## LC-10T 单泵液相色谱仪作业指导书

**说明:**本指导书基于仪器操作和 GB\_T 18872-2017 饲料中维生素 K3 的测定 高效液相色谱法的实验标 准而编辑。实验过程,请遵循国标流程。 技术支持: 程志明 13858172331

## 第一部分: 仪器设置

## 一、开机

依次打开检测器、输液泵和电脑开关。等待检测器自检完成。





检测器自检,自检完成,会有蜂鸣声。转跳至波长和 吸光度界面。

2 <b>5</b> 4nm	0.000AU
D2	0.0100AUFS

自检完成显示界面

#### 打开仪器电源

## 二、检查流动相

流动相即做样用的试剂,根据国标中的"色谱条件"要求配置试剂,例如:GB\_T 18872-2017 饲料中 维生素 K3 的测定中,

## 7.2.1 参考色谱条件

色谱柱:C18型柱,长150 mm,内径4.6 mm,粒度5 µm,或性能类似的分析柱;

流动相:甲醇+水(75+25);
流速:1.0 mL/min;
柱温:室温;
进样量:5 μL~20 μL;
检测波长:251 nm。



表示: 需要的试剂是甲醇和水(水要用蒸馏水)的混合溶液,体积比是 75:25,自行配置,记得一定 要超声一下。

检查试剂是否足够,若不够,先配置试剂。若足够使用,则跳过此步骤,直接进行下一步。

### 输液泵排空:



conc

8

5

2

F1

run

9

6

3

edit

0

.

Enter

试剂处理好后,把泵的白色管道放入瓶中。 打开泵的排空阀,逆时针旋转 180°



按面板上的排空键"purge",排空 5min,排出管道气泡 排空结束后,再按"purge"键停泵,拧紧排空阀

注意: "purge"键不能随便按,必须打开排空阀才能按。

## 三、软件设置

purge

7

4

1

sleep

pump

VP

CE

func

(back)

## 3.1: 软件登录:



### 3.2: 通讯连接:



#### 3.3: 设置方法文件:

方法文件:就是设置这次实验的相关仪器参数,设置好后,可以保存,下次再做该实验室,直接双击 调用。

下面就分别以维生素 K3 实验为例:

例如 GB\_T 18872-2017 饲料中维生素 K3 的测定:

1、新建配置方法,在软件的左上方"文件"中,打开后,点"泵"和"检测器"设置相关参数。

	V  新雄間CE  手动进样智		检测器	-				and a				
文件 仪器 视图 进样 设置 操作	选择	名称	流速	结束停泵	单位	最小压力		ì	选择	名称	溶剂	百分比
		泉1[LC10tv2.10] 泵2[LC10tv2.10]	1		Mpa 🔻 Mpa 🔻	0	2		V	泉1 泵2		100
采甲 《 进祥序列												
<b>文件</b> * 开始 结束	•		Ⅲ 〔设置	] [ 运行	] [ 停」	】 E   「清洗	•		确定		设罟比例	「製店」
	梯度 米	时间    泵	1	泵2		流速			in	 泵: 泵:	度 2	TE 105

## 2、看标准中的"色谱条件",在配置方法中输入。

		√  新建配置	<b>註</b> 文件									
7.2.1 参考色谱条件		手动进样器	泉色	谱柱 检测器	)							
在游社 〇 町社 ビ 150		选择	名称	流速	结束停泵	单位 最小日	助		选择	名称	溶剂	百分比
巴谙住:C18型任,长150 mm	, 内		泵1[LC10tv2	. 10] 1		lpa 🔻 O	e	•		泵1		100
流动相:甲醇+水(75+25);												
流速:1.0 mL/min;												
柱温:室温;		•					F					
进样量:5 µL~20 µL;		12 00		设置		停止	青洗		确定		设置比例	警报
检测波长:251 nm。		印度	时间	泵1		流速		ml	min	泉橋	度	
	- 14 -	*	i 2									
手动进样器 泵 色谱柱 检测器												
	学学生											min
□ 12/ 波桜[m] 251 辺景 査秀 3	空白谱图											
	时长[min]	波						梯度	8		初始	
频率 20 - *								梯度结	束	保持	当前▼	
同 进择结束后关杆					ſ	保存	另	序为			<u>载</u> 〕	<u> </u>

