

标准操作规程

一. 目的

规范RIGOL L-3000系列高效液相色谱仪的使用和维护。

二. 范围

本规程适用于RIGOL L-3000系列高效液相色谱系统及工作站的使用和维护。

三. 职责

仪器分析员对本规程的实施负责。

四. 操作环境

电压：220V $\pm$ 10% 频率：50~60HZ 温度：20~30℃； 相对湿度<80%；
远离高电磁干扰、高振动设备，有良好的通风设施，避免仪器处于强对流空气环境下。

五. 程序

1. 准备

- 配制所需的流动相(HPLC级)，用对应的0.45 μ m微孔滤膜过滤，超声脱气20min；
- 准备系统清洗液。如果系统配有自动进样器，配制相应的清洗液加入自动进样器的清洗瓶中；
- 配制样品和标准溶液，用对应的0.45 μ m针式过滤器过滤；
- 根据相应的检测方法更换合适的色谱柱(注意方向)和定量环；
- 检查仪器各部件的电源线、数据线和输液管道是否正确连接，废液管和废液瓶是否接好；
- 如果系统配备的是L-3220二元高压梯度泵，使用A泵输送水相，B泵输送有机相。如果系统配备的是L-3240四元低压梯度泵，使用A通道输送水相，B通道输送有机相，C通道与D通道用户可自定义。

2. 开机

依次开启L-3000各模块电源，打印机、电脑显示器与主机电源。开通电源后仪器将进行自检，待自检结束后，运行RIGOL色谱工作站软件。

3. 更换流动相，排气泡

- 将对应的滤杯放入装有少量新流动相的烧杯中；
- 逆时针转动泵的排液阀旋钮90° ~ 180° 以打开排液阀；
- 用针筒连接放空阀排液管，抽尽泵头内的空气，直至管线内无可见‘气柱’；
- 打开设备监视器界面，点击“清洗”，将流速设置为5mL/min，冲洗2分钟；
- 如果系统配备的是梯度泵，按上述步骤依次更换各路的流动相；
- 排完空气后，将排液阀顺时针旋转拧紧，关闭排液阀。

注意：打开排液阀前，一定要停泵，并确保系统压力降到常压后再旋开旋钮。如果在系统存在背压的情况下旋开排液阀，可能会损坏排液阀密封圈。

注意：如果排液阀旋钮旋转角度超过 180°，排出的流动相可能含有气泡，这是正常现象。

标准操作规程

4. 开启在线清洗

- 若选配了L-3100溶剂组织器，打开“在线清洗”，设置清洗速度为中速，用10%异丙醇水溶液清洗泵头。

注意：如果使用含缓冲盐的流动相，必须使用密封圈冲洗。若未配备L-3100溶剂组织器，请使用虹吸方式进行冲洗，速度调整为20滴/min 左右。
建议日常使用时也进行密封圈清洗，使泵头冲洗腔处于湿润状态，可有效延长密封圈使用寿命。

5. 方法设置

- 通过RIGOL色谱工作站选择所需的使用方法。如需新建方法，请按照《RIGOL色谱工作站用户手册》的指导，依次设置仪器各组件、积分和校正等参数，然后保存并发送方法；
- 如配有自动进样器，请在工作站中设置样品的“序列”方法；
- 点击“发送方法”，系统将自动开始平衡。

注意：设置合适的压力保护范围。等度洗脱时上限、下限分别设置为正常压力的1.5倍和0.5倍；梯度洗脱时上限设置为梯度压力最大值的1.5倍、下限设置为梯度压力最小值的0.5倍。

6. 平衡系统

- 检查管路连接、柱接头及系统各处是否漏液，如漏液可按各组件相应的手册指导予以排除；
- 观察压力变化，压力波动应在平均值的5~10%以内。如超出此范围，可初步判断柱前管路仍有气泡，请重复排气泡操作；
- 观察数据采集界面中的基线变化，如果漂移 $<10-4\text{Au}/\text{min}$ ，噪声 $<10-4\text{Au}$ 数量级，且压力平稳时，可认为系统已达到平衡状态，可以进样；

