

## 第3章

在此，就有关蛋白质加水分解物分析法（标准分析法）举例叙述。关于从启动开始到操作顺序，方法变更一部分分析条件，或者是在常规分析时，可以省略的操作请忽略通过。还有，就有关生物体液分析法和萤光分析法等的应用。请以本方法作为基准进行应用操作（参照第五章的应用分析法）。

操作流程：

### 3.1 节 打开电源前的准备操作

3.1.1 缓冲液 茚三酮试剂的设置

3.1.2 N<sub>2</sub>气压力的调整

3.1.3 脱气管内液的置换

3.1.4 自动进样器清洗液瓶的设置

3.1.5 打开主机电源

3.1.6 茚三酮试剂的 N<sub>2</sub> 气置换

这些操作是在装置启动时，试剂更换时进行

----在装置启动时，试剂更换时进行

### 3.2 节 Windows 2000 启动

### 3.3 节 L-8800 型软件 ASM 启动

模数状态画面初始化

### 3.4 节 分析前的模数操作

3.4.1 缓冲液的清洗（纯化）

3.4.2 安装分析柱

3.4.3 清除反应液

3.4.4 抽注射器气泡

3.4.5 泵压力调整到 0

这些模数操作是在装置

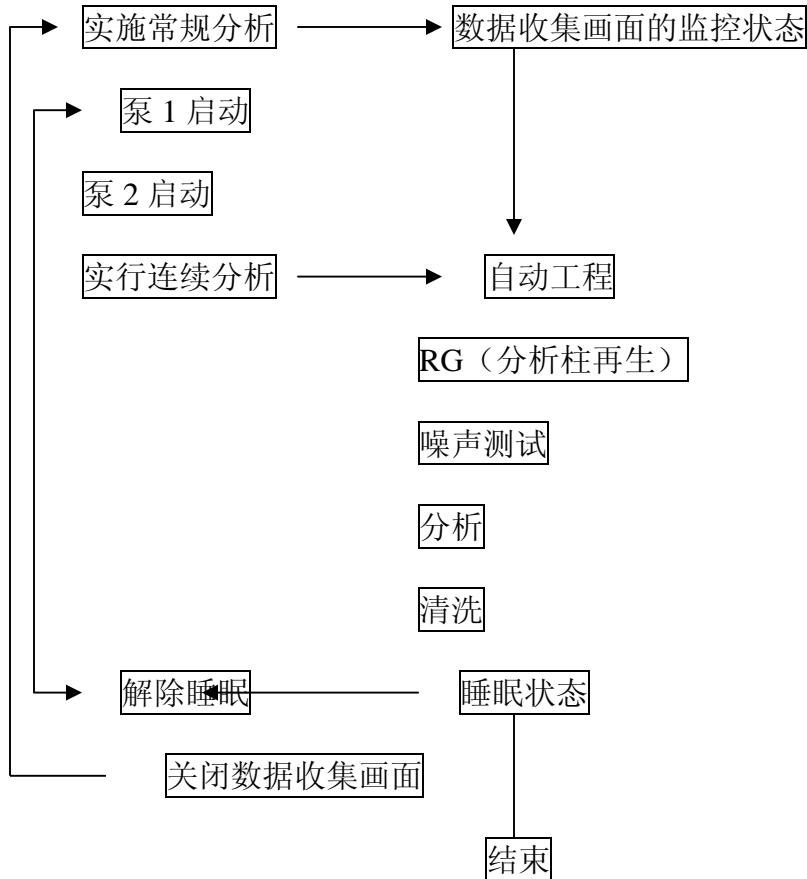
启动时试剂更换时使用

关闭模数操作画面

### 3.5 节 用简单操作分析

#### 3.5.1 应用选择

装置的工作流程



### 3.1 到电源投入的准备操作

顺序	操作说明
3.1.1 缓冲液， 茚三酮 试剂的 设置	<p>1).将标准分析 (PH) 用缓冲液 B1~B5 的容器放在各自的位置, 请将盖子好好拧紧 (请不要将盖子紧过头)。</p> <p>2).在茚三酮试剂瓶上装上 R1 的配管, 请将盖子好好的拧紧。</p> <p>3).在茚三酮用缓冲液瓶上装上 R2 的配管, 请将盖子好好的拧紧。</p> <p>4).在 R3 是注入约 1L 的蒸馏水, 装上 R3 的配管, 请将盖子好好的拧紧。</p> <p>5).请在 R1、R2 的瓶上, 装上保护罩。</p> <p>6).设置可容 10L 的空的废液罐。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <b>警告:</b> <p>(1).请在设置缓冲液容器茚三酮样品容器或者是更换时, 必须将 N<sub>2</sub> 气的压力调至 0kPa (将 N<sub>2</sub> 气切换开关置于 OPEN, 待压力降到 0, 再等 3 分钟) 之后再进行。</p> <p>(2).请不要粗暴的使用 R1、R2 的瓶子, 还有, 为了安全, 请必须安装保护罩。</p> </div>
3.1.2 N <sub>2</sub> 气 压力调整 (参照 8.1 节)	<p>1).打开 N<sub>2</sub> 气瓶的总阀, 将减压阀的压力指示调整至 50~100kPa 即; (0.05-0.1MPa)</p> <p>2).主机正面 N<sub>2</sub> 气调节旋钮 (控制阀) 慢慢的向顺时针方向旋转 将压力计的显示调整至 36~40kPa 的范围</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <b>注意事项:</b> <p>1.向主机供应的 N<sub>2</sub> 气的压力, 请绝对不要上升到 100KPa (0.1MPa)以上</p> <p>2.主机内的压力, 请绝对不要上升到 50Kpa(0.05MPa)以上</p> <p>3.因为压力是慢慢上升的, 请用 1~2 分钟的时间。</p> </div>
3.1.3 缓冲瓶内 液体的置换 (参照 8.1 节)	<p>1).若打开缓冲瓶 B1~B5 的盖子的话, 因为 N<sub>2</sub> 气的压力, 液体可以流到缓冲瓶, 将缓冲瓶清洗 2 次, 再迅速盖上盖子, 使缓冲瓶装有半瓶的液体。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <b>注意事项:</b> 这个操作只在更换淋洗液的时候进行。     </div>
3.1.4 自动进样器清 洗液瓶的设置	<p>1).往附属的清洗液瓶 (C1 .1L) 注入蒸馏水, 将其装在所指定的位置之后, 盖上盖子。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <b>注意事项:</b> 经常看看液面, 不足时请补充 (大约以 1 个样品 1ml 的消耗量为基准。)     </div>
3.1.5 打开主机电源	<p>1).打开主机右侧面的 POWER 开关, 进行各单元的自我检测。</p> <p>2).各单元的自检结果, 启动 ASM、在初始化后被显示。</p>
3.1.6 茚三酮试剂 的鼓泡	<p>1).将主机正面的 N<sub>2</sub> 气单元操作面板上的开关置于 BUBBLE (约 30 分钟), 仪器会自动为 R1、R2 鼓泡, 待结束之后, 把开关返回到 ANALY 的位置。(新配制的茚三酮试剂须鼓泡 30 分钟)</p>

