

## Vanquish液相色谱仪操作注意事项

### 1. 目的

规范Vanquish液相色谱仪开关机注意事项, 正确使用仪器, 保证检测工作顺利进行、操作人员人身安全和设备安全。

### 2. 适用范围

适用于Vanquish液相色谱仪(仪器配置:Pump+Autosampler+TCC+VWD/DAD+CM7.2)的使用操作。

### 3. 职责

- 3.1 Vanquish液相色谱仪操作人员应严格按照本规程进行仪器的开关机, 对仪器进行正确地日常维护, 并填好使用记录。
- 3.2 Vanquish液相色谱仪保管人员负责监督仪器操作是否符合规程, 对仪器进行正确地开关机、定期维护、保养。
- 3.3 室主任负责仪器综合管理。

### 4. 开关机操作程序

#### 4.1 开机注意事项

- 4.1.1 流动相的配制: 根据所供试品的性质、相关的文献资料、工作经验等按比例配制流动相; 根据流动相的性质确定采用有机膜还是水相膜对流动相进行过滤; 将过滤后的流动相进行超声脱气5分钟。注: 如果是Vanquish高压二元系统, 建议使用HPLC级或者更高纯度的试剂做流动相。
- 4.1.2 样品的处理: 称取或量取适量的对照品或供试品, 用适当的溶剂(最好采用流动相或流动相的主成分)进行充分溶解(也可借助超声波进行超声溶解), 根据检测结果再适当调节溶液的浓度; 样品尽量过滤(有机膜或者水膜)。样品尽可能用初始流动相溶解或者用初始流动相稀释。
- 4.1.3 请确认: 清洗泵头密封圈的10%异丙醇或甲醇水溶液没有走空, 洗针液瓶没有走空。
- 4.1.4 依次打开泵、自动进样器、柱温箱、检测器的电源;
- 4.1.5 双击电脑右下角“服务管理器/Chromeleon Service Manager”快捷图标, 出现对话框后点击“启动仪器控制器/Start Instrument Controller”, 等显示“本地仪器控制器运行空闲/The local Instrument Controller is running idle”, 可以关闭界面。
- 4.1.6 双击在桌面上的Chromeleon 7图标(工作站主程序)。
- 4.1.7 在左下方点击“仪器/Instruments”, 则在右边会自动显示该仪器控制面板。
- 4.1.8 泵排气泡/Purge: 设置A通道为100%, 点击“冲洗/purge”, p不需要手动拧开purge valve), 默认冲洗5分钟, 流速3 ml/min; 然后分别“冲洗”流路中其他通道气泡。注: 1. purge使用过缓冲盐

或者即将使用缓冲盐的通道前, 先用水过渡。2. 如果是Vanquish高压二元系统, 有机溶剂都放在A (A1, A2, A3) 或者都放在B (B1, B2, B3), 切勿在A和B通道都放置有机溶剂。3. 如果是Vanquish F系统, 建议A或者D放置有机溶剂, B或者C放置缓冲盐。

4.1.9 设置流动相的比例及流速后, 点击“马达/Motor”。此时泵自动会以设置的流速进行运行。注: 如果是Vanquish高压二元系统, 当使用小粒径色谱柱时, 建议逐渐升高流速直至流速为最终使用流速。

4.1.10 清洗进样器: 点击自动进样器wash按钮, 设置进样盘的温度 (4-40°C)。注意: 进样器托盘通过软件控制, 或者点击自动进样器ROTATE按钮, 一定不要手动拨动, 否则会导致针偏移或者转盘偏移; 进样盘的温度与室温尽量不要相差大于23°C。

4.1.11 设置柱温: 在控制面板“柱温箱”中, 设置准备分析样品所使用的柱温箱温度 (5-120°C); 如果需要也可以设置柱后冷却温度 (大于65°C)。

4.1.12 打开氙灯或者钨灯: 在控制面板“UV”界面, 选中“紫外灯/UV lamp”选框, 或者“可见灯/VIS lamp”选框 (如果波长在可见范围), 建议在系统压力稳定15min后再开灯。

4.1.13 设置检测用波长, 采集频率 (10HZ), 时间常数 (0.5s); 然后点击“监视基线/Monitor Baseline”, 选中“Pump pressure”和“UV\_VIS”通道并点击确定/OK。

## 4.2 关机注意事项

4.2.1 冲洗色谱柱 (如果使用了缓冲盐, 首先使用10%甲醇水溶液冲洗色谱柱60分钟, 然后使用纯甲醇冲洗色谱柱60分钟, 如果柱长150mm, 则分别冲洗30min即可)。

