到有故障发生, 仪器在错误状态 (Error)。

通常仪器在开机后状态显示:

脱气机: 无颜色。脱气机在开机后应很快就能达到准备好的状态, 且在正常情况下, 该灯常灭。

显示内部真空足够且密封性好。

泵: 显黄色, 等待开泵。

自动进样器: 自检正常后应无颜色, 等待进样命令。

柱温箱: 显黄色, 等待开启控温命令。

检测器: VWD: 显黄色, 等待开灯命令。DAD 与之相同。FLD: 无颜色, 因为荧光检测器在不亮灯的情况下可做化学发光检测, 记住要做荧光检测一定要开灯。

RID: 显黄色, 等待 purge 参比池命令, RID 一定要冲洗样品池和参比池直至两者光强度一致后才能准备好。

2 仪器出现错误并亮红灯, 检查提示信息

2.1 检查脱气机是否也亮红灯。

若是, 请按正常程序关机然后检查脱气机后面是否有一遥控线 (与标有 remote 的接口连接)。若有, 关机后将之卸下然后单独再开脱气机, 观察约 8min 后是否再现红色, 如果是则脱气机有问题。否则脱气机应无问题。

2.2 若脱气机不亮红灯只有其它模块显红灯

在工作站中分别左键单击各个红色的图标然后选择 Not ready information (如果图标上无此选项,

请单击菜单 View 然后再单击其下的 Full menu)。

根据第 1.2 找出错误信息不是提示 shutdown 的模块及其信息, 查看可能导致此错误原因。

2.3 常见的错误信息及其解决方法

2.3.1 Shutdown 表示该模块并无问题, 是由于其它模块出现错误而导致它也亮红色。比如其它模块漏液或脱气机出错等。

2.3.2 Leak 表示该模块发生漏液, 此时无需关机, 请检查该模块的漏液传感器周围是否有液体。如果是, 先用滤纸将之吸干后点击 system on 再检查液体从何而来。如果不是, 这种情况很可能是仪器内部元件有问题。

造成漏液的主要原因: (1) 色谱柱未拧紧, 多数发生在更换柱后。这时柱温箱会显示 Leak。注意, 柱温箱的漏液传感器在两加热块之间的中间位置。请用吸水纸确认, 因为有时单用眼观察不易察觉。(2) 连接管路两端未拧紧, 或连接管路断裂。(3) 进样阀漏液, 如自动进样器转子垫圈磨损造成漏液。(4) 泵漏液, 开泵后将手伸入泵底部, 可感到漏液。(5) 冷凝水的形成, 如果使用柱温箱的降温功能, 可能会有冷凝水生成从而使柱温箱显示漏液。这种情况下可取消柱温箱的检漏功能 (在工作站中的 instrument 菜单下选择 more column thermostat 然后选择取消柱温箱的检漏功能)。(6) 流动池漏液。

2.3.3 Lamp current 和 UV lamp ignited failed (1) 灯已严重老化。请在工作站中的 diagnosis 界面中查看灯的使用累积时间 (view $\diamond$ diagnosis $\diamond$ EMF $\diamond$ 选择检测器)。通常普通氙灯能用 1000h 或以上, 而长寿命氙灯能用 2000h 或以上。(2) 灯连线未接好。(3) 检测器的主板和或电源损坏。

注意, 更换灯后建议将灯的使用时间回零: 在 diagnosis 中单击检测器图标, 然后选择 show module details 再单击右边的带有扳手的图标选择 maintenance logbook entry, 在项目中选择 lamp replace, 点 ok 然后在随后的提示中回答 yes 即可。

2.3.4 系统压力过高 (1) 首先拧开排液阀, 以

纯水作流动相并设流速为 5mL/min 若压力超过 10bar, 应先更换排液阀的虑芯。(2) 若排液阀的虑芯没有堵塞, 卸下色谱柱, 然后用一两通代替色谱柱, 以水作流动相设流速为 1mL/min。通常压力不会超过 20bar, 否则系统可能有堵塞。(3) 若上述的压力超过 20bar, 我们可按照从后到前的原则, 也就是说先卸下进流动池的连接管接头, 开泵后, 若压力正常则流动池堵塞若仍不正常可将这段管另一端也卸下, 开泵后再观察压力情况。同样道理, 可以找到堵塞的地方。(4) 容易堵塞的地方: 流动池入口管; 自动进样器的针及针座; 柱温箱。