## 3.2 Windows2000 的启动

打开电脑电源

## 3.3 L-8800 软件的启动和结束

### 3.3.1 L-8800AAA 系统管理的启动方法。

L-8800AAA 系统管理的启动，按以下顺序进行（AAA: Amino Acid Analyzer）

- (1) 双击台面上的“L-8800ASM”图标
- (2) 随着双击“L-8800ASM”图标，启动 L-8800ASM 程序，并出现其工作屏幕。
- (3) 点击  图标，对话筐会打开，点击<Initialize>，工作站自动与机器进行连机通讯，

约需 2 分钟，连机结束后，仪器的信息会显示。

点击<OK>按钮，对话筐将关闭，此后便可进行数据收集的工作。

### 3.3.2 L-8800AAA 系统管理的结束时，点击”File”等菜单的“Exit”。

**注意事项：**在数据采集中，如果不中止采集，L-8800AAA 系统管理是不能结束的。

**注意事项：**在启动 L-8800AAA 系统管理程序时需要预先用 L-8800 ASM Administrator 来设定系统构成，安装时工程师已设置好，如无特殊要求，不须更改，若用户更改错误，会导致系统无法工作。

## 3.4 分析前的操做准备， -- 使用模块操作功能 --

点击[module operating]（左侧工具条第 8 个图标）按钮，作为分析前的准备，让仪器各部分开始运转，根据按工具条上的按钮，设置仪器参数。

### 3.4.1 设定泵 1 流量 -- 排气 --

按[pump 1 setup]（上侧工具条第 1 个图标）按钮

- (1) 将方式定在“Purge”，将洗脱液定在“B5”，按 OK 按钮
- (2) 打开泵 1 的排泄阀（向逆时针方向转大约 45 度）
- (3) 按主工具条的[pump1]（左侧工具条第 9 个图标）按钮，泵 1 开始运转。
- (4) 约 2 分钟，再一次按工具条的[pump1setup]（上侧工具条第 1 个图标）设定按钮，分别将缓冲液 B1~B4 的混合比定在 25%，按 OK 按钮。
- (5) 送液大约 8 分钟左右，按下[pump1]（左侧工具条第 9 个图标）按钮，使其处于 OFF 状态。
- (6) 关闭泵 1 的排泄阀。

### 3.4.2 安装分析柱

按[pump1]（左侧工具条第 9 个图标）的设定按钮

- (1) 将方式定在“constant flow”，设定 flow(流速)为 0.2ml/min
- (2) 将洗脱液指定在“B1”，设定 100% B1，按 OK 按钮。
- (3) 确认是否有缓冲液，从氨过滤柱入口的导管滴下来，然后请连接氨过滤柱出入口

- 两端的导管。
- (4) 同样的，确认用于主分离柱入口的导管是否有缓冲液滴下来，然后停止泵 1 请连接分离柱出入口两端的导管。
  - (5) 将分离柱装入恒温装置。

**注意事项：**在连接导管时，请将导管的前端插入到顶到底的状态时将螺丝拧紧，如果有空隙的话，将是导致分离下降的原因。

### 3.4.3 设定泵 2 流量，排气

按[pump2setup]（上侧工具条第 2 个图标）设定按钮

- (1) 将方式定在“Purge”，将反应液 R1~R3 的混合比为 33、33、34%，按 OK 按钮。
- (2) 打开泵 2 的排泄阀（向逆时针方向转大约 45 度）
- (3) 按主工具条的[pump2]（左侧工具条第 10 个图标）按钮，泵开始运转。
- (4) 大约 6 分钟，按[pump2]（左侧工具条第 10 个图标）按钮，使其置于 OFF 状态。
- (5) 关闭泵 2 的排泄阀。

### 3.4.4 设定自动进样器，——抽注射器的气泡——

按自动进样器的设定按钮[autosampler setup]（上侧工具条第 3 个图标）

选择“Injection wash”，点击 OK，清洗针，自动进样器流路系统，在排除注射器的气泡时需进行 3 次，是初次启动装置时，要反复对进样器清洗 10 次以上，并请确认注射器内没有出气泡。

### 3.4.5 泵压力的 0 点调整

按泵压力 0 点调整按钮[pump pressure 0 adjust]（上侧工具条第 4 个图标），调整泵 1 还有泵 2 的压力 0 点。

- (1) 用主工具条的泵 1[pump1]（左侧工具条第 9 个图标）、泵 2[pump2]（左侧工具条第 10 个图标）按钮，确认泵 1 以及泵 2 是停止的。
- (2) 打开要作 0 点调整的泵 1 或者泵 2 的排泄阀（此时压力如果是 0，无须再调整）
- (3) 选择要调整的泵 1(pump 1)或泵 2(pump 2)后按 OK
- (4) 关闭打开了的排泄阀。

## 3.5 用简易操作做分析 — 常规分析机能 —

在 L-8800 上为了简化日常的定型分析顺序，我们搭载了“常规分析功能”

根据使用常规分析功能，可以仅仅只指定样品情报便可自动制作样品表格，可以很容易的开始工作。

### 3.5.1 常规分析顺序

在使用常规分析功能进行分析时，按以下操作顺序：

- (1) 连接电脑与主机（在已经连接完成时，不用此操作）
  - ① 点击  图标
  - ② 点击<Initialize>，连接仪器
  - ③ 点击[OK]，连接结束

- (2) 选择使用应用（蛋白质加水分解）有关“应用”的说明请参照下一节  
 ① 点击[select the application]（左侧工具条第1个图标）按钮，打开应用一览表  
 ② 选择好要使用的应用后，点击[select]

L-8800 在安装完毕时，“蛋白质加水分解物”(PH)和“生物液法”(PF)这2个应用软件已被装在里面。

- (3) 点击“常规分析图像”设定要检测的样品情报  
 ① 点击[routine analysis]（左侧工具条第11个图标）按钮  
 ② 选择要使用的分析方法(Method Name)。  
 ③ 输入各项目,标准品放的进样次数(Injectons per STD Vial), 标准品的进样(STD Volume),未知样品的个数(Total UNK Number), 未知样品的体积(UNK Volume)  
 ④ 设定完毕后，点击[OK]。

