

LC-10T 单泵液相色谱仪作业指导书

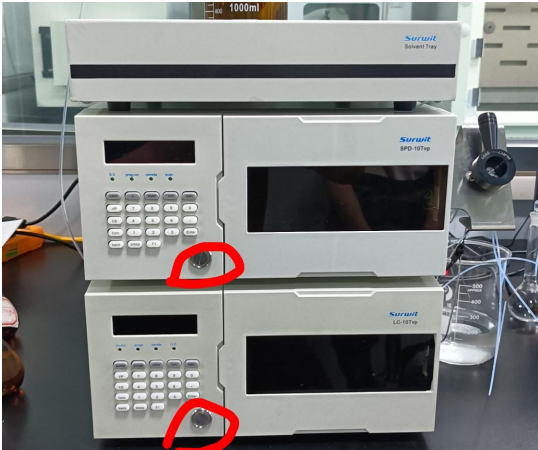
说明: 本指导书基于仪器操作和 GB_T 18872-2017 饲料中维生素 K3 的测定 高效液相色谱法的实验标准而编辑。实验过程, 请遵循国标流程。

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。



打开仪器电源



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。

254nm	0.000AU	↓
D2	0.0100AUFS	

自检完成显示界面

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;

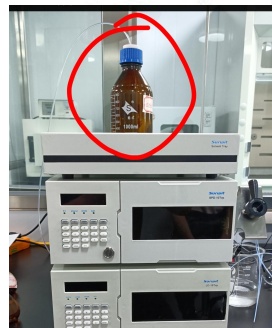
流动相: 甲醇+水(75+25);

流速: 1.0 mL/min;

柱温: 室温;

进样量: 5 μL~20 μL;

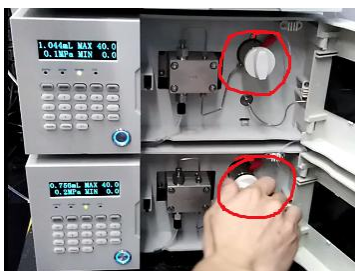
检测波长: 251 nm。



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:



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

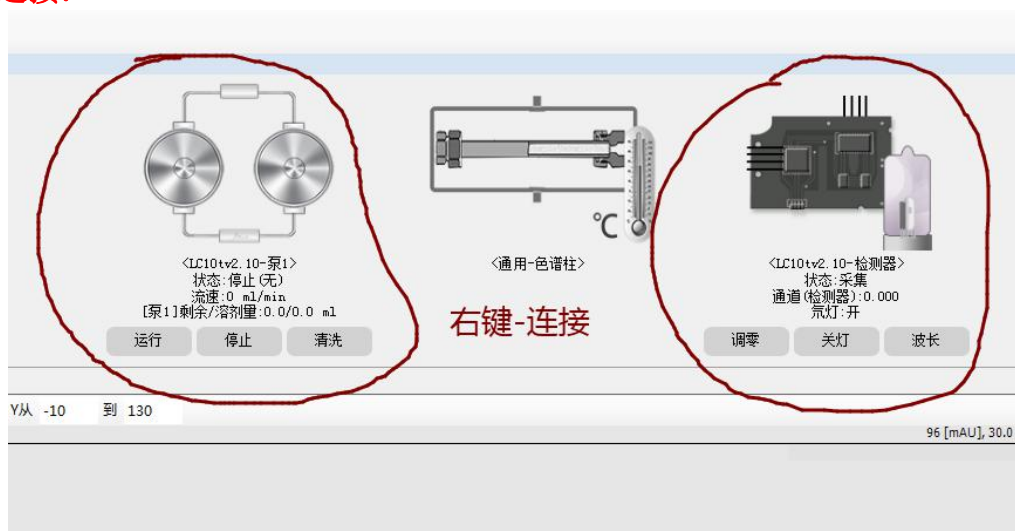
注意: “purge” 键不能随便按, 必须打开排空阀才能按。

三、软件设置

3.1: 软件登录:



3.2: 通讯连接:



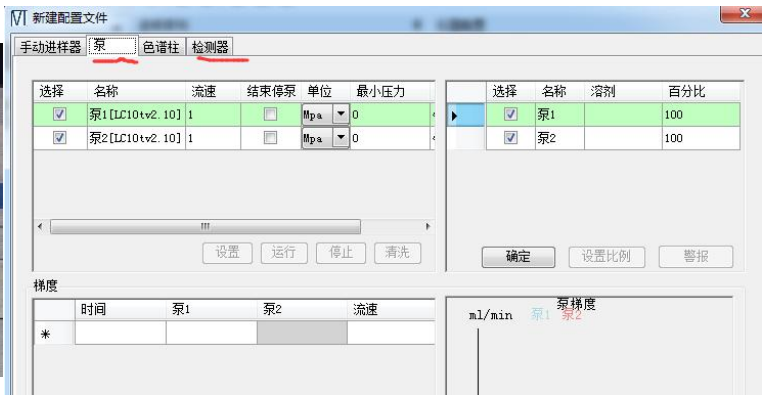
3.3: 设置方法文件:

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。



2、看标准中的“色谱条件”，在配置方法中输入。

7.2.1 参考色谱条件

色谱柱: C₁₈型柱, 长 150 mm, 内径 4.6 mm

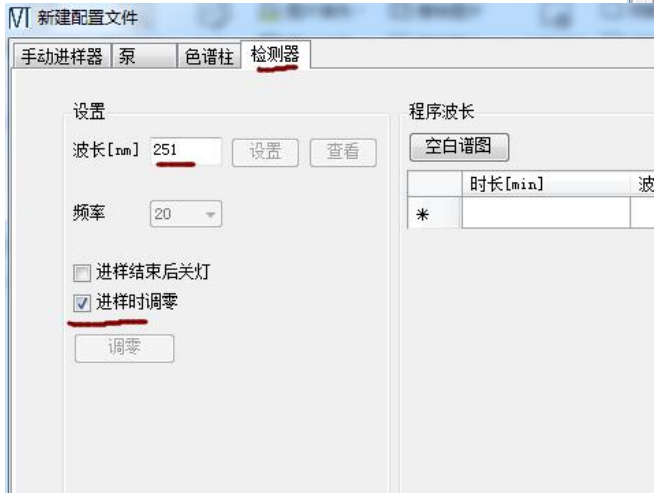
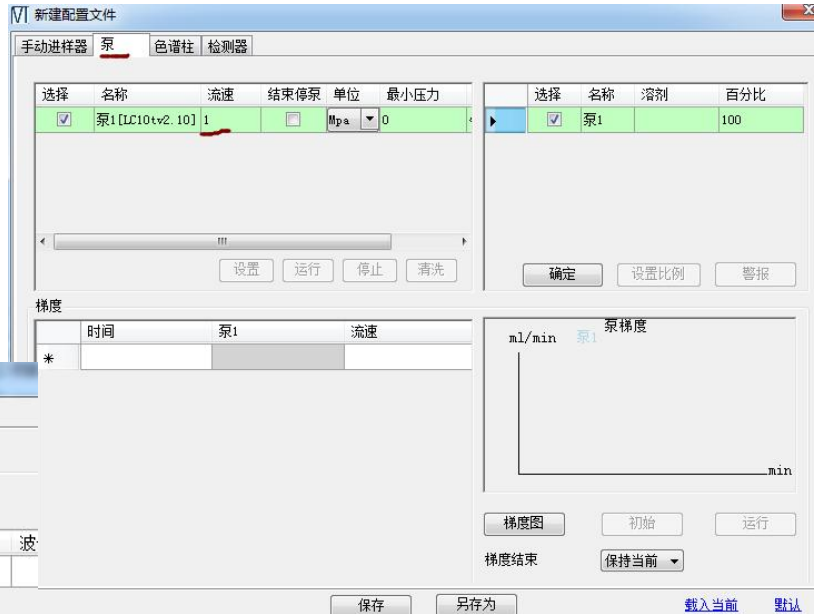
流动相: 甲醇+水(75+25);

