



Agilent Technologies

HPLC 日常维护 & 故障诊断

安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

1100 HPLC 日常维护 & 故障诊断

Agilent 1100系列HPLC

工作原理
日常维护
故障诊断
技术支持 & 服务流程



安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部



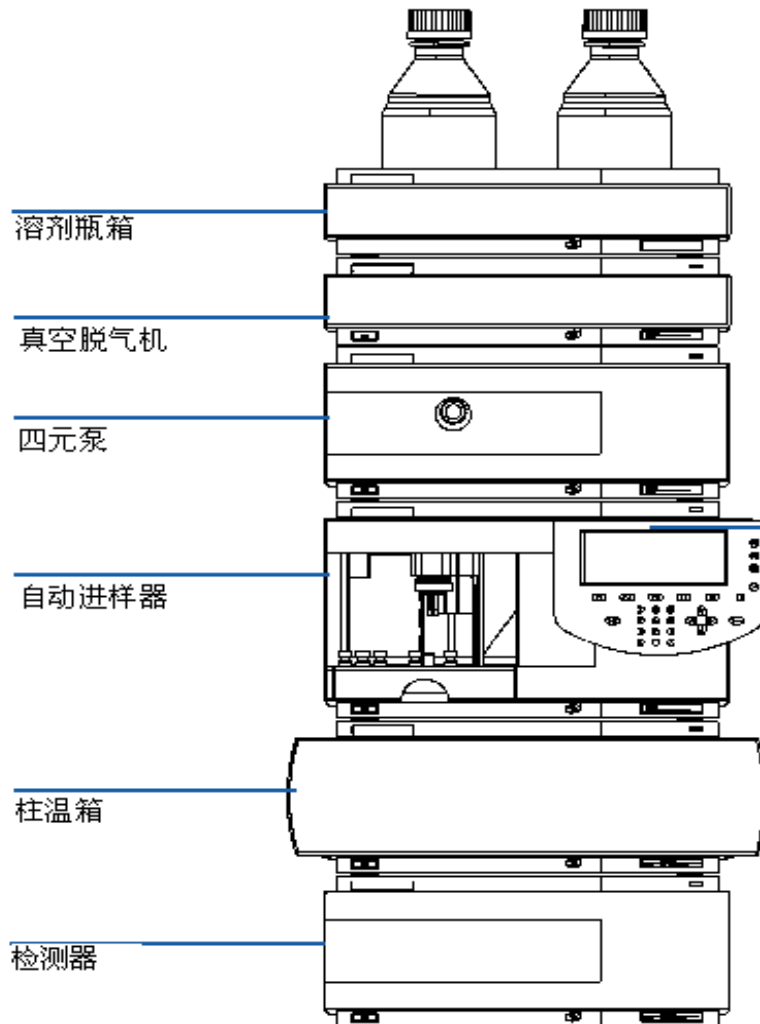
1100 HPLC 日常维护 & 故障诊断

1. 在线脱气机 (G1322A/G1379A)
2. 四元 / 二元 / 单元泵 (G1311A/G1312A/G1310A)
3. 手动 / 自动进样器 (G1313A)
4. 二极管阵列检测器 (G1315B)
5. 可变波长紫外检测 (G1314A)



1100 HPLC 日常维护 & 故障诊断

图 1 推荐的叠放型结构（正视图）



叠放型结构的流路连接：
例中用 0.17mm ID 的绿色毛细管

溶剂瓶 - 脱气机：
G1311-60003 (瓶头模块, PTFE 管线)

脱气机 - 泵：
G1322-67300 (PTFE- 管线)

泵 - 自动进样器：
G1312-67305 (SST, 绿色)
泵清洗阀 - 废液：
5062-2461 (PTFE 管线宽径, 再次订购)

手持控制器

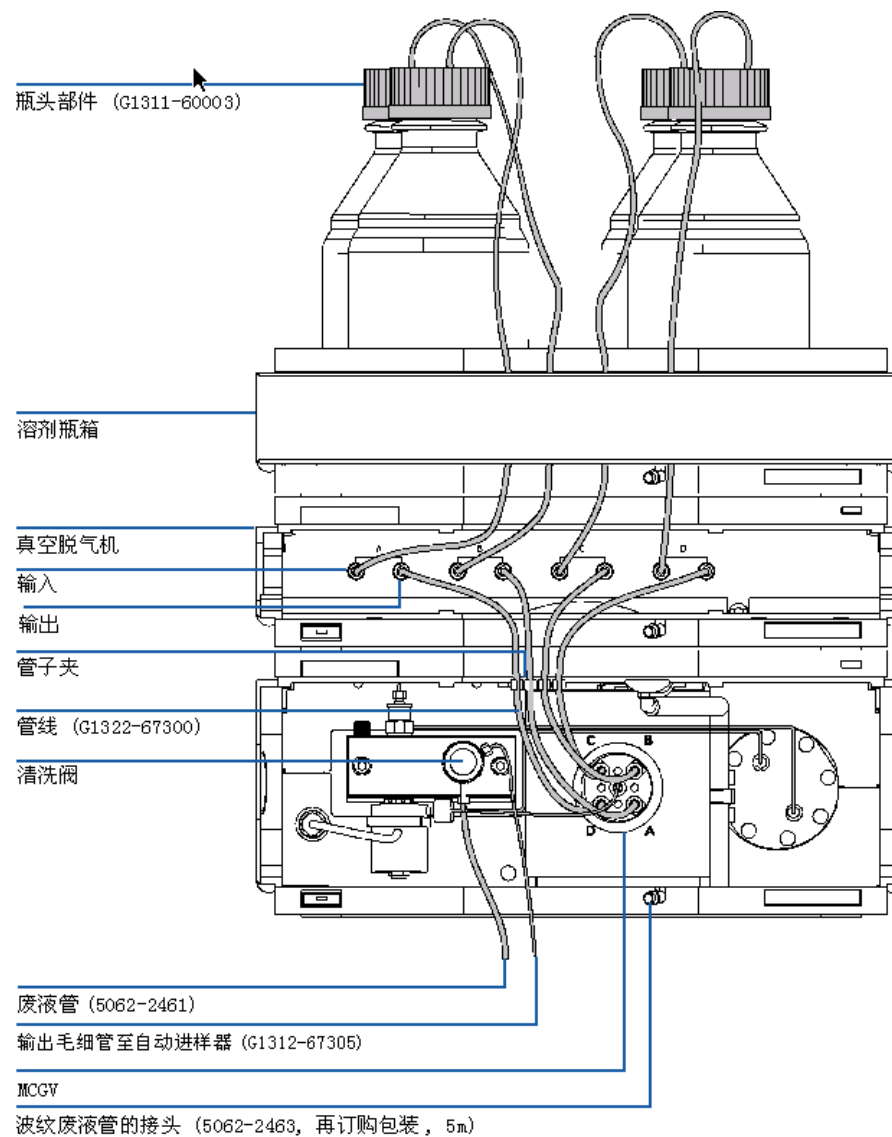
自动进样器 - 柱温箱
G1313-87305 (SST, 绿色)

柱温箱 - 色谱柱
G1316-87300 (SST, 绿色)
色谱柱 - 检测器
DAD G1315-87311 (包线)
VWD 5062-8522 (PEEK)

检测器 - 废液
DAD 0890-1713 (PTFE, 宽径)
VWD 5062-8535 (PEEK)



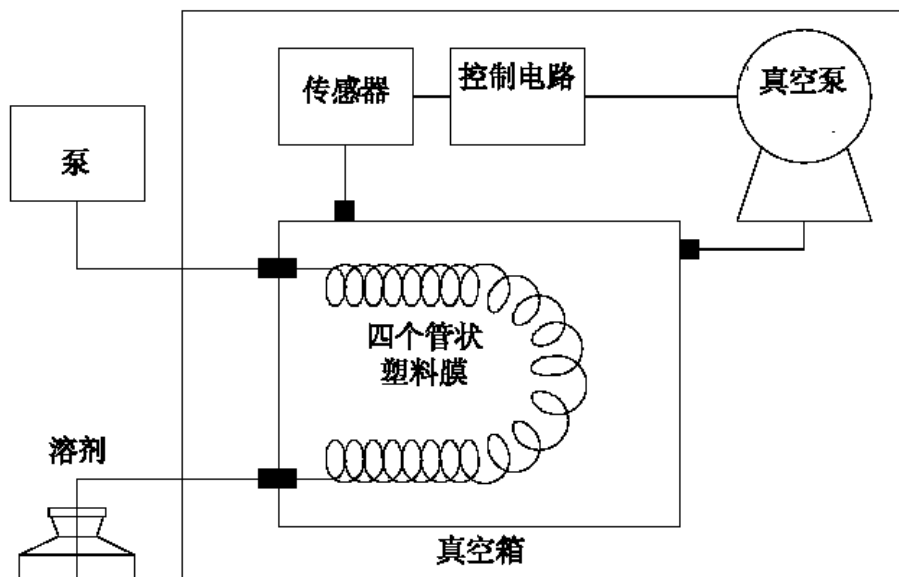
Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断

工作原理

总览（只表示四个溶剂通道中的一个）



真空脱气机由一个四通道（有四个管状塑料膜）真空箱和一个真空泵构成。打开真空脱气机的电源开关后，控制电路即开启真空泵，真空泵运行使真空箱内产生部分真空。真空度由压力传感器测定。根据传感器信号，真空脱气机通过运行或关闭真空泵来维持真空度。

溶剂瓶中的溶剂在 LC 泵的抽动下流过真空箱内的特殊管状塑料膜。当溶剂经过真空管时，溶剂中溶解的气体将渗过塑料膜进入真空箱。到达真空脱气机出口时，溶剂几乎已被完全脱气而不含有任何气体。



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断

何时需要使用Agilent 1100在线脱气机

- 如果在低 UV 波长段、用最高的灵敏度进行检测时,
- 如果要求使用最佳的进样精度, 或
- 要求保留时间重现性很高时 (必须在流量低于 0.5 ml/min 时)。
- 如果样品和检测对流动相中的溶解氧敏感时 (降解)。

通常, 如果流动相中的溶解氧对分析有负面影响, 超过用户可接受的程度时要进行脱气, 溶解气体造成的负面影响有:

- 由于泵的运行不稳定而出现流动不稳定, 这会造成压力的波动 (在恒流和流动相组分恒定时压力不稳定), 或造成色谱峰保留时间和峰面积的标准偏差高, 特别是在低流速下尤为显著
- 在检测器上出现基线噪音, 这对折光指数的变化特别敏感 (如在最高灵敏度时的 RI 检测器或在最高灵敏度时的低波段 UV 检测器)
- 样品降解
- 由于有溶解氧而使荧光淬灭
- 由于有溶解氧而使电化学检测器基线漂移, 特别是在还原模式下尤为显著。



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断

标准脱气机 (G1322A).

标准脱气机每个通道体积为12ml, 建议排液操作: 5ml/min 排液6min以上。

微脱气机 (G1379A).

微脱每个通道体积为1ml, 建议排液操作: 2ml/min 排液5min。
切勿用5ml/min 流速去排液。



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断

使用Agilent 1100 在线脱气机须知

溶剂

棕色玻璃瓶会避免藻类的生长。

经常过滤溶剂以免其中微粒永久性阻塞毛细管。

避免使用下述可腐蚀钢铁的 溶剂：

碱金属卤化物及其酸溶液(如：碘化锂、氯化钾等)。

高浓度无机酸，如硝酸、硫酸。

可能含有过氧化物的色谱纯醚(如THF、二氧六环、二丙基乙醚)。这些在 使用前必须用干燥氧化铝过滤除去过氧化物。

含强络合剂的溶液(如EDTA，乙二胺四乙酸)。

四氯化碳与2-异丙醇或四氢呋喃的混合液。



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断

防止堵塞溶剂过滤器

污染的溶剂或溶剂瓶里的藻类生长将会缩短溶剂过滤器的使用寿命，并且影响泵的运行。这在水溶剂或磷酸盐缓冲液 (pH 4 至 7) 中尤其如此。下列建议将会延长溶剂过滤器的使用寿命并维持泵的运行。

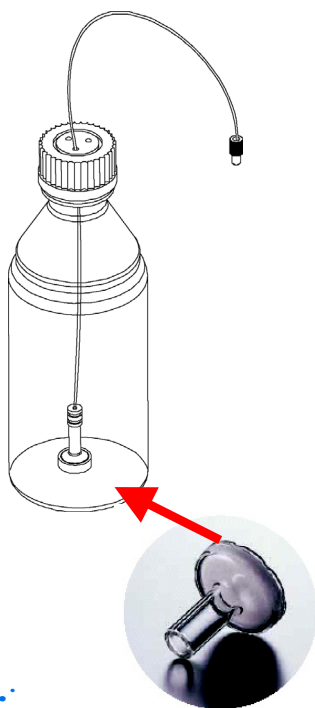
使用灭过菌的溶剂瓶来减缓藻类生长。

使用新鲜配制的流动相，特别是水溶剂或盐缓冲液 建议不超过两天。

如果应用许可，在溶剂中加入0.0001—0.001 M的叠氮化钠。

避免溶剂瓶暴露在直射阳光下。

用氩气置换流动相上层的空气。



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断

检查溶剂过滤器

一拧开脱气机出口或比例阀入口管线，并使液面高于出口**30cm**此时溶剂会因为重力流出，脱气机或溶剂过滤器堵塞时，溶剂会流出不畅或不流出。

一查看过滤器是否变色。

一临时取下过滤器，检查柱前压力是否正常。

清洁溶剂过滤器

一将堵塞的溶剂过滤器从瓶头组件中拿下。先用水冲洗残留之溶剂然后将过滤器放在装有浓硝酸（**35%**）的烧杯里浸一小时。

一用二次蒸馏水彻底冲洗过滤器。建议不使用超声波清洗机清洗。

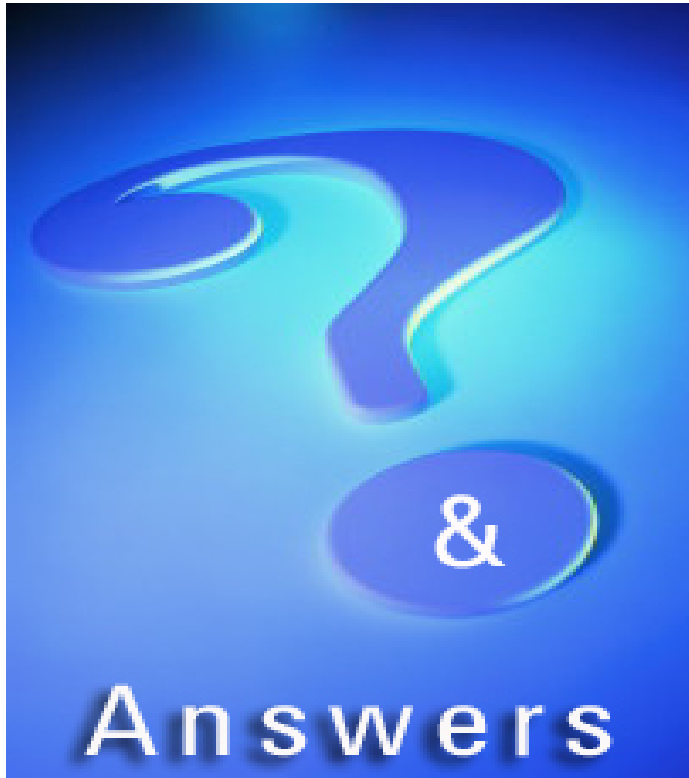
一将过滤器重新装好。

一建议定期清洗溶剂过滤器及溶剂瓶，每三个月至少清洗一次。

注意：不要使用没有安装溶剂过滤器的系统。可能会严重堵塞系统



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断



Question?



- 1.如何简单判断脱气机脱气是否正常?
- 2.如何简单判断脱气机腔体或溶剂过滤头是否堵塞?



Agilent 1100 在线脱气机日常维护,故障诊断

Question?



1.如何简单判断脱气机脱气是否正常?

打开**Purge**阀，设定泵的流速**2ml/min**，提起当前所使用溶剂瓶内的溶剂过滤头，使之脱离液面一小段时间，此时溶剂传送管内会产生一小段气泡，放下过滤头，让此段气泡通过脱气机，如果脱气机正常，气泡应消失或缩小。

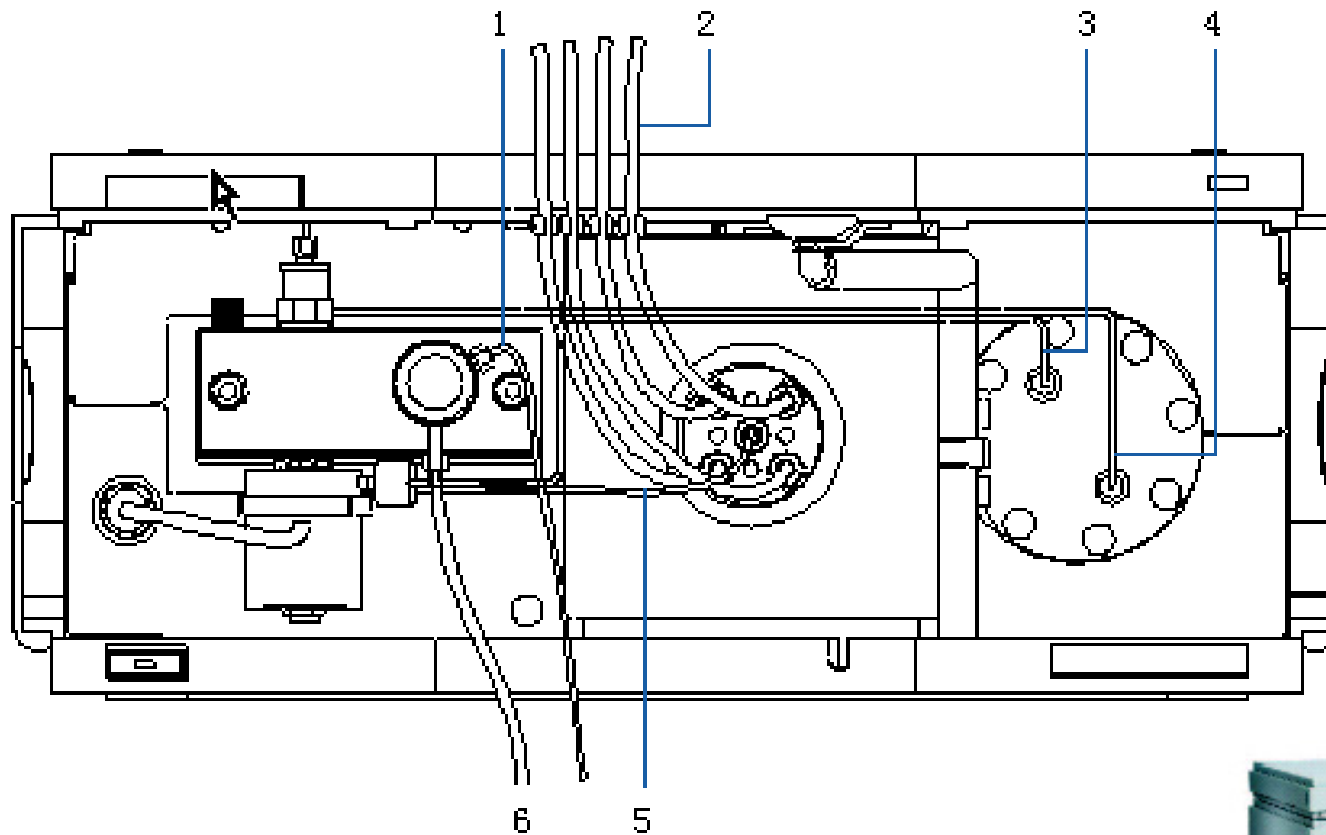
2.如何简单判断脱气机腔体或溶剂过滤头是否堵塞?

关闭泵，拧开脱气机出口或比例阀入口管线,此时溶剂会因为重力流出，脱气机或溶剂过滤头堵塞时，溶剂会流出不畅或不流出。



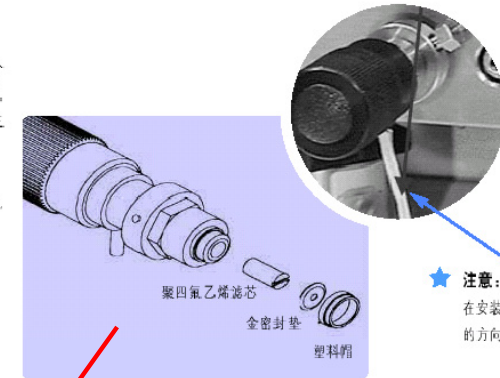
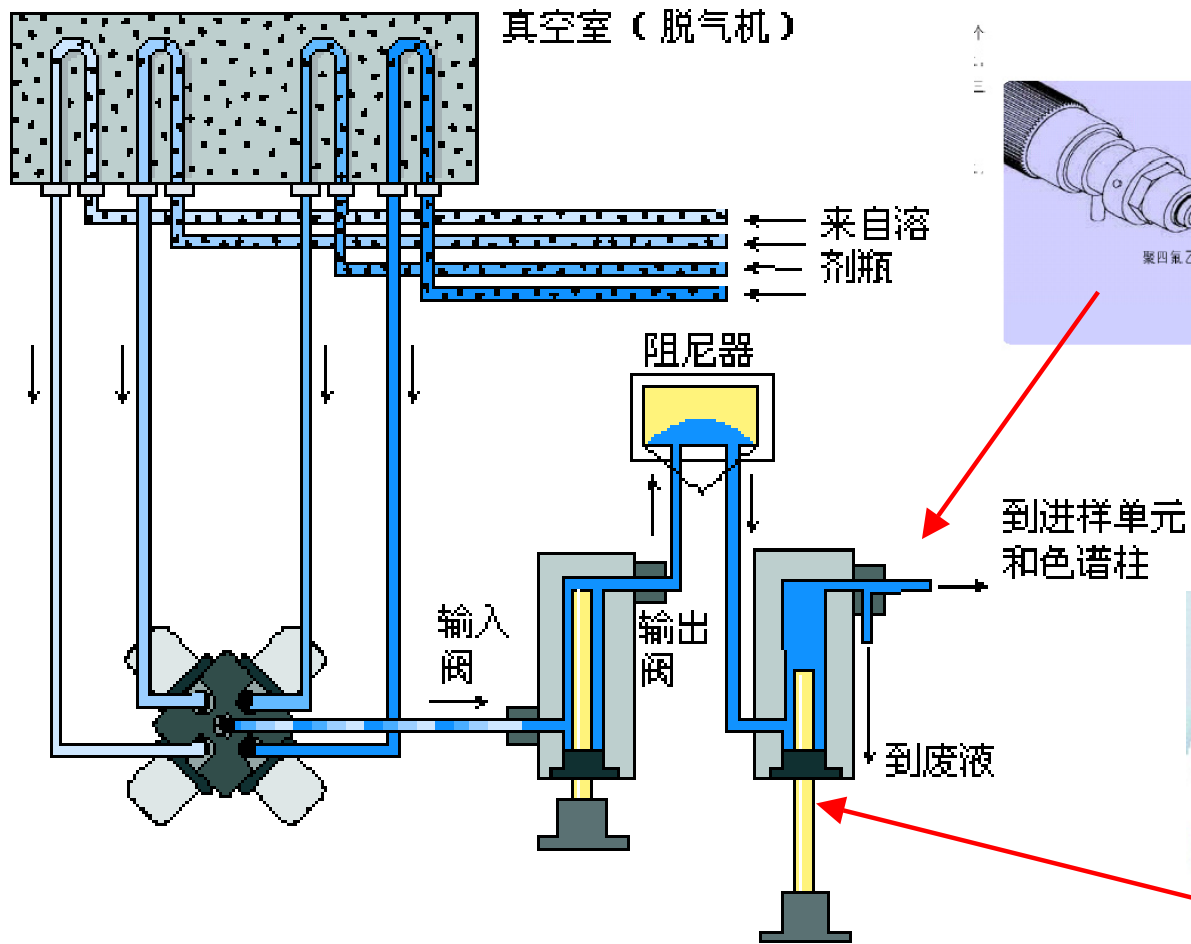
Agilent 1100 四元泵 (G1311A)