因为，作为分析文件“PH—STD”(蛋白质加水分解物用), “PF—STD”(生物液法用)已经在安装时准备好了，请使用 PH—STD 进行分析。

到这里根据设定了的内容，样品表格被自动的制作。

设定完毕后，监控画面被自动显示。

- (4) 将泵1和泵2置于ON

**注意事项：**  
为防止反应试剂的逆流，请一定按照泵1至泵2的顺序启动(ON)

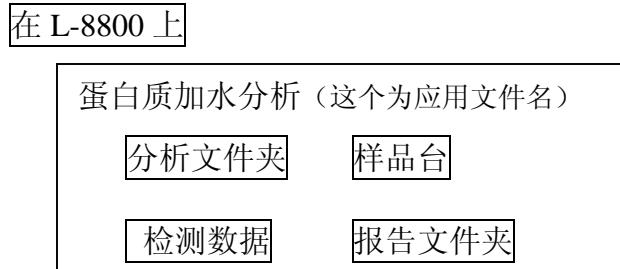
- ① 点击[pump 1]（左侧工具条第9个图标）  
 ②（泵要是不在ON的位置将会有警告提示）点击OK，使泵置于ON  
 ③接下来将泵2置于ON（左侧工具条第10个图标）  
 被置于ON的泵，其图象显示变为浅灰色。

- (5) 将样品架第一个位置设置为标准样品，将样品架第2个位置以后定为未知样品

- (6) 点击监控画面下部的“Start Series”按钮，检测即开始。

### 3.5.2 关于任务软件(L-8800 处理文件概念)

因为用L-8800进行分析时，记载有各模数的条件或定量计算方法，输出报告内容等等的分析条件，所以需要有“分析文件夹”和记载了检测样品情报的“样品表格”，在L-8800上，使用着被叫做“Application”的文件夹，它管理着这些分析文件夹和样品表格以及检测数据和报告文件夹，若是用一个家庭住宅的平面布局来举例的话，其应用可以如下图所表示的那样：



某某寓所：



如果和 L-8800 置换的话，某某的寓所就相当于应用文件名，而从分析文件夹到报告文件夹，又象在一个应用文件内相有各个房间，那样都互相关连着。

还有在制作新的应用文件时，只要双击显示屏上的“L-8800 型 ASM 环境设定”图像即可显示，再在环境设定画面内制作（参照 4.5 节）

### 3.6 报告例

表示蛋白质加水分解物分析法的报告

AAA 系统由管理报告，置信度报告，分析文件夹情报来构成。

AAA 系统在管理报告上，向通道 1 以及通道 2 输入色谱和定量计算结果。

置信度报告是表示包含有系统适应性测试（SST），工作确认测试（温度、压力剖面图在分析文件情报上），各模数的参数，数据处理参数。

### 3.7 蛋白质水解物分析法（标准分析法）的分离条件

根据 PH 等的分离条件的差异，峰位置的变化如英文说明书（MAIN UNIT）第 3-37 页所示。

虽然标准的分离条件大致都已定好，但不能视为是绝对的东西。

需要根据缓冲液的份额或调整时的差异，分析柱压力的差异等，请一边看着这个图一边对缓冲液的切换时间作微调整，以选择最合适的条件。

另外，作为应用分析法，满足了目的的分析，比如即使花上时间，也能很好的对 Asp~Pro 之间作良好的分离，所以说这个图是极其有用的。

### 3.8 分析上的注意

#### 3.8.1 有关缓冲液 B2~B3 的转换时间选择

如英文说明书（MAIN UNIT）第 3-38 页所示根据缓冲液 B2~B3 的转换时间选择，分离波形图就变化。

请象中间的波形图这样，将 B2~B3 的转换时间选择在 4.0 分±1 分的范围。

虽然说 4.0 分是推荐的标准时间，由于分析柱的填充密度或缓冲液 B2 微小的份额差会有少许的变化。

### 3.9 故障处理一览表

模数名	故障内容	故障 编号	故障发生的原因和对应方法	
			推断原因	恢复
中间接口模数	IFM 全部	0	电路板故障	修理
泵 1(*1)	压力限制	1	试剂中断，分离柱老化	检查试剂，更换分离柱
	马达预置	1	故障	修理
泵 2	压力限制	3	试剂中断，反应柱老化	查试剂，换柱子
	马达预置	3	故障	修理
泵 3	BUSY	3	试剂中断，反应柱老化	查试剂，换柱子
VIS 检测器	自动回零	3	流量槽有气泡	由泵 1 送液
	灯泡	3	灯坏	换灯
FL 检测器	波长	1	故障	修理
	自动回零	3	流量槽有气泡	由泵 1 送液
	灯泡	3	灯坏	换灯
	超温	3	灯泡温度上升	灯冷却后再投入电源
自动进样器	注入阀	2	故障	修理
	注射器	2	故障	修理
	注射器阀	2	故障	修理
	臂 X	3	故障	修理
	臂 Y	3	故障	修理
	针 Z	3	故障	修理
	空杯	3	忘记放杯子	放上杯子
干燥箱（炉）(*2)	温度	1	故障	修理
	传感器	1	故障	修理
	控制	1	故障	修理
反应装置	温度	3	故障	修理
制冷架	温度	3	故障	修理
PC	H/D 容量不足	3	硬盘内存不足	确保内存容量
	GP--IB	0	通信故障	

故障编号：“0”是在监控状态变化

“1”是在睡眠时变化

“2”是在清洗时变化

“3”P-Wash 之后，在清洗时变化

\*1.让泵 2、泵 3 停止进行处理

\*2.让泵 1、泵 2、泵 3 进行停止处理

## 第 4 章 AAA 系统管理（ASM）的环境设定

## (管理者; Administrators 用)

本程序因为是设定“L-8800ASM”程序的工作环境，所以只有管理者可以启动，对环境的设定可做以下的工作：

- (1) 新制作应用程序或者删除
- (2) 变换 AAA 系统构成
- (3) 指定标准单位
- (4) 设定参数架
- (5) 设定有关 GLP 保密措施
- (6) 设定有关使用 L-8800 的人（用户）
- (7) 更改系统名
- (8) 显示 ASM 的存入情报

