

U-3000 液相色谱使用手册之二 Chromeleon 7.10 中文版

U-3000 液相色谱基本操作

2012

.TMO戴安产品培训中心.

★服务热线: 800-810-5118, 400-650-5118

★客服邮箱: Support.CMD.China@thermofisher.com

★市场培训: 010-64436740(电话) 010-64434148 (传真)

www.thermoscientific.com/dionex

training.CMD.China@thermofisher.com(邮箱)



目 录

一. 序列样品进样	3
1、基线的采集和停止	3
2、实时显示图尺寸的调整	4
3、实时显示图采集信号的设定	5
4、实时显示图上叠加标准品图	5
5、大屏幕监测	6
6、审计跟踪	6
二. 开始序列进样	7
1、开始序列进样	7
1).手动进样阀进样	8
2). 自动进样器进样	8
2、编辑待测样品序列表的队列	8
1).进入界面	9
2). 队列中加入待测的序列	9
3). 删除以前未做完的序列	10
4). 上移样品序列	10
5). 下移样品序列	10
6). 就绪检查	10
8). 监测样品序列分析进程	13
9). 观察某一样品的分析结果	14
10). 样品序列的更改	15
a.序列需要插入一个样品	15
b.序列的最后需要增加样品	15
c.序列需要删除某个样品	16
d.修改序列中各样品行的信息	17
3.执行序列应用:序列的暂停与终止	17
a.立即停止	17
b.在当前进样之后	17
c.在当前序列之后	18
4.样品做完后流路的冲洗	18
5.关软件	18
6.关仪器各部份电源	18



一. 序列样品进样

1、基线的采集和停止

测试样品前必须先平衡仪器,走稳基线。

点击 U-3000 仪器控制面板 (Chromatogram Console) 工具栏的"监视基线"



弹出"选择监视通道"窗口,选择在某一 UV 前"√"设定在所需的波长监测

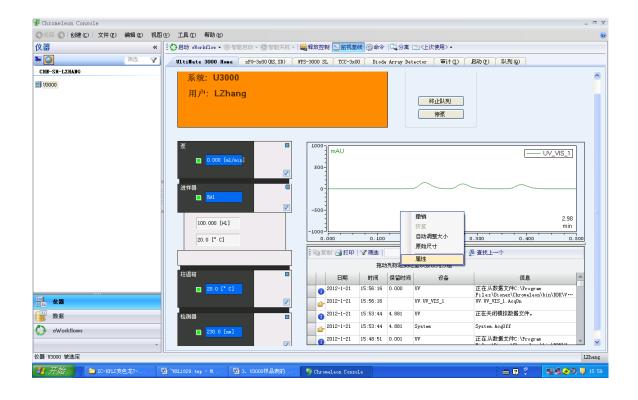
基线, 当基线平稳后, 再次点击工具栏的"监视基线"立即停止采集。

注意: 在进行序列样品分析前, 必须要先停止监视基线。



2、实时显示图尺寸的调整

在实时分析样品时如果需要仔细观察分离状况,可在色谱图区域点击鼠标右键 弹出下拉菜单,选择自动调整大小,会以最大峰显示合适的纵坐标;再选择撤销即可恢复原始尺寸。





3、实时显示图采集信号的设定



上图下拉菜单中点击"属性"弹出谱图属性框,在下图"谱图属性"框中,点击外观下的 Signals 右方,在弹出信号框中可以设定采集几个通道的色谱信号以及泵压和温度等。

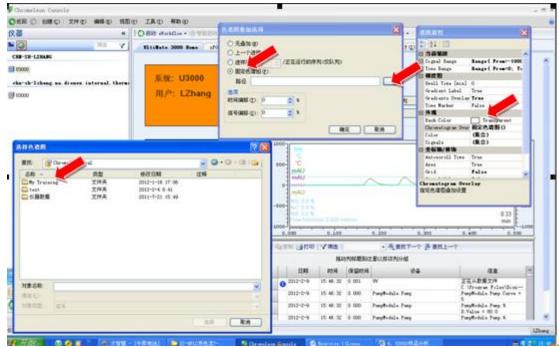


4、实时显示图上叠加标准品图

实时观察未知物出峰谱图时,可以把已测定的标准品图作为分析样品时的参照谱图。点击谱图属性框中"外观"下Chromatogram Overlay 色谱叠加,弹出"色谱图叠加选项"框,,可以选中"固定色谱图"再点击其右边浏览区,弹出"选择色谱图"框,从中选择所要的标准品作参照。