四元泵流路系统

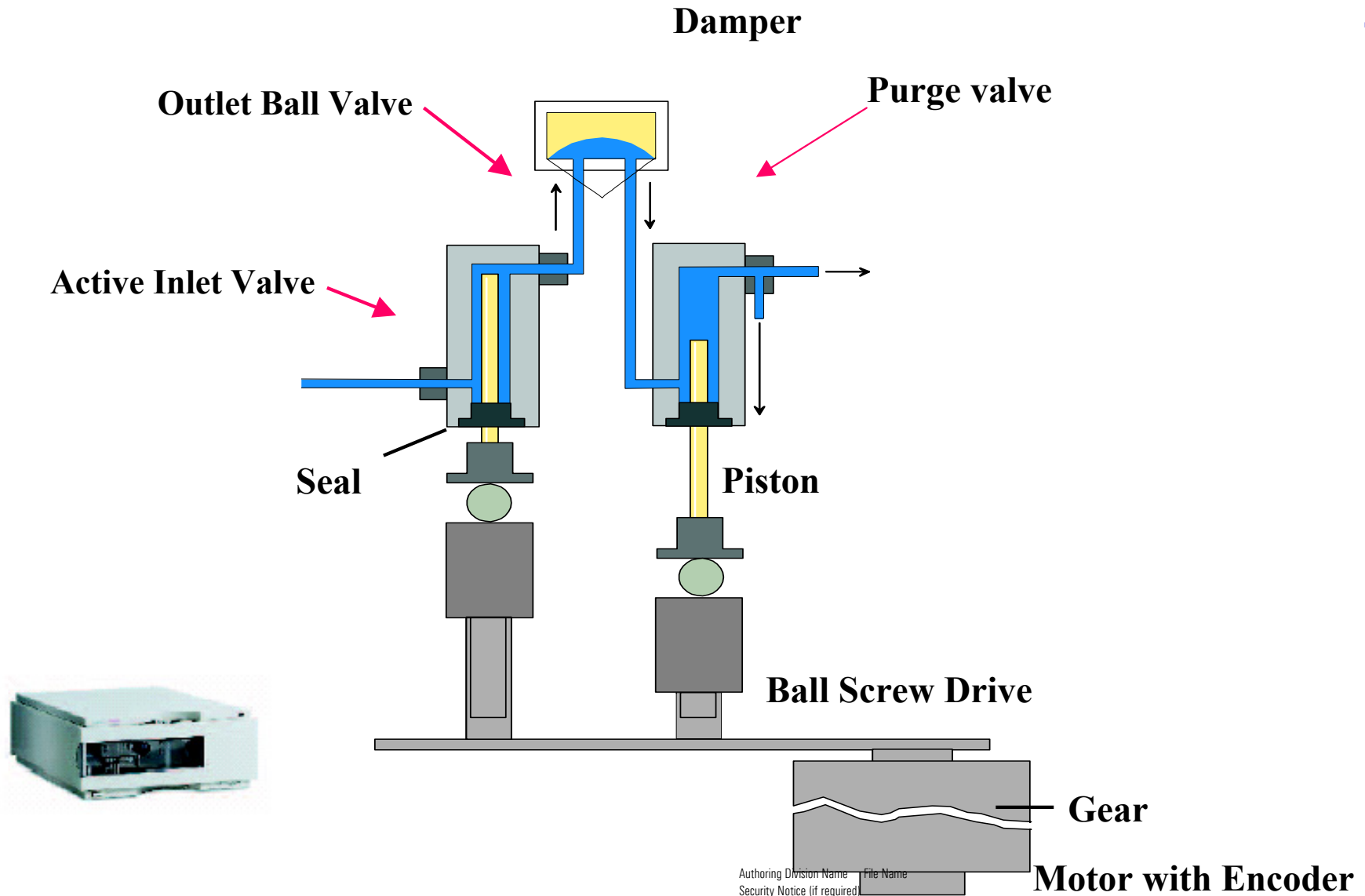


Agilent 1100 四元泵工作原理

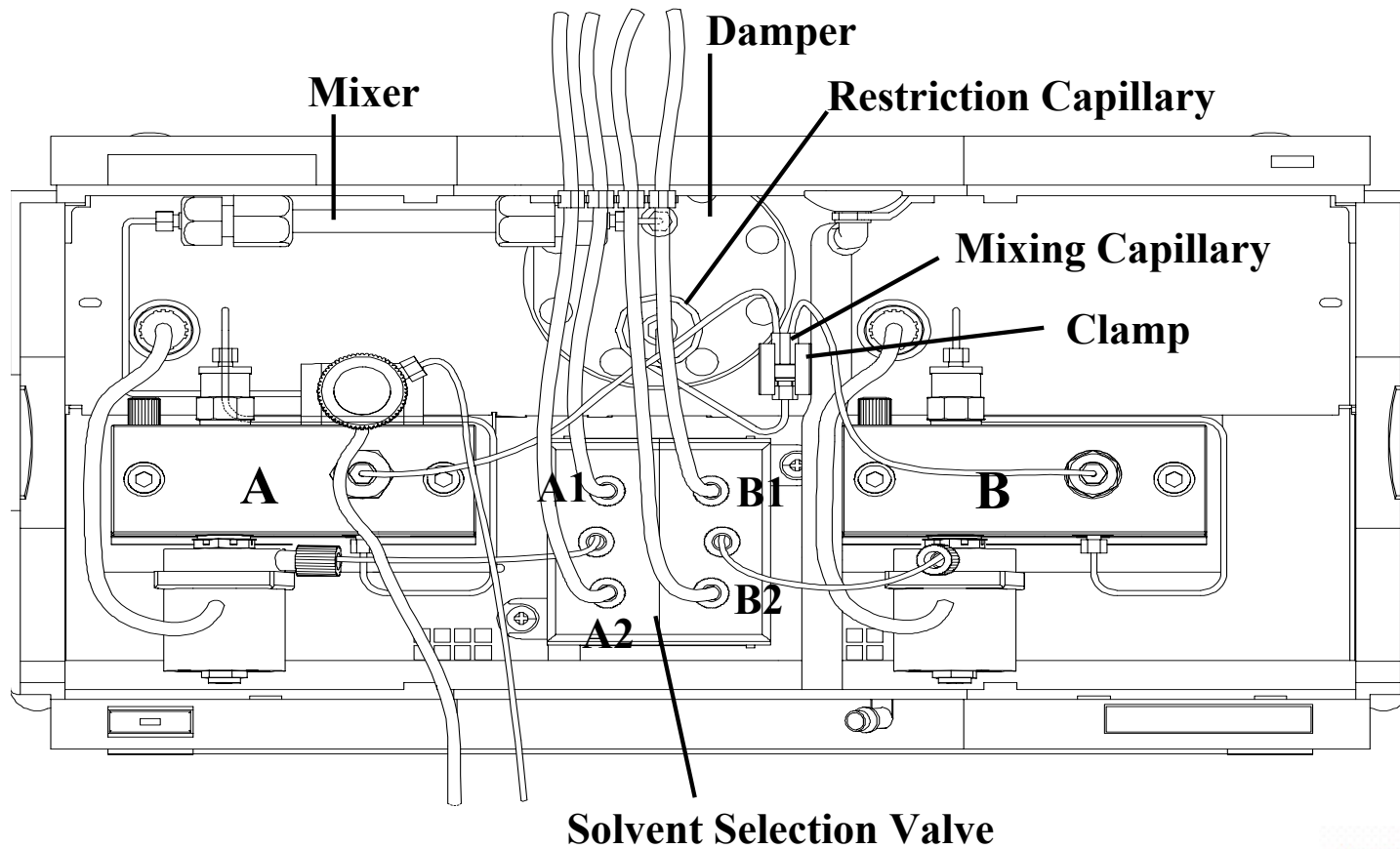
四元泵的液路



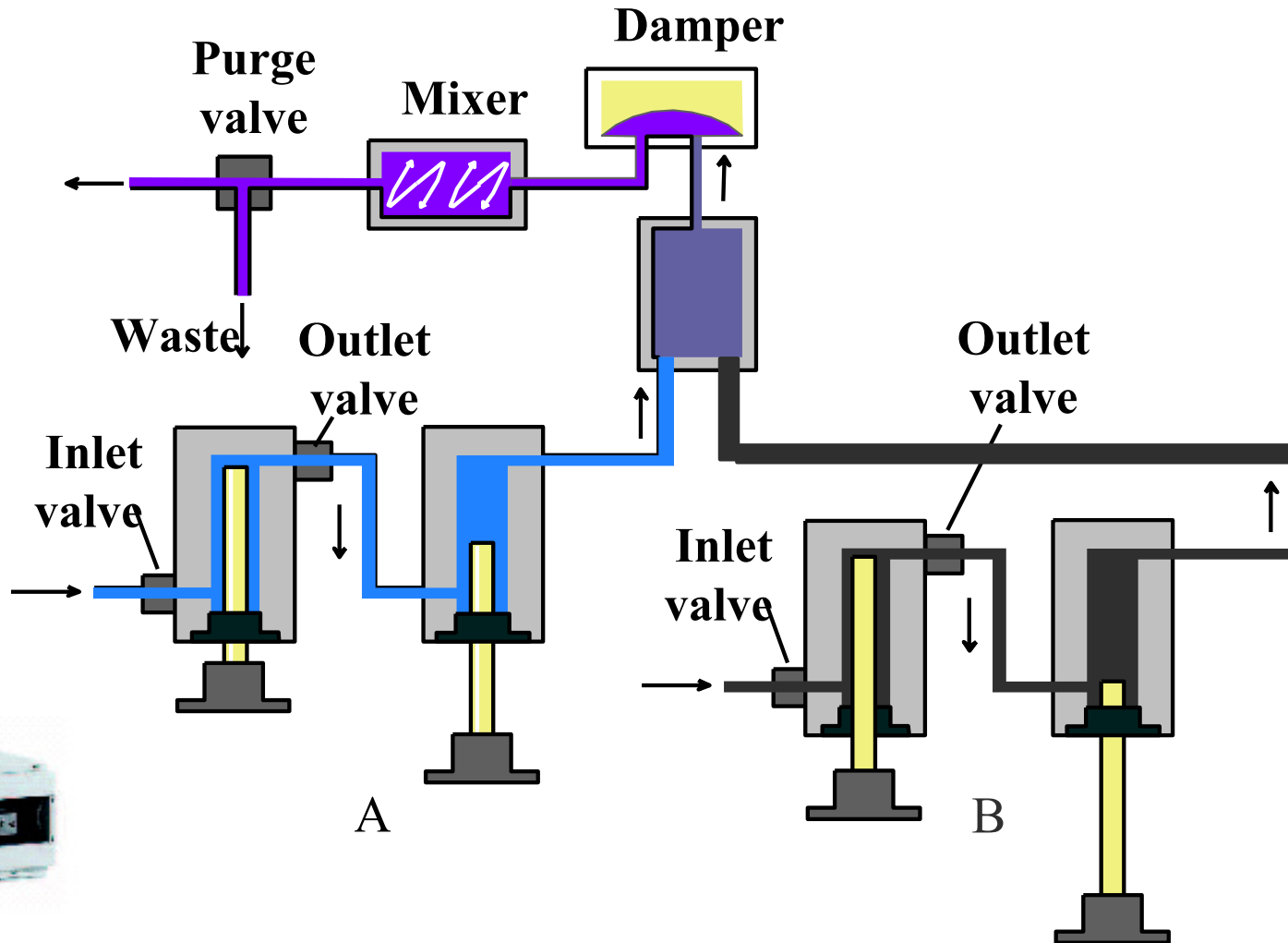
Agilent 1100 单元泵工作原理



Agilent 1100 二元泵工作原理

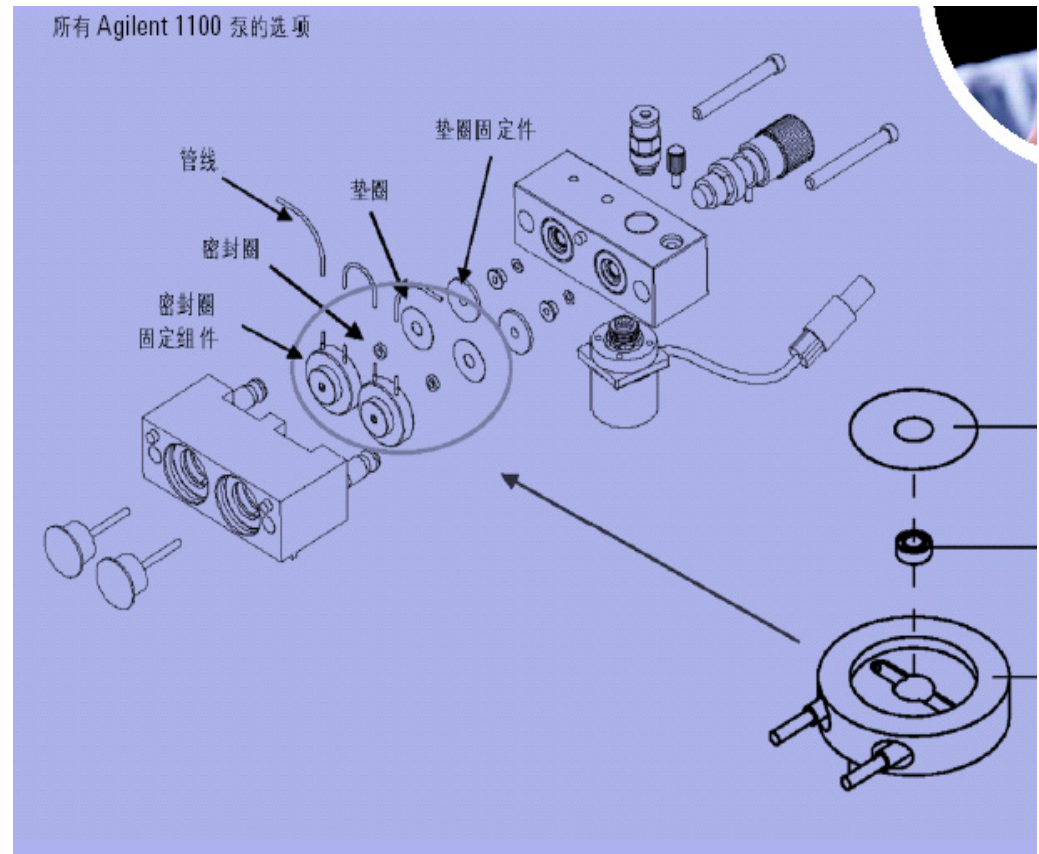
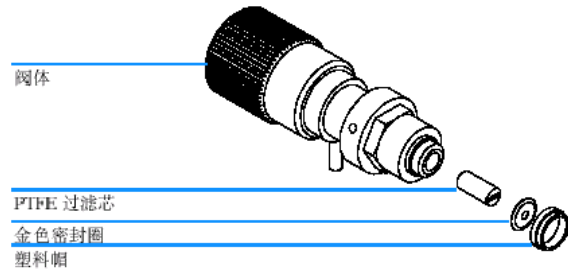
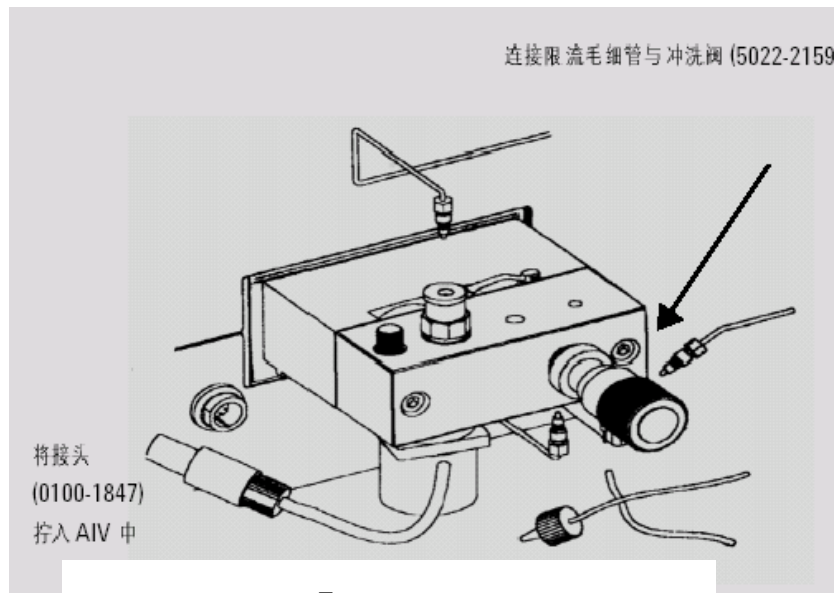


Agilent 1100 二元泵工作原理



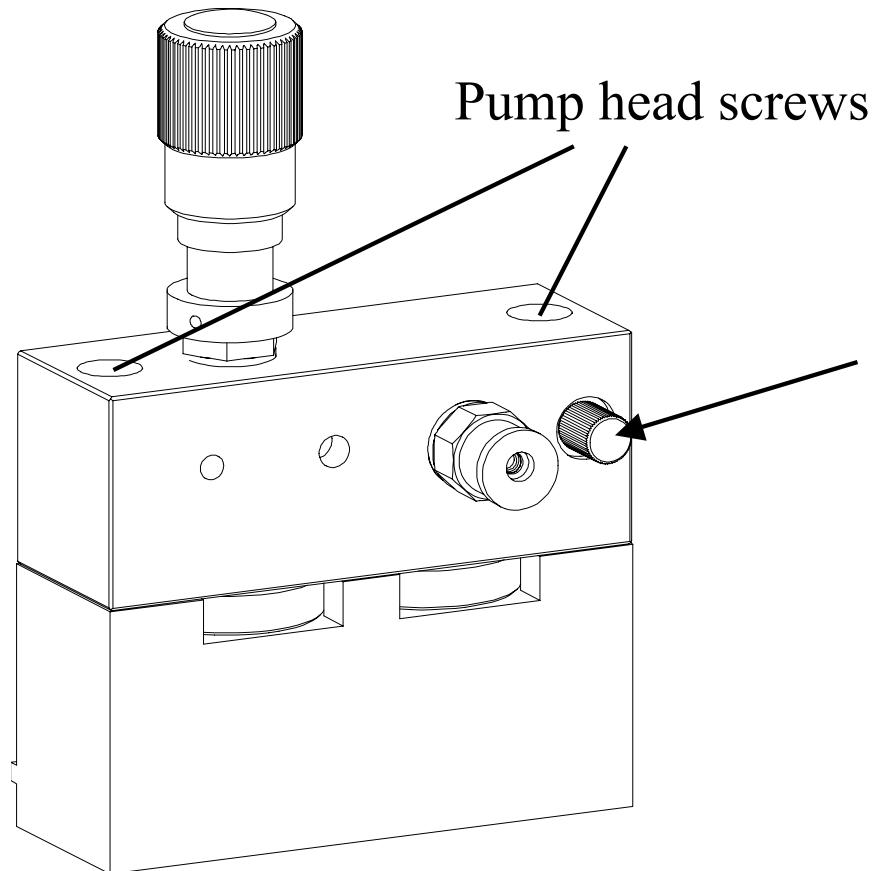
Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

Agilent 1100 泵头(Pump Head)结构图



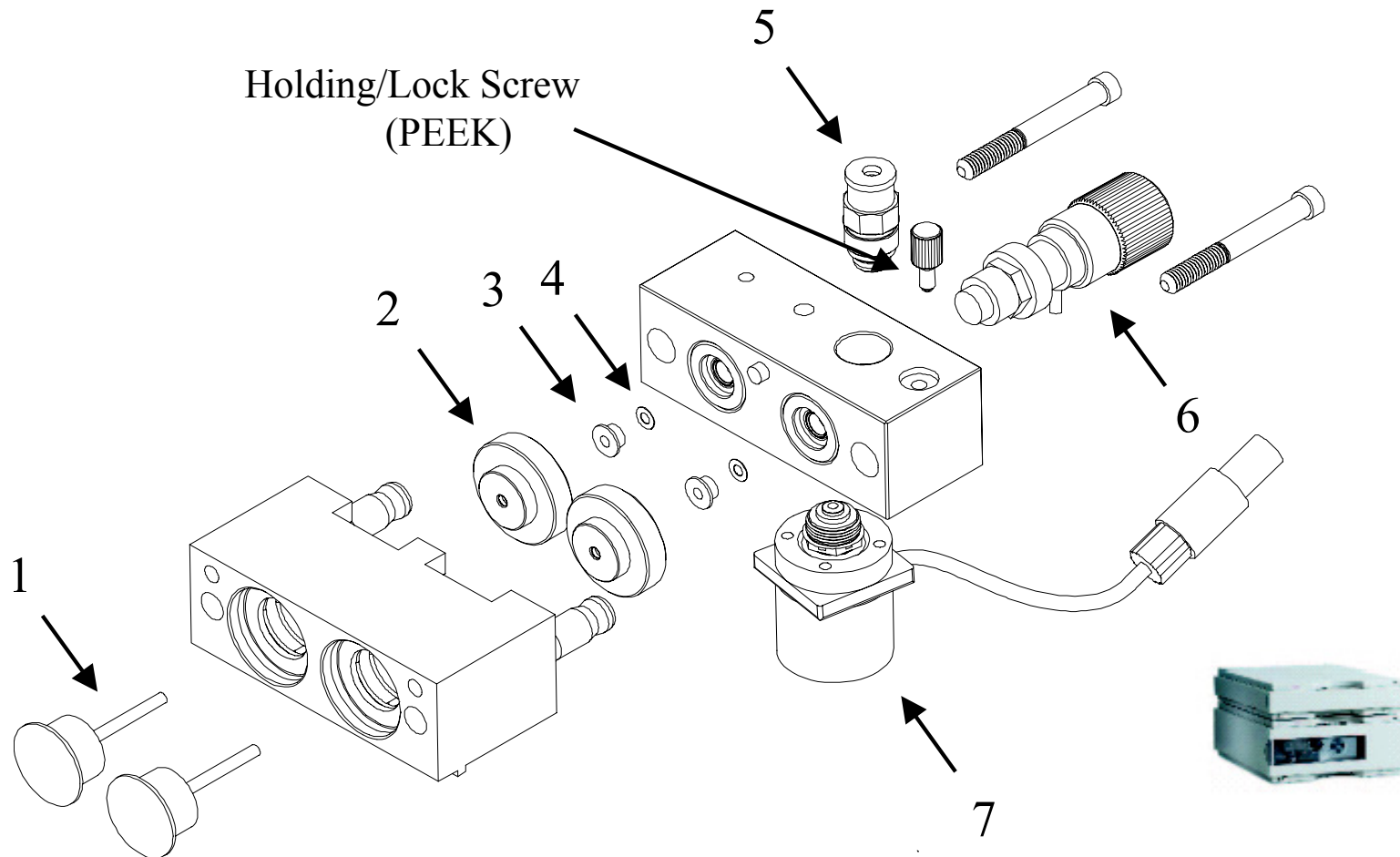
Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

Agilent 1100 泵头(Pump Head)结构图



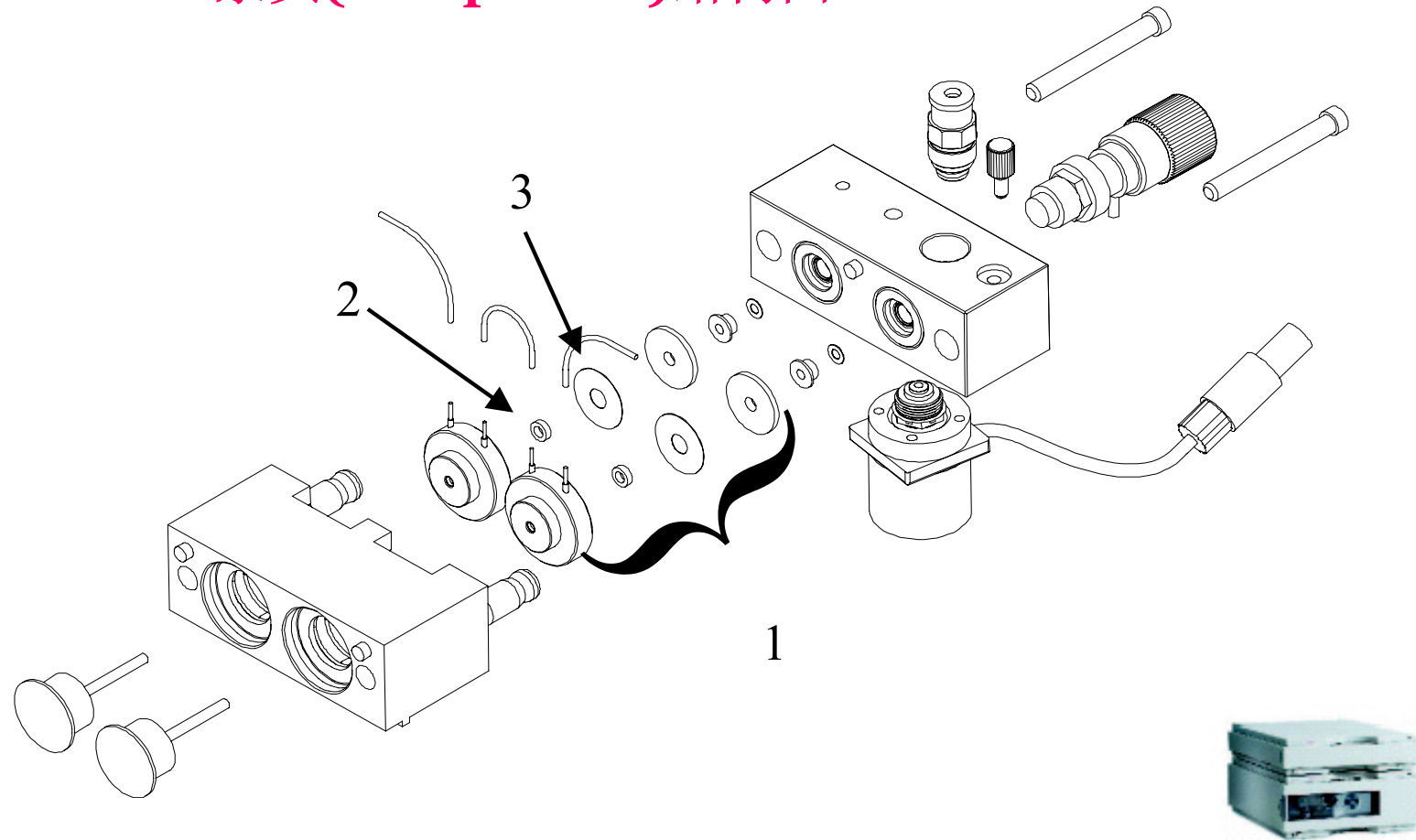
Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

Agilent 1100 泵头(Pump Head)结构图



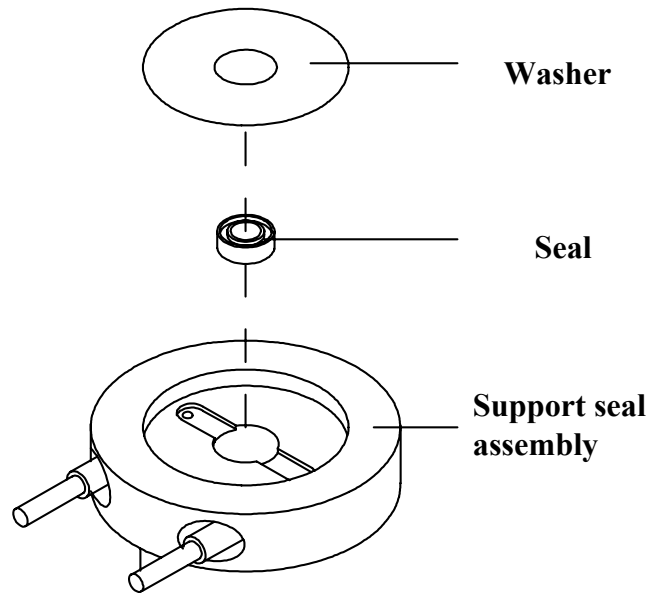
Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

Agilent 1100 泵头(Pump Head)结构图



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

Agilent 1100系列密封垫冲洗—Seal Wash (可选)

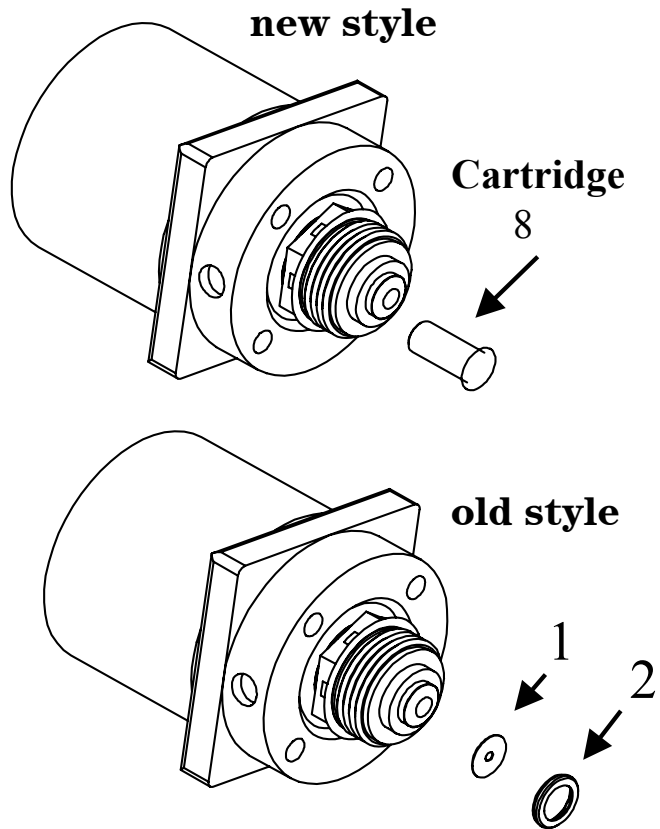


- 当流动相中盐浓度 $>0.01\text{M}$ 时，可以减小密封垫的磨损。
- 对于Agilent 1100系列泵为可选件。
- 用10%异丙醇水溶液冲洗



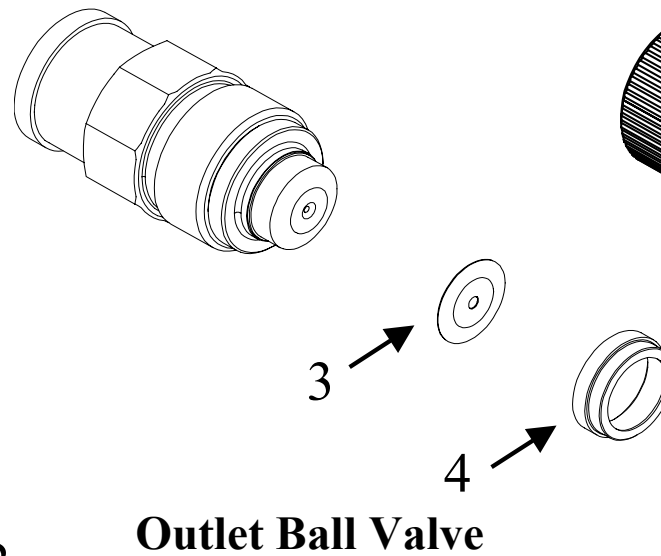
Agilent 四元 / 二元 / 单元泵日常维护,故障诊断

入口主动阀



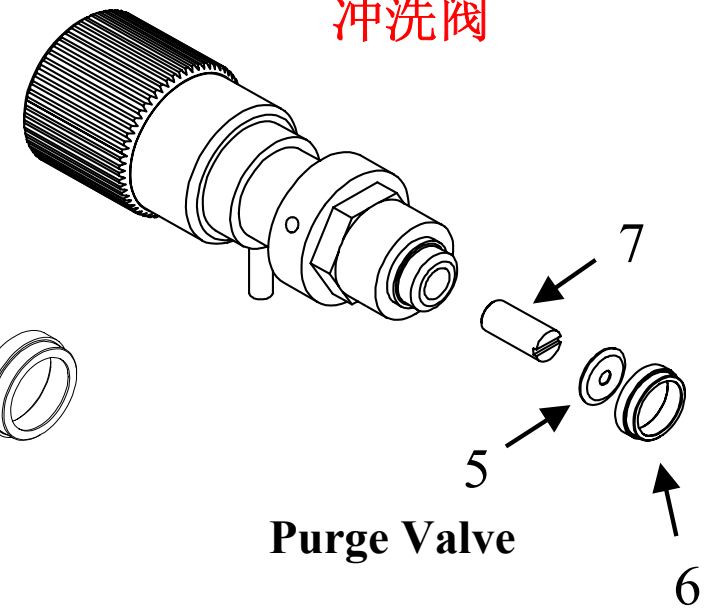
Active Inlet Valve
(common to all except 1050)