在 Windows 2000 的台式画面上，双击“L-8800ASM Administrator”图像，启动程序，然后就出现以下初期画面。

**(注意：该程序在安装是已经被安装工程师设置好，一般不须更改，若用户不小心设置错误，将会导致系统无法工作)**

### 4.1 有关程序保密措施的 GLP 选择机能

#### 4.1.1 系统的保密措施

L-8800 的功能和向文件夹的存取，以及向 L-8800 环境设定程序的存取，是根据 Windows 2000 内被制作的系统保密措施来限制的，在此说明制作出控制限制用户权利的用户集团和向文件夹的存取权。

群体应用存取程序在 Windows 2000 的用户管理内进行对用户集团或者是应用存取集团进行追加、删除、更改的话，它有再次在 Windows 2000 上注册的时间的功能

#### 4.1.2 GLP 选择功能

L-8800 程序的保密功能，是根据接受到的指令对 GLP 的选择对话框中选择以下的 2 个

- 保密措施
- 编集数据再处理平台

以下就各检查箱是如何指定 L-8800 程序的保密措施的，加以详细说明。

#### (1) 保密措施

L-8800 环境设定程措施的特征是：针对各种用户群和应用存取群

Windows 2000 的 Administrator 可以限制 L-8800 的程序机能和文件夹的存取权（参照相馆 4.2 节和“L-8800 用户群”和 4.3 节的“应用存取群”）以下也是一样。Windows 2000 的“Administrator”群的成员被称作 Windows 2000 和“Administrator”用户。将保密措施的检查箱 ON (×) 的话，就象在 4.2 节的“L-8800 用户群”和 4.3 节的“应用存取群”所说明的那样，保密措施功能开始。这个检查箱如果是在 OFF 的话，保密措施功能不起作用，对 Administrator 功能和文件夹的存取权不限制

#### (2) 编集数据再处理平台

将这个检查箱 ON (×) 的话：对属于 L-8800 Administrator 或者是 L-8800 Developers 中哪一个用户群的用户，都可以进行编集数据再处理平台的工作。这个检查箱在 OFF 的时

候，所有的用户都不能进行编集数据再处理平台的工作。

## 4.2 L-8800 用户群

在 L-8800 环境设定程序中，限制在 ASM 程序内的用户权利定义为 3 个 L-8800 用户群。这个用户的权利是在 GLP 选择对话框的“保密措施的使用”ON（×）的情况下起作用的，在不属于任何一个用户群的成员时，被给予和 L-8800 Operators 群的成员同等权利。还有在属于复数个用户群时，将被给予那中间最高用户的权利。L-8800 用户群只是根据 Windows 2000 的 Administrator 被制作。L-8800 用是用 Windows 2000 的用户管理来制作、管理。

### (1) L-8800 Administrator

L-8800 是可以在 L-8800 程序和 L-8800 环境设定程序所有两方面做存取工作，还有对所属的应用存取群，能给予 L-8800 Developers 的权利，Windows 2000 的 Administrator 顾客是根据省略 L-8800Administrator 顾客的成员，所以作为 L-8800 的 ASM 环境设定程序的 L-8800Administrator 被定下来的人，如果不在 Windows 2000 的 Administrator 的顾客中登录是不行的。

### (2) L-8800 Developers

作为被 L-8800 的 Developers 登录的人，可以存取所属的全部应用存取群的文件夹，L-8800 Developers 可以做，不管从哪一个应用软件来的方式的样品表格，数据系列文件夹，报告书的制作、编集、删除工作。

### (3) L-8800 Operators

L-8800 Operators 可以进行被 L-8800 Operators 的存取承认的应用方式和只读取数据系列文件夹的存取工作。L-8800 Operators 可以进行编集样品表格，制作出新的数据系列文件夹和报告书的工作，还有为制作出新的报告书，也可以做数据的再处理工作，然而，L-8800 Operators 不能做修改现有的数据系列文件夹的工作。

#### 注意事项：

在根据用户管理群利用保密措施系统时，需要在用户管理上做“L-8800 Administrators 群”，“L-8800 Developers”和“L-8800 Operators”群的制作。

### 根据 L-8800 用户群的保密系统

用 户	系 统 管 球者	分 析 法 管 球者	分 析 操 作 者
群(组)名	Windows 2000	Administrators..	Administrators.. 以外
	L-8800	L-8800 Adminstrators.	L-8800 Developers.
L-8800 环境设定 应用的制作，删除 用户登录 GLP 的选择设定	○	×	×

<u>L-8800 ASM (AAA System Manager)</u>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
分析方式 制作新内容 修改保存 删除			
样品表格 制作新内容 修改保存 删除	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
数据收集 在线报告	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>
数据再处理 再处理报告书	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>
在参数变更时的计算报告	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
数据管理 数据系列的变更	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>
数据复制、制作系列	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
数据系列的删除	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
实施常规分析	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>
模数操作	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>

○：可以

×：不可以

### 4.3 应用存取群（组）

对于 L-8800 用户群（组）向系统，数据的“存取级别”限制应用存取群是由文件目录的“存取权”限制的。例如：药品制造厂，负责产品的 QA/QC 的用户，虽然不能象用相同设备在其他场地的研究、开发小组制作出来的那样，包含合成品的纯度分析文件目录的存取，但能承认文件目录上包含产品质量数据的存取工作。

应用存取群只是根据 Windows 2000 的 Administrators 被制作，应用存取群是在用户管理被制作和管理

由于 Windows NT 的功能是可以用 Windows 2000 的 Administrators 做输入用户名的工作的，而对限制用户权利的用户群和文件夹存取权的限制，可以将应用存取群，向那些用户分摊在 GLP 选择的对话框，只要将“使用保密”置于 ON 时，对这个用户的权利和存取权的限制就开始起作用。

L-8800 环境设定程序可以把 Windows 2000 数据保存用的驱动副目录作为应用来定义，而新制作的应用由应用管理被定义。

### 4.4 环境设定主屏幕的操作步骤：

环境设定程序的主屏幕如以下说明的那样被显示，屏幕由以下领域组成：

标题条 菜单条 工具条

有关主屏幕的这些各要素，在以下加以说明。

#### 4.4.1 标题工具条：

环境设定程序的标题条是在打开程序，即在 Windows 2000 的 Administrators 上，顾客的名字，这些是由“用户名、用户群”为蓝本而构成。

#### 4.4.2 菜单工具条：

以下的菜单（伴随着这些指令安置在一起）构成菜单工具条。

(1) 文件夹

结束 (结束环境设定程序)

(2) 设定

应用	打开应用管理的对话箱
设定 AAA 系统的构成	打开设定 AAA 系统构成的对话箱
标准单位	打开标准单位对话箱
参数架	打开参数架的对话箱
GLP 选择	打开 GLP 选择的对话箱