4.2.2 关闭UV面板的氙灯或钨灯。

4.2.3 关闭Column Oven面板的柱温。

4.2.4 关闭Pump面板的泵马达/Motor。

4.2.5 关闭工作站, 停止仪器控制/Stop Instrument Controller。

4.2.6 依次关闭检测器、柱温箱、自动进样器、泵电源。

4.2.7 如果长时间不再使用仪器, 建议将预柱和分析柱从仪器拆下来, 将两端用死堵头密封保存。

4.2.8 如果长时间不再使用仪器, 建议将所有通道先使用超纯水冲洗然后再用纯甲醇冲洗保存, 以防止长菌。

4.2.9 仪器停机后, 做好相关的实验使用记录并备份和打印重要数据。

## 5、安全操作注意事项和日常维护要求

### 5.1 安全操作注意事项

5.1.1 该仪器必须有专人保管、专人使用, 应有使用记录。

5.1.2 注意仪器间的洁净, 保持无尘, 不能和其它发热和产生气体的仪器同放一实验室。



5.1.3 使用环境: 室温需控制在10~25℃之间, 仪器不能直对着空调, 实验应无腐蚀性气体; 使用试剂: 使用的化学试剂必须为色谱纯及以上, 建议购买品牌产品(如Fisher等), 配好的流动相最好用带0.22 μm水系滤膜抽滤装置过滤后, 再真空脱气5分钟; 实验用水: 超纯水, 电导率必须< 1.0μS, 建议购买超纯水机(出口有0.22 μm过滤装置), 并按要求定期更换交换树脂。

5.1.4 严格遵守操作规程, 出现故障时应作好记录, 同时立即向保管人员及科室主任报告。

5.1.5 当在运行时, 不要用蛮力推动各模块。

5.1.6 严禁Vanquish在工作台上整体推动和移动, 整体推动和移动会造成外壳的变形。Vanquish系统需要移动时, 必须拆开模块后移动。

5.2 泵的使用注意事项:

5.2.1 用时要小心防止溶剂瓶内的流动相被用完, 否则空泵运转会磨损柱塞、缸体和密封环, 最终产生漏液。

5.2.2 防止任何固体微粒进入泵体, 因为尘埃或其他任何杂质微粒都会磨损柱塞、密封环、缸体和单向阀, 因此应预先除去流动相中的任何固体颗粒。流动相过滤, 可采用滤膜(0.2 μm)等滤过, 滤膜请一定要选择正确。

5.2.3 输液泵的工作压力不能超过规定的最高压力, 否则会使高压密封环变形, 产生漏液。

5.2.4 流动相应先脱气, 以免在泵内产生气泡, 影响流量的稳定性, 如果有大量的气泡, 泵就无法正常工作。

5.2.5 溶剂泵长期不用时, 用80% 甲醇以1.0ml/min冲洗各个通道。

5.2.6 泵头的清洗液要勤换, 一般使用10%甲醇水溶液。

5.2.7 每次开启泵之前要排除管道中是气泡。

5.2.8 流动相由无机盐溶液转换有机溶剂前要用90%去离子水清洗管路。

5.2.9 转换不同流动相时注意两者是否容易混合或者发生反应。

5.2.10 长期不用或运输前要到空清洗液瓶。

5.2.11 , 请重新排除气泡; 仍旧有波动请检查单向阀。

5.3 进样器的使用注意事项:

5.3.1 请一定不要手动拨动转盘, 否则会导致针位和转盘偏移

5.3.2 当仪器报错“进样针遇到障碍物”时, 应及时报修, 请勿继续使用, 否则会导致进样针及针座损坏。

5.4 柱温箱的使用注意事项:

5.4.1 仪器使用的VIPER管路接头为金属身PEEK密封头, 请安装色谱柱时注意对准, 否则可能会导致漏液或者VIPER头损坏



5.4.2 柱温箱自带气体及湿气传感器, 请勿将易挥发性的溶剂敞口放置在仪器附近, 否则可能会触发泄露传感器。

5.5 检测器的使用注意事项:

5.5.1 长时间检测池中无流动相流动时, 应关闭检测器氙灯。

5.5.2 不要将物品或其他仪器挡住检测器的散热孔。

5.5.3 检测器安装的位置应没有震动, 温度变化不大, 避免阳光直射。

5.5.4 在关灯命令发出后, 再次开灯须等待10分钟以上的时间; 否则灯会因为过热而损坏。

5.5.5 请勿将空调的出风口或者窗户对着检测器。

5.6 变色龙软件的使用注意事项

5.6.1 请勿在电脑中安装优化类软件; 如果无法开启服务管理器, 请恢复电脑的开机启动项。

5.6.2 控制仪器的电脑请尽量不要连接互联网, 防止数据丢失和数据泄露。

5.6.3 定期(每月或每季度)备份软件中的数据, 并拷贝到其它的电脑或光盘中保存, 防止电脑故障导致数据丢失。

5.6.4 注意请在电脑的设备管理器中, 将USB口的省电管理关闭, 防止通讯意外中断。