出口单向阀



Outlet Ball Valve

冲洗阀

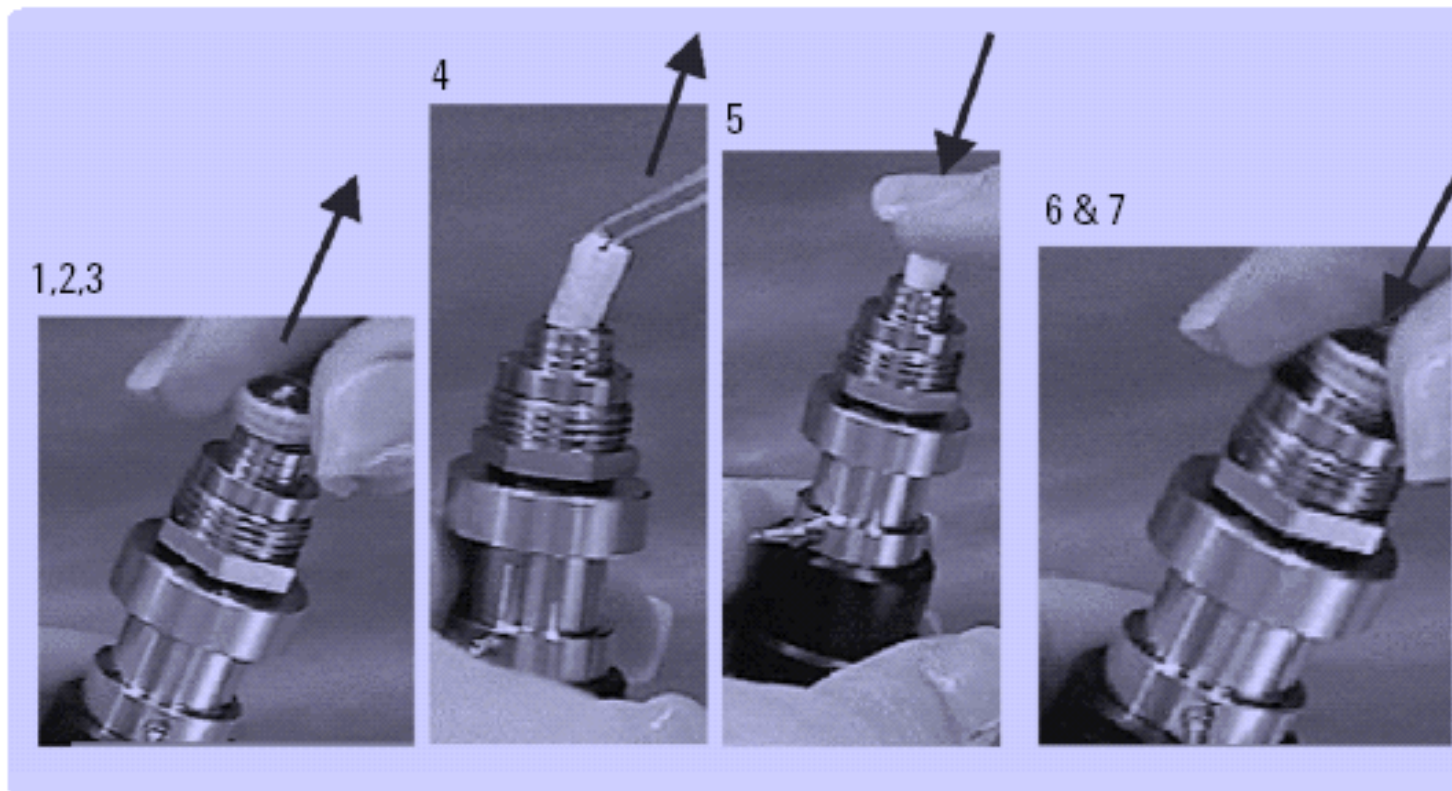


Purge Valve



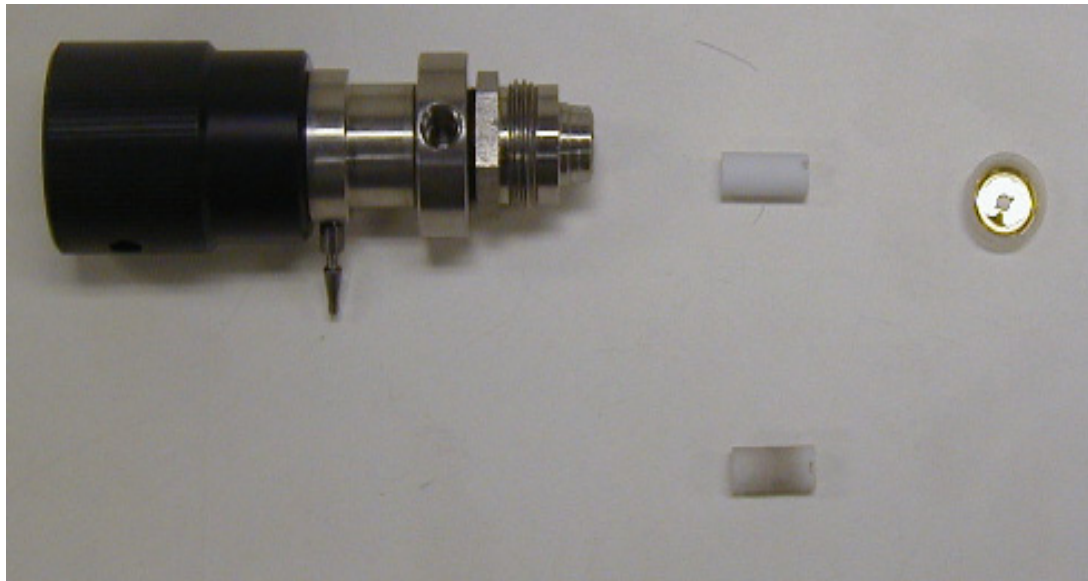
Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

如何更换溶剂出口过滤芯



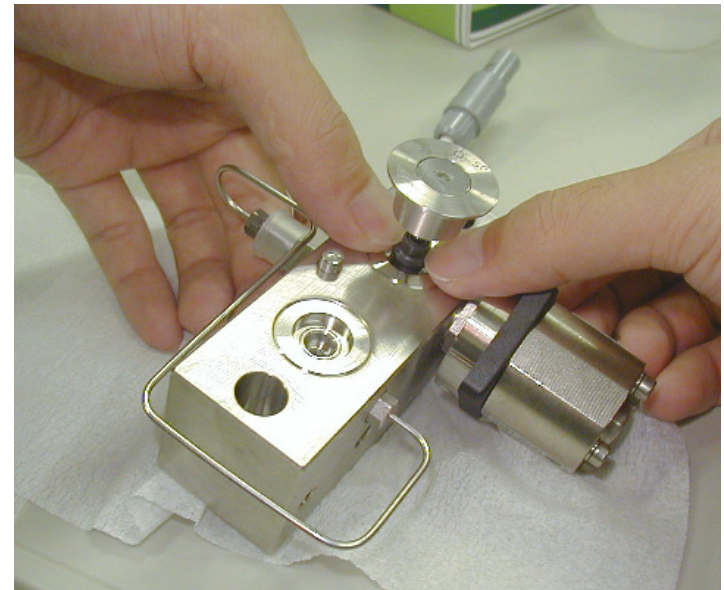
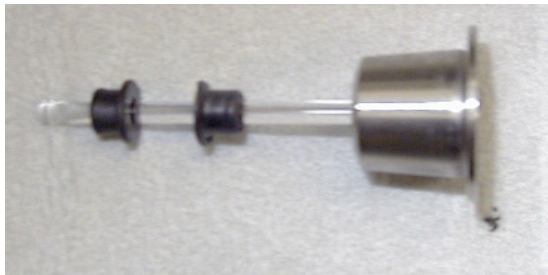
Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

严重污染的溶剂出口过滤芯



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

如何更换活塞杆密封圈



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

Agilent 1100 系列泵使用须知

根据不同用途选择充入的溶剂

目的	溶剂	注释
安装后	异丙醇	排除系统中空气的最好溶剂
反相和正相间转换	异丙醇	排除系统中空气的最好溶剂
安装后	乙醇或甲醇	如果没有异丙醇, 可用其替代 (第二种选择)
使用缓冲液后冲洗系统	二次蒸馏水	再溶解缓冲液结晶的最好溶剂
更换溶剂后	二次蒸馏水	再溶解缓冲液结晶的最好溶剂
正相密封垫安装后 (部件号 0905-1420)	己烷 +5% 异丙醇	润湿效果好



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

多通道梯度阀（MCGV）操作要点

当盐溶液和有机溶剂混合时，盐溶液可能与有机溶剂完全混溶，而不会出现沉淀。但是在梯度阀的混合点，但是在梯度阀的混合点，重力作用使盐颗粒沉淀下来。通常，阀的A通道用于水相/盐溶液，而泵的B通道用于有机溶剂。如果使用的是这样的配置，盐将落回到盐溶液中，并被溶解。当泵使用的是不同的配置（例如，D-盐溶液，A-有机溶剂）时，盐可能会落到有机溶剂中，从而出现问题。

Agilent 1100四元泵中使用盐溶液和有机溶剂时，建议将盐溶液接到下面的口上，有机溶剂接到上面的梯度阀口上。有机溶剂通道最好直接在盐溶液通道的上面。建议定期用水冲洗所有MCGV通道，以去除在阀口上可能出现的盐沉淀。



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

更好地使用四元泵

将装有溶剂瓶的溶剂箱放在泵上面(或较高处)。



当在四元泵上使用盐溶液或有机溶剂时，建议将盐溶液接在底部得梯度阀口上，将有机溶剂接在上面得梯度阀口上。有机通道最好在盐溶液通道得上面。建议用水定期冲洗所有MCGV通道除去可能在阀口析出得盐结晶。

操作泵之前，用至少两个体积（标准脱气机30ml，对微脱气机10ml）冲洗真空脱气机，特别是当泵关闭了一段时间后（例如，过夜），以及在通道中使用挥发性混合溶剂时。

防止溶剂过滤器堵塞及长菌，当虑器表面有黑色或黄色污染层说明虑器发生了堵塞，请立即清洗或更换之。

定期检查排液阀的虑芯。检查方法：拧开排液阀，以水作流动相，流速5ml/min，若压力大于10bar,则须立即更换。



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

更好地使用泵



当使用低流速时（不高于0.2 ml/min）检查所有1/16英寸接头有无渗漏（用压力测试或漏液测试）。

每当更换泵密封垫时 排液阀虑芯也应更换。

更换活塞密封垫时检查活塞杆上是否有划痕。有划痕的活塞将导致轻度渗漏，并降低密封垫的使用寿命。应尽早更换有划痕的活塞。

使用缓冲溶液时，关泵前先用水冲洗系统。当需要长时间使用0.1摩尔或更高浓度得缓冲液时，最好选用密封垫清洗附件，以减少对密封垫及活塞杆的磨损。

更换活塞密封垫后应按照密封垫安装步骤对其进行磨合，但磨合不适用于正相密封垫。



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

当泵头安装有冲洗附件时，由于该附件中也有密封垫，这样就会增加活塞杆运动时的阻力。所以开泵前一定要用10%异丙醇，并将其流速调至约20滴/分钟使这溶液流过冲洗装置。

10%异丙醇有助于降低水的表面张力，并有抑菌作用。不要用其它溶剂代替。

当泵头安装有冲洗附件而不使用，会使密封垫及活塞杆的寿命减短。



Agilent 四元 / 二元 / 单元泵日常维护

密封垫磨合操作:

- 1.以异丙醇作为溶剂并将其管道直接连接到主动阀(四元泵需一接头, 部件号0100-1847)。
- 2.连接阻尼管(部件号5022-2159)于排液阀的出口, 阻尼管的另一端置于废液瓶中。
- 3.打开排液阀, 并用异丙醇以2ml/min的流速冲洗系统10分钟。
- 4.关闭排液阀, 设置流速使压力达到350bar, 并使系统在此压力下保持15分钟。
- 5.关闭泵, 缓慢打开排液阀释放压力, 重新连接管路, 然后冲洗系统中的异丙醇。

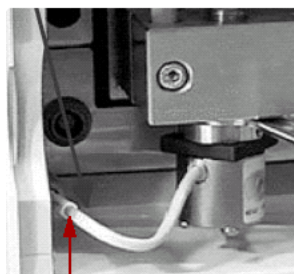
注意, 只有反相密封垫(5063-6589)才需此操作, 而正相密封垫(0905-1420)因其最高只耐受200bar, 所以此操作会损害它。



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

总结

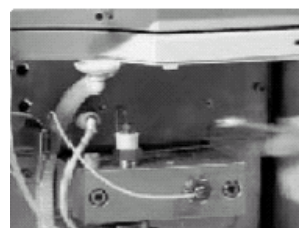
1.更换排液阀虑芯



2.清洗,更换主动阀阀芯



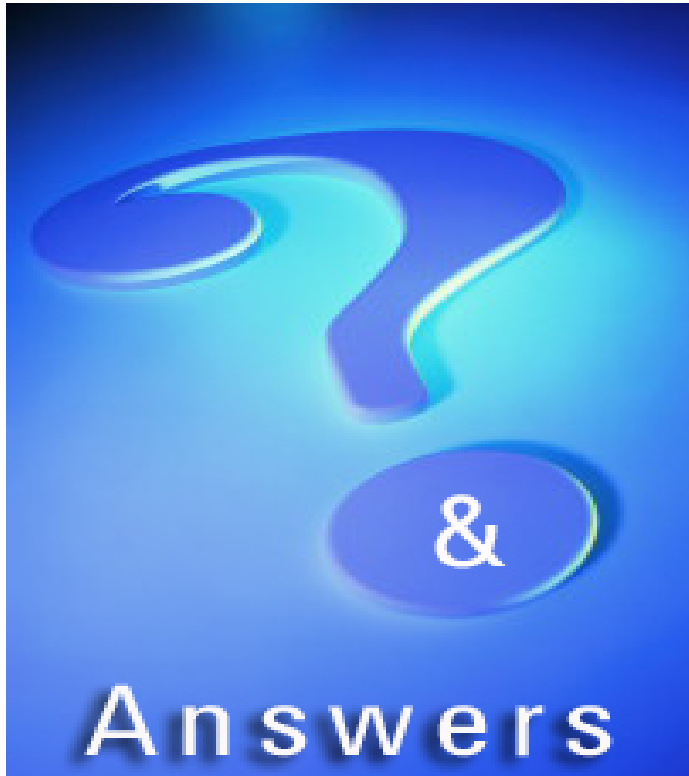
3.清洗球形单向阀



3.更换密封垫, 活塞杆



Agilent 四元 / 二元 / 单元泵日常维护,故障诊断



Question?

- 1.如何简单判断比例阀是否内漏?
- 2.何时应该更换Purge阀内的过滤白头?
- 3.泵压力不正常可能由那些原因引起?



Agilent 四元 / 二元/单元泵日常维护,故障诊断

Question?

1.如何简单判断比例阀是否内漏?

设定泵使用一个单独通路（A），打开**Purge**阀，流速**5ml/min**，提起其他溶剂瓶内的溶剂过滤头直至离开液面，观察这些通路（B、C、D）内的溶剂是否随着流动，正常时均不应流动。

2.何时应该更换**Purge**阀内的过滤白头?

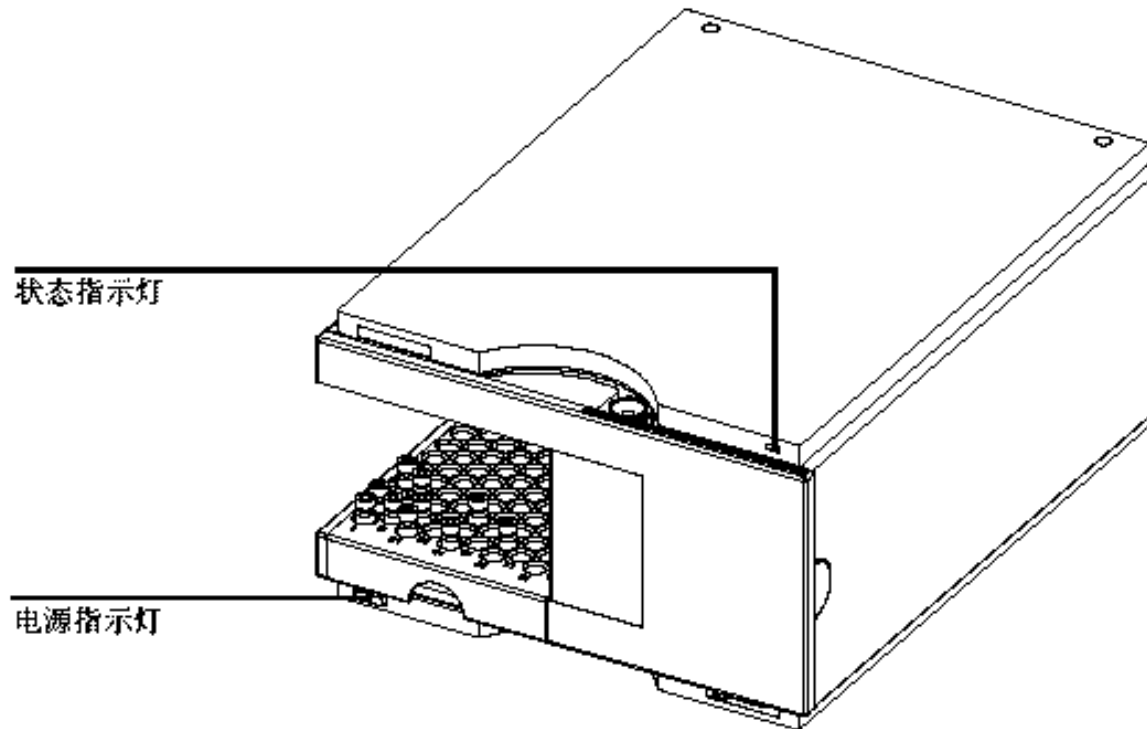
使用纯水作流动相，打开**Purge**阀，流速**5ml/min**，观察系统压力，如果超过**10bar**，应该更换。

3.泵压力不正常可能由那些原因引起?

气泡，主动阀故障，出口阀故障，密封垫或柱塞杆磨损，渗漏或堵塞，比例阀故障，传感器故障，使用比例阀混合时盐浓度太高



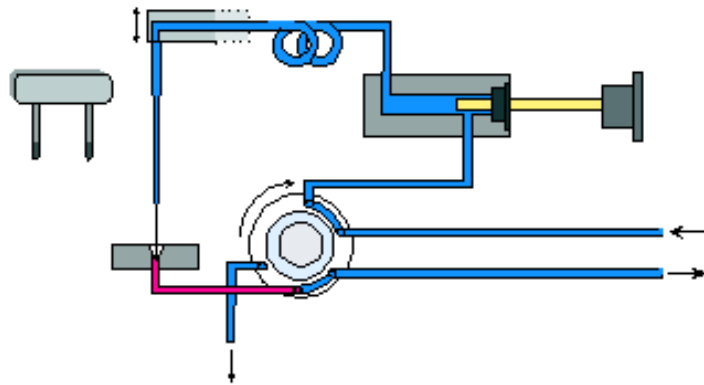
Agilent 1100 自动进样器(G1313A)



Agilent 1100 自动进样器工作原理

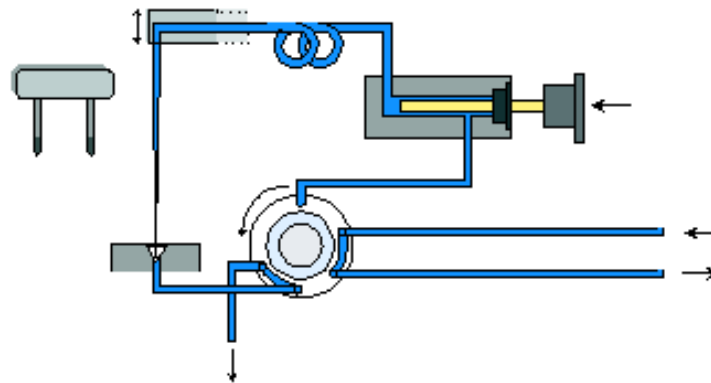
在开始进样顺序之前以及在分析过程中，进样阀是在主流路位置上（如图 48）。在此位置上，流动相流过自动进样器的计量装置、定量管和针，保证所有与样品接触的部件都可以冲洗掉，把携留效应减低到最小。

在主流路位置



当进样顺序开始时，进样阀切换到旁路位置（图 46），溶剂从泵进入阀的阀口 1，然后通过阀口 6 进入色谱柱。

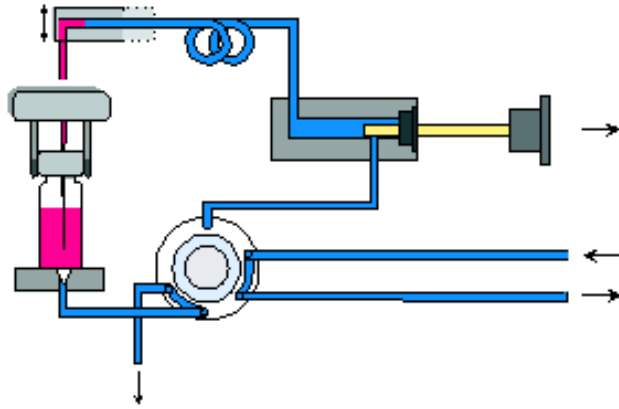
在旁路位置



Agilent 1100 自动进样器工作原理

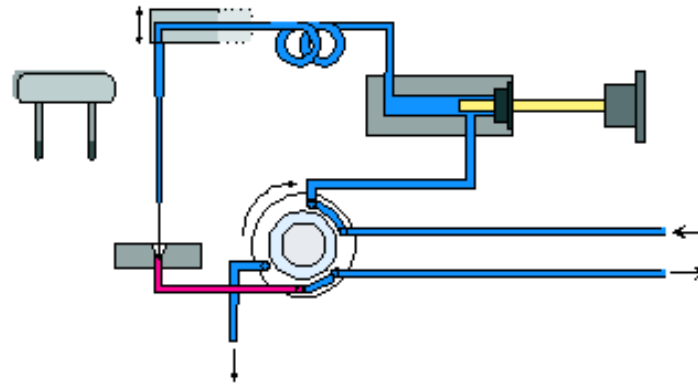
然后，提起进样针，样品瓶位于针的下面。进样针移动到样品瓶中，计量装置抽取样品到定量管中（图 47）。

抽取样品



当计量单元抽取了所需的样品转到定量管中时，提起进样针，并把样品瓶放回原样品架里。降低进样针，使之回到针座，并将进样阀切换到主流路，把样品冲洗到色谱柱中（图 48）。