(3) 显示

模数的日志	为了显示，打开模数的日志。
工具条	是为显示工具条的检查标误解，为了只使用菜单，请取下检查标识
状态条	是为显示状态条的检查标识，为了去掉状态条，请取下检查标识。

(4) 用户管理

启动 Windows 2000 的用户管理  
操作方法请参照 Windows 2000 的用户介绍

(5) 系统名的变更

变更系统名

(6) 帮助

AAA 环境设定程序情报 显示使用中的环境设定程序的版本

#### 4.4.3 工具条： 以下的表是在环境设定程序的主屏幕上表示的有关工具条图像的表

图像	名字	功能
	应用管理	进行应用的制作、删除
	AAA 系统构成的功能	设定 AAA 系统装置的构成

		在转换 OPA 法和茚三酮法的反应分析法也使用
标准单位		在装置上选择所使用的标准单位
参数架		设定自动进样器的参数架
GLP 选择		进行 GLP 选择的设定
用户管理		进行用户的登录
显示模数的记录日志		显示 ASM 的记录（存入）情报
变更模数的记录日志		进行系统名的变更

#### 4.4.4 显示领域

显示提供领域，或是直接点击工具条中的图像，或是从菜单工具条选择指令来打开的各种对话箱用的空间

### 4.5 环境设定程序的对话箱

#### 4.5.1 工具条

“应用”是为分类登录有关的文件夹（分析方法、样品表格、数据、报告书），把它们作为“目录”使用，而作为“应用”是设定分析法名或系统名等。

应用管理是进行新的应用设定或是编集、删除已保存的应用，象下面这样使用。

#### （1）设定新的应用

点击应用管理图像

设定新制作应用箱内的参数，这时在组箱（群箱）指定准许新制作的应用存取的用户群

##### ● 名称

输入 30 字以内(全角时 15 字以内)文字的应用名字

用户可以选择这个名字做应用的存取工作，与应用有关的目录的通过名(路线名)，可以只用 Windows 2000 的 Administrators 来确认.

##### ● 目录

选择登录应用的目录,省略值是被 ASM 程序安装了的目录

(主要是在 C:¥Win 3.2app¥ASM 或者是 D:Win 3.2app¥ASM)

##### ● 驱动名

指定登录的应用驱动器,省略值是被 ASM 程序安装了的目录

主要是在 C:或者是 D:

在设定数据支持用的应用时，指定外部记忆装置的驱动器或软盘驱动器(A:)● 群(组)

设定新制作应用的存取权，指定用户群 Windows 2000 的 Administrators 是在

群（组）的表格内被指定，只是在所属的注册用户群（组）被显示

##### ● 新副目录

是应用的登录目录，在这个目录上文件夹类(分析方式、样品台、数据、报告书)被保管着

检查箱若是在 ON 的状态，设定应用名称的话，新副目录被自动制作（被自动制作的副目录名是应用名称的前 8 个文字）

输入新制作应用的参数后，点击《制作》按钮，在已有的应用箱内就被登录

## (2) 删除登录完毕的应用

在删除登录完毕的应用时，在已有的应用箱内将想删除的应用指定（即；点击）后，点击《删除》按钮

**注意事项：**删除应用的话，向被登录着的文件夹类（分析方式、样品台、数据、报告书）的存取将不可能。

## 4.5.2 设定 AAA 系统构成

点击 AAA 系统构成的图像，就会有设定用的对话箱出现，登录要使用的 AAA 系统构成。

系统的构成，作为反应分析法，可以指定“茚三酮法”或者是“OPA 法”，若指定反应分析法，所需要的系统构成将自动被决定，还有，在使用制冷架时，将“制冷架”的检查箱标记置于 ON。

接下来输入要使用的分析柱情报，在“注入次数”栏，当分析柱更换了的时候输入 0(零)。

## 4.5.3 更改系统名

点击更改系统名图像

在更改系统名的对话箱，可以做更改使用的 AAA 系统名称的工作，在这里设定了系统名称在显示。数据收集情报，报告书日志情报被使用。

## 4.5.4 设定参数架

点击参数架图像

在参数架设定对话箱，可以做指定使用着的系统的自动进样器、样品架的设定参数工作，请指定好架子，把所有分配完毕的话，点击“写上保存”按钮，制作参数架文件夹。

**注意事项：**在为更改参数架时，需要更改这个视窗以及自动进样器电路板上的储存器，为此，在更改之际请与销售商联系。

## 4.5.5 标准单位

在标准单位对话箱可以选择，为检测压力和温度的标准单位，请按以下步骤针对压力和温度设定使用标准。

- (1). 点击工具条内的标准单位图像，或从设定菜单中选择标准单位，打开标准单位对话箱。
- (2). 点击在压力一栏的拉下箱右端的向下箭头，以显示使用压力单位的表，请点击所选择的单位，然后关闭拉下箱。
- (3). 请点击在温度一栏拉下箱右端的向下箭头，以显示可以使用的温度测定单位选择点击是用摄氏还是华氏，然后请关闭拉下箱。
- (4). 选择好压力和温度后请点击（OK）按钮关闭对话箱，返回到主屏幕。

## 4.5.6 GLP 选择图像

点击 GLP 选择图像

在 GLP 选择对话箱上可以设定以下选择

### (1) 保密措施

在利用保密措施时点击这个箱，[将检查箱置于 ON (X) ]请将系统的保密措施置于 ON，根据这些要更改 L-8800ASM 系统管理的参数，除了被指定了的系统的

Adm.....以外的人谁也不可能，这个检查箱用的省略设定是 OFF (检查箱中是空白)。

**注意事项：**关闭 (OFF) 这个检查箱的话，系统的保密措施功能将不起作用，所有的用户（操作者）都可以更改 L-8800AAA 系统的参数。

#### (2) 模数的止动键（锁住键盘）

把这个箱止标识的话，用 OPA 法所使用的 L-7460 型萤光检测器的正面控制板可以将其键盘锁住。

#### (3) 再处理台的修改/改变

在需要修改数据再处理台的时候，请将这个检查按钮置于 ON (X)，修改数据再处理台要再次打开系统 Adm.....的 ASM 环境设定程序，这个箱子到打开 (ON) 为止谁也不可以，这个选择的省略设定是关闭 (OFF) 的 (检查箱是空白)

#### (4) 日志的记录

将这个检查箱 ON 的话，可以使分析文件夹的日志，模数的日志或者是这两样都起作用，这些日志是在记录、保存分析文件夹或模数发生变化，这些记录包括，发生的事情（项目）名称（例如软件的启动）事件的登录日期，事件发生时的用户，事件发生时的方式。

