

Agilent 1290 Infinity

现场培训教材

安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部

一、 培训目的：

基本了解 1290Infinity 硬件操作。

掌握化学工作站的开机，关机，参数设定,学会数据采集,数据分析的基本操作

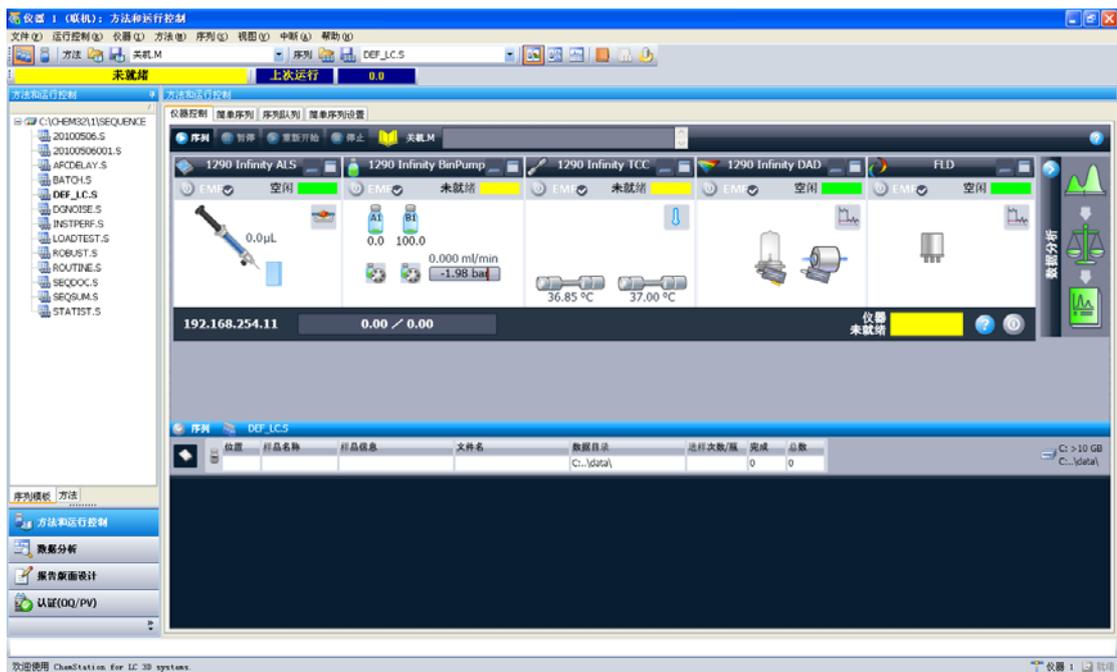
二、 培训准备：

1. 仪器设备： 1290 Infinity
2. 色谱柱：
3. 溶剂准备：
 - 色谱级纯或优级纯乙腈或甲醇。
 - 二次蒸馏水

三、 操作步骤

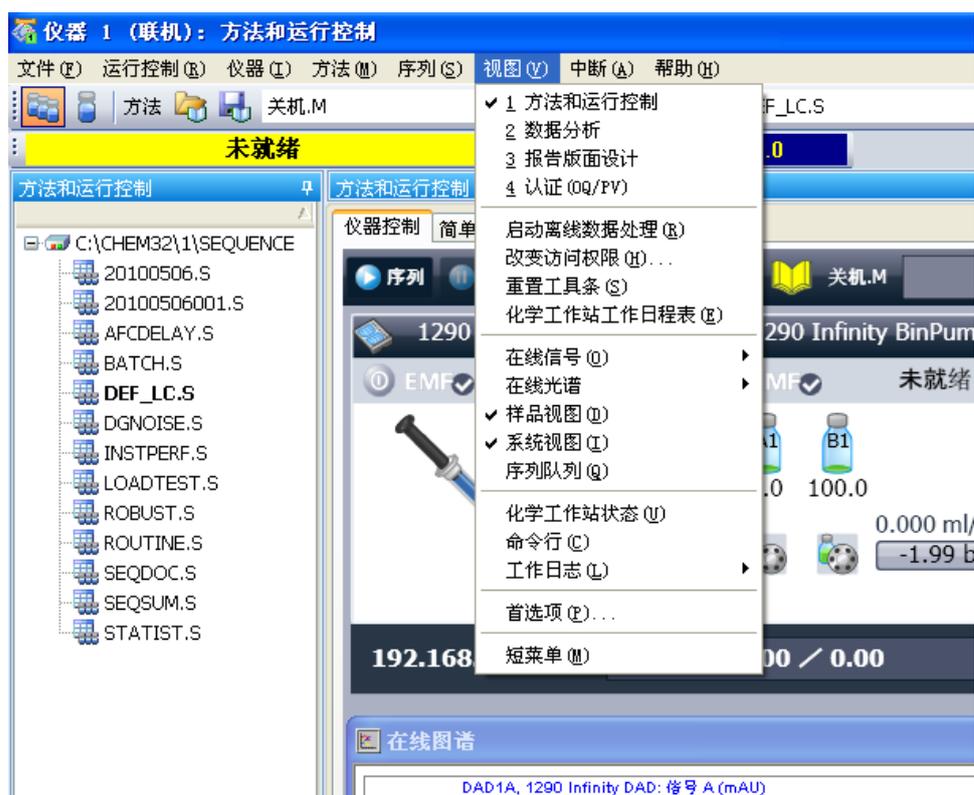
(一) 开机

1. 打开计算机,进入 Windows XP 画面。(
2. 打开 1200 1290INFINITY HPLC 各模块电源。