2.3.5 系统压力过低, 不稳定或没液流 (1) 首先拧开排液阀, 设流速 1~2mL/min 后开泵, 观察有无液流若有再仔细观察液流是否有倒吸现象如不能确定可用量筒测量流速的准确性。(2) 如上述无液流, 或流速不准多数为主动阀阀芯或主动阀故障, 或泵有严重漏液。(3) 怎样大致判断主动阀抑或其阀芯故障? 可用以下方法: 当泵运转时用手指轻捏主动阀主体, 正常的主动阀能感到有节奏的脉动, 如果没有, 主动阀有问题。如果有则可以将主动阀阀芯取出进行超声波清洗, 如仍有问题, 可更换阀芯。注意, 千万不要把整个主动阀放入超声波清洗这样会损坏主动阀。(4) 若上述流速准确但拧紧排液阀后压力不稳定, 请仔细检查有无漏液(通常漏液地方: 各接口包括色谱柱, 泵, 进样阀等)。

2.3.6 保留时间不稳定 首先观察保留时间是否有规律的变化, 并同时观察压力是否稳定。若压力稳定而保留时间呈有规律变化, 多数是色谱柱未平衡好, 特别是含有盐的流动相, 需较长的时间去平衡。若压力稳定而保留时间无规律变化, 请检查溶剂过滤头及真空腔是否有堵塞。再平衡色谱柱足够时间, 如仍然不佳, 可更换一色谱柱。若压力不稳定, 请检查造成压力不稳定的因素, 如: 漏液, 排液时间不足, 盐浓度过高导致盐析, 主动阀比例阀内漏等。

2.3.7 峰面积重现性不好 首先观察压力是否稳定, 以及观察峰面积变化是否有规律。若压力不稳定, 请检查造成压力不稳定的因素, 如: 漏液、排液时间不足、盐浓度过高导致盐析、主动阀比例阀内漏等。若压力稳定但峰面积呈无规律变化, 请检查样品是否足够, 确认样品的稳定性, 必要时用流动相作溶剂重新配制。检查进样阀是否漏液等。若压力稳定且峰面积呈规律变化, 多数为色谱柱未平衡好。

2.3.8 基线不稳定 基线漂移: 色谱柱未平衡好、柱温未稳定、流动相变化等。基线噪音: 可能原因是: 流动池有气泡、流动池被污染, 对紫外检测器可将流动池移走即可确认。色谱柱和或系统受污染。

灯能量不足、光路脏。外界因素影响, 如电源, 温度和湿度、震动等。

2.3.9 工作站无法与仪器通讯 安捷伦液相色谱与计算机有两种通讯方式: (1) LAN 连接方式; (2) GPIB 连接方式。检查您的仪器用何种方式连接。先检查线缆是否连接好, 必要时可重新连接一遍。

1 LAN 连接方式: 在仪器与计算机都打开的情况下, 先分别查看仪器和计算机的 IP 地址。查看“网络邻居”中本地连接的 Internet Protocol (TCP/IP) 属性, 这获得计算机 IP 地址, 如: 10.10.10.1。另外检查 Internet Protocol(TCP/IP) 中是否使用 DHCP, 如果是, 请禁用之, 工作站只支持固定 IP 地址。仪器 IP 地址查看方法: 在工作站关闭的情况下按如下方法可得知其 IP 地址: 点击 start ◇ programs ◇ chemstations ◇ configuration editor。在弹出的窗口可看到该地址。

得到仪器和计算机的 IP 地址后, 进入 DOS 画面。在提示符后输入 ping 10.10.10.1, 如能相通则会显示: reply from; 如不能相通则会显示其它的信息。同样操作检查仪器的 IP 是否正常。

2 GPIB 连接方式: 检查仪器地址设定: 在工作站关闭的情况下, 点击 start, programs, chemstations, configuration editor。在弹出的窗口可看到该地址。然后检查 GPIB 电缆与何模块相连。液相各模块的缺省 GPIB 地址为:

1050 Variable Wavelength Detector	10
1050 Isocratic & Quaternary Pumps	16
1050 Multiple Wavelength Detector	17
1050 Diode Array Detector	17
1050 Autosampler	18
1040 Diode Array Detector	15
1046 Fluorescence Detector	12
1049 Electrochemical Detector	11
G1310 Isocratic Pump	22
G1311 Quaternary Pump	22
G1312 Binary Pump	22
G1313 Autosampler	28
G1314 Variable Wavelength Detector	24
G1315 Diode Array Detector	26
G1316 Column Compartment	27
G1321 Fluorescence detector	23
G1362 Refractive index detector	29
39500 Dual Channel Interface	13

造成通讯失败的原因有很多: 开机次序不正确, GPIB 和 IP 地址设置错误或互不相符; 对于 LAN 连接, Local Area Connection 被禁用; 对 GPIB 连接, 接口板 (GPIB Interface Card) 驱动程序未安装或配置错误, 对于 LAN 连接, Bootp server 未安装或未配置。这种情形多见于重装系统后。