### 4.5.7 AAA 的保养情报

#### 点击日志显示图像

在 AAA 的保养情报对话框中提供产生事件的名称表（例如软件的启动），事件的登录日期，事件发生时的用户，事件发生时的方式。使用 GLP 选择对话框内的检查箱可以设定这个功能的 ON 和 OFF。

#### (1) 过滤器按钮

若点击过滤器按钮的话，如下面这样，数据挑选过滤器的对话箱就打开，根据输入开始结束，可以限制在对话箱中出现的数据。

#### (2) 指令输入按钮

若点击指令输入按钮的话，模数日志的对话箱就打开，可以输入指令，请在指令输入完毕后点击 OK 按钮，作为最新一行指令向日志中追加。在确认后面的指令时，请双击“手动输入”让事件反转到开始行显示。

在确认指令时，请点击“手动输入”行，点击（指令显示）按钮。

#### (3) 印刷（复制）按钮

请点击印刷按钮选择在 Windows NT 的 AAA 保养情报送往印刷（复制）

#### (4) 印刷预览按钮

保养情报的内容被显示在印刷画像上

#### (5) 详细情报按钮

打开（AAA 模数的详细情报）对话箱，这个按钮只积极的对存在的梯级（台阶）详细情报指定

#### (6) 关闭按钮

结束 AAA 的保养情报对话箱

## 附录：关于在利用 L-8800 型保密措施之际的目录存取权

在利用 L-8800 型保密措施之际，而不所属 Administrators 群，用“用户名”注册进行数

据收集时，请予先进行以下所示的操作。

用 Windows 2000 的探测器，有关更改 Everyone 用户“ASM”文件夹（目录）的存取请按以下步骤操作

- ① 打开探测器,点击文件夹”Win3.2Spp”下面的”ASM”文件夹
- ② 点击鼠标右按钮,让快捷菜单显示,选择菜单内的”性能”
- ③ 点击被显示的性能箱中突出的”保密”字样部分
- ④ 点击项目为”存取权”中的”存取权(P)”按钮,打开目录的存取权对话箱
- ⑤ “变换副目录的存取权位置”和“变换已有文件夹的存取权位置”把检查箱的两边都置于 ON (X)
- ⑥ 点击“Everyone”群,从“存取权的种数”一览表中选择“安全控制”
- ⑦ 点击“OK”按钮

## 第6章 分析柱填充法

### 6.1 要准备的东西

- (1) 连接组件（连接件，配置导管）
- (2) 工具
- (3) 烧杯（20ml、100ml 左右的东西）
- (4) 分析柱组件
- (5) 填充剂：日立定制的离子交换树脂#2622 约 2g
- (6) 填充用缓冲液：蛋白质加水解物法 PH-1、生物法 PF-4

### 6.2 分析柱填充步骤：

在各分析法时，分析柱的填充条件如下。这里以蛋白质加水解物分析法为例，作以下步骤的说明：

分析法	所用分析柱	净重填充量 (g)	在 B1 位的 填充液	填充压力 MPa(kg/cm <sup>2</sup> )	填充时间 ( min )
蛋白质水解物	4.6×60	1.6g	PH-1	15 (150)	60~90
生理体液	4.6×60	1.6g	PF-4 2)	15 (150)	60~90
高分离标准	4.6×80	2.1g	PH-1	15 (150)	60~90
高分离生理体液	4.6×80	2.1g	PF-4 2)	15 (150)	60~90
特殊氨基酸	4.6×80	2.1g	PS-1	2 (20) 1) 5 (50) 12 (120)	约 5 1) 约 5 60~90

1). 在[module operation]操作画面,点击[packing]（上侧工具条第 5 个图标）按钮, 将分析柱填充压力设为 2Mpa, 将泵 1 置于 ON, 让填充开始约 5 分钟后设定为 5MPa, 再过 5 分钟后设定为 12MPa , 然后就保持这样继续填充到 70 分钟。

2). 在生物液法时, 请暂时将 PF-4 的缓冲液移到 B1 的接续位置之后再填充。

- (1) 用手将分析柱和分析柱压紧螺丝好好拧紧后, 再用 12mm 的板手轻轻的紧固, 组装好分析柱, 在紧固它的时候, 用 12mm 的板手旋转约 20 度, 将它

和空的连接件接续。

- (2) 泵 1 在 OFF 的状态下, 取下从泵 1 来的配置导管中间的接头, 和连接件(支持物)的配置导管接续。

用填充液将连接件、分析柱内充分填满, 关闭连接件的盖子, 用泵 1 (流量为 0.99ml/min) 向里输送约 5 分钟 (这时过滤器的负荷压力为+0.1~0.3MPa (1~3kgf/cm<sup>2</sup>) )

- (3) 在蒸馏水中将约 2g 的填充剂好好散开, 总量在 10~13ml 当作生料液(粘合液)接下来用超声波清洗器清洗 3 分钟以上, 脱气。

**注意事项:** 填充的填充剂要比净重填充量尽可能多, 当作生料液(粘合液)。

- (4) 打开连接件的盖子, 把装满的液体加到烧杯里, 往连接件中将(3)的生料液(粘合液)慢慢的(轻轻地)注入再盖上盖子。

**注意事项:** ① 液量是加到连接件内密封垫圈的下端为止, 不够的时候用蒸馏水填充液来补充, 液面要到特氟纶密封圈的下侧为止。  
② 注入生料液(粘合液)之后, 用压舌板在连接件内, 好好的搅拌混合, 除去气泡, 让生料液(粘合液)充分均衡化。

- (5) 在[modul operation]操作画面按下[packing](上侧工具条第 5 个图标)按钮。

- (6) 输入 15MPa 压力为 150 kgf/cm<sup>2</sup>, 按 OK 按钮。

- (7) 把泵 1 置于 ON, 开始填充。

**注意事项:** ① 分析柱在填充时, 请把泵 2 置于 OFF  
② 分析柱填充结束, 关闭[modul operation]操作画面时, 请用泵 1[pump 1seup] (上侧工具条第 1 个图标), 将[constant flow]选上, 之后再关闭画面, 若不关闭流量画面, 将会发生“分析柱正在填充, 不能关闭画面”的错误。

- (8) 确认连接部分有无松动, 渗漏[作为目标, 将压力定在 14MPa(140kgf/cm<sup>2</sup>)上下持续 10 分钟左右]

- (9) 填充 60~90 分钟以上之后, 停止 PUMP1 等到压力显示在 0.5MPa (5kgf/cm<sup>2</sup>) 以下之后, 再取下分析柱和连接件。