3. 待各模块自检完成后，双击“**Instrument 1 Online**”图标，化学工作站自动与 12001290INFINITY HPLC 通讯，进入的工作站画面如下所示。

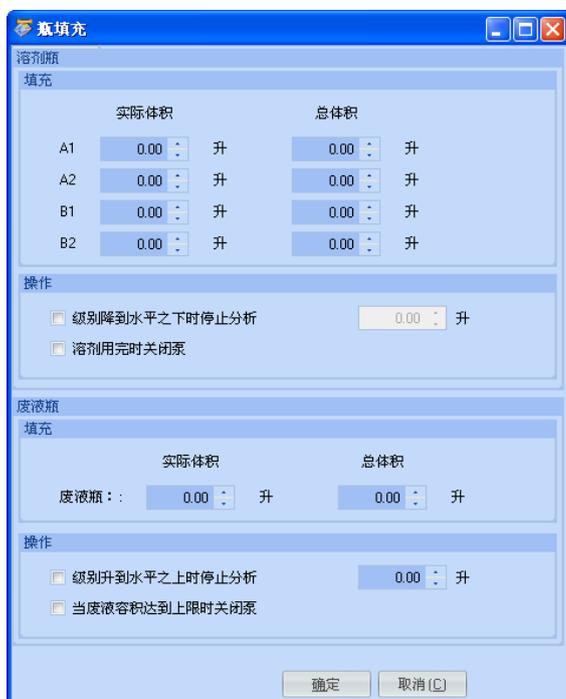


4. 从“View”菜单中选择“方法和运行控制”画面，点击“视图”菜单中的“样品视图”系统视

图”，使其命令前有“√”标志，来调用所需的界面。



5. 点击泵下面的瓶图标，选择‘瓶填充’如下图所示，输入溶剂的实际体积和瓶体积。也可输入停泵的体积。点击“Ok”。



6. 从菜单“视图”中，选中“在线信号”，选中“信号窗口 1”，然后点击“改变...”按钮，将所要绘图的信号移到右边的框中，点击“确定”。(如同时检测二个信号，则重复，选中“信号窗口 2”。)