流速: 1.0 mL/min;

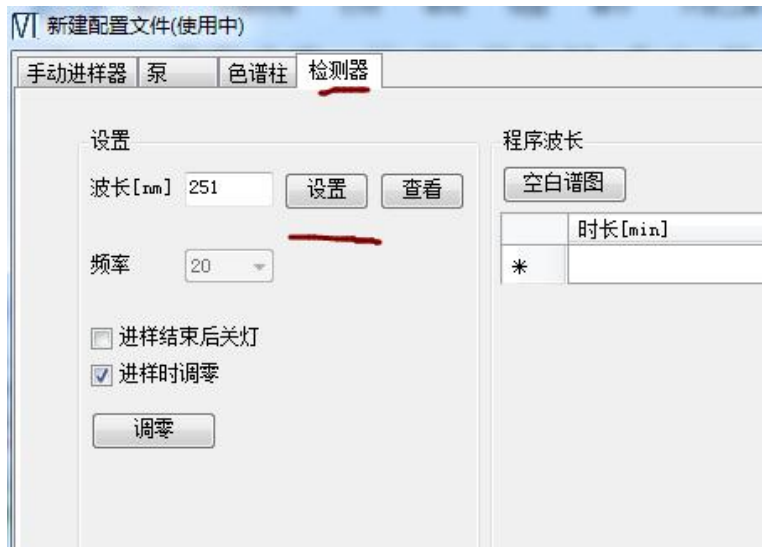
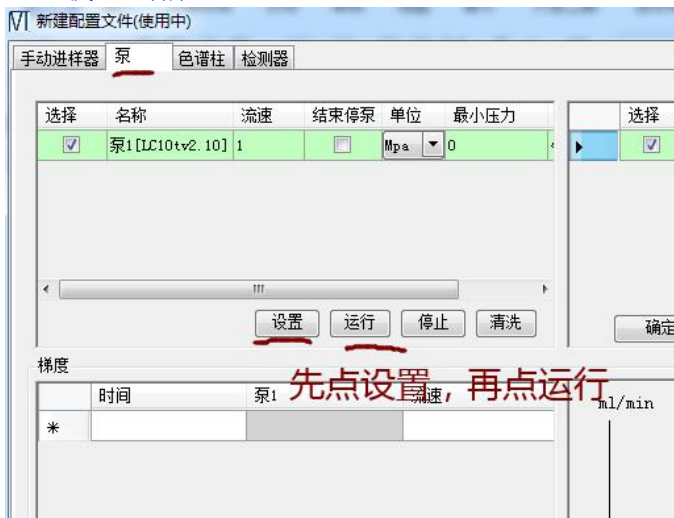
柱温: 室温;

进样量: 5 μL~20 μL;

检测波长: 251 nm.