- (10) 马上用压舌板将分析柱的树脂面整理光滑(平整), 用嵌镶有金属过滤器的分析柱的压紧螺丝, 按照前面的要领轻轻的拧紧。

**注意事项:**

1. 树脂面整光滑后, 请将粘付在圆周的树脂彻底擦干净。
2. 金属过滤器使用预先在蒸馏水浸湿了的东西。

- (11) 最后，往分析柱两端的螺丝部份注入蒸馏水，用止动螺帽好好的拧紧保存。
- (12) 连接件内有残留的填充剂时，使用清洗瓶用蒸馏水往烧杯里冲洗。
- (13) 将(10)~(12)回收来的填充剂就这样保持原样在容器保存（指在蒸馏水被散开了的状态）

注意事项：连接件以及连接件导管，在使用后要用水好好冲洗之后再保管（为了防止被腐蚀）。

### 6.3 氨过滤器用分析柱的填充法

在各分析法时，氨过滤器用分析柱的填充条件如下：

分析法	使用分析柱	净重填充量 (g)	填充液	填充压力 MPa (kg/cm <sup>2</sup> )	填充时间
蛋白质水解物	4.6×40	1.1	PH-1	5 (50)	60
生理体液	4.6×40	1.1	PF-1	5 (50)	60
高分离标准	4.6×60	1.6	PH-1	5 (50)	60
高分离标准	4.6×60	1.6	PF-1	5 (50)	60
特殊氨基酸	4.6×40	1.1	PS-1	5 (50)	60

主分析柱的填充是用和这同样的方法填充

- (1) 将约2g的填充剂(2650L)在蒸馏水中，好好的散开，总量在10~13ml
- (2) 在[module operation]操作画面的分析柱填充画面，将填充压力设定在5MPa(50kgf/cm<sup>2</sup>)
- (3) 当用PACKING BUFFER做蛋白质加水分解物分析时，设定在PH-1，用生物液分析时，设定在PF-1
- (4) 填充1小时

注意事项：

1. 作为生料液(粘合液)要填充比净重填充量多的
2. 主分析柱的压紧螺丝和氨过滤器用分析柱的压紧螺丝不一样。
3. 氨过滤器用分析柱的压紧螺丝要用12mm的扳手好好的牢固的拧紧。
4. 分析柱填充压力的实测值，通常是0.3~0.5Mpa(3~5kgf/cm<sup>2</sup>)

### 6.4 离子交换树脂的处理方法

新买回的树脂全部都是Na型，在进行生物液分析法，或者是树脂被污染了的时候，请按以下顺序处理。但是，用标准分析法不需要对新的Na型树脂作处理。

- (1) 蛋白质加水分解物分析法
  - (a) 向试管注入2g离子交换树脂(#2622)，加入4~5倍量的丙酮好好搅拌
  - (b) 用离心机将树脂沉淀，去掉上面清晰部分，接下来请按(d)进行以下就按下面的步骤重复同样操作。

- (c)加入乙醇（4~5 倍以上的量）好好搅拌
- (d)加入蒸馏水（4~5 倍以上的量）好好搅拌
- (e)加入 2 N-HCl（用 6 倍的蒸馏水稀释了的浓盐酸）好好搅拌，成为 H 型树脂
- (f)用蒸馏水冲洗，用通用的 PH 测试纸一直测到 PH6~5 为止，重复数次（4~5 次）
- (g)加入 2 H-NaOH(NaOH 8g/100ml)好好搅拌直到成 Na 型树脂
- (h)用蒸馏水冲洗直到液体 PH 值到 PH8~9 为止（用通用的 PH 测试纸确认）
- (i) 把 PH-1 缓冲液在悬浮状态保存

## (2) 生物液分析法

- (a)进行和蛋白质加水分解分析法的 (a) ~ (f)同样的过程
- (b)把 2 N-LiDH(8.4g/100ml)做成 Li 型
- (c)用蒸馏水冲洗直到液体后 PH 值到 PH8~9 为止
- (d)把 PF-4 缓冲液在悬浮状态保存

注意事项：

1. 因为树脂量少，请在处理途中，对树脂的流出，要细心的注意打扫，净重填充量，用  $4.6 \times 60$  的分析柱大约为 1.6g，用  $4.6 \times 80$  的分析柱大约 2.1g。
2. 树脂的污垢中含有固体物或浮游物时，请用沉淀法尽快将沉淀物及浮游物清除。

## 第7章 试剂、样品的调制

### 7.1 缓冲液的调制

作为缓冲液在蛋白质加水分解物分析法和生物液分析法是不一样的，其组成如表 7-1、表 7-2 所示

另外和这个表的组成相同的缓冲液，还有三菱科学株式会社的 MCI BUFG.....(L-8800-PH-KIT、L-8501-PF-KIT) 被销售，这些个 KIT 都可以在 L-8800 型上使用

表 7-1 蛋白质加水分解物分析法用缓冲液的组成

名称	PH-1	PH-2	PH-3	PH-4	RH-RG
容器（洗脱液）显示	B1	B2	B3	B4	B5
Na 浓度 (N)	0.16	0.2	0.2	1.2	0.2
1 蒸馏水	700ml	700ml	700ml	700ml	700ml
2 柠檬酸钠( $2\text{H}_2\text{O}$ )	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	-
3 氢氧化钠	-.	-	-	-	8.00g
4 氯化钠	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	-
5 柠檬酸 ( $\text{H}_2\text{O}$ )	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	-
6 乙醇	130.0ml	20.0ml	4.0.0ml	-	100.0ml
7 苯甲醇	-	-	-	5.0ml	-
8 硫二甘醇	5.0ml	5.0ml	5.0ml	-	-
9 BRJ-35*	4.0ml	4.0ml	4.0ml	4.0ml	4.0ml

10 PH (公称值)	3.3	3.2	4.0	4.9	-
11 全量 (计算)	1.01	1.01	1.01	1.01	1.01
12 辛酸	0.1ml	0.1ml	0.1ml	0.1ml	0.1ml

表 7-2 生物液分析法用缓冲液的组成

名称	PH-1	PH-2	PH-3	PH-4	RH-RG
容器(缓冲液)显示	B1	B2	B3	B4	B5
Li 浓度(N)	0.09	0.255	0.721	1.00	0.20
1 蒸馏水	700ml	700ml	700ml	700ml	700ml
2 柠檬酸锂(4H <sub>2</sub> O)	5.73g	9.80g	8.79g	9.80g	-
3 氯化锂	1.24g.	6.36g	26.62g	38.25g	-
4 柠檬酸(H <sub>2</sub> O)	19.90g	12.00g	11.27g	3.30g	-
5 氢氧化锂	-	-	-	-	8.40g
6 乙醇	30.0ml	30.0ml	100.0ml	-	30.0ml
7 硫二甘醇	5.0ml	5.0ml	-	-	-
8 苯甲醇	-	-	3.0ml	-	-
9 BRU-35*	4.0ml	4.0ml	4.0ml	4.0ml	4.0ml
10 PH (公称值)	2.8	3.7	3.6	4.1	-
11 全量 (计算)	1.01	1.01	1.01	1.01	1.01
12 辛酸	0.1ml	0.1ml	0.1ml	0.1ml	0.1ml