(二) 排气

1. 首先在方法编辑中,泵的参数设置部分, 选好需要排空的通道 (保证是开的)
2. 点击仪器状态视图中泵的图标, 选择**控制**, 出现如下图

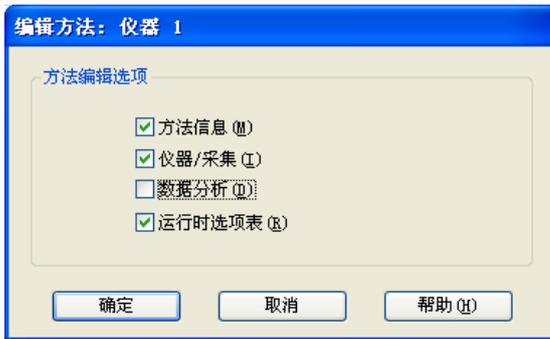


3. 勾选**吹扫**, 并且输入流速, 时间, 比例就可以 **purge** 泵头。排空的时候阀会自动切换, 无需人为介入。
4. 当我们发现泵头里面有气泡出不来的时候, 选择**预备**---开。然后点击确定。此时泵会用很强烈的方式朝外泵液体, 并持续 20 次自动停止。

(三) 编辑数据采集方法

1. 开始编辑完整方法：

从“方法”菜单中选择“编辑完整方法…”项，如下图所示选中除“数据分析”外的三项，点击“确定”，进入下一画面。



2. 方法信息：

在“方法注释”中加入方法的信息（如：This is for test!）。
点击“确定”，进入下一画面。

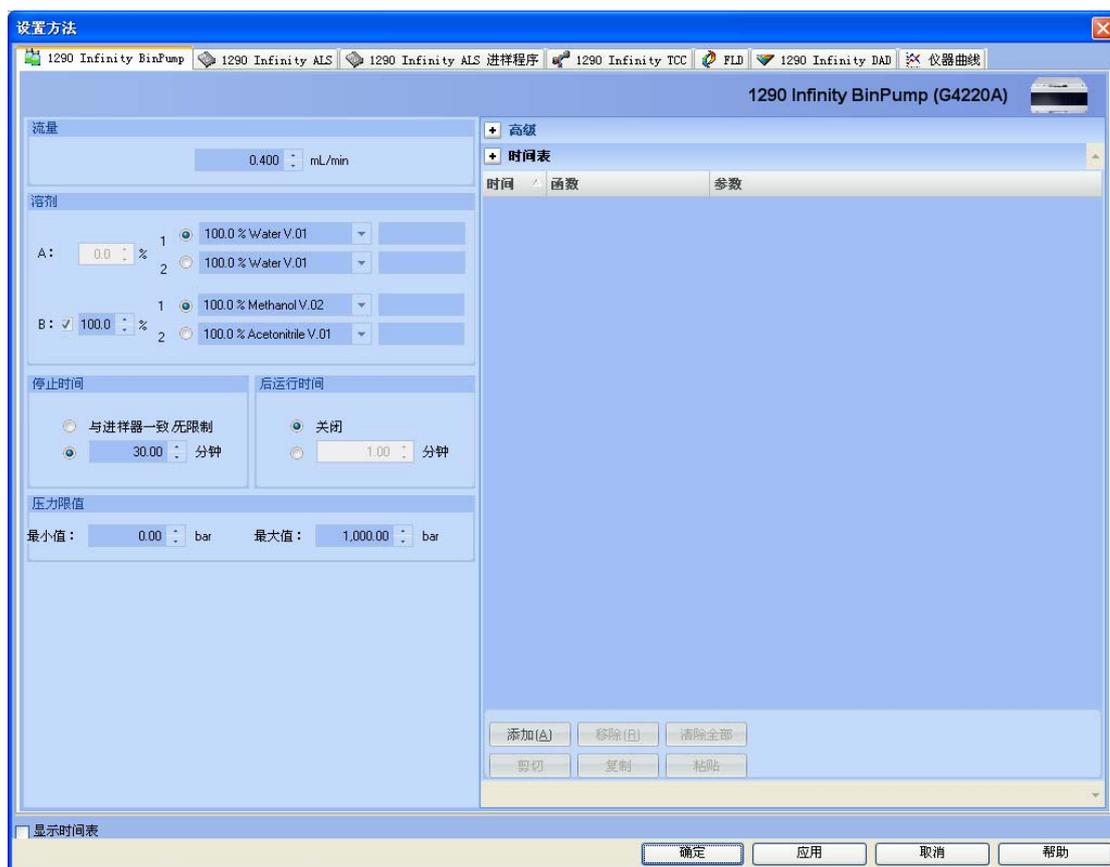
3. 进样方式选择

根据自动进样器的类型，选择合适的进样方式



4. 泵参数设定：

● 在“流速”处输入流量, 如 1.5ml/min, 停止时间: 10 min。在“溶剂 B”处输入 70.0, (A=100-B), 也可“插入”一行“时间表”, 编辑梯度。在“压力限”处输入柱子的最大耐高压, 以保护柱子。