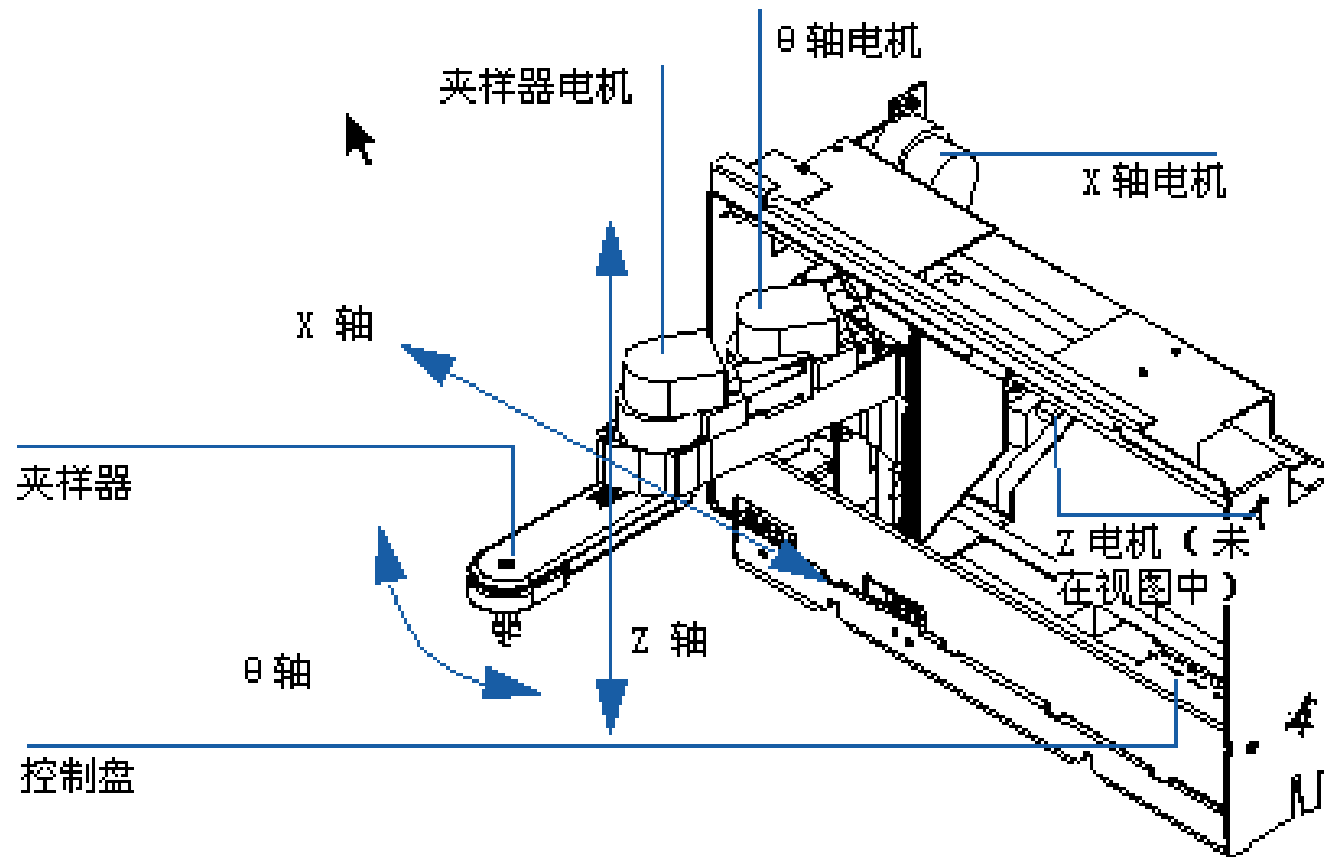
主流路位置（进样）



Agilent 1100 自动进样器结构

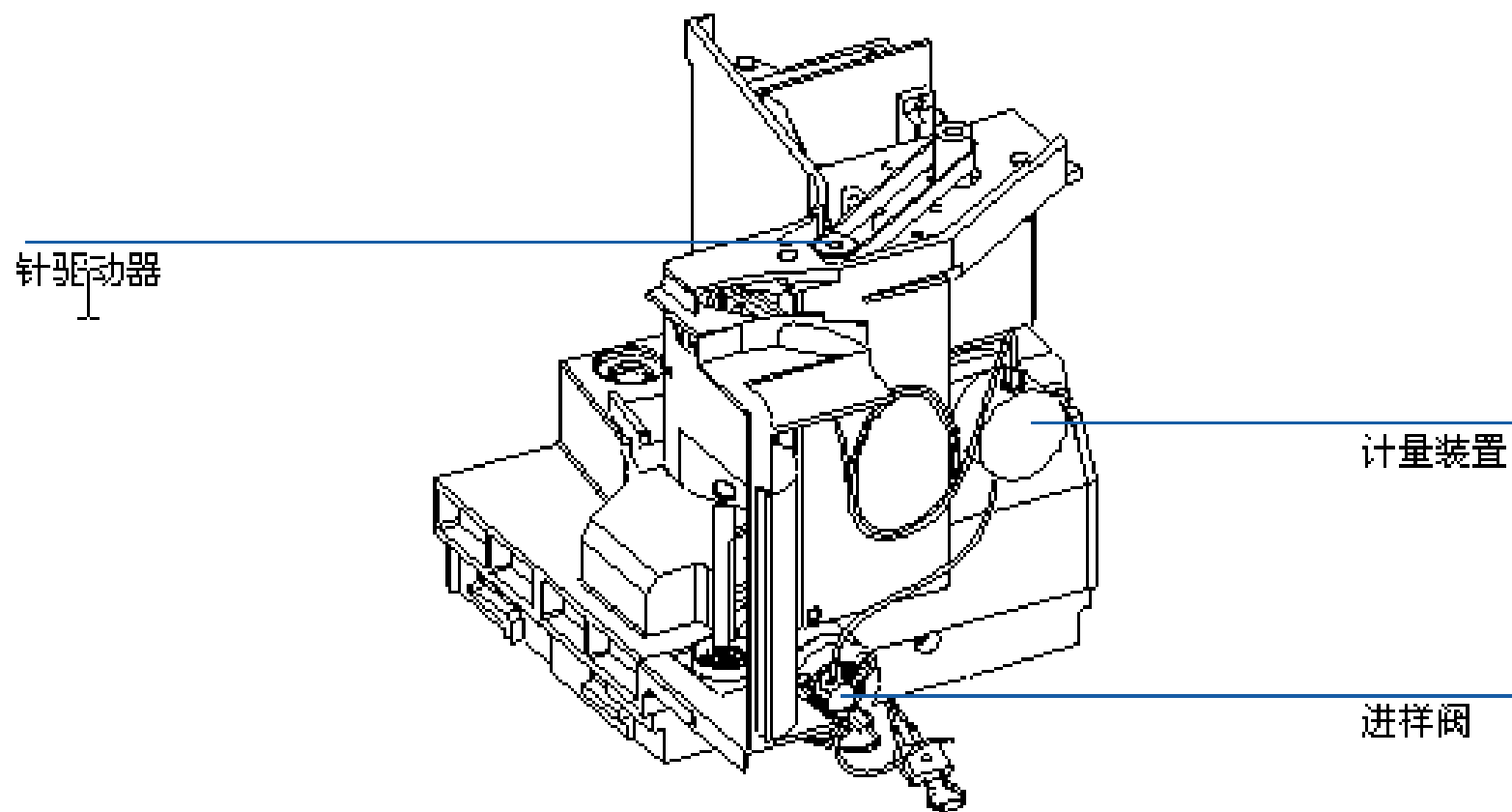
图 50

传动部件

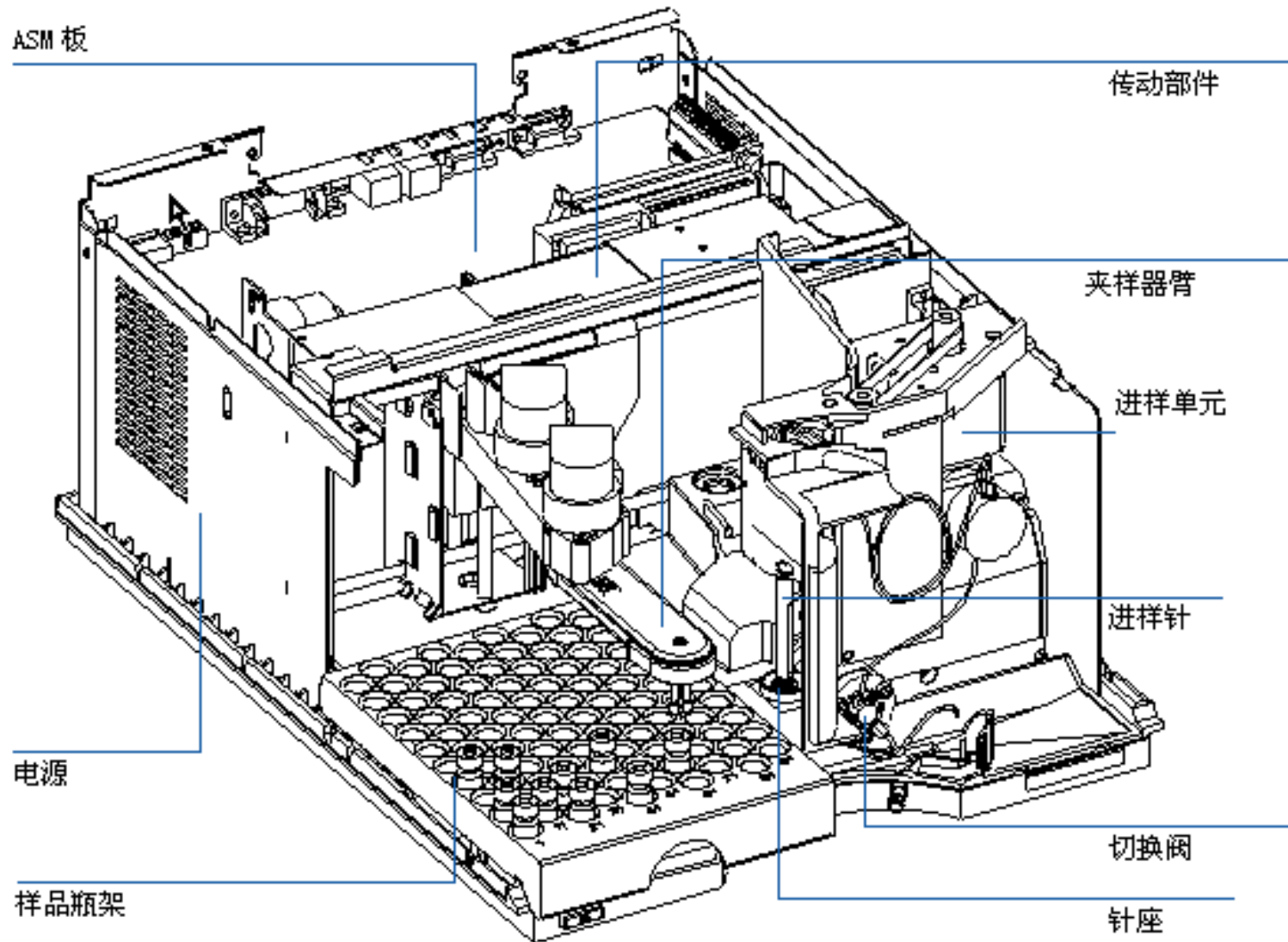


Agilent 1100 自动进样器结构

图 49 自动进样器进样单元



Agilent 1100 自动进样器结构



Agilent 1100 自动进样器使用须知

优化条件，减少交叉污染

进样系统的一些零部件可引起交叉污染：

- 进样针外侧
- 进样针内侧
- 针座
- 样品定量管
- 针座毛细管
- 进样阀

自动进样器的连续流路设计保证样品定量管、进样针内侧、针座毛细管和进样阀的主流路一直处于连续流动的状态，这些部件在等度和梯度分析时一直受到连续的冲刷，在某些情况下注射后留在针外的样品残留物会造成交叉污染。当使用小体积进样或在注射高浓度样品后马上注射低浓度样品交叉污染会更为明显。使用自动洗针可以减少交叉污染并且可以防止针座被污染。



Agilent 1100 自动进样器使用须知

使用自动洗针功能

自动洗针功能可以把程序设置为“带有洗针的进样”,或将自动洗针功能包含在进样器程序中。当使用自动洗针功能时,进样针在取样后会转移到洗针步骤。造成携留效应的主要原因是残留在进样针外的少量样品。通过进样后的洗针功能可以立即洗去针外表面上残留的样品。当进样阀转回到主流路时,定量管和针内所有的样品都被冲洗到色谱柱中。这种结合洗针和冲洗管路的设计可以把携留效应减低到最小的程度。

去掉洗涤瓶盖

为了获得最佳的分析结果,装有溶剂的洗涤瓶是不加盖的,而且洗涤瓶中的溶剂对样品组分有较好的溶解作用。如果洗涤瓶盖将会少量样品留在密封垫上,这样会把残留的样品带到下一个样品中。

带有洗针的进样程序

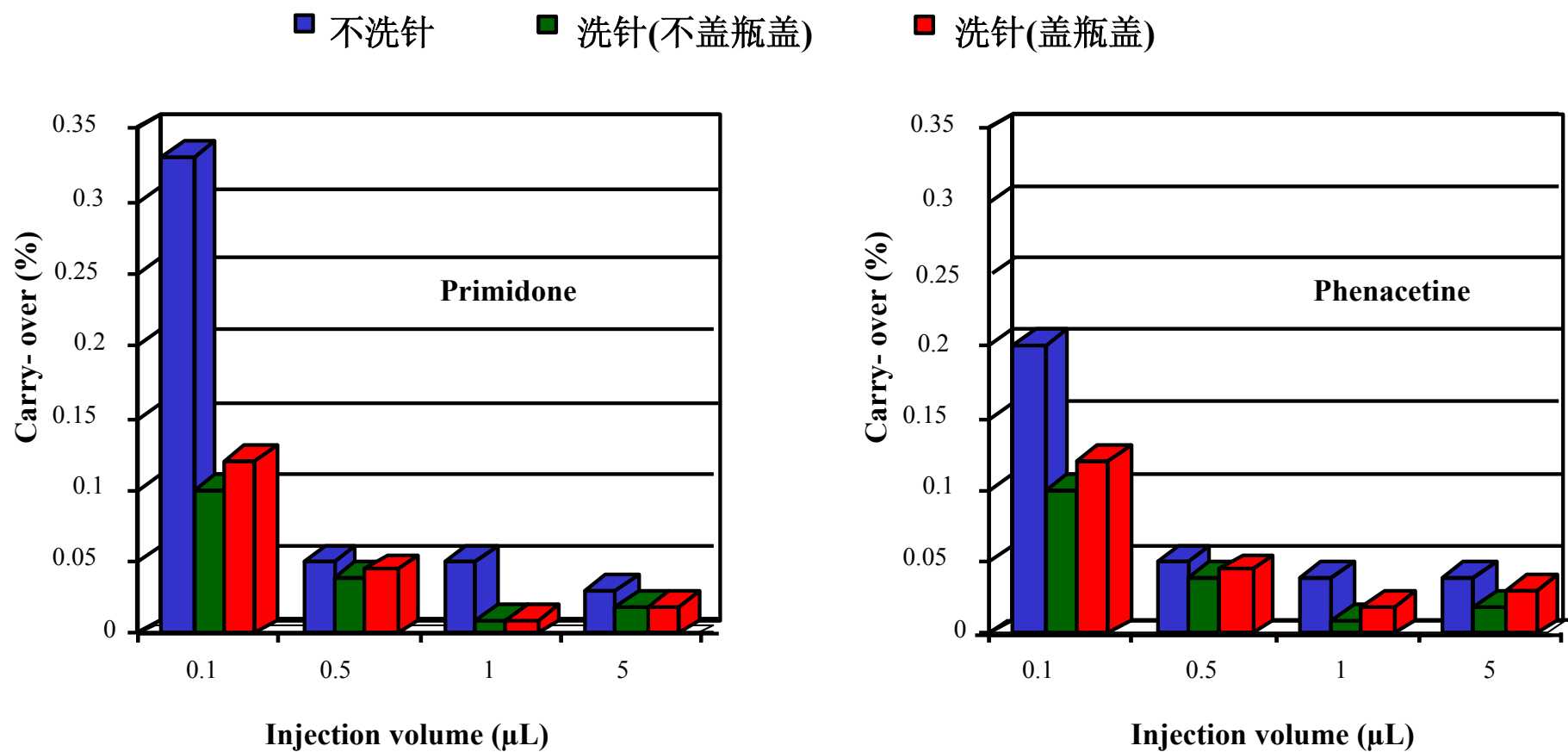
进样程序中包括了NEEDLE WASH (洗针) 命令,当这一命令设置在进样程序中时,则在进样前会进入指定的洗涤瓶中洗针。

[例] 1 DRAW 5 μ L (抽取5 μ L样品)
2 NEEDLE WASH vial 7 (洗针到7号瓶)
3 INJECT (进样)



Agilent 1100 自动进样器使用须知

洗针对样品残留的影响（清洗瓶盖帽/不盖帽）



Agilent 1100 自动进样器使用须知

加快进样周期和降低延迟体积

在一个实验室里为了提高分析样品的通量，缩短进样周期是一个重要的任务。要缩短周期从下面的参数开始：

- 缩短柱长
- 提高流速
- 梯度幅度大

优化了上述参数，使用重叠进样模式还可以进一步缩短分析周期。

重叠进样模式

在这一模式下把样品注入色谱柱之后，进样阀切换到旁路并开始下一个进样周期，但是要等到实际上完成了上一个分析之后再切换到主流路，在这一过程中赢得了样品准备的时间。

把阀切换到旁路可以减小系统的延迟体积，流动相不经过定量进样管、针和针座毛细管而直接进入色谱柱。这样有助于加快周期，特别是在低流速时更为重要，例如在必须使用窄径柱和微径柱 HPLC 时就是这样。



Agilent 1100 自动进样器使用须知

提高进样量的精度

进样体积小于 $2\ \mu\text{L}$

当进样阀切换到BYPASS（旁路）位置时，在定量管内的流动相压力降低。当进样针抽取样品时，流动相进一步降低压力。如果流动相没有充分脱气，在进样时定量管内就会产生小气泡。在进样体积小于 $2\ \mu\text{L}$ 时这些小气泡就会影响到进样体积的精密度。为了使进样体积小于 $2\ \mu\text{L}$ 时有最佳的进样精密度，建议使用Agilent 1100系列真空脱气机，确保流动相充分脱气。也可以在进样间隙自动洗针，从而进一步提高进样体积的精密度。



Agilent 1100 自动进样器使用须知

提高进样量精度

抽样速度

对粘稠的样品，计量部件从样品瓶抽取样品的速度会影响取样体积的精确度。如取样速度太快，在样品塞中会带有气泡，从而影响进样体积。抽样速度的默认值是 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ (范围：10-1000 $\mu\text{L}/\text{min}$)，这一速度适合于大多数样品的取样要求。但是对于粘稠的样品要得到最佳的结果，设定的抽样速度要低于 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ 。进样器程序中的“DRAW”命令行也用于抽样速度的设定，这是为自动进样器设置的。

推样速度

默认的推样速度为 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ (范围：10-1000 $\mu\text{L}/\text{min}$)，当进行大体积进样时，就要设定为较大的推样速度，加快进样周期。这就是缩短计量器具从进样周期开始（当注射器活塞回到起始位置时）到推出溶剂所需的时间。

进样器程序中的“EJECT”命令行也用于推样速度的设定，这是为自动进样器设置的。较快的推样速度可以加快进样器程序所需的时间。对于粘稠的样品要避免使用过快的推样速度。

当使用多次抽样功能时，推样速度控制着样品进入针座毛细管扩大体积部分的速度，对粘稠的样品要避免使用过快的推样速度。



Agilent 1100 自动进样器使用须知

转子密封垫的选择

Vespel™密封垫(可在pH 1-10的条件下工作)

标准的密封垫是由Vespel密封材料制成的。Vespel适用于pH范围为2.3 ~ 9.5的流动相。Vespel适合于大多数的应用领域，但是当pH低于2.3或高于9.5时，Vespel密封垫会很快地损坏，缩短其使用寿命。

Tefzel™密封垫 (可在pH 1-14的条件下工作)

在流动相的pH低于2.3或高于9.5时，或者在会很快降低Vespel密封垫的使用寿命的情况下，可以使用由Tefzel制成的密封垫。Tefzel是较Vespel更耐极端pH范围的材料，但是Tefzel较为柔软。通常Tefzel密封垫的理论使用寿命小于Vespel密封垫。但对于pH很低或很高的流动相，Tefzel密封垫的使用寿命会更长一些。

PEEK™密封垫(可在pH 1-14的条件下工作)



Agilent 1100 自动进样器日常维护，故障诊断

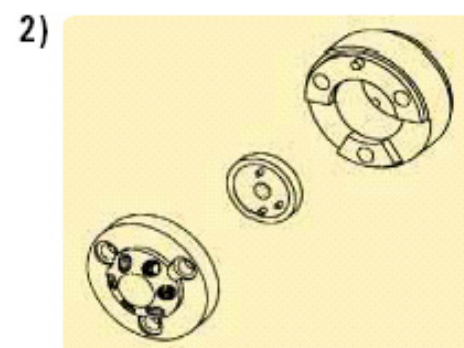
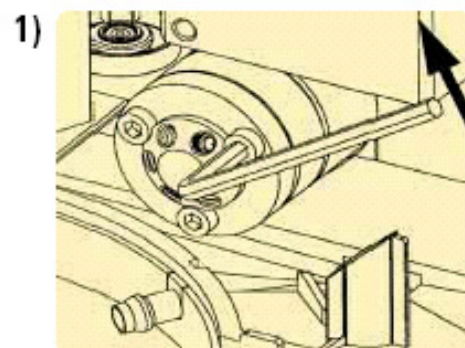
1. 定期检查各传动杆是否足够润滑，必要时先用酒精棉球擦拭干净后再给这些杆涂抹少量液体润滑油，脏的传动杆使阻力增大从而造成自动进样器在取样过程中由于马达过热导致出错。
2. 检查取样爪子的绿色胶套是否损坏，如果是请更换之，否则会使样品放置位置不正确而导致如针，针座等损坏。
3. 用酒精棉签擦拭针座防止灰尘污染堵塞针与针座。
4. 若场地确实灰尘较多，建议购买自动进样器门，棕色门还可以帮助防止见光敏感的样品。



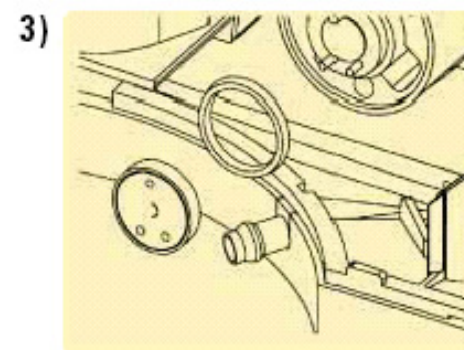
Agilent 1100 自动进样器日常维护，故障诊断

5. 更换转子密封圈

6. 更换针及针座



★ **注意：**
凹槽应当面向您。



Agilent 1100 自动进样器日常维护，故障诊断

Agilent 1100 自动进样器常见故障

•漏液

针座磨损

转子磨损



•进样量不准

转子磨损

计量泵故障

抽样速度太快



•机械臂移动故障-抓不准样品瓶

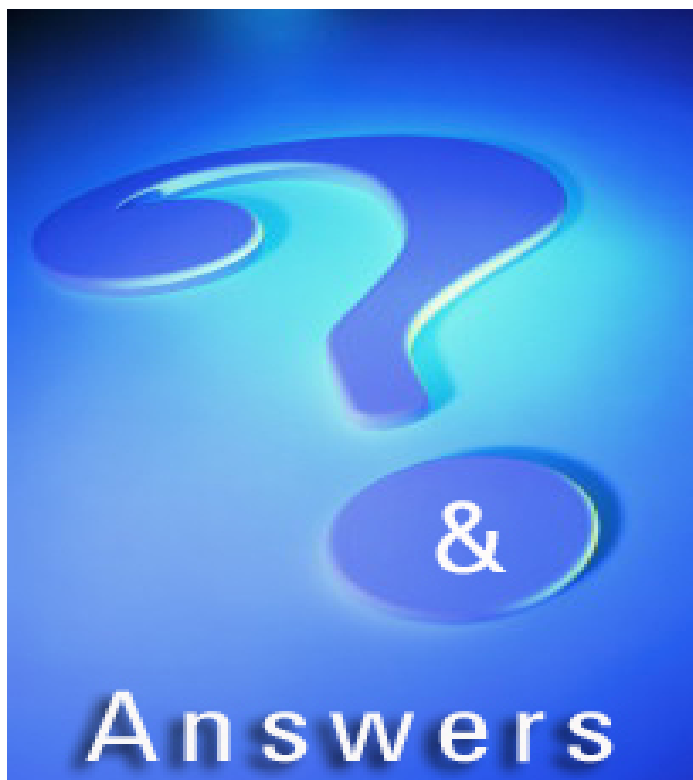
传感器故障

周围环境差

样品瓶不标准



Agilent 1100 自动进样器日常维护，故障诊断



Question?

1. 样品量太少（某些离心处理的样品），无法过滤，为了尽量避免堵塞，可以采取什么措施？
2. 怎样判断自动进样器的转子垫圈磨损



Agilent 1100 自动进样器日常维护，故障诊断

Answer

1.样品量太少（某些离心处理的样品），无法过滤，为了尽量避免堵塞，可以采取什么措施？

在自动进样器设置中，适当抬高进样针抽样时的位置。



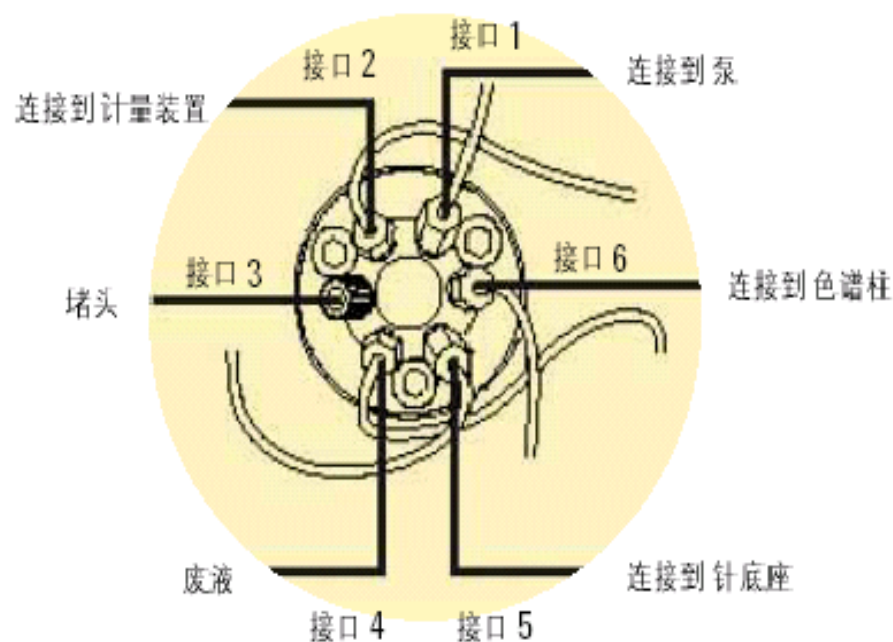
Agilent 1100 自动进样器日常维护，故障诊断

Answer

2. 怎样判断自动进样器的转子垫圈磨损？

将第四号管（排液的细塑料管）提起，
况下应没有液体滴出，如有则转子垫圈
磨损。

色谱现象：压力不稳，保留时间面积重
差，残留严重。

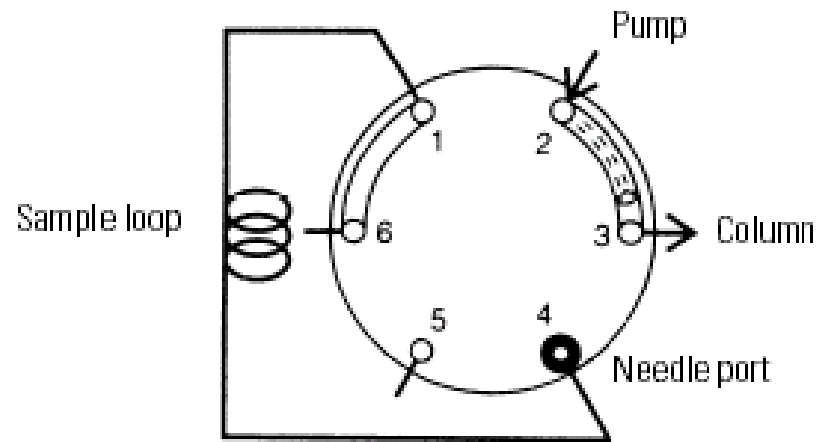


Agilent 1100 手动进样器 (G1328A,G1328B)

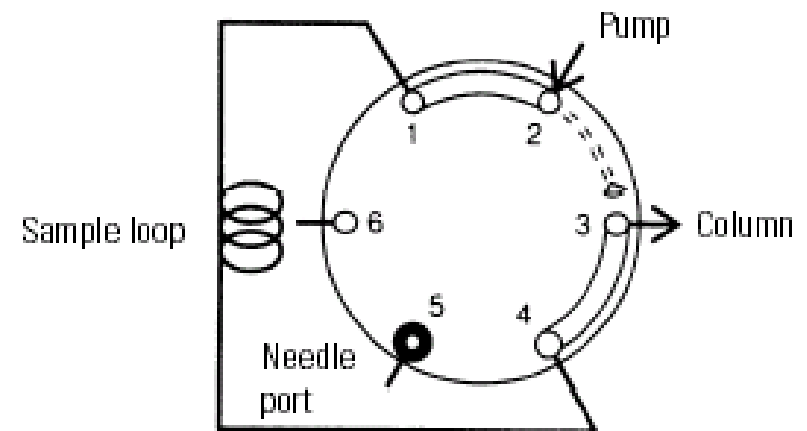


Agilent 1100 手动进样器工作原理

LOAD Position

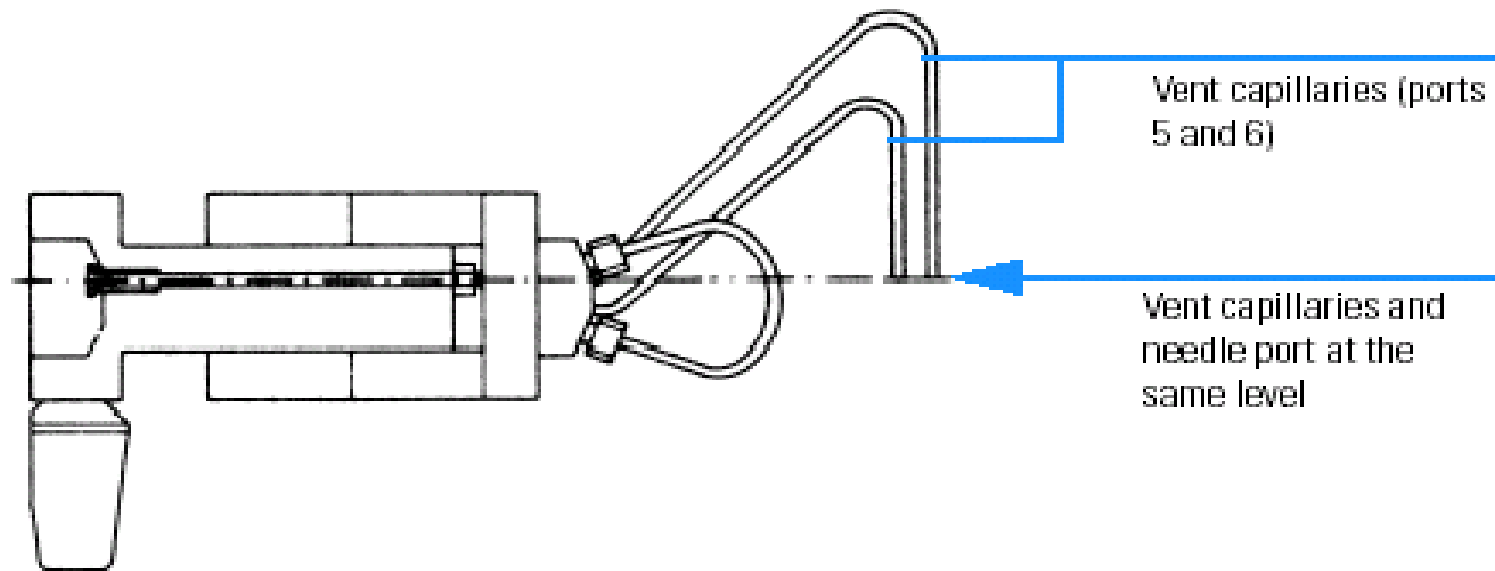


INJECT Position



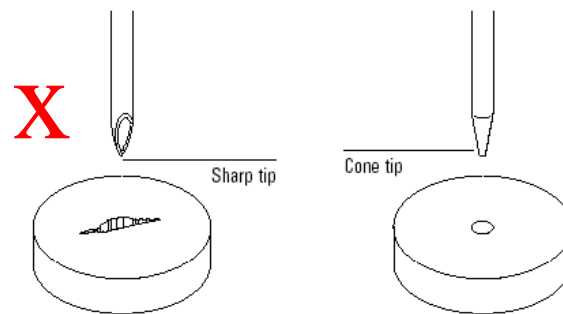
Agilent 1100 手动进样器日常维护，故障诊断

1. 为了防止虹吸应注意使第五第六号放空管的出口与进样口保持在同一平面.