(注意: 这仅是实时显示色谱图的设定,至于分析结果报告的色谱图优化在数据处理章的报告格式中有介绍)



5、大屏幕监测



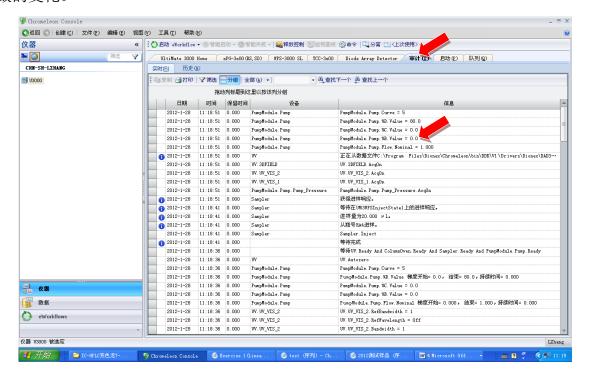
如果要大屏幕监测,可点击 U3000 仪器控制区(Chromatogram Console)中"启动"面板,如下图所示中间是仪器状态,右边是大屏幕实时显示谱图区。

6、审计跟踪

点击"审计"面板,图中的审计跟踪报告显示了分析整个序列样品过程中系统参



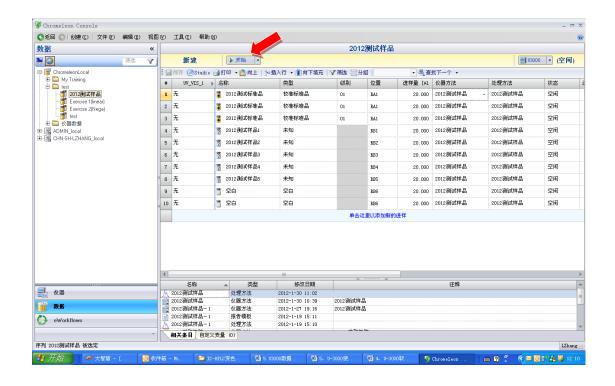
数的变化。



二. 开始序列进样

1、开始序列进样

如果新建一个序列并且仅需要分析这个序列的样品,那么在下图仪器状态栏"新建"右边点击"开始",就可以开始进样分析。

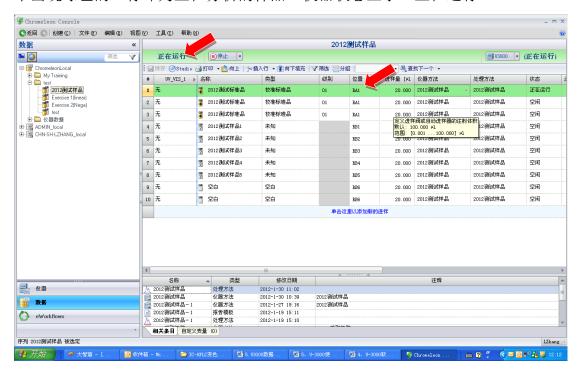




1). 手动进样阀进样

在上图中,单击"开始",可以开始准备进样。将手动进样阀上的扳手反时针扳到头之后,将需要进样的标准样品用医用平头注射器注入定量环(注意:注射器里不应有气泡,注射的体积为定量环的4倍或4倍以上(多余的样品会从废液口溢出),以保证进样量的准确性。)

注入完成后,将手动进样阀上的扳手快速顺时针扳到头,软件将会识别到开始进样,并开始采集数据。在下图"2012测试样品"界面的下方"样品序列"中出现绿色的一行即为正在分析的样品。仪器状态显示"正在运行"



当第一个标样进完后,将会等待第二个样品进样,当第二个样品进样后,样品表中第二行会变绿,以下进样同上,直至序列表上设置的样品按顺序分析完为止。

2). 自动进样器进样

单击"开始",仪器将会自动根据软件中设定的先后顺序开始进样,一个样品分析结束后进行下一个样品分析,直到整个序列所有样品都分析完成。若自动进样器中相应的位置上并没有放置样品瓶,仪器将会自动设别到,并跳过该样品进下一个样品。