5. 自动进样器参数设定:

- 选择合适的进样方式，如图所示，进样体积 1.0u1，**标准进样** ----只能输入进样体积，此方式无洗针功能。“**洗针进样**” ----可以输入进样体积和洗瓶位置，此方式针从样品瓶抽完样品后，会在针座旁边中洗针。



6. 柱温箱参数设定:

在“温度”下面的空白方框内输入所需温度,如:40度。并选中它,点击“更多信息>>”键,如图所示,选中“与左侧相同”,使柱温箱的温度左右一致。



7. DAD 检测器参数设定:

检测波长: 254nm, 带宽=4nm, 参比波长=360nm, 带宽=100nm;

● **检测波长:** 一般选择最大吸收处的波长。**样品带宽:** 一般选择最大吸收值一半处的整个宽度。**参比波长:** 一般选择在靠近样品信号的无吸收或低吸收区域。**参比带宽:** 至少要与样品信号的带宽相等, 许多情况下用100nm作为缺省值。**峰宽 (响应时间):** 其值尽可能接近要测的窄峰峰宽。**狭缝**-狭缝窄, 光谱分辨率高; 宽时, 噪音低。同时可以输入采集光谱方式, 步长, 范围, 阈值。选中所用的灯。

可以开启光学单元温度控制; 可以设定8通道信号等。



8. FLD 检测器参数设定:

色谱条件:

- 响应时间=4s. 停止时间: 4min。

激发波长:200-700nm,步长为 1nm,或零级。

发射波长: 280-900nm, 步长为 1nm,或零级。

PMT:多数应用适当的设定值为 10,若高浓度样品峰被切平头,则减少 PMT 值。

“峰宽”: 大多数应用设为 4s, 只有快速分析采用小的设定值。

多波长及光谱 (激发)。 多波长及光谱 (发射)。

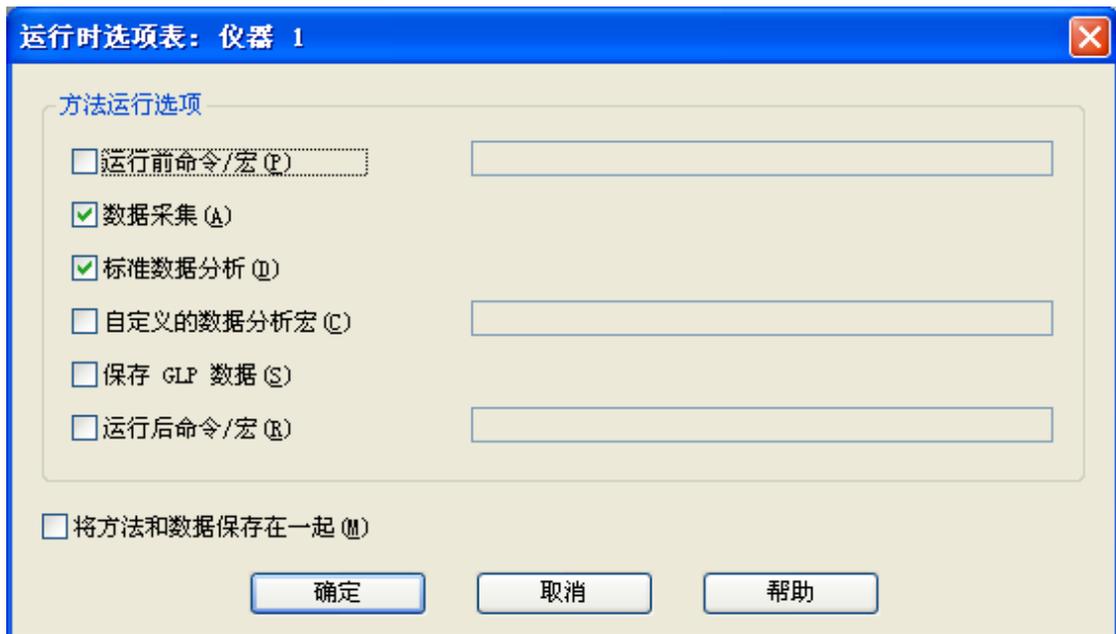
同时可以输入范围、步长、采集光谱。

点击“确定”进入下一画面。



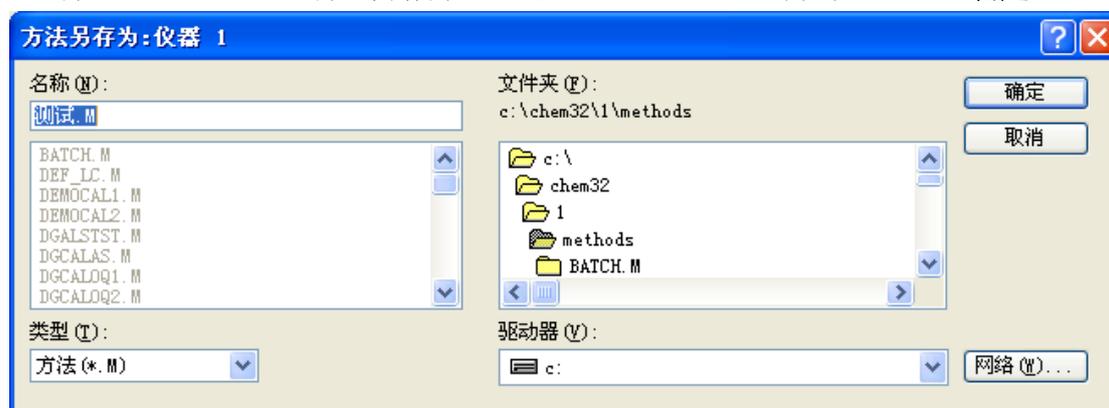
9. 运行时选项表

在“运行时选项表”中，选中“数据采集”，点击“确定”。



10.保存方法

从“方法”菜单，选中“方法另存为...”，输入一方法名，如“测试”，点击“确定”。



(四) 单次样品运行

从“运行控制”菜单中，选择“样品信息”选项，如下图所示，输入操作者名称，如“安装工程师”；在“数据文件”中选择“手动”或“前缀/计数器”。

样品信息：仪器 1 ✕

操作者姓名 (O):

数据文件 (D)

路径 子目录 (D):

手动 (M) 前缀 计数器:
 前缀/计数器 (P)

样品参数 (S) 自定义字段 (E) ...

样品位置 (C): (若未输入则运行空白)

样品名称 (N): 盘 ID (E):
 样品量 (A): 乘积因子 (L):
 内标量 (I): 稀释因子 (U):

注释 (T):

点击“确定”，从“系统视图”菜单启动系统。

等仪器准备好，基线平稳，从“运行控制”菜单中选择“运行方法”，进样。(若无自动进样器，则基线平稳后，进样并搬动手动进样阀，启动运行。)