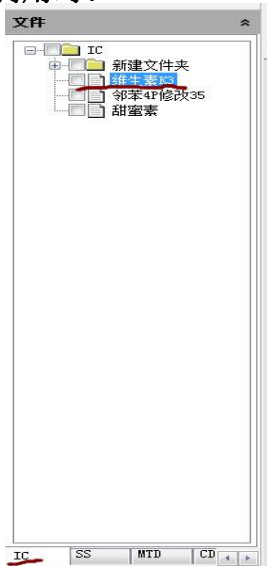


写好泵和检测器参数后, 点击保存, 写上该实验的名称, 下次就不用设置了, 直接双击单开调用。并载入当前。



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。

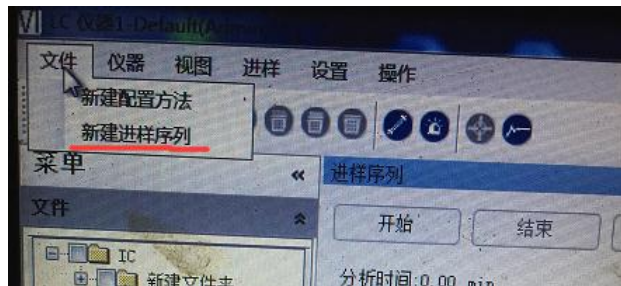
下次调用时：



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。

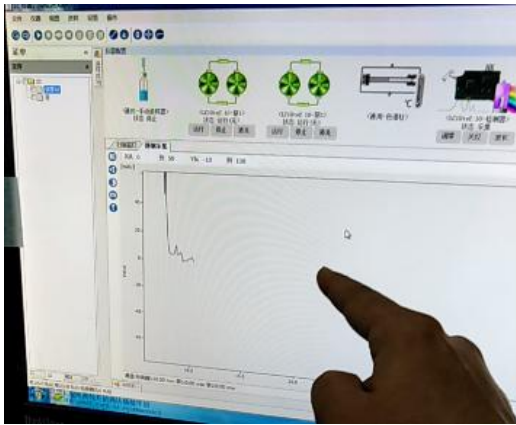
3、新建进样序列：这是设置这次实验的文件名和做样时间，同样实验做多少次的相关参数。



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

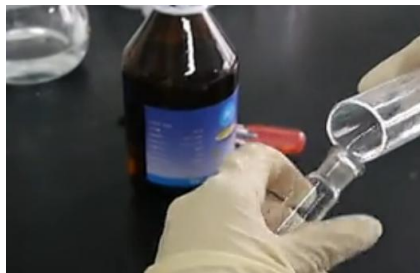
根据国标上的操作流程，处理标准品和样品。

二、样品称量



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。

四、样品过滤

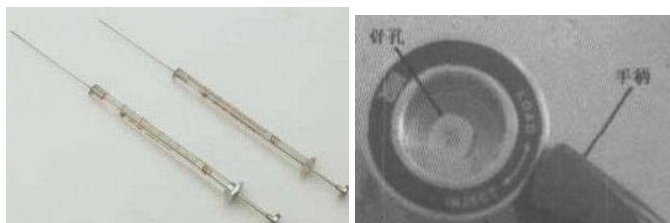


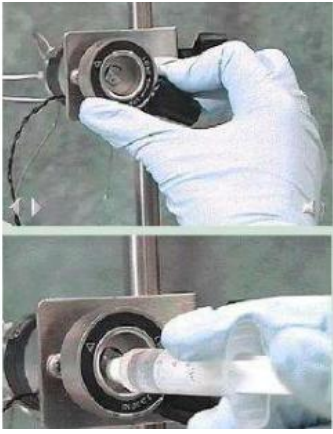
用注射器吸取样品溶液，前端加 0.45um 的针式滤器，过滤样品。

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





- 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。

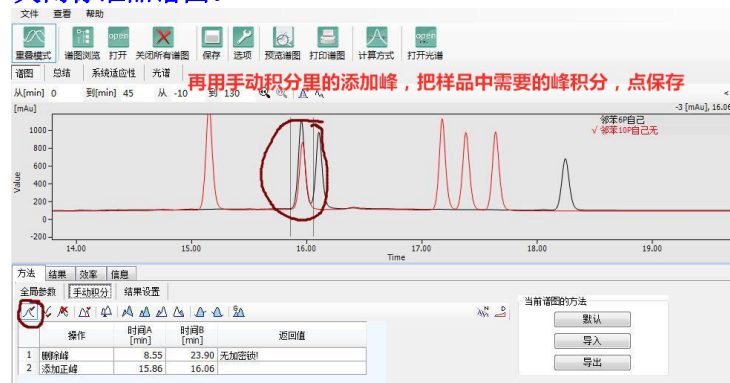
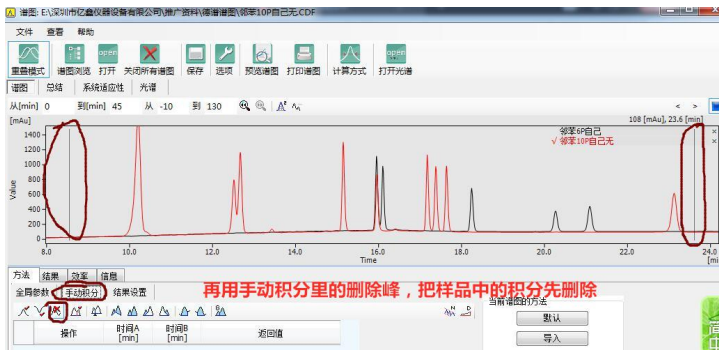
第三部分：数据处理