Agilent 1100 手动进样器日常维护，故障诊断

2. 为了更好的重现性，进样体积最好是样品环的5~6倍。
3. 手动进样器预装Vespel转子垫圈，请参考自动进样章节选择转子垫圈。
4. 一定要使用合规规格的进样器，规格为外径0.028英寸，长2英寸的平头针。**一定不能使用尖针！它会严重刮坏转子垫圈。**

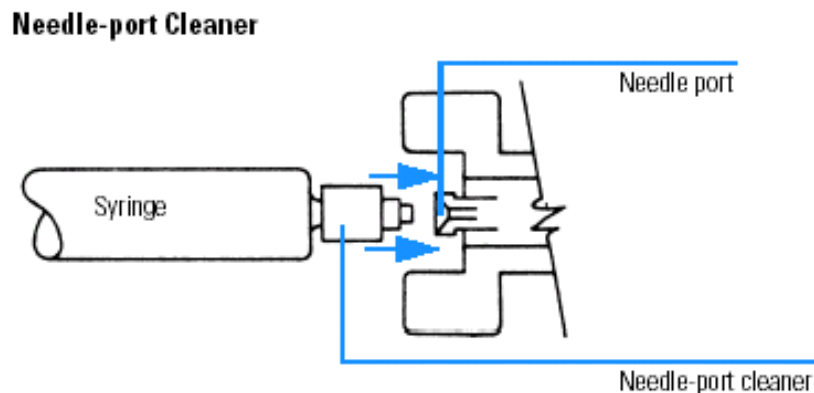


Agilent 1100 手动进样器日常维护，故障诊断

5. 进完样后一定要及时冲洗进样器，特别是用盐或缓冲液作流动相
由于这些溶液会形成结晶从而磨损垫圈。

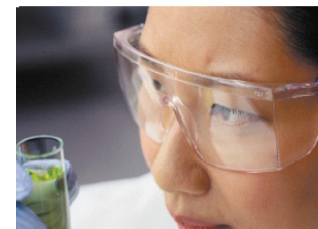
冲洗方法：

- A. 将进样器转至Inject位置，利用液相泵输送高纯水冲洗(这时是冲洗样品环及沟槽)。
B. 用阀清洗接头和注射器冲洗。



Agilent 1100 手动进样器日常维护，故障诊断

当用注射器及接头清洗时，应注意不要太靠近进样器并戴防护眼镜，防止溶剂溅入眼睛。



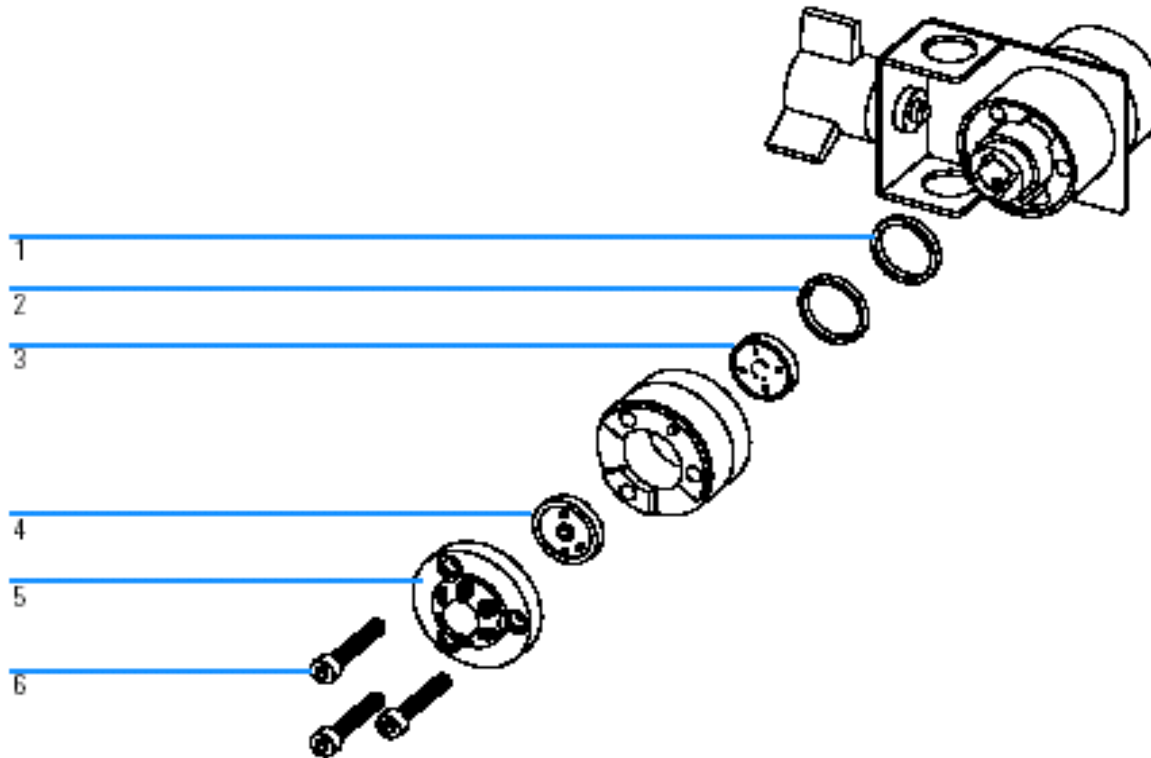
6. 经常用湿润的软布清洁进样器，特别是进样口周围。

7. 请仔细阅读进样器说明书，上面有详细使用及其它信息。

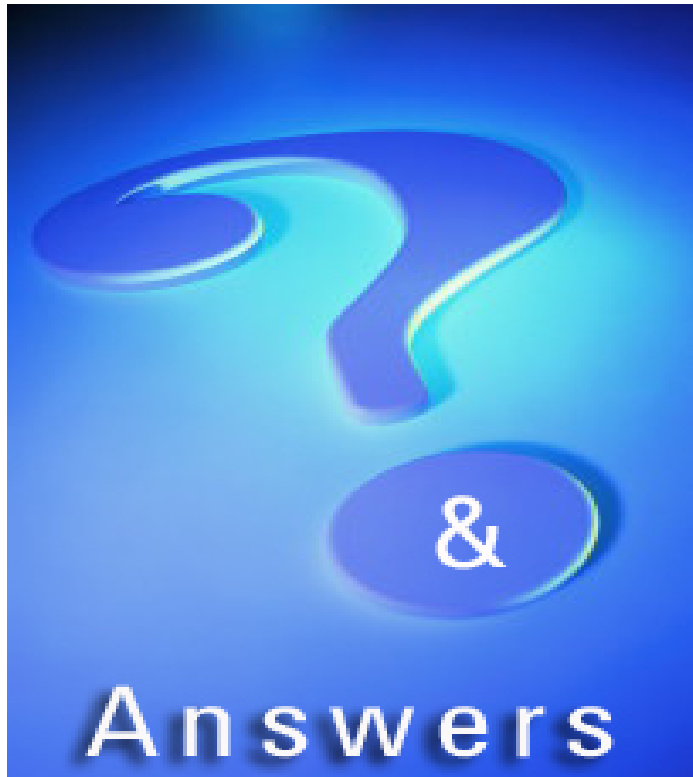


Agilent 1100 手动进样器日常维护，故障诊断

8. 更换转子密封圈。



Agilent 1100 手动进样器日常维护，故障诊断



Question?

如何判断手动进样器的密封圈漏?



Agilent 1100 手动进样器日常维护，故障诊断

Answer

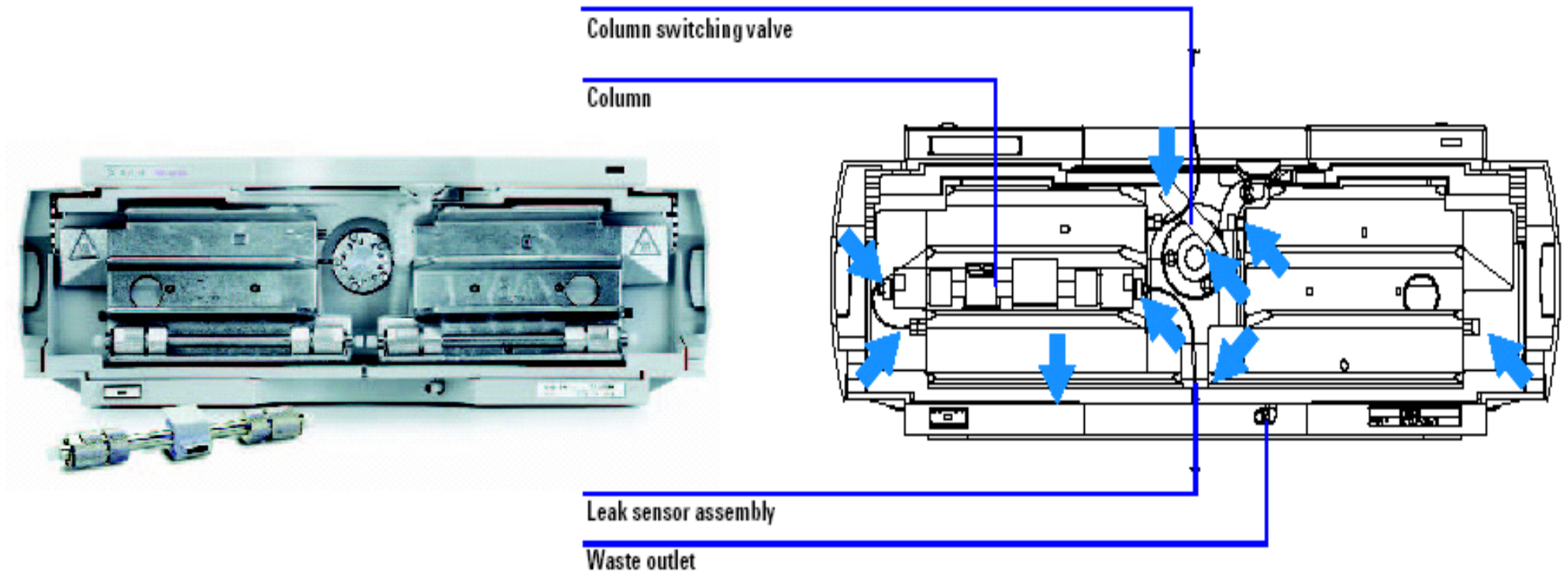
如何判断手动进样器的密封圈漏？

通常结合两方面：

- 1 从进样器观察，进样后将针拔出，若从进样口或排空管有液体冒出，显示密封圈磨损。
- 2 从结果看：通常有压力不稳定，峰面积或保留时间不稳定和残留严重。

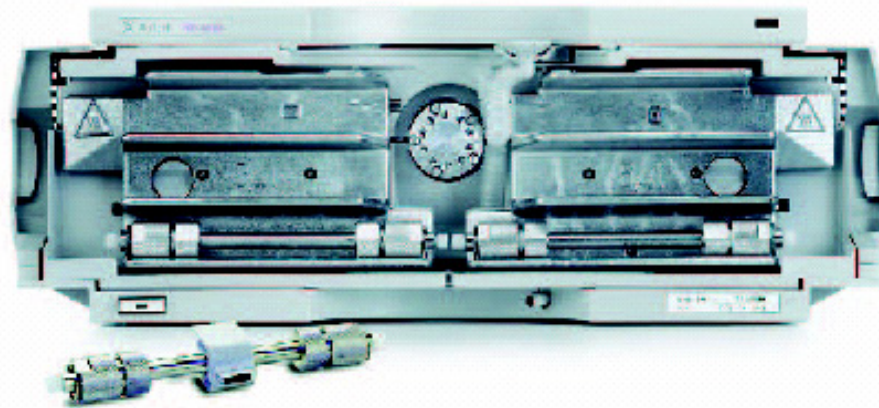


Agilent 1100 柱温箱器日常维护,故障诊断



Agilent 1100 柱温箱器日常维护,故障诊断

1. 连接的管路尽量短，防止热扩散及峰增宽。
2. 如果使用小体积分析柱以及流速小于0.2ml/min时建议使用左边的柱温箱(左边体积较少, 3ul).
3. 除非特殊应用，建议将两边温度设置一样。并确保关好前盖。
4. 如果是冷凝水导致漏液，建议终止漏液传感器检测功能。

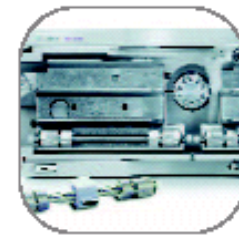


Agilent 1100 柱温箱器日常维护,故障诊断



Question?

1. 如果加热块堵塞怎么办?
2. 如果是冷凝水导致漏液怎么办?



Agilent 1100 柱温箱器日常维护,故障诊断

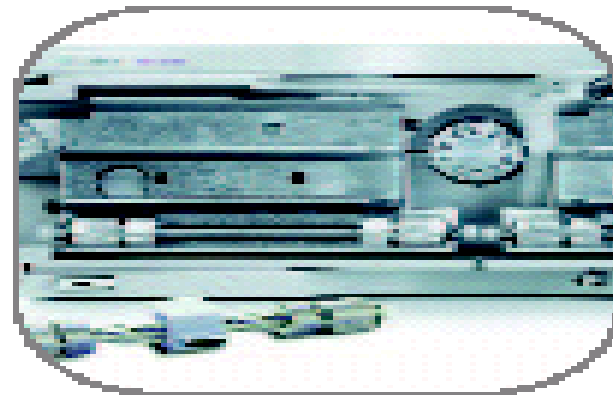
Answer

1. 如果加热块堵塞怎么办？

用管线连接泵与加热块出口，开泵进行反冲。

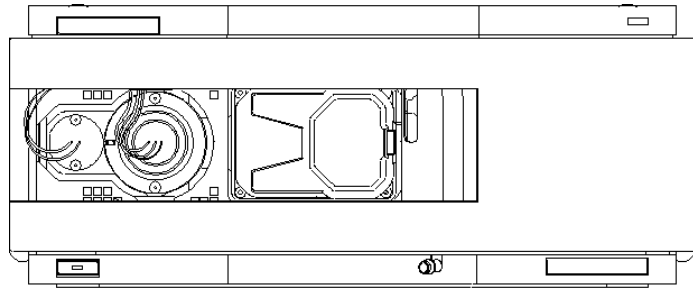
2. 如果是冷凝水导致漏液怎么办？

终止漏液传感器检测功能

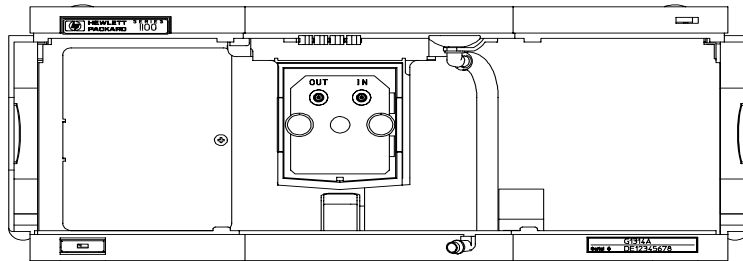


Agilent 1100 紫外检测器工作原理

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)



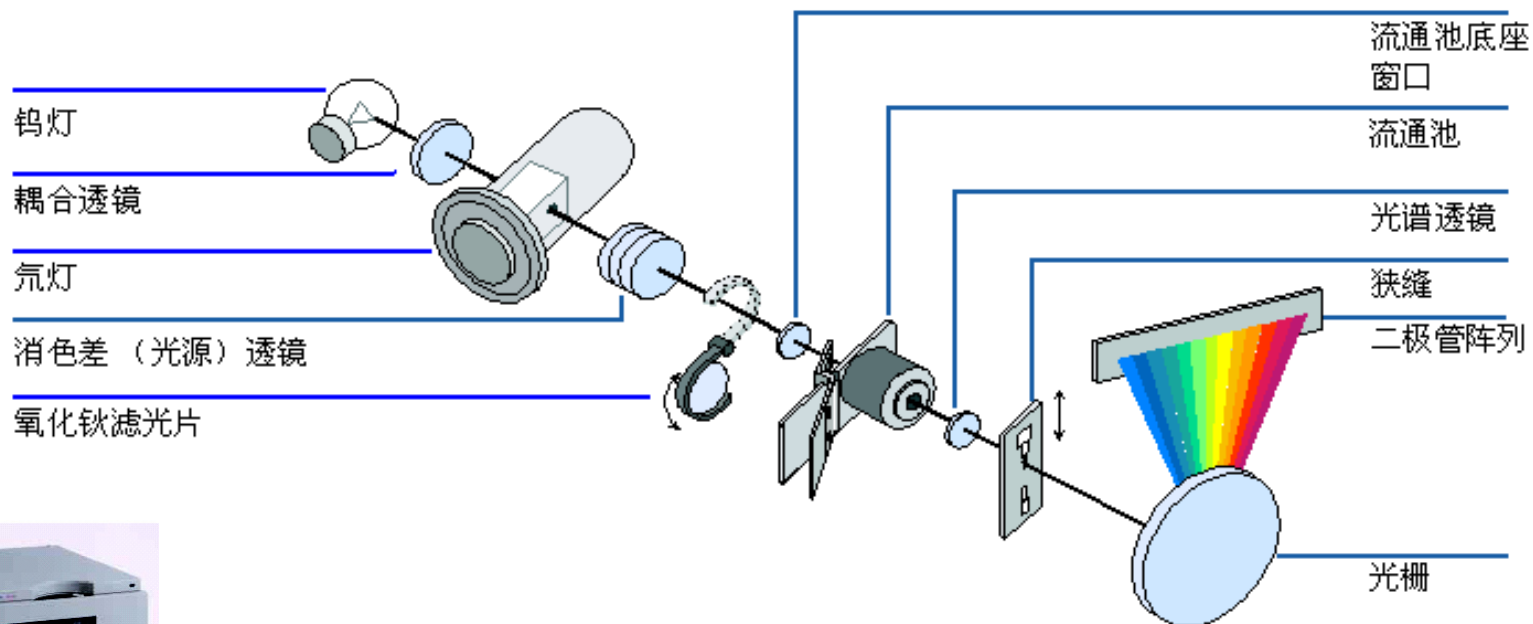
Agilent 1100 可变波长紫外检测器(G1314A)



Agilent 1100 紫外检测器工作原理

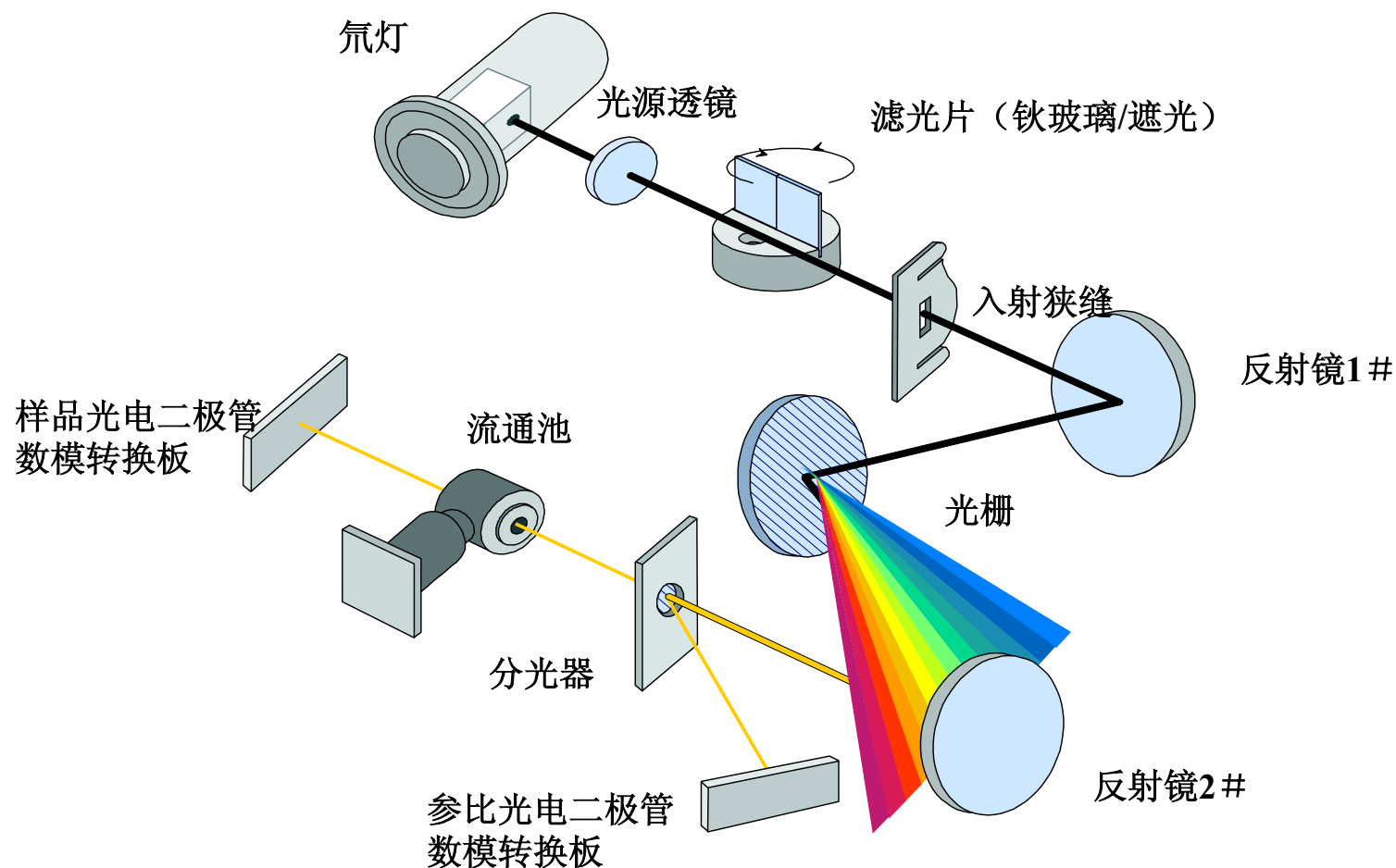
Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

图 59 检测器的光学系统



Agilent 1100 紫外检测器工作原理

Agilent 1100 可变波长紫外检测器(G1314A)



Agilent 1100 紫外检测器工作原理

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

可变的光进口狭缝系统

这一微型狭缝系统是利用硅的机械性能和总体布局微型加工技术以及精确的制作功能加工而成，它把所需的光学性能—狭缝和光栅—集中组合到一起，成为一个简单、紧凑的元件。狭缝宽度直接由仪器上的微处理器来控制，并可用为设定分析方法的一个实验参数。

光栅

用一个凹面全息光栅来实现分光 and 光谱成像，光栅把入射光束全部分散成组成它的波长，然后把它反射到二极管阵列上。

二极管阵列

二极管阵列由1024个光电二极管和一个位于陶瓷基座上的电路组成，在 190 --- 950 nm范围内取样间隔 $< 1 \text{ nm}$ 。



Agilent 1100 紫外检测器工作原理

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

灯

紫外区域采用有通光狭缝的氙灯作光源，低压氙气体的等离子体能发出 190nm到大约800 nm的光。可见光（VIS）和近红外光采用低噪音钨灯得到，其发射出的光谱范围为470---950 nm。

消色差透镜（光源透镜）

消色差透镜接受氙灯及钨灯发出的光，将其聚焦后通过流通池。

氧化钽滤光片

当进行波长校准时，氧化钽滤光片用电力驱动进入光路。

流通池底座窗口

流通池底座窗口部件把氧化钽滤光片和流通池分开。

流通池室

光学单元有一个流通池室，使流通池易于放入光学单元，采用相同的快捷安装系统可以把各种流通池装入光学单元，在检查检测器的光电性能时，拿走流通池能消除流通池带来的影响。