2、编辑待测样品序列表的队列

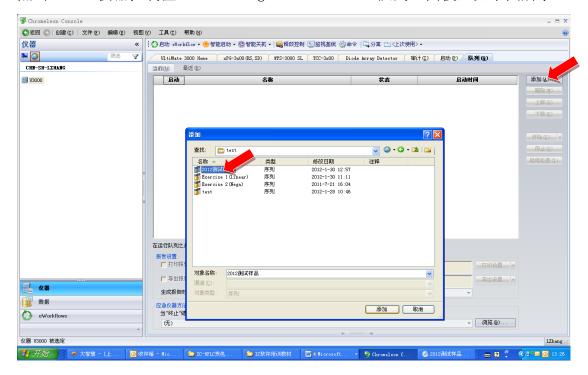
如果有多种样品要分析,设定了多个样品序列表,那么必须把它加入进样队列,



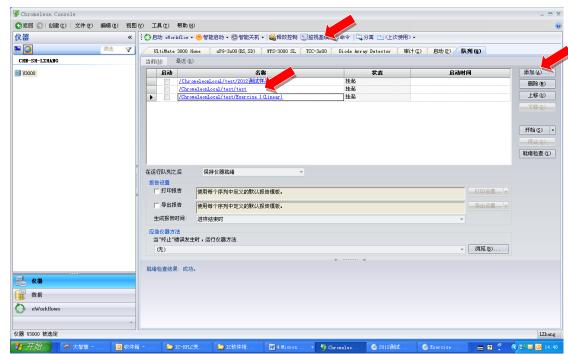
仪器经检查就绪后方可开始按序列顺序进样分析。

1).进入界面

点击 U3000 仪器控制区 (Chromatogram Console)"队列"面板,如下图所示。



2). 队列中加入待测的序列



点击上图右方的"添加",从弹出"添加"小框中选择需要进样的序列加入队列表中,如有多个序列样品要分析,以相同的方法一一添加进队列表,如下图所示:

3). 删除以前未做完的序列

如果队列中有不需要做的样品序列(如果有,一般为上次未做完的序列),则 选中后,点右边的"删除"键,将其移走。

4). 上移样品序列

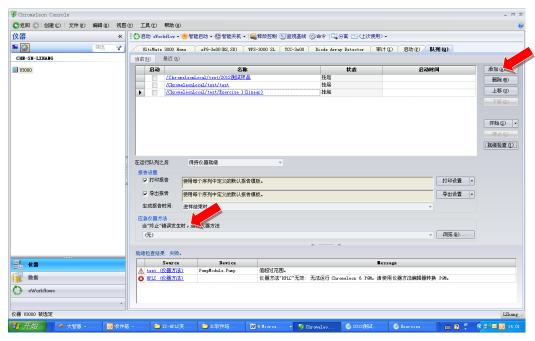
如果队列中有样品序列要提前分析,则选中该序列点右边的"上移",待正在 分析的样品序列完成后,即可分析该序列。

5). 下移样品序列

如果队列中有样品序列要放后面分析,则选中该序列点右边的"下移"即可。

6). 就绪检查

点击右下方的"就绪检查"检查设置好的仪器方法、处理方法、序列文件有没有错误或仪器有没有准备好。



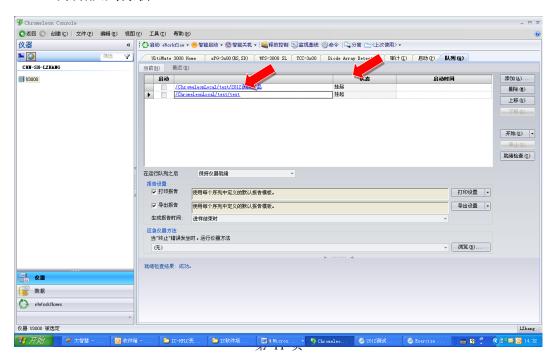
上图中在面板的最下方显示"就绪检查结果"失败

框中详细描述了就绪检查结果失败的原因:

第一行空三角图案中带有!是警告,告知 test 仪器方法泵的压力值超过范围,根据提示作修改,可以打开仪器方法中泵设定页,把压力上限设高点即可。

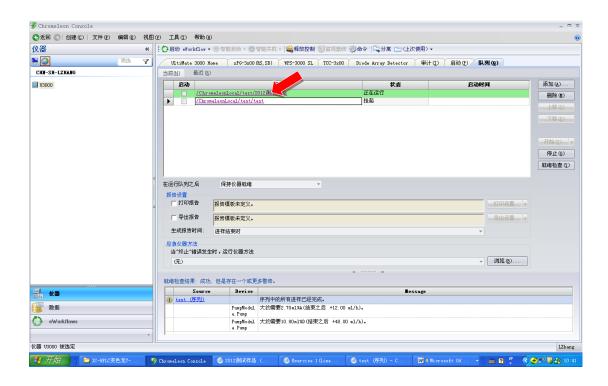
第二行红点中有 x 图标,则说明有错误,告知仪器方法"HPLC"无效,无法运行 Chromeleon 6 PGM,(备注:因为这个样品序列是变色龙 6.8 软件中编的,所设程序不适合新的 7.1 版本),因为现在是 DEMO 演示可以选中该序列后点击"删除"。此时"就绪检查结果"显示成功,完成检查。

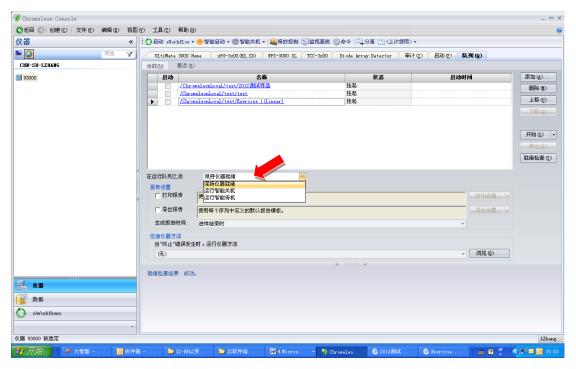
7). 开始队列分析





仪器经检查就绪后方可开始按队列进样分析,点击上图中右方"开始",仪器会根据队列安排先后程序进样分析。下图中第一行变绿色,表示正在开始第一个序列样品分析,当第一个序列样品测试完成,仪器会接着开始第二个序列样品分析。





在运行队列之后

在上图操作面板中间有"在运行队列之后",点击其右边"箭头按钮"下拉框中



显示当整个队列完成后仪器状态有三种可选择: a. 保持仪器就绪: 以进样前的色谱条件走平衡; b. 运行智能关机: 以事先设定好的智能关机的仪器方法运行; c. 运行智能待机: 以事先设定好的智能待机的仪器方法运行。

报告设置:

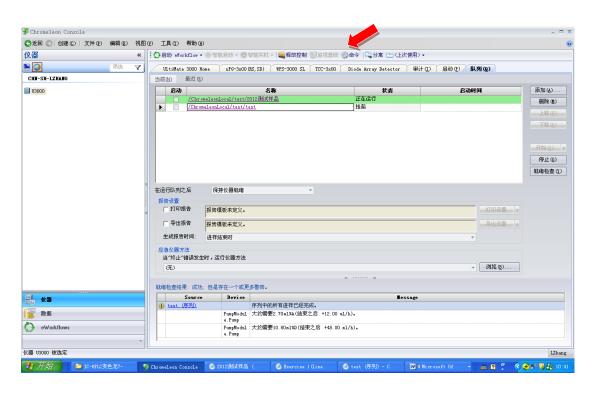
打印报告: 使用每个序列中定义的默认报告模板

导出报告: 使用每个序列中定义的默认报告模板

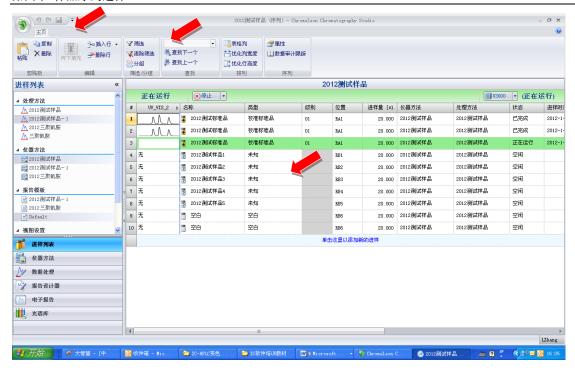
报告设置采用默认值, 当一个样品分析完成后不立即打印, 在其前面不要"√"