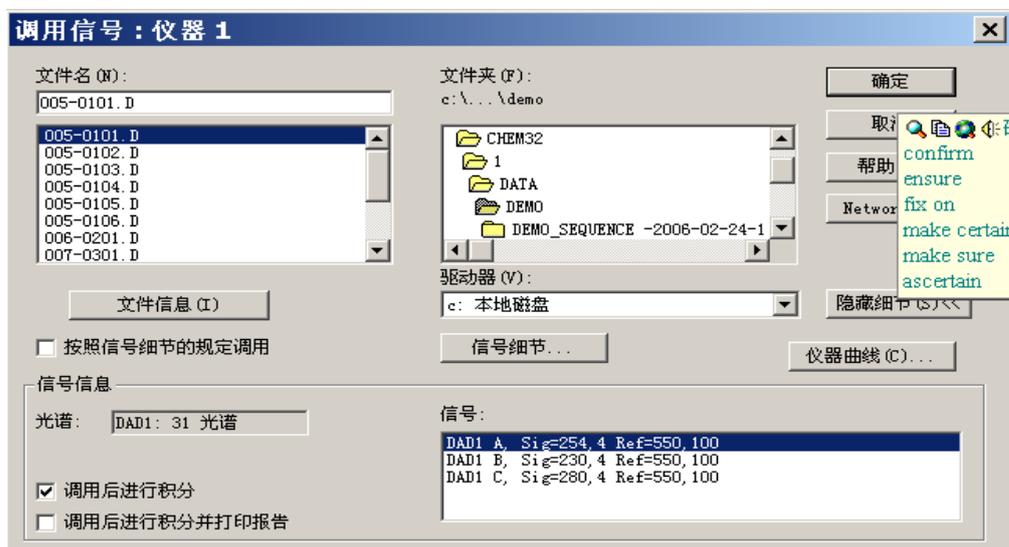
(五) 面积百分比数据处理

1. 选择界面

从“视图”菜单中，点击“数据分析”进入数据分析画面。

2. 调用信号

从“文件”菜单选择“调用信号”，选中您的数据文件名，如下图所示。点击“确定”，则数据被调出。



3. 做谱图优化:

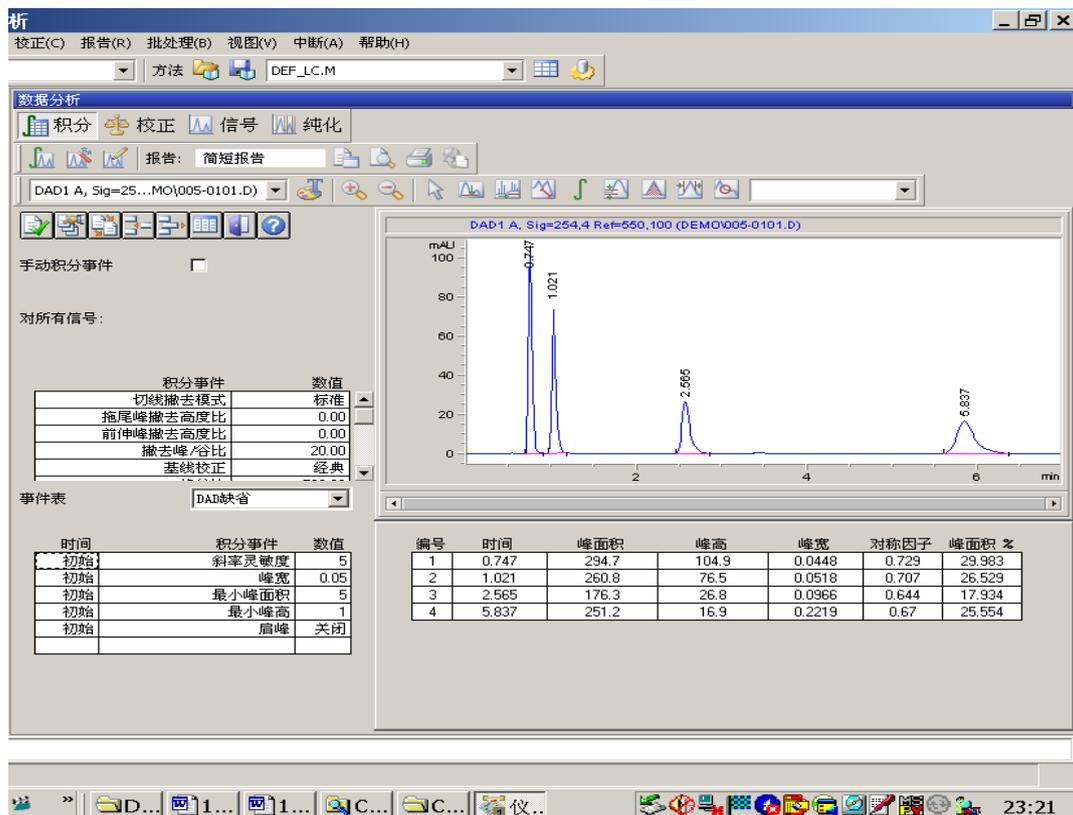
从“图形”菜单中选择“信号选项”，如下图所示。从“范围”中选择“满量程”或“自动量程”及合适的时间范围或选择“自定义量程”调整。反复进行，直到图的比例合适为止。点击“确定”。