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

参数

1 选择流通池

- 按所用色谱柱选择流通池，参见图 7。

2 流通池连接

- 流量为 0.5 mL/min 时选用无死体积接头把色谱柱与检测器相连。
- 使用细内径柱（如 1 mm）微量流通池的毛细管可与色谱柱直接相连。

3 设定峰宽（响应时间）

- 按图 7 所用峰宽做起始点。
- 峰宽设定值应接近色谱图中窄峰的峰宽。

效果

- 色谱分离度与灵敏度对比
- 色谱分离度
- 色谱分离度与灵敏度磁盘空间对比



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

参数

效果

4 设定波长和频带宽度

- 样品的波长：
 - 千万不要使用浏览性波长，如 250 nm 波长，其频带宽度为 100 nm，这样会丢失色谱峰。
 - 选择特定波长，并减小频带宽度来提高选择性，如 250, 100 nm 和 360, 100 nm 做参比波长
 - 把样品波长设定在光谱峰的峰顶或峰谷处，以便在高浓度时获得最佳的线性关系。
- 参比波长：
 - 所选波长要宽（30...100 nm）使样品在此波长下吸收很弱或没有吸收（如样品在 254 nm 处吸收，参比波长选为 320 nm）。

- 灵敏度对选择性
- 灵敏度对线性
- 由于 RI 影响基线漂移。



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

参数	效果
5 设定狭缝宽度 <ul style="list-style-type: none">常规分析使用 4 nm 狭缝。如果样品的吸收谱带狭和浓度高就使用窄狭缝（如 1 nm）。如果样品的浓度低要使用宽狭缝（如 16 nm）。优化光谱采集（仅用于 DAD）根据您的需要选择光谱采集模式（参见第 41 页“光谱存储选相？”设定光谱波长范围（对无色样品 190... 400 nm 已足够 is sufficient）。对常规分析，波长增幅设为 4 nm；如果需要光谱分析率高，并具有精细结构，就设定小的增幅。（和狭缝宽度）。	<ul style="list-style-type: none">光谱分辨率，灵敏度和线性。



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

选择流通池

典型柱长	典型峰宽	推荐—流通池				
≤5 cm	0.025	500 nL流通池				高压流通池
10 cm	0.05		半微量流通池			
20 cm	0.1			标准流通池		
≥40 cm	0.2					
典型流速		0.05-0.2 mL/min.	0.2-0.4 mL/min.	0.4-0.8 mL/min.	1-2 mL/min.	0.05-5 mL/min.
柱内径		0.3-1 mm	2.1 mm	3.0 mm	4.8 mm	

DAD 流通池选择

表 5 Agilent 1100 DAD/MWD 流通池的校正因子

流通池类型	流通池体积	零件号	光程长 (名义的)	光程长 (实际)	校准 因子
标准流通池	13 μl	G1315-60012	10 mm	9.80 ± 0.07 mm	10/9.8
半微量流通池	5 μl	G1315-60011	6 mm	5.80 ± 0.07 mm	6/5.8
500 nL 流通池组	0.5 μl	G1315-68714	10 mm	10.00 ± 0.02 mm	10/10
高压流通池	1.7 μl	G1315-60015	6 mm	5.75 ± 0.07 mm	6/5.75



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

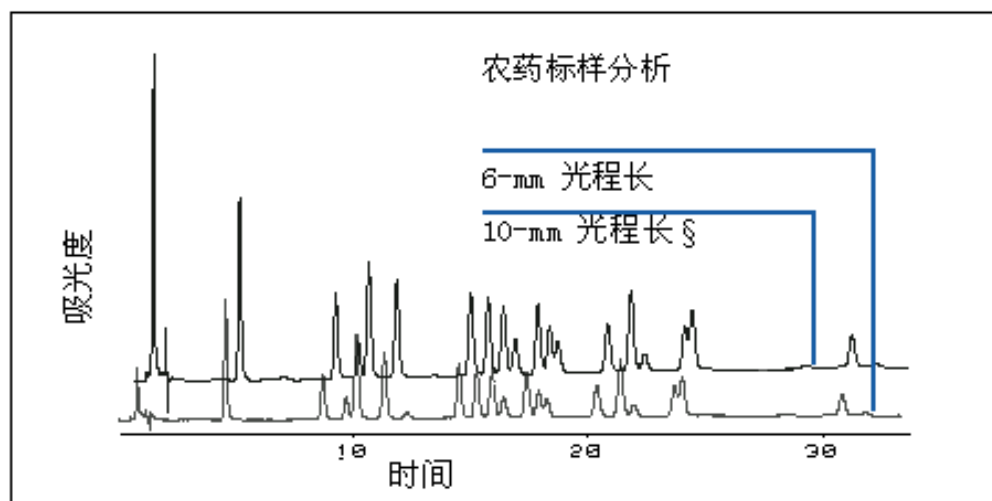
Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

流通池光路长度对信号值的影响

流通池加长得到的信号值就高，尽管在流通池加长时噪音略有增加，而信噪比有较大的增加。例如，见图8，把流通池长度由6 mm 增加到10 mm，噪音增加10%，而信号增加70%。

流通池加长会使池体积也有所增加在我们的例子中为5 μ L 13 μ L，这时峰宽也会增加，如图8所示，在此例的梯度洗脱中对分离度没有影响。

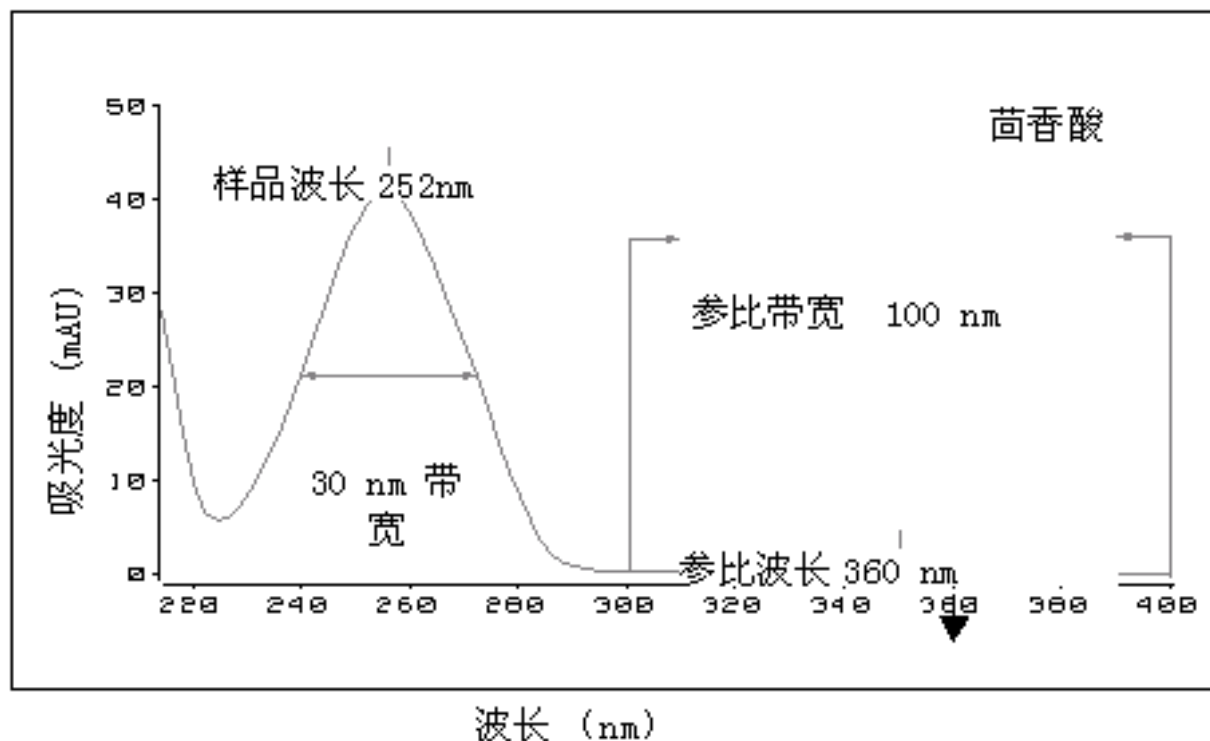
经验表明，池体积应为半峰高处峰体积的1/3。要测定峰体积，把积分后的峰宽乘以流速再除以3。



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

优化波长设定



Store	Sample,Bw	Reference,Bw		
A: <input checked="" type="checkbox"/>	252	4	360	1e02 nm
B: <input checked="" type="checkbox"/>	252	30	360	100 nm
C: <input type="checkbox"/>	210	8	360	90 nm
D: <input type="checkbox"/>	230	16	360	60 nm
E: <input type="checkbox"/>	280	16	360	60 nm

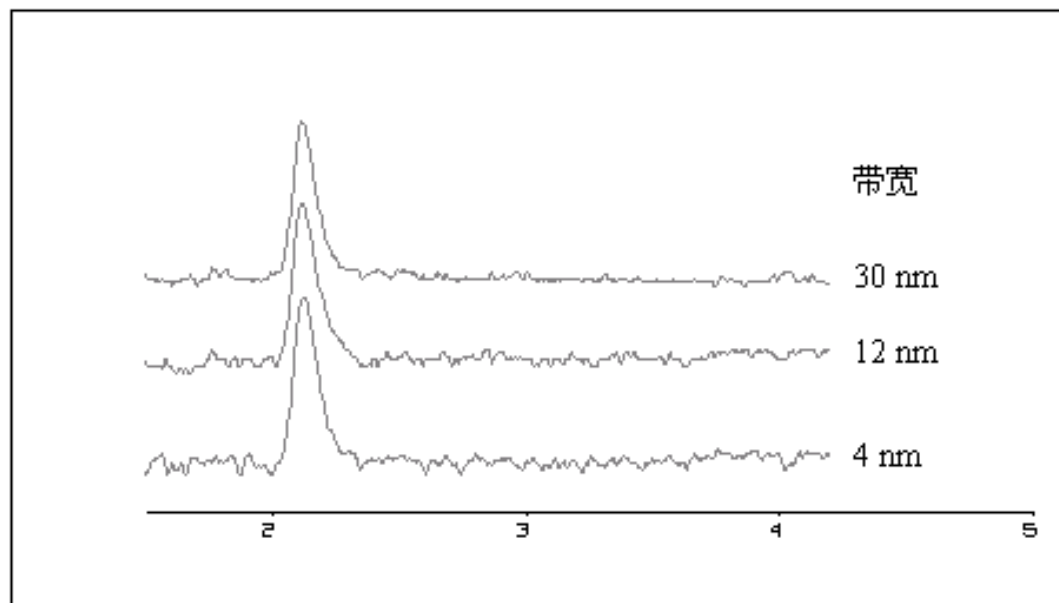
使用较宽的带宽有降低噪声的优点，能在整个波长范围内降低噪声—和使用4 nm带宽相比采用30 nm带宽，基线噪声降低约2.5倍。而信号值是4-nm 带宽的75%，在此例中信噪比增大2倍。



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

图 11 带宽对信号和噪声的影响



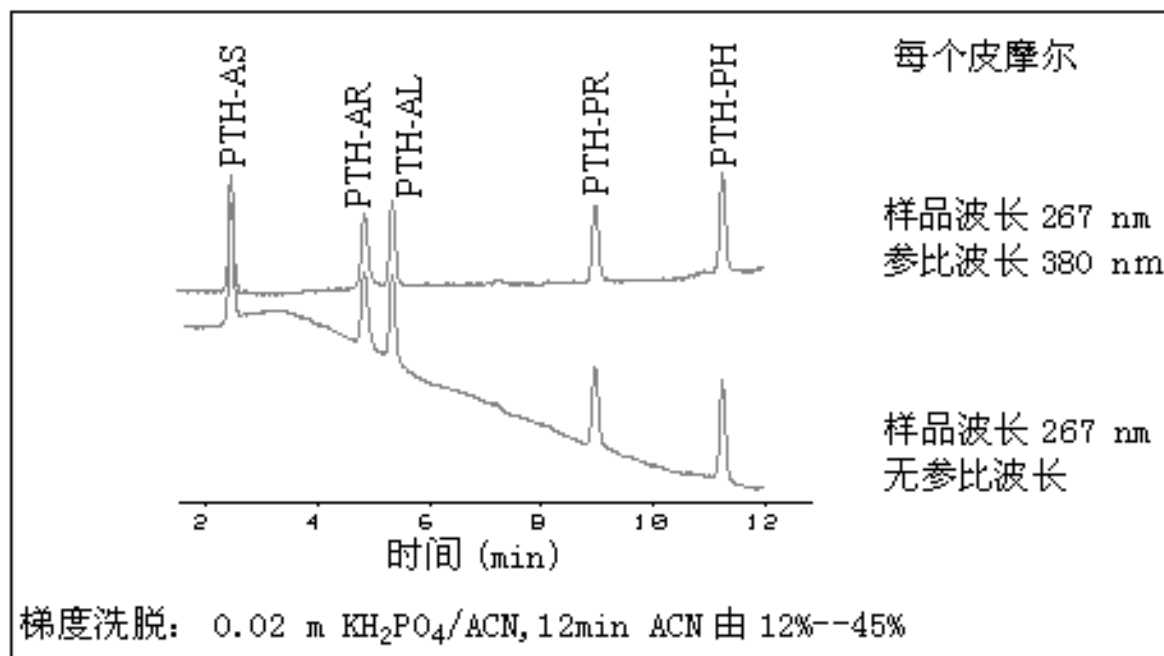
因为检测器在每一个波长下都计算其吸收平均值，所以采用大带宽不会对线性关系造成不良影响。



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

使用和不使用参比波长时，PTH-氨基酸的梯度洗脱分析（每一组分为1皮摩尔）

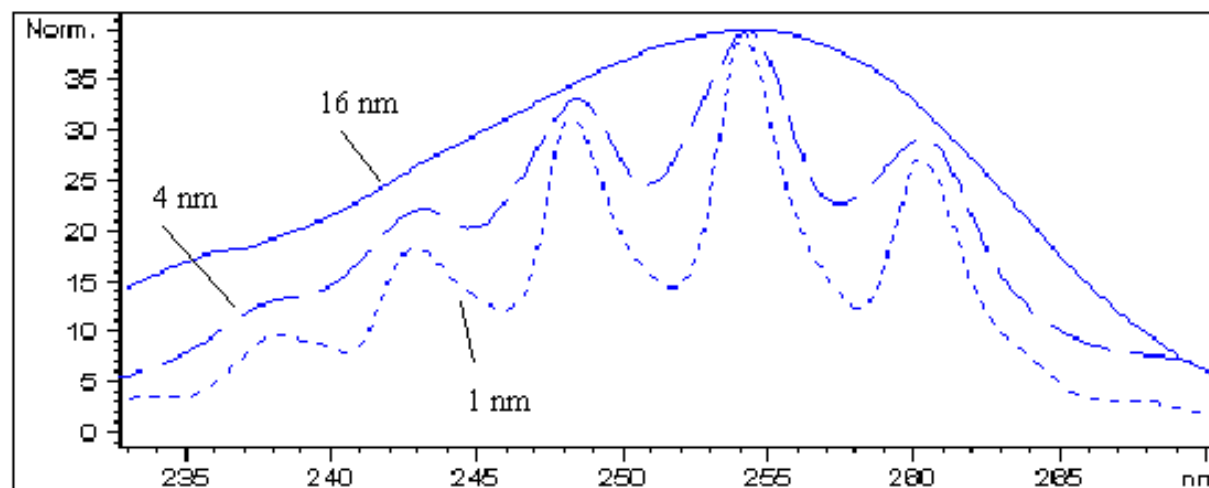


Store	Sample,Bw	Reference,Bw	
A: <input checked="" type="checkbox"/>	267 4	380 80	nm
B: <input checked="" type="checkbox"/>	267 4	Off	nm
C: <input type="checkbox"/>	210 8	360 90	nm
D: <input type="checkbox"/>	230 16	360 60	nm
E: <input type="checkbox"/>	280 16	360 80	nm



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

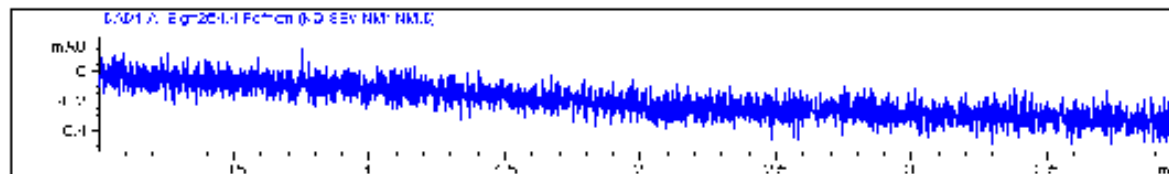
图 13 1.4 和 16 nm 狭缝宽度苯的吸收光谱



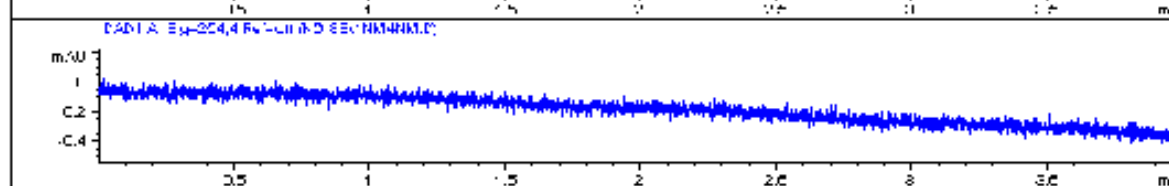
使用宽狭缝时通过流通池的光量多，可以降低极限噪声，如图 14 所示。

图 14 狭缝宽度对基线噪声的影响

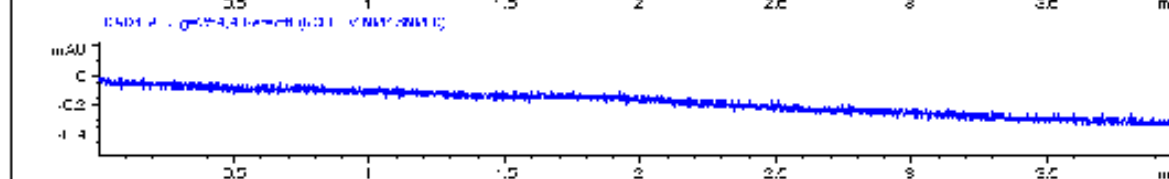
狭缝宽度 1 nm



狭缝宽度 4 nm



狭缝宽度 16 nm



Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

峰宽（响应时间）

响应时间是说明在流通池中光吸收产生突变后出现检测器信号的快慢，检测器采用数值滤波器使响应时间与色谱图中峰宽相适应，这一滤波器不影响峰面积和峰的对称性，正确设定此滤波器会大大减小基线噪声（见图9），但会使峰高略有下降。另外这一滤波器能降低数据的速度，优化色谱的积分和显示，能最大限度地减少存储色谱和光谱的磁盘空间。

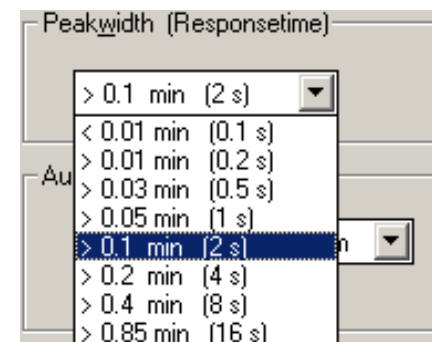
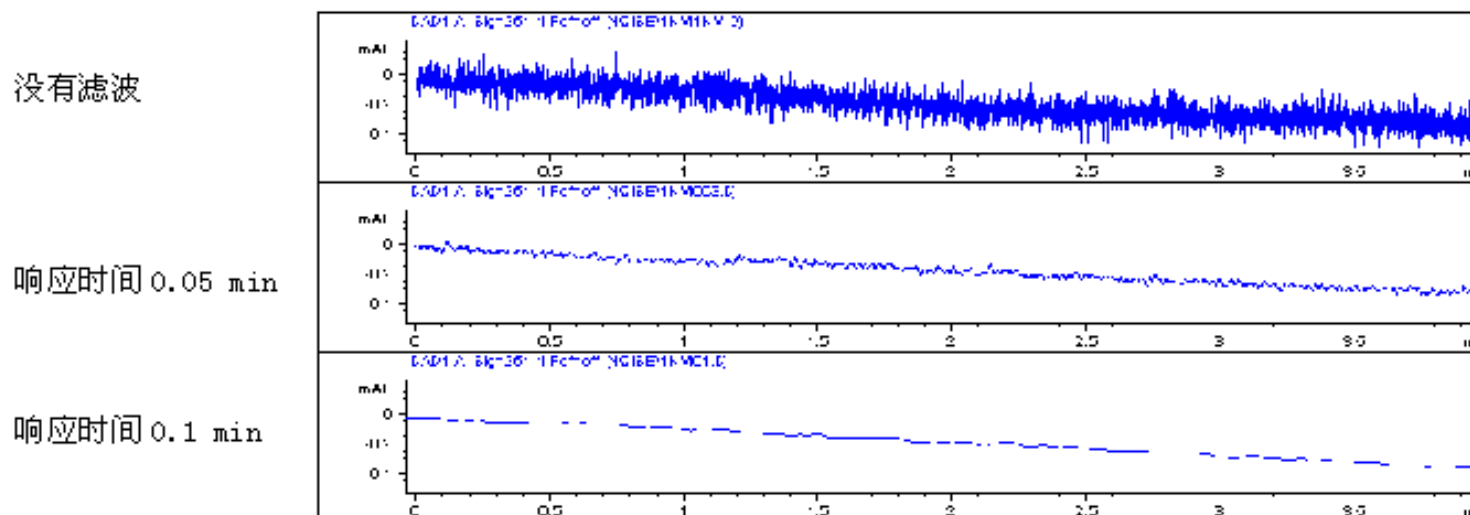


图 9 响应时间对信号和噪声的影响



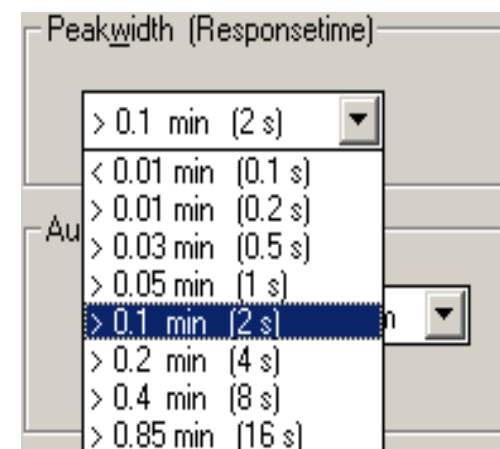
Agilent 1100 DAD紫外检测器性能优化

Agilent 1100 DAD紫外检测器(G1315B)

表6 列出检测器对滤波器的选择。为获得最佳效果，把峰宽设定为接近于色谱图中窄峰的宽度，此时响应时间约为峰宽的1/3，这样会使峰高降低 <5 %，峰的加宽不到5 %。在检测器中峰宽设定减小会引起峰高增加<5 %，但是基线噪声增大1.4倍，响应时间增大2倍。把峰宽（响应时间）增大到推荐值的2倍（过度滤波），则峰高会降低20 %，基线噪声降低1.4倍。这样可能会得到最佳的信噪比，但也可能会影响分离度。

峰宽 — 响应时间 — 数据速度

峰宽	响应时间	数据速度
0.01 min	0.2 s	20 Hz
0.02 min	0.5 s	10 Hz
0.05 min	1.0 s	5 Hz
0.10 min	2.0 s	2.5 Hz
0.20 min	4.0 s	1.25 Hz
0.40 min	8.0 s	0.6 Hz
0.80 min	16.0 s	0.3 Hz



Agilent 1100 VWD紫外检测器性能优化

典型柱长	典型峰宽	推荐的流通池					
≤5 cm	0.025	微量流通池					高压流通池 压力超过 100 bar的应用
10 cm	0.05		半微量流通池				
20 cm	0.1			标准流通池			
≥40 cm	0.2						
典型流速		0.05–0.2 mL/min.	0.2–0.4 mL/min.	0.4–0.8 mL/min.	1–2 mL/min.	0.05–5 mL/min.	
柱内径		1.0 mm	2.1 mm	3.0 mm	4.6 mm		

VWD 流通池选择

Agilent 1100 VWD 流动池的校正因子

流通池类型	流通池体积	部件号	光程长 (名义的)	光程长 (实际)	校准 因子
标准流通池	14 µl	G1314-60080	10 mm	10.15 ± 0.19 mm	10/10.15
半微量流动池	5 µl	G1314-60083	6 mm	6.10 ± 0.19 mm	6/6.19
微量流动池附件包	1 µl	G1314-60081	5 mm	4.80 ± 0.19 mm	5/4.8
高压流通池	14 µl	G1314-60082	10 mm	10.00 ± 0.19 mm	6/5.75



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

泄漏

在检测器中出现泄漏

检漏系统利用两个温度传感器（泄漏传感器和安装在板上的温度补偿传感器）进行泄漏运算，以此发出的信号来判断是否存在泄漏。当出现泄漏时，泄漏传感器会被溶剂冷却。因而改变传感器的电阻，其信号被主板上的泄漏传感器电路获得。（DAM）

可能的原因

接头松动。

毛细管破裂。

流通池泄漏。

建议采取的措施

保证所有接头紧固。

更换破裂的毛细管。

更换流通池元件。



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

UV灯不能点亮

在点亮UV灯的一段时间里处理机连续地监测UV-灯的电流，如果在2—5 s内UV灯的电流低于电流下限，就出现故障提示。

- | | |
|---------|--------------|
| 可能的原因 | UV灯电源没有接上。 |
| | UV灯坏了。 |
| | MWM板有故障。 |
| | 电源有毛病。 |
| 建议采取的措施 | 确保UV灯电源连接牢固。 |
| | 更换UV灯。 |
| | 更换 DAM MWM板。 |
| | 更换电源。 |



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

重新校准波长 检测器使用氘灯发射出的（656.1 nm）和(486 nm)射线进行波长校准，用尖锐的射线校准波长，所得到的精度优于用氧化钛校准波长的结果。在进行波长校准时，1nm的狭缝自动进入光路，把增益设定为零，为消除溶剂对吸收的影响，在流通池中注入水进行实验。校准后，用氧化钛测试在三个附加波长进行精度确认。在流通池维护，灯更换或其他大修后，如主板或光学元件的更换之后，必须进行波长校准。

波长校准

1100 DAD Wavelength Calibration : HP 1100 System 8

D2-Alpha 656.1nm
D2-Beta 486.0nm

D2-Alpha line deviation is -0.11nm
D2-Beta line deviation is -0.25nm

Calibration history			
Deviation		Time	Date
D2-Alpha	D2-Beta		
-0.14nm	-0.09nm	14:26:48 PM	9/20/95

Adjust

Reset history

OK Cancel Help

Calibration settings not equal to measured ones: To calibrate click 'Adjust'