8). 监测样品序列分析进程

双击下图中绿色的样品序列行,从目前的 U3000 仪器控制区(Chromeleon Console) 切换到色谱数据处理区 Chromeleon Studio 的"进样列表"界面。

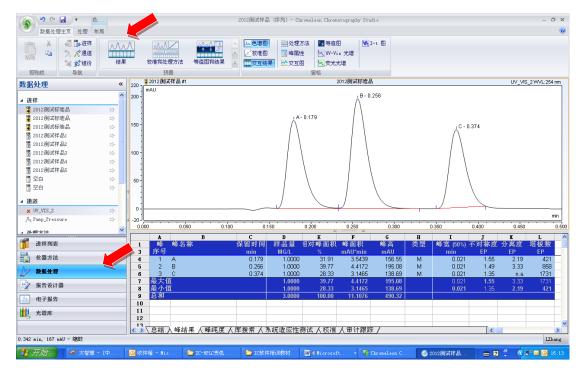


进入色谱数据处理区 Chromeleon Studio 进样列表界面,左边显示进样分析所选用的"仪器方法"、"处理方法"及报告模板。中间"2012测试样品"序列下仪器状态显示"正在运行",表中第三行显示绿色,表示目前正在分析当前序列中的第三个样品,而已完成的两个样品行左边有小的色谱图显示。



9). 观察某一样品的分析结果

双击上图中已完成的某个样品,如 2012 测试样品序列中第一个标准样品,立即 切换到色谱数据处理区的"数据处理"界面,点击功能区中"结果",可以看到 完整的色谱图和结果,从色谱峰图可以观察分离情况,如果发现没有达到基线分离,可以修改和优化色谱条件即先前已设定并正在采用的"仪器方法"。



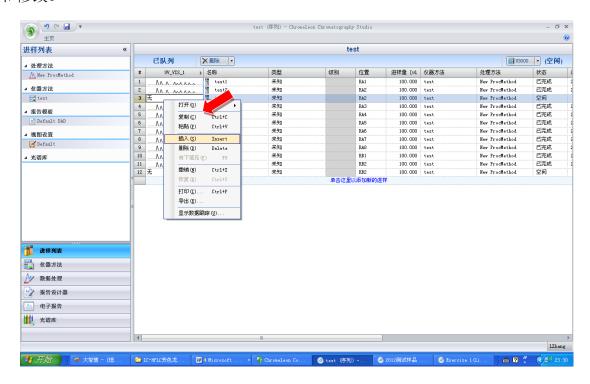


10). 样品序列的更改

样品序列建立完成后,可以对序列表中的样品名称等作更改或进行样品个数的增加与减少。修改和设定完成后,点击左上方工具栏中的"保存"按钮,则经修改后的样品序列表被保存,样品序列表修改成功。

a. 序列需要插入一个样品

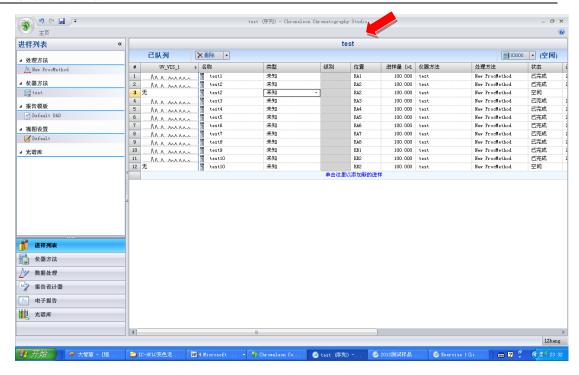
如果需要插入一个样品,则在需要插入的行上点鼠标右键,按"插入",即可插入一个样品,同时可对该样品的名称、类型、进样量、样品重量等信息进行设定和修改。