一、谱图处理

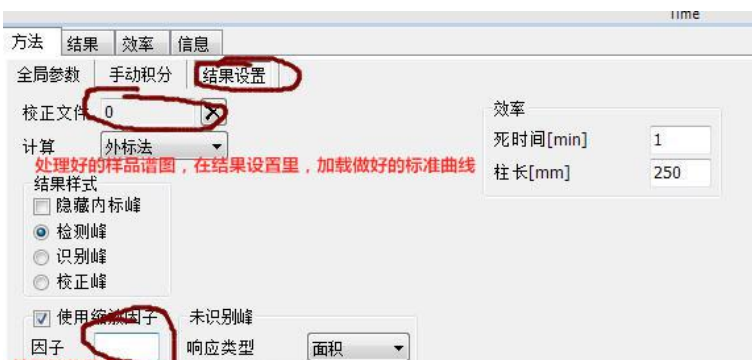
实验结束，谱图自动保存的。



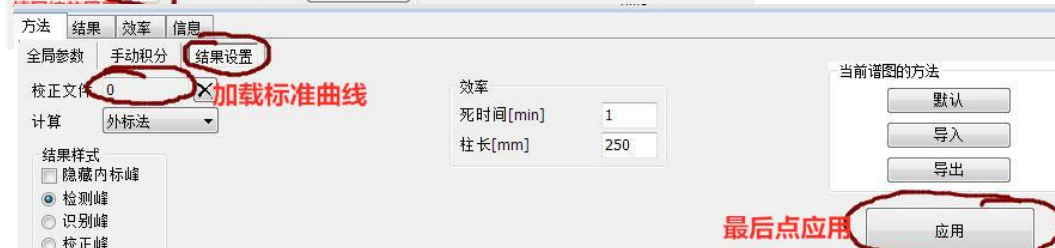
- 1、打开保存好的谱图。
- 2、手动积分，删除所有峰。
- 3、重叠模式，打开标准谱图。
- 4、通过标准品谱图和样品谱图对照，找到同一时间的峰。
- 5、如果样品峰太小，可以改变纵坐标值来放大。
- 6、用添加正峰，把需要的样品中的目标峰，积分并保存。
- 7、关闭标准品谱图。



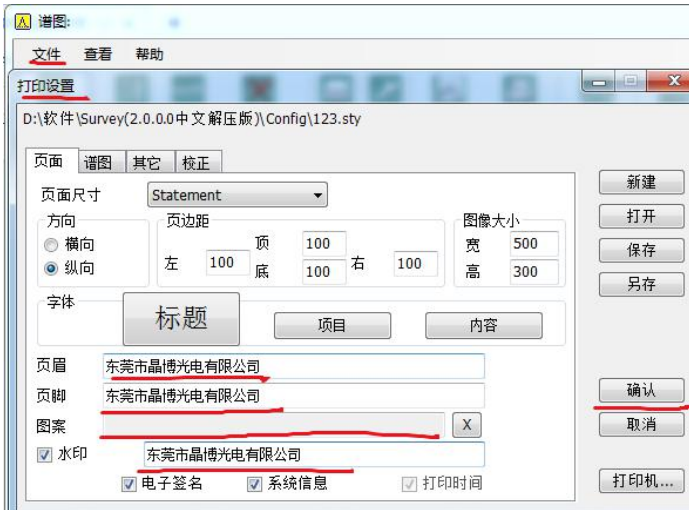
二、结果计算



- 1、在谱图下方的“方法”底下，“结果设置”里。
- 2、添加校正文件。
- 3、选择外标法。
- 4、写上缩放因子，没有就不写。
- 5、最后点右边的“应用”即可。
- 6、点结果，即有样品的含量。
- 7、预览谱图，打印报告。



三、报告处理



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。

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。