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

氧化钛测试

内置氧化钛滤光片可以在另外的三个波长处进行精度确认，这一测试可以自动评估测试结果，并提供一张氧化钛滤光片的吸收光谱图。

光强测试

这项测试对光源灯（可见及UV灯）在全部波长范围内的光强进行测试，测试可以自动评估测试结果，并提供一张光强谱图。

流通池测试

这项测试是比较有流通池和没有流通池时灯的光强，用光强的比值可以衡量流通池吸收的大小（如流通池被污染后对光的吸收）。

暗电流的测试

这项测试用于各个光电二极管的漏电情况，自动评估测试结果，并用图画方式输出结果。

滤光片测试

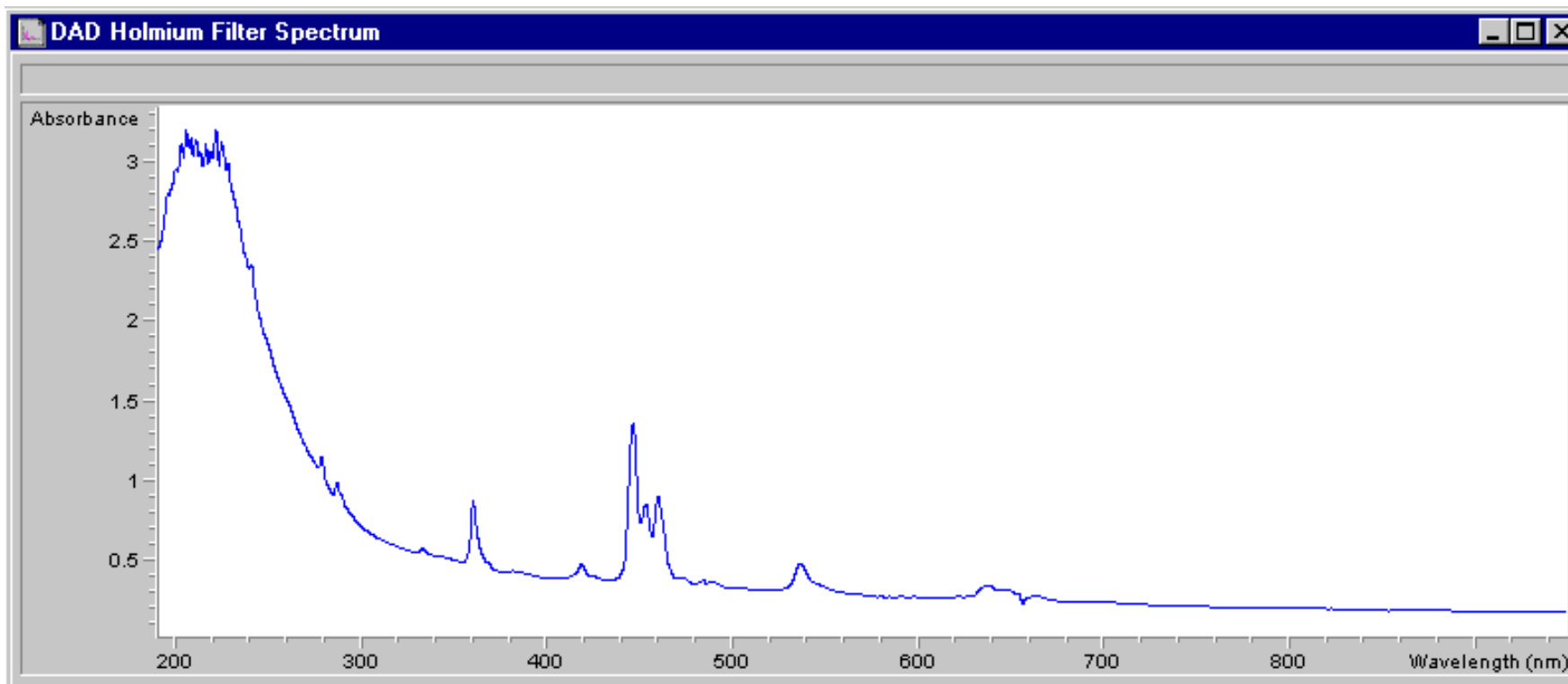
这项测试用于确定滤光片马达是否正确运动，并通过对氧化钛的吸光度来确定滤光片是否被污染。



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

氧化钬测试

氧化钬测试是对内置氧化钬滤光片的三个特征波长处的吸光度进行测定，进行精度确认。在进行波长校准时，测试开始后1nm的狭缝自动进入光路，为消除溶剂对吸收的影响，在流通池中注入水进行实验。



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

氧化钬测试结果

DAD Holmium Filter Test Results			
	Limits	Measured	Result
Date: 31.03.99; Time: 10:45:15			
Wavelength 1: 361.0 nm	360..362 nm	360.9 nm	Passed
Wavelength 2: 453.7 nm	452.7..454.7 nm	453.8 nm	Passed
Wavelength 3: 536.7 nm	535.7..537.7 nm	537.1 nm	Passed

测试失败

可能的原因

在流通池内有吸收光辐射的溶剂或气泡。

校准不正确。

流通池污染

光学部件污染（消色差透镜，窗口）

建议采取的措施

流通池中用水做介质。

重新校准，再次测试。

进行流通池测试，如测试失败，更换流通池窗口。

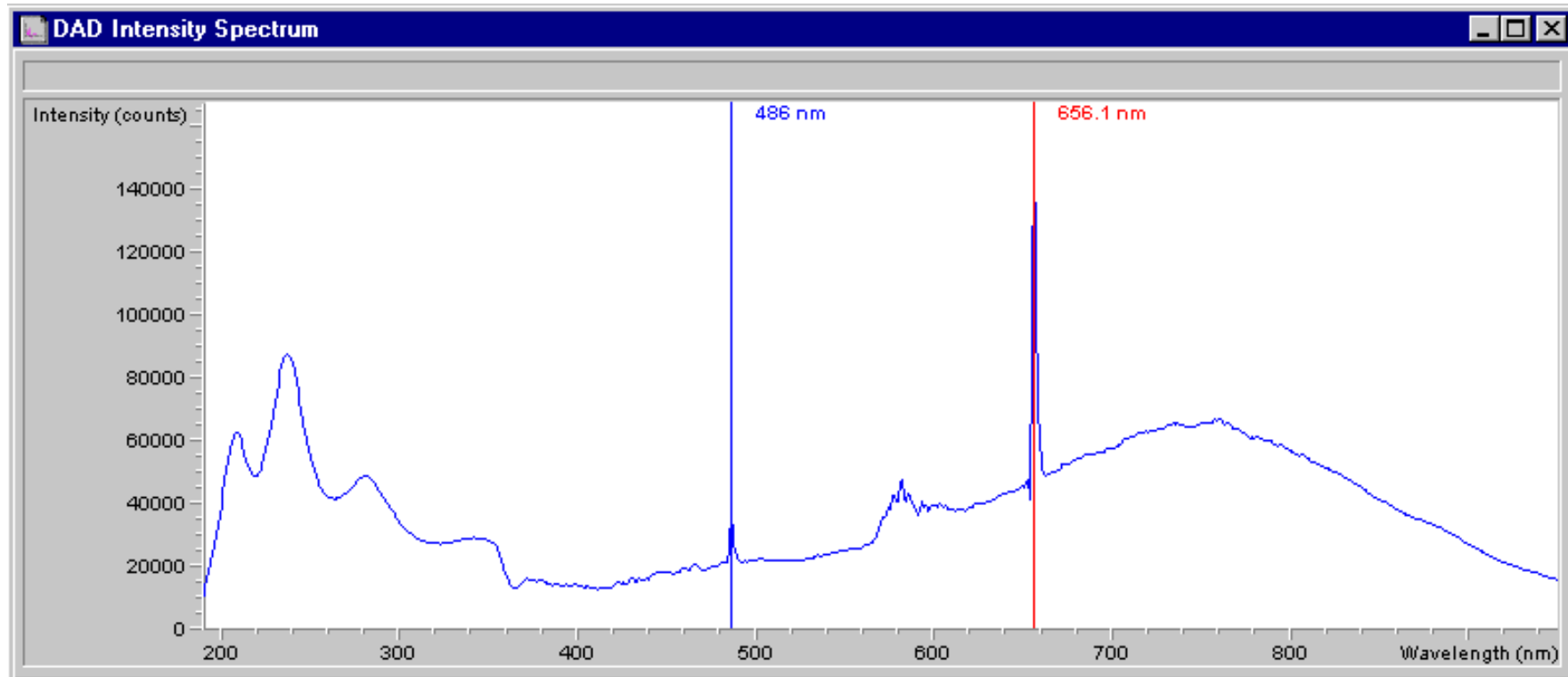
用乙醇和不起毛的布擦洗光学部件。



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

光强度测试

这一测试要测定全波长范围内（190--950 nm）氙灯和钨灯的光强，用四个光谱范围来评价光强谱图。此项测试用于确定灯和光学元件的性能。测试开始后1 nm的狭缝自动进入光路，把增益设定为零，为消除溶剂对吸收的影响，在流通池中注入水进行实验。光强图谱的形状主要决定于灯、光栅和二极管阵列的性能。因此不同仪器的光强图谱略有差别。

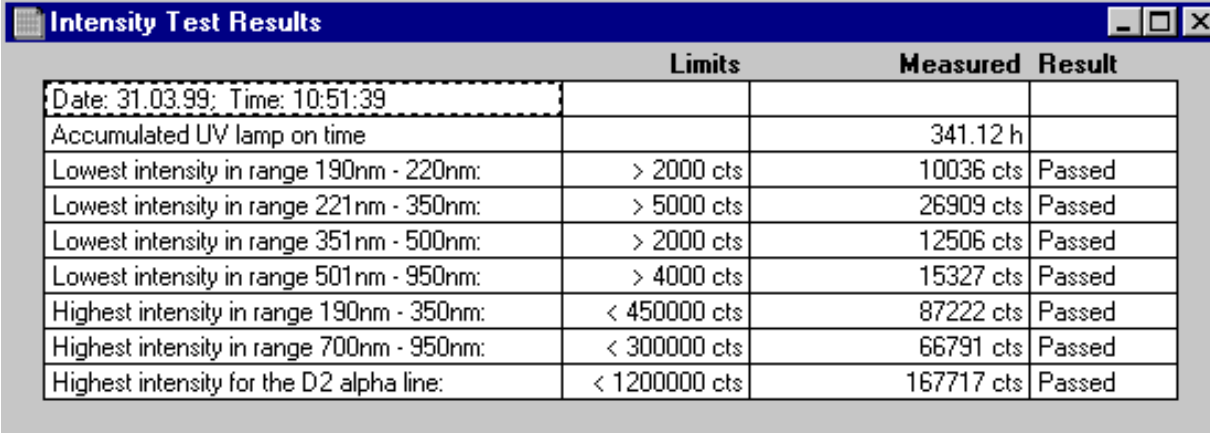


Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

强度测试评估

Agilent化学工作站自动评估四个光谱范围内光强的测定值，并显示每一范围内的极限值，测量光强的计算值，以及每一范围测试的成功或失败。

光强测试结果



	Limits	Measured	Result
Date: 31.03.99; Time: 10:51:39			
Accumulated UV lamp on time		341.12 h	
Lowest intensity in range 190nm - 220nm:	> 2000 cts	10036 cts	Passed
Lowest intensity in range 221nm - 350nm:	> 5000 cts	26909 cts	Passed
Lowest intensity in range 351nm - 500nm:	> 2000 cts	12506 cts	Passed
Lowest intensity in range 501nm - 950nm:	> 4000 cts	15327 cts	Passed
Highest intensity in range 190nm - 350nm:	< 450000 cts	87222 cts	Passed
Highest intensity in range 700nm - 950nm:	< 300000 cts	66791 cts	Passed
Highest intensity for the D2 alpha line:	< 1200000 cts	167717 cts	Passed



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

光强测试失败

可能的原因

在流通池内有吸收光辐射的溶剂或气泡。

流通池污染

光学部件污染（消色差透镜，窗口）

建议采取的措施

确保流通池中用水做介质，没有气泡。

进行流通池测试。如测试失败，更换流通池窗口。

用乙醇和不起毛的布擦洗光学部件。



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

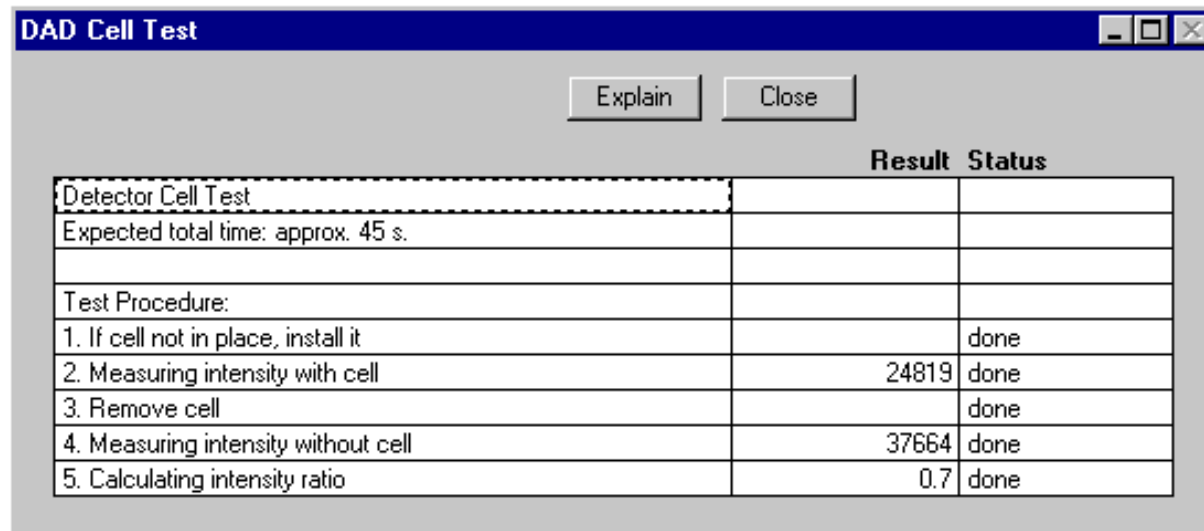
流通池测试

一旦把流通池装入检测器以及把流通池取下，就要测试全波长范围内（190 --- 950 nm)氙灯和钨灯的光强，测的光强比值表明流通池对光吸收的大小。这一测试用于确定流通池窗口是否被污染。测试开始后1 nm的狭缝自动进入光路，把增益设定为零，为消除溶剂对吸收的影响，在流通池中注入水进行实验。

流通池测试评估

Agilent化学工作站自动计算评估光强值，光强比的大小（典型值在0.5- 0.7 之间）决定于流通池窗口被污染的情况和流通池的类型。

流通池测试结果



The screenshot shows a software window titled "DAD Cell Test" with "Explain" and "Close" buttons. Below the buttons is a table with columns for test steps and "Result Status".

	Result	Status
Detector Cell Test		
Expected total time: approx. 45 s.		
Test Procedure:		
1. If cell not in place, install it		done
2. Measuring intensity with cell	24819	done
3. Remove cell		done
4. Measuring intensity without cell	37664	done
5. Calculating intensity ratio	0.7	done



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

流通池测试失败（比值低）

可能的原因

在流通池内有吸收光辐射的溶剂或气泡。

流通池污染

建议采取的措施

确保流通池中用水做介质，没有气泡。

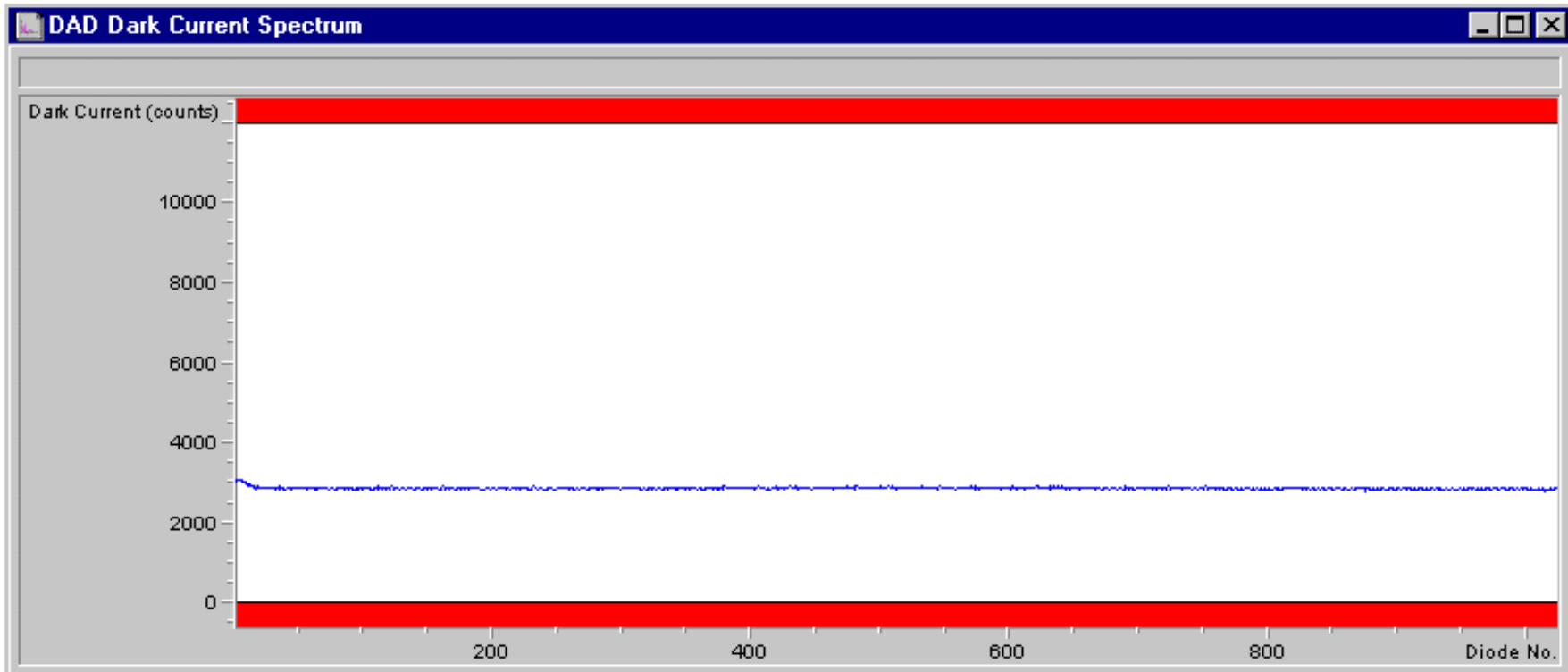
更换流通池窗口。



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

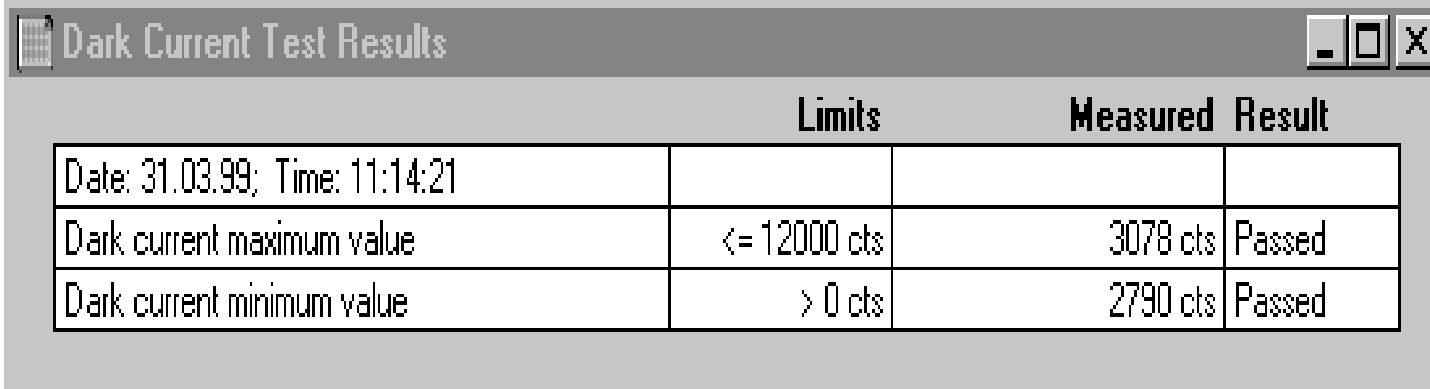
暗电流测试

这项测试用于了解各个光电二极管的漏电情况，可用于检查在特定波长下会影响线性关系的漏电光电二极管。测试时狭缝系统退出光路，切断一切射到二极管阵列上的光线，然后测定每个光电二极管的漏电电流，并用图显示。每个二极管漏电电流(用数值表示)应落在限定的范围（红色带）之内。



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

暗电流测试



	Limits	Measured Result	
Date: 31.03.99; Time: 11:14:21			
Dark current maximum value	≤ 12000 cts	3078 cts	Passed
Dark current minimum value	> 0 cts	2790 cts	Passed

暗电流测试失败

可能的原因 光学单元有毛病。

建议采取的措施 更换光学单元



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

维修项目	典型的维修频率	备注
更换氙灯或钨灯	如噪声和 / 或漂移超过应用限度, 或灯不能点燃。	更换后应进行光强测试。
更换流通池	应用中要求使用其他型号的流通池。	更换后应进行氧化钛或波长校准测试。
更换或清洗流通池零件	流通池窗口污染引起泄漏或光强下降。	修理后要受压密封性测试。
清洗或更换氧化钛滤光片	如受到污染。	更换后应进行氧化钛或波长校准测试。
泄露传感器变干	出现泄露。	做泄露检查。
更换泄露处理系统	损坏或受腐蚀。	做泄露检查。
清洗或更换耦合透镜	由于污染使光通量下降。	更换后应进行光强测试。
流通池底座系统	由于污染使光通量下降。	更换后应进行光强测试。



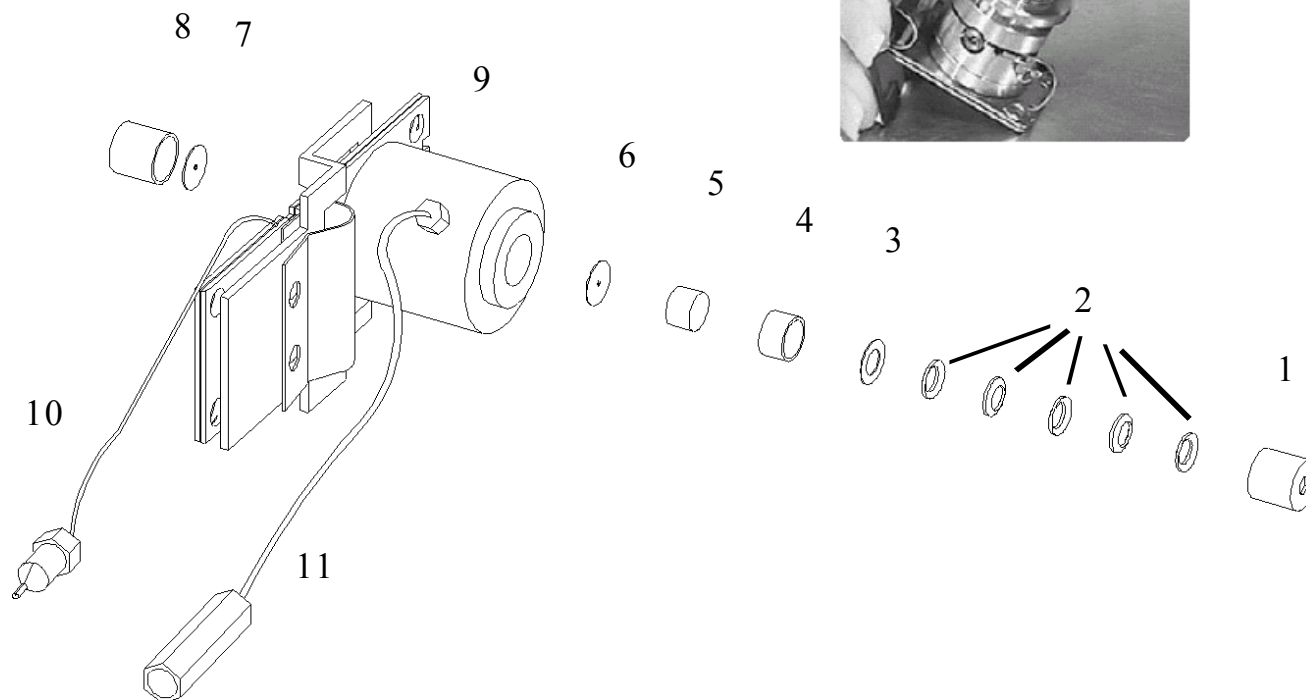
Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

清洗流动池

注意

垫圈 6 和垫圈 7 的孔径
不同

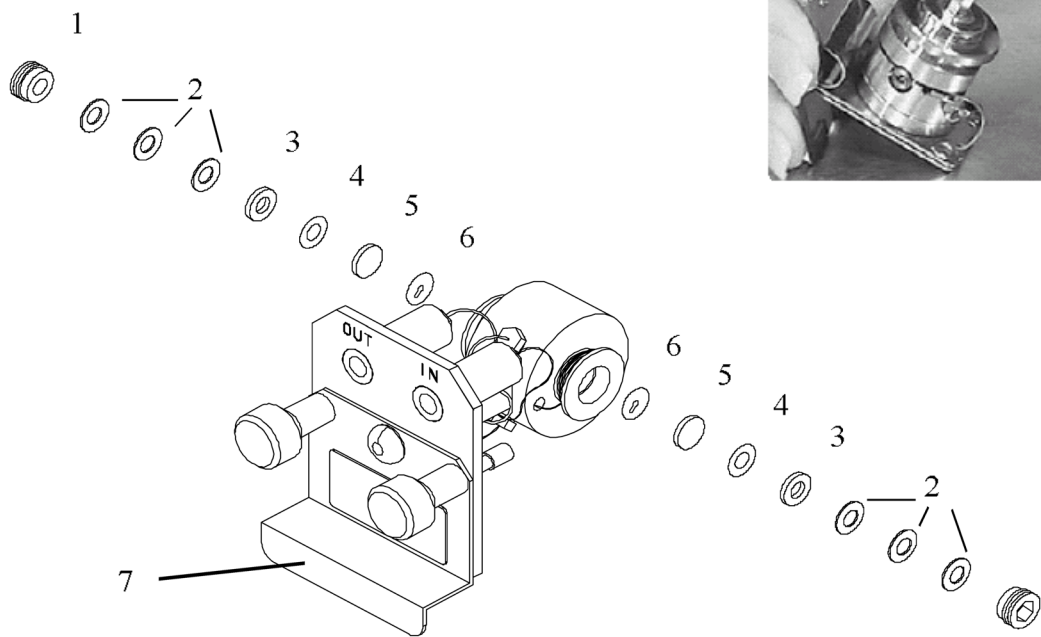
- 1 窗口螺母
- 2 弹簧垫圈
- 3 压簧垫圈
- 4 窗口支架
- 5 石英窗
- 6 垫圈
- 7 垫圈
- 8 窗口螺母, 包含 2,
3, 4 和 5
- 9 流通池
- 10 进口毛细管
- 11 出口毛细管



Agilent 1100 DAD故障诊断,日常维护

清洗流动池

- 1 - 池螺丝
- 2 - 圆锥形弹簧
- 3 - SST 环
- 4 - #1 垫圈
- 5 - 石英窗口
- 6 - #2 垫圈
- 7 - 流动池盖部件



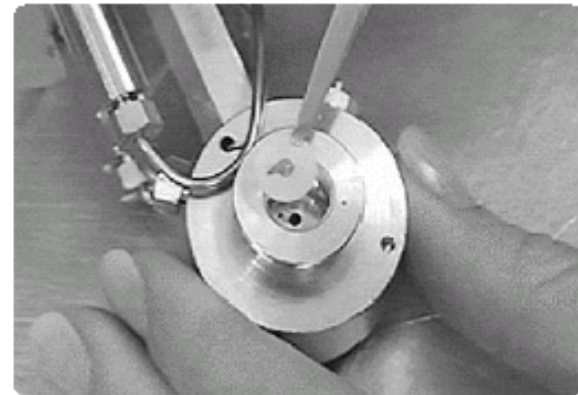
Agilent 1100 VWD故障诊断,日常维护

清洗流动池

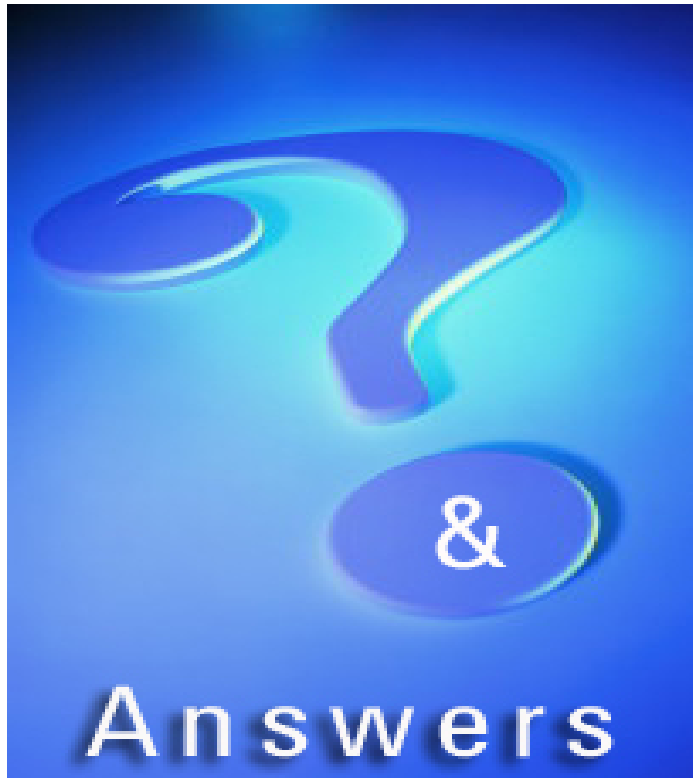
如果流动池被污染可先用以下方法处理:在不连接色谱柱的情况下先用高纯水冲洗20分钟,然后用5%硝酸冲洗2小时,最后再用高纯水冲洗至流出液中性即可。

如上述方法不行,就需更换流动池的检测窗。

上述处理方法也适用于DAD的流动池。



Agilent 1100 紫外检测器日常维护，故障诊断



Question?

