

Agilent 1260 液相色谱仪操作规程

一、准备工作

- a) **启动计算机:** 打开计算机,登陆 windows 操作系统。
- b) **启动工作站:** 开启 Agilent 1260 各模块电源,待 Agilent 1260 各模块自检完成后(各模块右上角指示灯为黄色或者无色),点击 LC1260(联机)。
- c) **开启工作站:** 进入工作站,点击“方法和运行控制”或者在“视图”中选择“方法和运行控制”。打开仪器控制视图:选择“视图->系统视图”,即可显示仪器控制视图。
- d) **配置流动相:** 将流动相装入溶剂瓶中。设置溶剂瓶参数,在溶剂瓶图形上单击鼠标左键,点击“溶剂瓶填充量”设置溶剂瓶中流动相实际体积,也可设定低体积泵;溶剂要求:色谱级纯或优级纯乙腈或甲醇,二次蒸馏水。
- e) **冲洗流动相管路:** 反时针旋开泵模块上的溶液排空阀。右键单击泵视图的空白处,选择“方法”,设置“流速”为 5ml/min。对于 G1311X(四元泵)分别将 A,B,C,D 四个通道设置“溶剂”为 100%,冲洗至管线内无气泡为止;设置溶剂比例为初始比例,“流速”为 1ml/min,关闭 Purge 阀。
- f) **开启模块:** 开启模块:鼠标右键单击每个模块的空白处都会弹出提示框,选择“控制”即可在新的窗口中选择打开或者关闭各个模块。也可在仪器视图中选择“打开”。
- g) **监视基线:** 点击“视图->在线信号”打开“在线图谱”。
- h) **平衡色谱柱、进样分析:** 监视压力和信号基线等待平稳后,可以进样采集分析。

二、数据采集方法编辑

- a) **方法编辑:** 在“方法和运行控制”状态下,单击“方法”菜单,选择菜单中“新建方法”,调用化学工作站的默认方法 DEF-LC.M,选择“方法”菜单下的“编辑完整方法”,设置好泵参数、进样方式、柱箱温度、波长、积分参数等,即可开始编辑一个完整地方法。
- b) **方法存贮:** 在“方法和运行控制”状态下,单击“方法”菜单,选择菜单中“方法另存为”选项,方法以检测项目名存贮。

三、样品信息编辑

- a) **运行单个样品:** 在“方法和运行控制”状态下,单击“运行控制”菜单,选择“样品信息”进行样品信息编辑。
- b) **运行序列:** 在“方法和运行控制”状态下,单击“序列”菜单,选择“新建序列模板”;命名“首选项”中的序列数据文件夹;编辑“序列参数”和“序列输出”;编辑“序列列表”;保存序列。

四、运行方法

- a) 把样品放在“三”中设置好的位置。
- b) **运行单个样品:** 在“方法和运行控制”状态下,单击“运行控制”菜单,选择“运行方法”选项。运行当前方法,开始数据采集;当所有色谱峰被洗脱出后,按红色 STOP 键停止。
- c) **运行序列:** 在“方法和运行控制”状态下,单击“运行控制”菜单,选择“运行序列”选项,或按 F6 键运行序列,或从“序列列表”运行序列。

五、关机

- a) 关闭检测器的灯。
- b) **冲洗系统:** 没有盐缓冲溶液的流动相,(反相系统)用 85%~90%有机相+15%~10%水

相冲洗系统和反相色谱柱或者适宜的流动相冲洗系统和反相色谱柱;有盐缓冲溶液的流动相, (反相系统)用 85%~90%水相+15%~10%有机相冲洗系统和反相色谱柱(反相系统), 除去反相色谱柱与系统中的盐溶液。然后用 85%~90%有机相+15%~10%水相冲洗系统和反相色谱柱。

- c) **封存色谱柱:** (反相系统)用 90%~95%有机相+10%~5%水相封存反相色谱柱, 两端封死。(如长时间存放可将柱子完全浸泡有机相内, 以防用纯有机相封存反相色谱柱, 如果长期保存有机相会挥发)。
- d) **关闭电脑:** 将泵流速逐步降至 0ml/min, 单击“关闭”按钮关闭所有模块, 退出化学工作站, 关闭电脑。
- e) **关闭模块:** 关闭所有模块电源开关。

六、注意事项

- a) 仪器运行时必须保证一定体积的流动相;
- b) 缓冲溶液、样品必须经过过滤;
- c) 仪器运行时防止系统泄漏;
- d) 关机前必须分别用水和甲醇冲洗色谱柱;
- e) 将系统内的缓冲液冲洗干净;
- f) 不要在系统中长期留存 100%乙腈;
- g) 在没有色谱柱流动相流动的情况下, 不要使柱温箱长时间保持高温。