b. 序列的最后需要增加样品

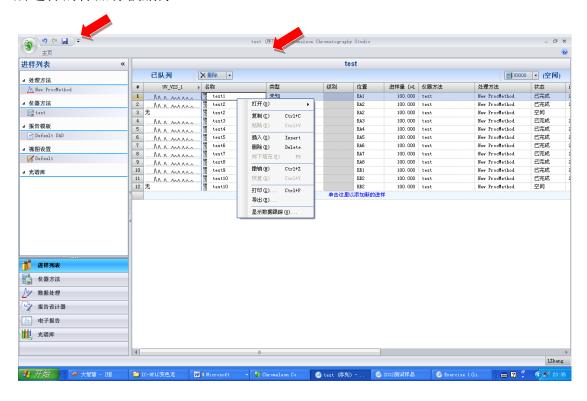
如果需要在最后增加几个样品,选中最后一行,单击"单击这里以添加新的进样",立即增加一个待测样品行,以此类推。同时可对新添样品的名称;类型;进样量;样品重量等信息进行设定和修改。





c. 序列需要删除某个样品

如果要删除不准备测定的样品,则选中需要删除的该行,点鼠标右键,按"删除"键,所选择的样品行被删除。





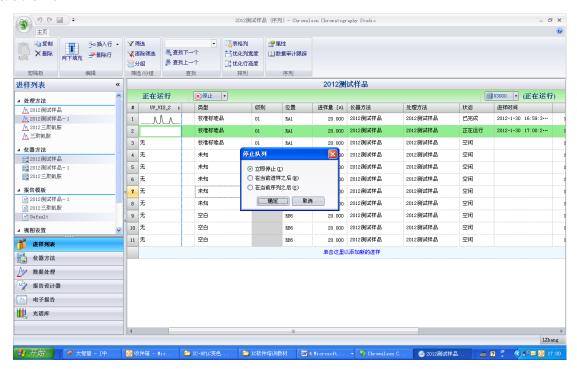
d.修改序列中各样品行的信息

若需要重新更改标样和待测样品的名字、修改样品类型、自动进样器的样品 瓶位置、进样体积、选择所用仪器文件、选择所用方法文件、 状态、修改样品 重量、 稀释因子、 内标量等均可在相应的位置进行设定和修改。

(注意:以上4步骤都修改和设定完成后,必须点击左上方工具栏中的"保存"按钮,经修改后的样品序列表被保存,样品序列表修改成功。

3. 执行序列应用: 序列的暂停与终止

分析过程中,如果要暂停或终止分析,可以点击进样列表中仪器状态栏中"停止"。弹出"停止队列"小框,有三种选择:立即停止;在当前进样之后;在当前序列之后。



a. 立即停止

选择立即停止,表示立即停止正在分析的样品。如下图中第五个样品状态列中显示"中断"。

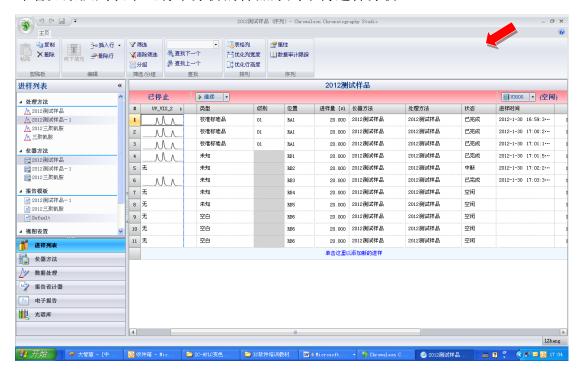
b. 在当前进样之后

选择"在当前进样之后",表示分析完正在采集的那个样之后停止。下图正在分析的第6个样品将会采集完数据分析完成后再停止系列中以后的各个样品分析。状态列显示"完成"。



c. 在当前序列之后

选择在当前序列之后,表示分析完正在进样的那个样品序列后停止。则意味着如果队列表中还有未分析的样品序列不再进样分析。



4. 样品做完后流路的冲洗

做完所有的样品后,需要冲洗流路(包括色谱柱)。

- a) 先关闭检测器的紫外灯(如果连续使用,建议不要关灯,因为开关一次可能有 20 小时的灯寿命损失)。
- b) 如果流动相中没有电解质(即缓冲盐或酸等),可以直接用甲醇或乙腈冲洗流路约20-40分钟。
 - c) 如果流动相中有电解质,需要执行清洗程序自动关机。

5. 关软件

关软件。

6. 关仪器各部份电源

关仪器各部份电源。