基线噪音大可能由那些原因引起?

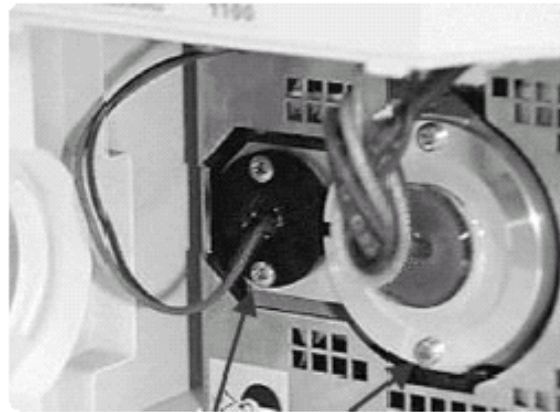


Agilent 1100 紫外检测器日常维护，故障诊断

Answer

基线噪音大可能由那些原因引起

泵压不稳，气泡，色谱柱污染，系统管路污染，流通池污染，灯强度不足，光学系统老化或污染，参数设置不合理



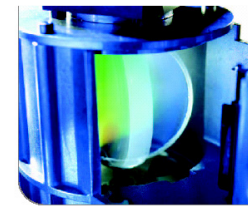
Agilent 1100 其它检测器使用注意事项及日常维护

Agilent 荧光检测器(FLD)使用注意事项及日常维护.

PMT GAIN:放大因子, 该值大则信号高, 但噪音也会随之增高, 所以需优化。

LAMP:有两种模式: standard 和economy。

RESPONSE TIME: 通常用4S。



由于水性流动相长时间留在流动池会有藻类生长, 而藻类会产生荧光, 所以可添加有机溶剂如5%的乙腈或甲醇。

如怀疑流动池被污染可用以下步骤清洗之:

- 1 用双蒸水冲洗30分钟以上.
- 2 用注射器注射65%硝酸入流动池并使其留在流动池约1小时。(注意, 为了防止过压, 请缓慢注射).
- 3 用双蒸水冲洗干净。



Agilent 1100 其它检测器使用注意事项及日常维护

Agilent 折光示差检测器使用注意事项及日常维护

- 1 溶液瓶和废液瓶应高于泵和检测器，这样使流动池产生轻微压力有助于提高检测器的性能。
- 2 RID的耐受压力最高只有5bar,所以如要串联其它检测器时务必将RID放在最后。
- 3 一定要使用控温功能令光路恒温，为了防止结晶应将温度设置至少高于室温5°C以上。
- 4 使用合适的response time通常用4S。
- 5 一定要预先混合好流动相，如果是四元泵，请使用转接头(P/N 0100-1847) 旁路比例阀。
- 6 某些流动相与柱配合时会造成基线噪音。如乙腈/水作流动相与含氨丙基柱。



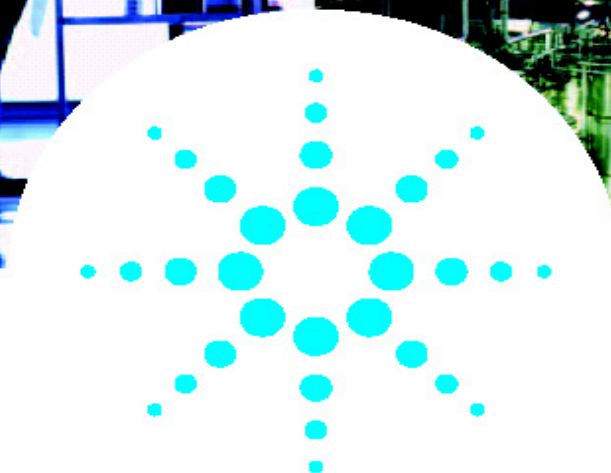
Agilent 1100 其它检测器使用注意事项及日常维护

Agilent 折光示差检测器使用注意事项及日常维护

RID基线漂移通常是溶剂变化引起的，如乙腈/水混合溶剂乙腈会挥发。四氢呋喃(THF)会形成过氧化物。某些吸水溶剂等，这些变化都会引起基线的变化从而造成基线漂移。



Agilent 1100 HPLC日常维护—总结



Agilent 1100 HPLC日常维护—总结

1. 定期清洗溶剂过滤头（35%浓硝酸浸泡1小时，不要使用超声波清洗）
2. 流动相应经过0.45um或更小孔径的滤器过滤，如果使用滤膜，注意有机膜与水膜的区别(聚四氟乙烯能适用于所有溶剂)
3. 根据情况更换Purge阀内的在线过滤头（Purge阀打开，纯水5ml/min，压力超过10bar时需更换）
4. 注意清洗在线脱气机及比例阀，尤其是长期使用水相或缓冲盐的通路，使用纯水冲洗后，再使用甲醇冲洗，可以打开Purge阀，使用5ml/min的流速。污染比较严重时，可以使用IPA清洗。

一般的流程，例如

A: Buffer B: MeOH C: Water D: CH₃CN

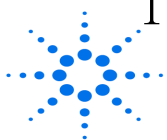
分析：A:B:D=20:30:50

清洗：C 100% 30min, B 100% 30min



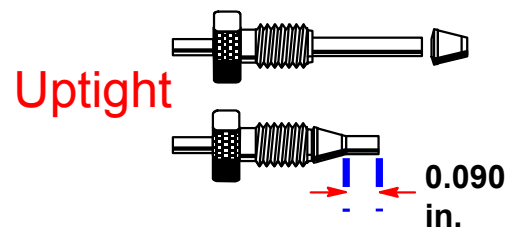
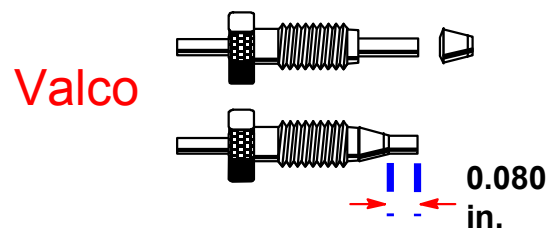
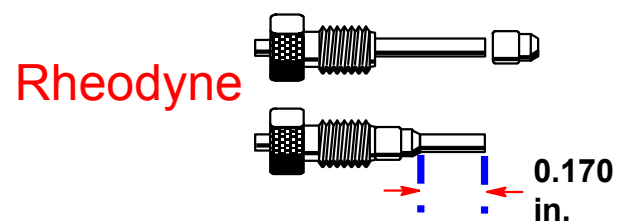
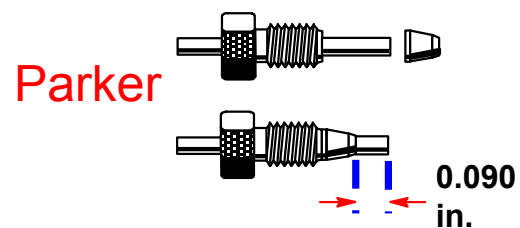
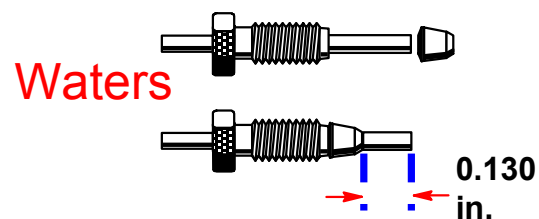
Agilent 1100 HPLC日常维护—总结

5. 安装有seal wash组件的，无论是否使用缓冲盐，开泵之前都应该使之充满流动的液体（10%IPA水溶液）并调流速为20滴/分钟。
6. 正相色谱、反相色谱切换时应使用IPA过渡，长期使用正相，应更换正相柱塞密封垫
7. 样品进样之前最好过滤，如果样品量太少，可以适当抬高进样针的位置
8. 流动相pH大于9.5或小于2.3时，进样阀应更换Tefzel™转子密封圈
9. 注意不同检测器流通池耐压问题，尽量避免使用pH>9.5的流动相，以防腐蚀流通池石英窗，避免使用可能析晶的流动相，防止流通池堵塞
10. VWD 40bar DAD 120bar MWD 120bar FLD 20bar RID 5bar
RID、FLD永远是最后一个检测器
11. 注意不同厂家接头问题，防止渗漏或毁坏色谱柱和接头



Agilent 1100 HPLC日常维护—总结

HPLC常用的色谱柱接头



Troubleshooting LC Fittings, Part II.

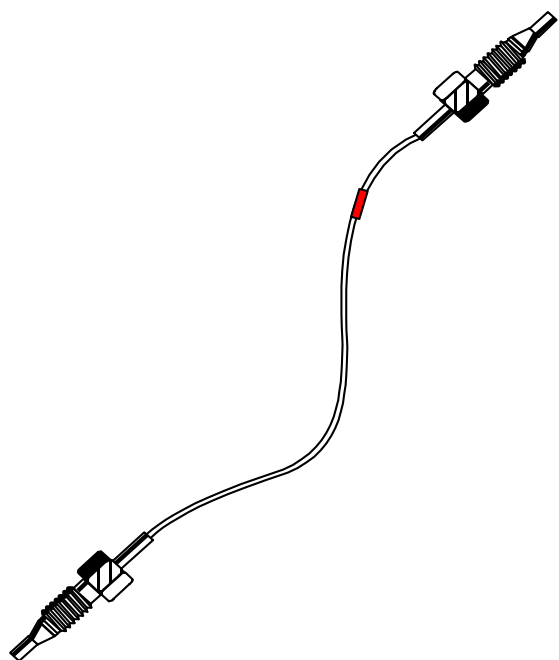
J. W. Dolan and P. Upchurch.

LC/GC Magazine 6:788 (1988)



Agilent 1100 HPLC日常维护—总结

毛细管的区分



Color

i.d.

Red

0.12 mm

Green

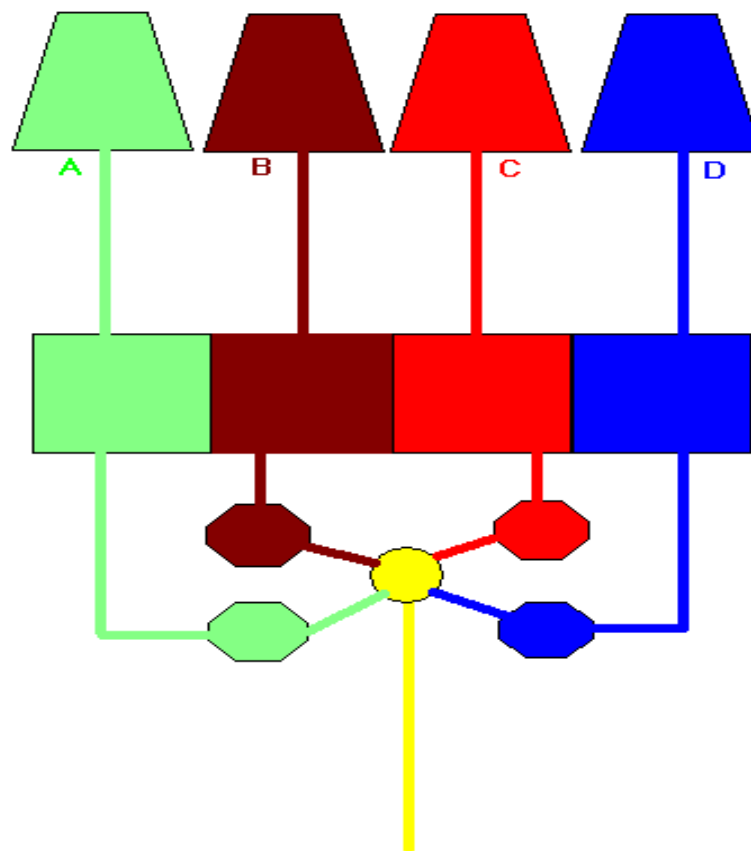
0.17 mm

Blue

0.25 mm



Agilent 1100 HPLC日常维护—总结



Agilent 1100 HPLC日常维护—总结

EMF—早期维护预警

维护信息预报(EMF)

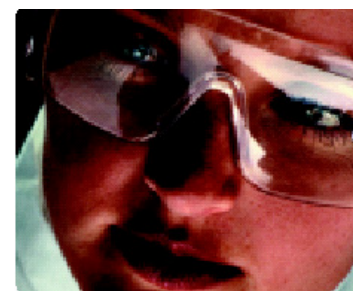
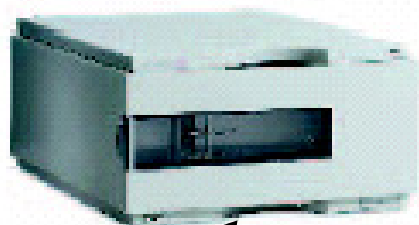
在维修时要更换磨损和受力的元件。在理想的情况下，零部件更换频率由仪器的使用强度和分析条件所决定，而不决定于预先设定的时间间隔。维护信息预报（EMF）的特点是可以监控仪器中特殊元件的使用，并且在超过预先设定的时间后立即把信息反馈给用户，在用户界面上可以看到提示的信息，提醒用户按计划进行维修。



Agilent 1100 HPLC故障诊断—总结

1100 指示灯的意义

电源指示灯：位于每个模块的左下方。把电源打开后，该灯会亮绿色。如果把电源打开后，此灯不亮，请检查是否有电源输入。在确认有电源的情况下，请与安捷伦联系。



Agilent 1100 HPLC故障诊断—总结

1100 指示灯的意义

状态指示灯：位于各自模块的右上方。

呈黄色：该仪器在未准备好状态(Not-ready)或正在自检。

呈绿色：该仪器正在运行，采集数据(Run)。

无颜色：该仪器已准备好等待运行(Pre-run)。

呈红色：该仪器检测到有故障发生，仪器在错误状态(Error)。



Agilent 1100 HPLC故障诊断—总结

1100 指示灯的意义

通常仪器在开机后状态指示灯显示：

脱气机：无颜色。脱气机在开机后应很快就能达到准备好的状态，且在正常情况下，该灯常灭。显示内部真空足够且密封性好。

泵：**黄色**，等待开泵。

进样器：自检正常后应无颜色，等待进样命令。

柱温箱：**黄色**，等待开启控温命令。

VWD/DAD：**黄色**，等待开灯命令。

FLD：无颜色，因为荧光检测器在不亮灯的情况下可做化学发光检测，记住要做荧光检测一定要开灯。

RID：**黄色**，等待purge 参比池命令，RID一定要冲洗样品池和参比池直至两者光强度一致后才能准备好。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

1100 指示灯的意义

当仪器出现错误并亮红灯时怎样检查提示信息。

一. 首先检查脱气机是否也亮红灯。

若是，请按正常程序关机然后检查脱气机后面是否有一遥控线(与标有remote的接口连接)。

若有，将之卸下然后单独再开脱气机，观察约8分钟后是否再现红色，如果是则脱气机有问题。否则脱气机应无问题。

二. 若脱气机不亮红灯只有其它模块显红灯。

1. 在工作站中分别左键单击各个红色的图标然后选择**Not ready information**如果图标上无此选项，请单击菜单**View**然后再单击其下的**Full menu**。

2. 根据第一点做法直至找出错误信息**不是**提示**shutdown**的模块及其信息，根据此信息就可以查看可能导致此错误原因。若不明白此提示信息，请将其记录下来并与安捷伦联系。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

常见的错误信息及其解决方法:

Shutdown: 表示该模块并无问题，是由于其它模块出现错误而导致它也亮红色。比如其它模块漏液或脱气机出错等。

Leak: 表示该模块发生漏液，此时无需关机，请检查该模块的漏液传感器周围是否有液体。**如果是**，先用纸将之吸干后点击**system on**再检查液体从何而来。**如果不是**，请与安捷伦联系，这种情况很可能是仪器内部元件有问题。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

漏液的主要原因:

1. 色谱柱未拧紧，多数发生再更换柱后。这时柱温箱会显示**Leak**。注意，柱温箱的漏液传感器在两加热块之间的中间位置。请用吸水纸确认，因为有时单用眼观察不易察觉。
2. 连接管路两端未拧紧，或连接管路断裂。
3. 进样阀漏液，如自动进样器转子垫圈磨损造成漏液。
4. 泵漏液，开泵后将手伸入泵底部，可感到漏液。
5. 冷凝水的形成，如果使用柱温箱的降温功能，可能会有冷凝水生成从而使柱温箱显示漏液。这种情况下可取消柱温箱的检漏功能(在工作站中的 **instrument** 菜单下选择 **more column thermostat** 然后选择取消柱温箱的检漏功能)。
6. 流动池漏液。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

Lamp current 和UV lamp ignited failed.

可能原因:

1. 灯已严重老化。请在工作站中的**diagnosis**界面中查看灯的使用累积时间 (**view**→**diagnosis**→**EMF**→选择检测器)。通常普通氙灯能用**1000**小时或以上，而长寿命氙灯能用**2000**小时或以上。
2. 灯连线未接好。
3. 检测器的主板和或电源损坏。

注意，更换灯后建议将灯的使用时间回零：在**diagnosis**中单击检测器图标，然后选择**show module details**再单击右边的带有扳手的图标选择**maintenance logbook entry**，在项目中选择**lamp replace**，点**ok**然后在随后的提示中回答**yes**即可。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

系统压力过高。

- 1 首先拧开排液阀，以纯水作流动相并设流速为5ml/min若压力超过10bar，应先更换排液阀的虑芯。
- 2 若排液阀的虑芯没有堵塞，卸下色谱柱，然后用一两通代替色谱柱，以水作流动相设流速为1ml/min。通常压力不会超过20bar,否则系统可能有堵塞。
- 3 若上述的压力超过20bar,我们可按照从后到前的原则，也就是说先卸下进流动池的连接管接头，开泵后，若压力正常则流动池堵塞若仍不正常可将这段管另一端也卸下，开泵后再观察压力情况。同样道理，我们就可以找到堵塞的地方。

容易堵塞的地方：流动池入口管；自动进样器的针及针座；柱温箱



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

系统压力过低，不稳定或没液流。

- 1 首先拧开排液阀，设流速1~2ml/min后开泵，观察有无液流，若有再仔细观察液流是否有倒吸现象如不能确定可用量筒测量流速的准确性。
- 2 如上述无液流，或流速不准多数为主动阀阀芯或主动阀故障，或泵有严重漏液。
- 3 怎样是大致判断主动阀抑或其阀芯故障？可用以下方法：当泵运转时用手指轻捏主动主体，正常的主动阀能感到有节奏的脉动，如果没有，主动阀有问题。如果有则可以将主动阀阀芯取出进行超声波清洗，如仍有问题，可更换阀芯。**注意，千万不要把整个主动阀放入超声波清洗这样会损坏主动阀。**
- 4 若上述流速准确但拧紧排液阀后压力不稳定，请仔细检查有无漏液。**(通常漏液地方：各接口包括色谱柱，泵，进样阀等)**



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

保留时间不稳定。

1. 首先观察保留时间是否有规律的变化，并同时观察压力是否稳定
若压力稳定而保留时间呈有规律变化，多数是色谱柱未平衡好，特别是含有的流动相，需较长的时间去平衡。
2. 若压力稳定而保留时间无规律变化，请检查溶剂过滤头及真空腔是否有堵塞。
再平衡色谱柱足够时间，如仍然不佳，可更换一色谱柱。
3. 若压力不稳定，请检查造成压力不稳定的因素，如：漏液，排液时间不足够，
盐浓度过高导致盐析，主动阀比例阀内漏，等。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

峰面积重现性不好。

1. 首先观察压力是否稳定，以及观察峰面积变化是否有规律。
若压力不稳定，请检查造成压力不稳定的因素，如：漏液，排液时间不足够，盐浓度过高导致盐析，主动阀比例阀内漏，等。
2. 若压力稳定但峰面积呈无规律变化，请检查样品是否足够，确认样品的稳定性，必要时重新配制。检查进样阀是否漏液。等。
3. 若压力稳定且峰面积呈规律变化，多数为色谱柱未平衡好。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

基线不稳定。

基线漂移： 色谱柱未平衡好，柱温未稳定，流动相变化，等。

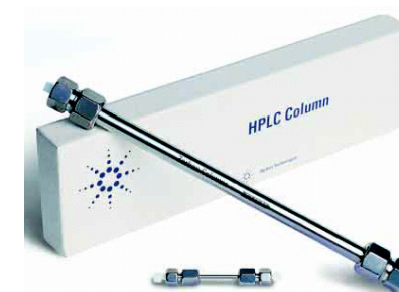
基线噪音：

可能原因是：流动池有气泡，流动池被污染，对紫外检测器可将流动池移走即可确认。

色谱柱和或系统受污染。

灯能量不足。

外界因素影响，如电源，温度和湿度，震动，等。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

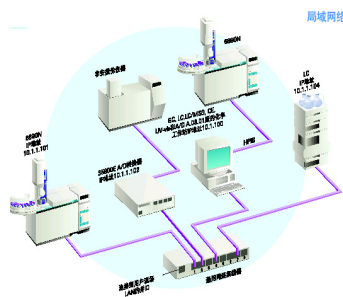
工作站无法与仪器通讯。

安捷伦液相色谱与计算机有两种通讯方式：

1. LAN 连接方式：液相与计算机用网线连接，两者直接连接时用交叉网线。若通过集线器或交换机的话则使用平行网线。
2. GPIB

由于不同的连接方式处理方法有较大区别，所以先检查您的仪器是何种方式连接。

首先检查线缆是否连接好，必要时可重新连接一遍。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

1 对于用网线(LAN)方式连接:

在仪器与计算机都打开的情况下，先分别查看仪器和计算机的IP地址：

计算机IP地址查看方法：右键点击桌面上的网络邻居图标然后选最后一项，即属性(properties)。在继而出现的画面中右键点击本地连接(local area connection),选择属性(properties),然后在弹出的窗口中双击Internet Protocol(TCP/IP),这样就能够知道计算机的IP地址。例如：10.10.10.1

请注意在这过程中若本地连接(local area connection)图标显灰色你应先右键点击该图标然后选enable 才能继续后面的步骤。

另外在双击Internet Protocol(TCP/IP)后，请检查是否使用了DHCP，如果是，请禁用之，工作站只支持固定IP地址。



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

仪器的IP地址查看方法:

在工作站关闭的情况下按如下方法可得知其IP地址: 点击
start→programs→chemstation→configuration editor.

在弹出的窗口可看到该地址。

在得到仪器和计算机的IP地址且它们电源打开的情况下, 点击桌面中的start→run→在空白处键入“command”即可进入DOS画面。

在提示符后输入ping 10.10.10.1(如10.10.10.1为计算机的地址, 且ping 与之需有一空格),当输入后, 会得到响应信息, 如能相通则会显示: reply from;如不能相通则会显示其它的信息。

同样操作检查仪器的IP是否正常。



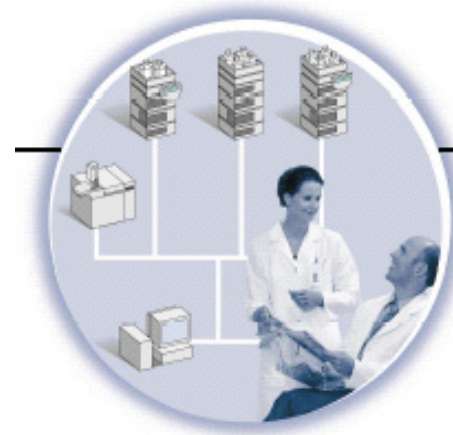
Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

2 对于使用GPIB的连接方式

首先检查仪器的地址设定：在工作站关闭的情况下按如下方法可得知其地址：点击start→programs→chemstation→configuration editor. 在弹出的窗口可看到该地址。

然后检查GPIB电缆与何模块相连。液相各模块的缺省GPIB地址为

1050 Variable Wavelength Detector	10
1050 Isocratic & Quaternary Pumps	16
1050 Multiple Wavelength Detector	17
1050 Diode Array Detector	17
1050 Autosampler	18
1040 Diode Array Detector	15
1046 Fluorescence Detector	12
1049 Electrochemical Detector	11



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

G1310 Isocratic Pump	22
G1311 Quaternary Pump	22
G1312 Binary Pump	22
G1313 Auto sampler	28
G1314 Variable Wavelength Detector	24
G1315 Diode Array Detector	26
G1316 Column Compartment	27
G1321 Fluorescence detector	23
G1362 Refractive index detector	29
39500 Dual Channel Interface	13



Agilent 1100 HPLC故障诊断一总结

造成通讯失败的原因有很多，通常：

1. 开机次序不正确；
2. GPIB和IP地址设置错误或互不相符；
3. 对于LAN连接，Local Area Connection 被禁用；
4. 对GPIB连接，接口板(GPIB Interface Card) 驱动程序未安装或配置错误，对于LAN连接，Bootp server 未安装或未配置。这种情形多见于重装系统后。

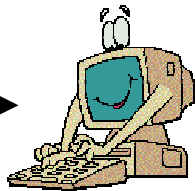
如果经检查上述步骤后仍有问题请与安捷伦用户服务中心联系，800—8203278，会有更加详细的方法。



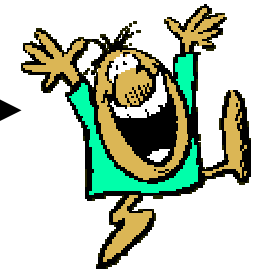
Agilent 技术支持服务流程



- 免费电话: 8008203278
- 免费数字传真: 8008201182



OK



满意

- 保修(48小时)
- 维修合同(48小时)
- 收费

- 判断故障
- 解决85%的问题

指定工程师现场解决

无法解决, 升级处理

跟踪解决时间



1100 HPLC 日常维护 & 故障诊断



谢谢

安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部