4. 积分优化:

从“积分”菜单中选择“积分事件”选项，如下图所示。选择合适的“斜率灵敏度”，“峰宽”，“最小峰面积”，“最小峰高”。

- 从“积分”菜单中选择“积分”选项，则数据被积分。
- 如积分结果不理想，则修改相应的积分参数，直到满意为止。
- 点击左边“√”图标，将积分参数存入方法。



5. 打印报告:

- 从“报告”菜单中选择“设定报告”选项，进入如下图所示画面。
- 点击“定量结果”框中“计算”右侧的黑三角，选中“面积百分比”，其它选项不变。
- 点击“确定”。



●从“报告”菜单中选择“打印报告”，则报告结果将打印到屏幕上，如想输出到打印机上，则点击“报告”底部的“打印”钮。

(六) 关机

关机前，先关灯，用相应的溶剂充分冲洗系统。

退出化学工作站，依提示关泵，及其它窗口，关闭计算机（用 shut down 关）。

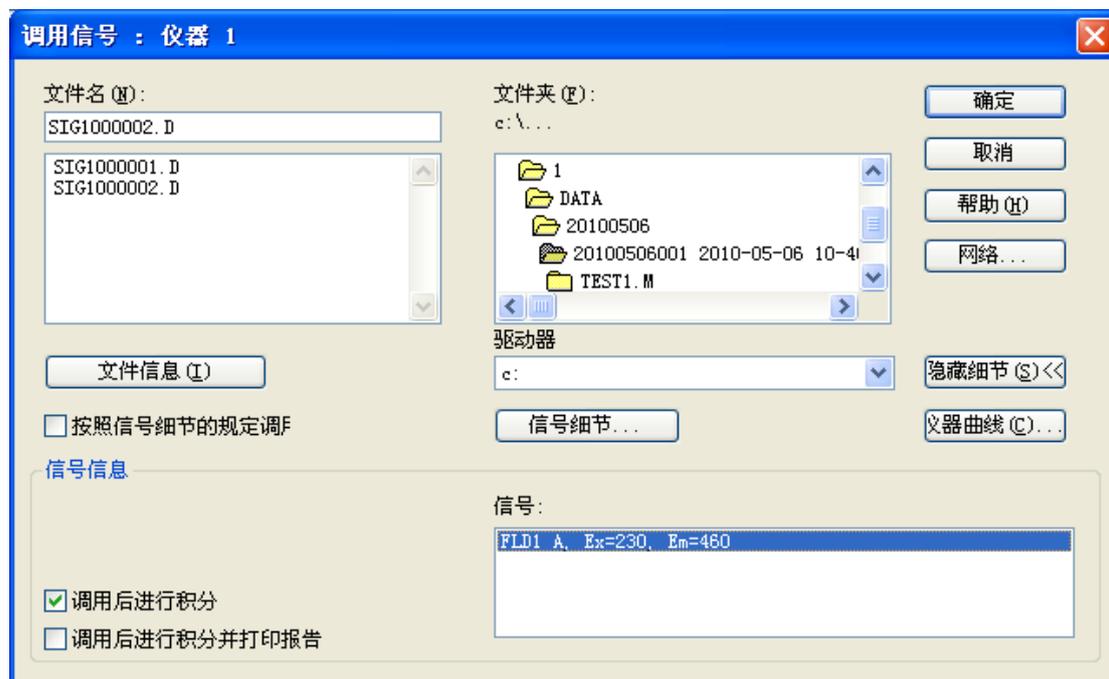
关闭 Agilent 1290 各模块电源开关。

(七) 定量数据处理

1、 点击“方法”菜单，选择“调用方法L..”，在方法目录中选择要进行定量设定的方法，该方法是经过积分和谱图优化过的方法。点击“确定”，则选择的方法被调出。



2、从“文件”菜单中选择“调用信号...”选项，选中标样的数据文件名，点击“确定”，则数据被调出。检查确认积分和谱图优化的参数是否合适



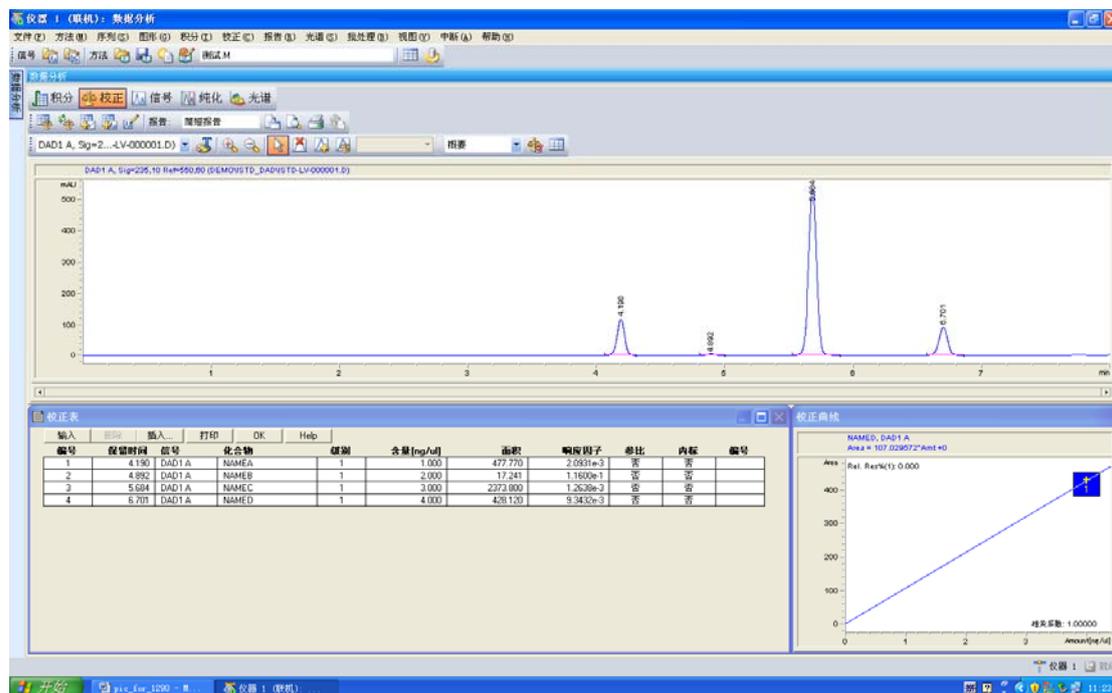