写好泵和检测器参数后,点击保存,写上该实验的名称,下次就不用设置了,直接双击单开调用。并载入当前。

主样器 泵 色谱柱 检测器		手动进样器  泵	
择 名称 流速 结束停泵 单位 最小压力 ▼ 泵1 [LC10tv2.10] 1	送择 ( ) 通症 () 通行 ml/min	设置 波长[ɪտ] 251 设置 频率 20 □ 进样结束后关灯 ☑ 进样时调零 调零	程序波长 空白谱图 时长[min] 米

载入当前后,点击检测器和泵的设置,你会发现,仪器已经按照你设置的参数显示了。

### 下次调用时:



双击左侧的 IC 文件中,你刚才保存的文件名。

如果找不到,在下方找到 IC。

3、新建进样序列:这是设置这次实验的文件名和做样时间,同样实验做多少次的相关参数。

M IC WELL DE DUTTO			<b>V</b> ⊺ <del>≋</del>	建序列	文件										×
文件 仪器 视图 洲	17 Jam	10.4	0	0>		00	00	00	00	000		手动		•	
1977年前四四十六十	件 收直	操作		选择	状态	打印	打印样式	文件名	IC 文件	MTD 文件	瓶号	重复次数	当前次数	进样体积[亚]	分析时间
が注意したが広	006	00000	Þ		等待			维生素K3	维生素K3		1	90	0	20	10
	《 世 《 [] 分	<b>非序列</b> 开始 结束 析时间:0.00 min										-			-

♥新	建序列	文件						*		-20		10 10	×
0	0>		00	00	00	000	00	96		● 手动		•	
	选择	状态	打印	打印样式	文件名	IC 文件	MTD 式	て件 う	瓶号	重复次数	当前次数	进样体积[11]	分析时间
•	V	等待			Default			1		1	0	20	60
	<ol> <li>1、点一下文件名下方。会弹出对话框,写上这次实验的名称,报告中也是按照这个名称显示的。</li> <li>2、再点下IC文件下方,会弹出对话框,找到上一步设置的配置方法文件,加载进去。</li> <li>3、把重复次数改为10</li> </ol>												
		4	4、分	析时间:	第一次	不会实习	知道	多长线	结束	1,先用6	0分钟。	等结束后看	下具体
•		ì	可问, 己得修	<b> <b> </b></b>	那个结果	<b>宋时间</b> 存保存		1 <b>25日</b> 另7	字为 字为	⊫¥ ,那我 □	科马易兀战万	1630分钟。 18 <u>13日前</u>	默认

保存后,下次可以直接调用:

- 1、找到 SS 文件。
- 2、双击保存的文件。
- 3、载入当前。
- 4、关闭此界面。

## 4、等待基线平稳:



等基线平稳后,就可以进样实验了。 平稳时间,大概 30min 左右。 如果基线不在 0 刻度上,可以按检测器"zero"键,调零即可。



# 第二部分:样品处理

## 一、样品处理

根据国标上的操作流程,处理标准品和样品。





用万分之一天平,准确称量过筛后的样品,精确到 0.001g,并记录数值。

三、样品溶解



根据国标,加入相应试剂及处理,这里就不赘述了,一切按照国标操作。





用注射器吸取样品溶液,前端加 0.45um 的针式滤器,过滤样品。 这样,样品就处理好了,待仪器稳定就可以进样测试了。 提示:处理好的样品贴好标签,写上名称及浓度,防止混乱。

五、样品进样





检正峰

- 1、用玻璃进样针,抽取过滤后的样品溶液,60-80ul,赶走气泡。
- 2、把进样阀的手柄扳到"load"状态。
- 3、插入进样针,插到底。
- 4、缓慢把样品推入进样阀。
- 5、快速果断的把手柄扳到"input"状态,软件就开始采集谱图。
- 6、拔出进样针,清洗三次待用。

注意:千万不要把气泡注入,如果气泡排不掉,重新抽取。

# 第三部分:数据处理







#### 四、系统清洗

做样结束,清洗系统,方便下次实验。 清洗系统:就开着泵就好,清洗 30min 以上。

- 1、文件底下的打印设置。
- 2、自行编辑报告的页眉、页脚、水印和图案标识。