注意：检查基线稳定性前，确保至少5-10倍柱体积的流动相通过系统。

7. 进样

① 手动进样

- 使用流动相清洗进样针3次，再用样品溶液润洗 1 次；
- 抽取所需体积的样品，排除进样针中的气泡；
- 将进样阀手柄转至Load位置，将进样针完全插入进样阀入口中，平稳地注入样品溶液；
- 将进样阀手柄快速转至Inject位置，仪器将自动运行，采集数据并记录图谱；
- 维持进样状态，直到下次进样前再将进样阀切回至Load位置并拔出进样针；
- 重复以上操作，继续进样测试。

标准操作规程

注意：如果采用满环进样，进样量应至少为定量环体积的3~5倍，以保证最佳的进样重复性。如果采用部分进样，使用进样针定容进样时，进样量应小于定量环体积的50%，并且保证每次进样体积应准确。

注意：进行不同浓度的标样测试时，进样浓度应从低到高。

②自动进样

- 运行色谱工作站的自动进样器清洗功能；
- 点击“序列”界面中的“运行”按钮，仪器开始自动进样。

注意：如使用梯度方法，建议进样前执行1~2次空白梯度。

注意：如果无人值守状态下连续自动进样，务必检查序列设置是否正确，流动相是否足够，以免液路走空造成对密封圈及柱塞杆的磨损。

8.数据处理及报告处理

- 参照RIGOL色谱工作站手册进行标准曲线制作，对结果进行积分及校正等数据处理。
- 设置“报告设置”中的报告选项并打印。

9.清洗系统和关机

①清洗自动进样器

- 如配有自动进样器，运行色谱工作站的自动进样器清洗功能。

②清洗进样阀

- 如使用手动进样，在实验完毕后，使进样阀保持在‘Inject’状态下，用注射器分别将流动相、超纯水-甲醇(80:20)、甲醇注入进样阀进行清洗；清洗完毕将进样阀切回‘Load’状态，用进样阀的堵帽盖好进样口。

③清洗系统及色谱柱

- 反相系统：如果流动相中没有盐，用甲醇冲洗30min；如果流动相中含有盐，使用完毕后先用超纯水-甲醇(80:20)以1mL/min冲洗40min以上，再用甲醇冲洗20min。色谱系统短期保存，如隔夜或隔周末可用流动相（不含缓冲盐保存），以缩短下次实验平衡时间。
- 正相系统：使用合适的正相溶剂冲洗(根据色谱方法而定)。
- 色谱系统无论短期或长期保存，最好都使用相应的流动相保存。

注意：请勿将泵保存在纯乙腈和纯水流动相中。乙腈易使单向阀阀球和阀座粘结，引起泵工作异常，而纯水容易长菌。

提示：如果仅使用泵冲洗色谱柱，可将检测器的氙灯和钨灯关闭，以节约灯的使用寿命。

标准操作规程

③关机

- 清洗完成后，在色谱工作站中点击“停泵”，将流速降到0，然后退出工作站。
- 依次关闭系统所有模块电源，电脑主机和显示器电源。

10. 填写使用记录

- 按照要求填写仪器使用记录。

提示： 离开实验室前，请再次检查实验室。关闭不用的仪器及设备电源，节能减排。流动相瓶及有机溶剂瓶请密闭保存，长时间不用时请密封保存。

11. 仪器的日常维护与保养

- 每半个月超声清洗一次流动相过滤杯，保持滤杯吸液畅通；
- 每三个月检查一次氙灯和钨灯能量，以及密封圈输液量；
- 按照维护计划，定期更换系统耗材；
- 仪器长期不用时，应定期开机运行一次，并使用甲醇冲洗系统；
- 色谱柱长时间不用时，应使用色谱柱说明书所推荐的保存溶剂冲洗干净，从系统下卸下后用专用的色谱柱堵头将两端封死保存

注意： 为确保仪器长期稳定运行，请使用RIGOL原厂耗材及配件。

提示： 建议使用高性能的RIGOL L-3000液相色谱系统前仔细阅读用户手册。

“泵”发激情 “检”出精准

感谢您购买并使用RIGOL液相色谱系统！RIGOL是一家致力于为客户创造价值的公司，如您在日常使用及操作中有任何疑问或问题，欢迎致电RIGOL，我们将竭诚为您服务。

服务电话 **400-620-0002**
800-810-0002



北京普源精电科技有限公司
RIGOL TECHNOLOGIES, INC.

地址：北京市昌平区沙河镇踩河村156号

邮编：102206

电话：010-80706688

E-Mail: service@rigol.com

北京普源精电科技有限公司