操作步骤

- 1. 操作前准备
- 1.1. 流动相的准备
- 1.1.1. 使用色谱纯级溶剂和超纯水来配制流动相。0.45um 滤膜过滤后,超声脱气。
- 提示: 超声 15min,恢复到室温后才可使用。
- 2. 分析操作步骤
- 2.1. 开机及平衡过程
- 2.1.1. 打开空调, 使室内温度保持在 25℃左右。
- 2.1.2. 打开电脑及仪器(包括输液泵 LC-20AD、自动进样器 SIL-20A、检测器 RID-10A、 柱温箱 CTO-20A)。

提示: 在打开仪器的时候, 通常控制器最后开。如果控制器装在输液泵内部, 则该输液泵最 后开。

2.1.3. 运行 LCsolution。



双击电脑桌面 LCsolution , 打开 LCsolution 程序,点击第一个图标。



Login 窗口点击 OK, 无密码。

| Login | | |
|--------------|---------------------------|--------|
| | LabSolution Lesolution | |
| Vser ID: | Admin | OK |
| Password | | Cancel |
| r daan or d. | , | Help |

2.1.4. 设定方法参数。

| Instrument Parameters View Normal Advanced | | | | |
|--|--|--|--|--|
| Simple Settings LC Time Prog. Auto Purge | | | | |
| Time Program LC Stop Time: 0.01 Apply to all accursition time Pump | | | | |
| Mode: Isocratic flow Pump A Flow: 1.0000 mL/min Importance: 40 C | | | | |
| | | | | |
| Batch Table nu Data Acq | | | | |

点击 Download 按钮,出现对话框选择是,将参数下载到仪器。

提示: "Instrument Parameters View"中 "Advanced"为各设备的运行参数,参考相关 说明书制定。

- 2.1.5. 输液泵排气: 逆时针拧开 LC-20AD 排液阀, 按 purge 按钮, 3min 后自动结束, 顺时 针拧紧排气阀。
- 提示: 排液阀拧开不要超过 180 度, 否则反而容易在 purge 时引入气泡。
- 2.1.6. 进样器冲洗: 按自动进样器上 purge 按钮, 25min 后自动结束;
- 提示: 自动进样器清洗液使用与流动相相同溶剂, 但是去除了添加的盐和酸等物质。
- 2.1.7. 平衡色谱柱:待 2.1.5 结束后,按(Instrument On/Off)使仪器按照方法参数开始运转,一般 60min 左右基线可以走平。
- 提示:可以与2.1.6步同时进行。
- 2.1.8. 示差检测器平衡

- 2.1.8.1. 按 R flow on/off 键冲洗参比池。 📑 🔐 🚔 🌆 🗊 🛒 🖼
- 2.1.8.2. 20min 后, 按 R flow on/off 键停止冲洗, 反复点击 3-4 次以消除池内气泡。
- 2.1.8.3. 调零,等基线平稳后检查 balance 值,如果大于 50,就进行光路平衡,如果小于
 - 50, 不必进行。 🖼 🔐 🛣 🍃 🗊 連 🙀 🜌
- 2.1.8.4. 在仪器监视窗口查看检测器能量应处于 6000 和 9000 之间,否则在面板上调节电压 使之坐落在该范围内。
- 提示: 2.1.8 可以在 2.1.7 步流动相彻底置换色谱柱中溶液后开始进行。
- 2.1.9. 待基线基本稳定,按 Zeros Detector A 键调零。 🖼 🗃 加 🔟 🔤 🛫
- 2.2. 分析操作过程
- 2.2.1. 放入样品瓶,记录放置孔号。
- 提示:样品架应推倒底,瓶垫应该白色朝上。
- 2.2.2. 编辑批处理表



- 2.2.2.1. 右侧助手烂点击"Batch processing"
- 2.2.2.2. New;
- 2.2.2.3. 输入第一个样品进样器孔号(Vial#),右键 fill detail;
- 2.2.2.4. 跳出窗口中依次填入行数(由第1行到第6行)、第一个样品孔号(2)与重复次数(1次);点击"OK";

| Vial# | | |
|------------------|---------------|--|
| Row#: 1 | 6 | |
| Vial#: 2 : | epetitions: 1 | |
| 🔽 Auto-increment | | |
| OK | Cancel Help | |

- 2.2.2.5. 依次输入 sample name (样品名)、sample ID (样品编号);
- **2.2.2.6.** method file 列中输入方法文件(*.lcm 文件), 左键选定列, 右键单击, 选择 fill down 向下填充;
- 2.2.2.7. 确定数据文件保存地址及名称;
- 2.2.2.8. 输入进样体积
- 2.2.2.9. 保存批处理文件。
- 2.2.3. 运行批处理表。点击 Batch start 按钮,开始进样。

提示:测试过程中可按助手栏中 "Pause" 暂停,插入样品后保存批处理表,按 restart;也可按 "Stop" 停止,对话框弹出选择 "停止这一针分析"和 "停止这个样品表的分析"。

提示:手动进样器点击 single start 进行单次进样。