3、从“校正”菜单中选择，“新建校正表”按钮，进入以下画面，确认选项在“自动设定”；级别为“1”，点击“确定”。若要信号单独计算，则选择前面的空白框。



4、在覆盖现有校准表中对话框中，选择“是 (Y)”。若方法中没有旧的校准表，无此项。

5、则所有积过分的峰，其保留时间、峰面积按序显示在校准表中。如图所示，依

次输入化合物的名称、含量，校准曲线显示在右下方。可以设定参考峰等。若用内标方法定量，还须选择内标, 点击“内标”下的区域，选择那个峰作为内标峰, 指定每个色谱峰以那个内标为参比。点击“确定”。



6、在删除含量为零的行对话框中选择“是 (Y) ”。则校准表中未输入含量的峰从表中删除。

7、点击“校准”菜单，选择“校准设置”按钮, 进入以下画面，输入单位：如“%”；其它项不变。点击“确定”。



8、打印报告:

从“报告”菜单中选择“指定报告...”选项，进入如下画面。



点击“定量结果”框中“定量”右侧的黑三角，选中“外标法”，其它选项不变。点击

“确定”。---若是用内标法定量，则选“内标法”。

从“报告”菜单中选择“打印报告“，则报告结果将打印到屏幕上，如想输出到打印机上，则点击“报告“ 底部的“打印”钮。---可以选择打印到文件中，如PDF格式。

9、若有多个浓度标样，则依次调出校准数据，调出每一个校准数据后,点击“校准”菜单，选择“添加级别“，第2级数入”2“，类推。 在校准表中输入每级的组份浓度。

10、在方法菜单中，选择“运行时选项表”，确认“数据分析选项”也被选中，点击“确定”。点击“保存”按钮，存储修改的方法。此方法包含校准表，建立完毕。