

Agilent 1260 GPC-HPLC

一、仪器照片



二、仪器设备概况

1. 主要技术参数:

色谱泵 双泵,

- (1) 流速 0.00-10.00ML/min,流速精度 $\leq 0.1\%$ RSD
- (2) 最大压力: 6000psi
- (3) 流速准确度: $\pm 1.0\%$

柱温箱

- (1) 温度范围: 室温以上 10°C-80°C;
- (2) 温度稳定性: $\pm 0.5^\circ\text{C}$

示差折光检测器

- (1) 噪音: $\pm 2.5 \times 10^{-9}$ RIU
- (2) 内部温度控制: 30-55°C
- (3) 流通池: 池体积不小于 8 μL , 最大耐压 5bar 以上
- (4) RI 范围: 1.00-1.75RIU

紫外可见检测器

- (1) 波长、极性和灯源开关均可时间编程控制
- (2) 可变波长范围: 190-700nm, 波长精确度 $\pm 1\text{nm}$
- (3) 光源: 氙灯
- (4) 分析流通池

手动进样器

(1) 方式：六通阀

(2) 注射器、注射针

在线脱气机；

水相凝胶柱，两根，可测蛋白质、多糖及水溶性聚合物分子量，5000~1000000D。

2. 用途

(1)检测蛋白、多糖和水溶性聚合物的分子量

(2)化合物的含量检测

3. 应用范围

蛋白质、多糖、水溶性聚合物的定性定量检测

4. 面向学科

生物工程、制药工程

5. 联系人

蔡志强

6. 联系电话

62862

三、仪器设备使用说明和操作规程

1. 开机

- 1) 打开计算机，登陆 windows 操作系统。
- 2) 打开主机各模块电源（从上至下），待各模块完成自检后，再双击桌面“仪器 1 联机”图标,进入化学工作站，从“视图”菜单中选择“方法和运行控制”画面。
- 3) 把各流动相放入溶剂瓶中。
- 4) 旋开排气阀（逆时针），右单击“四元泵”图标出现快捷键，点击“方法”选项进入泵编辑画面。将泵流量设到 5ml/min，溶剂 A 设到 100%，打开泵，排出管线中的气体 2—3 分钟，直到管线内由溶剂瓶到泵入口无气泡为止,查看柱前压力（若大于 10bar，则应更换排气阀内过滤白头）。
- 5) 依此切换到 B、C、D 溶剂分别排气。
- 6) 将泵的流量设到 0.5ml/min，多元泵则再设定溶剂配比，如 A=80%，B=20%；关闭排气阀（顺时针）。
- 7) 再将泵的流量设到 0.8ml/min，2 分钟后将泵的流量设到 1ml/min，冲洗色谱柱 20—30 分钟。
- 8) 把缓冲液换成流动相，待柱前压力基本稳定后,打开检测器灯，观察基线情况。

2. 数据采集方法编辑

- 1) 编辑样品信息：由“运行控制”进入“样品信息”，设定操作者姓名，样品数据文件名等。
- 2) 编辑完整方法：从“方法”菜单中选择“编辑完整方法”项.选中项单击“确定”入下一画面“方法注释”，编辑好单击“确定”进入下一画面“选择进样源”，选中 Als 单击“确定”入下一画面“设置方法”进行参数设定。
- 3) 四元泵参数设定：在“流速”处输入流量,如 1ml/min,在“溶剂”处选中 B 输入 80%(A=100-B-C-D)，在右面注释栏中标明各溶剂的名称；设置“停止时间”和“后运行

时间”，在“压力限值”处输入柱子的最大耐高压以保护柱子如：250bar，在“时间表”添加编辑梯度。

- 4) 进样器参数设定：在进样模式中输入进样量 μl 。“标准进针”——只能输入进样体积此方式无洗针功能。“针清洗后进样”——可以输入进样体积和洗瓶位置为 μl ，此方式针从样品瓶抽完样品后会在洗瓶中洗针。
- 5) 进样器进样程序参数设定：选中使用进样程序，在“函数”中添加相应函数即可按程序进样。
- 6) TCC 检测器参数设定：在“温度”左侧下面的方框内输入所需温度,并选中它,右侧选中“与左侧相同”——使柱温箱的温度左右一致。
- 7) VWD 检测器参数设定：在“波长”下方的空白处输入所需的检测波长,如 254nm,在“峰宽(响应时间)”下方点击下拉式三角框,选择合适的响应时间,如 $>0.1\text{min}(2\text{s})$,再设置“停止时间”和“后运行时间”。
- 8) 仪器曲线设置：默认即可。

3. 数据处理

- 1) 从“视图”菜单中单击“数据分析”进入数据分析画面
- 2) 从“文件”菜单选择“调用信号”选中您的数据文件名，单击“确定”。
- 3) 谱图优化,从“图形”菜单中选择“信号选项”从“范围”中选择“自动量程”及合适的显示时间单击“确定”,或选择“自定义量程”调整,反复进行直到图的比例合适为止。
- 4) 积分:从“积分”中选择“自动积分”,积分结果不理想,再从菜单中选“积分事件”，选项选择合适的“斜率灵敏度,峰宽,最小峰面积,最小峰高”。从“积分”菜单中选择“积分”选项则数据被积分.如积分结果不理想则修改相应的积分参数直到满意为止。单击左边图标将积分参数存入方法。
- 5) 校正表设计：点击“校正”菜单中的“校正设置”，给出各个参数：点击“确定”；调出建立校正表所需的谱图并对谱图进行图形优化和积分优化；点击“校正”菜单中的“新建校正表；在“新建校正表”栏里选定“自动设定”点击“确定”；在“校正表”中给出正确的“化合物名”和“含量”；如需增加校正点数，给出第二校正点的“含量”，校正表建立完成后点击“确定”，点击“保存图标”将校正表存入方法中。
- 6) 打印报告:从“报告”菜单中选择“设定报告”选项进入画面:单击“定量结果”框中“定量”右侧的黑三角选中“百分比法”面积百分比其它选项不变单击“确定”。从“报告”菜单中选择“打印”则报告结果将打印到屏幕上如想输出到打印机上则单击“报告”底部的“打印”钮。

4. 关机

- 1) 关机前，用 95%水冲洗柱子和系统 0.5—1 小时，流量 0.5—1ml/min，再用 100%有机溶剂冲 0.5 小时，然后关泵。
- 2) 退出化学工作站，及其它窗口，关闭计算机（用 shutdown 关）。
关掉主机电源开关。

四、仪器测试项目

- 1) 检测蛋白、多糖和水溶性聚合物的分子量

2) 化合物的含量检测

五、仪器设备收费标准

设备仅对院内服务，送样检测，15 元/样品。