\*使用在 100ml 蒸馏水中加入 25g 后溶解了的东西

注意事项：对这些试剂的计量，按照组成表由天平或者是液体计量器来进行  
可以调制有再现性的缓冲液  
不需要对 PH 调整

## 7.2 调制茚三酮试剂

以表 7-3 为基准调制

另外，茚三酮试剂，有和这个表相同的由和光纯药工业株式会社生产的 L-8800KIT 被销售。(L-8500KIT 也可以在 L-8800 使用)

表 7-3 茚三酮试剂的组成

容器显示	步 骤	试 剂	计 量
R2 用于茚三酮的缓冲液	1	蒸馏水	336ml
	2	醋酸钠	204g
	3	冰醋酸	123ml
	4	乙二醇	401ml
		单甲基醚	
	5	Total	1000ml
	6	N2 起泡 (沸腾)	10 分钟以上

R1 (茚三酮)	1	乙二醇	979ml
	2	单甲基醚	
	3	茚三酮	39g
	4	N2 起泡 (沸腾)	5 分钟以上
	5	硼氢化钠	81mg
		N2 起泡 (沸腾)	30 分钟以上

注意事项：茚三酮试剂，请不要在以上指定的东西以外使用。

### 《N<sub>2</sub>气体沸腾的方法》

- ① 往专用容器 R1 及 R2 中注入试剂，让其充分溶解。
- ② 用专用橡皮塞将 R1 以及 R2 塞住，将盖子好好的拧紧。
- ③ 用调节器将 N<sub>2</sub> 气的压力调到 34~40KPa(0.35~0.4kgf/cm<sup>2</sup>) 参照图 2-6。将 N<sub>2</sub> 气转换开关置于 BUBBLING，鼓泡 30 分钟。
- ④ 将开关转换到 ANAL，确认 N<sub>2</sub> 气的压力为 34~40KPa(0.35~0.4kgf/cm<sup>2</sup>)
- ⑤ ( i ) BUBBLING  
    茚三酮调制时让用 N<sub>2</sub> 气鼓炮  
    (ii) ANALYSIS  
        分析时用 N<sub>2</sub> 气在 34~40KPa(0.35~0.4kgf/cm<sup>2</sup>) 加压  
    (iii) OPEN 试剂更换时开放瓶内的 N<sub>2</sub> 气

注意事项：1.请不要使用所指定的茚三酮试剂以外的试剂  
              2. 鼓炮正在进行中时，请不要开放 N<sub>2</sub> 气的总压力（气瓶的 1 次、2 次压力）  
              3. 鼓炮正在进行中时，请不要进行泵的送液，因为 N<sub>2</sub> 气压力会降低，导致发生泵送液的误动作。

### 7.3 标准氨基酸混合样品的调制

从附件中的已混合了的标准氨基酸 18 种成分的小玻璃瓶中 AMINO ACID CALIBRATION MIXTURE (味之素株式会社生产的每瓶 5.0ml 装) 取 2ml，用 0.02N-HCl 稀释到全量为 50ml.

根据这个就成为在 20 ul 含 2 nmol 的各氨基酸

但是只有脯氨酸含有 4 nmol，请将它作为蛋白质加水分解物分析法的标准样品使用，另外，稀释后的样品在冰箱中可保存大约 1 个月。

萤光分析用的标准氨基酸混合样品，要用以上的东西更进一步稀释 10 倍在 200pmol/20ul 使用。

### 7.7 样品浓度的估量（推算）

作为分析用，在使用本装置时的最合适浓度范围，就各氨基酸是 0.4~10nmol/20ul，由此，在添加样品之前需要予先做样品浓度的推算工作。

### (1) 知道加水分解前的样品量时

这时予先定下其蛋白质或者是缩氨酸的重量，假想平均分子量是 120，从 20 种东西的氨基酸样品量，1 次的使用量大约是 5ug/20ul 为适合，而实际上要准备这个量 5 倍以上的量。

### (2) 不知道样品浓度时

这时，进行和标准样品的比较最简单，其操作的例子如下。

- ① 准备 2 只试管，将一方注入 1ml 想象中的适当浓度的样品，另一方注入 0.1ml 标准样品。
- ② 往 2 只试管中分别注入（添加）1ml 的茚三酮试剂和 1ml 缓冲液（PH-1）
- ③ 在 100°C 约 3 分钟的同一条件下加热。
- ④ 把生色了的浓度颜色和标准的作比较，即：测定 570nm 的吸光度。
- ⑤ 在推算大体浓度时，从淡化了的全体量比较，看它是标准样品的几倍？再决定未知样品的量（体积、份量）。例如：假设在淡化约 4 倍的 2 个试管都是同一浓度的话，因为未知样品浓度是标准样品浓度的 4 倍，作为添加量用 1/4 就可以，相反未知样品的一边淡的时候，相比较要用多的添加量。另外，本比较法，特别是在要考虑从余量特定氨基酸构成的时候，不注意浓度计算是不行的。

**警告：**生物学的样品（血清等）用空手去操作的话，会有受感染的危险，

请一定使用橡皮手套等操作生物学的样品。

用空手触摸了样品时，请做消毒处理以及接受医生的检查。

**注意事项：**样品浓度超过通常的 10 倍（20nmol/20ul）的时候，和茚三酮反应之际的 DYDA 会大量析出。因为它们的积累恐怕会将反应分析柱给堵死，请充分注意。还有在大量的样品分析后，请进行对反应分析柱的情况（停止茚三酮泵让再生液流动）

## 7.8 样品的前处理

准备想做测试的样品，在开动氨基酸分析仪之前，需要进行适合该项检测目的的处理，在这上分有两大系统，一个是将氨基酸以及和它有关连的化合物为对象对游离氨基酸的测定法（以下称生物液分析法），另一个是由蛋白质加水分解而得到的氨基酸对它的分析法（以下称蛋白质加分解物分析法）在此对其中的几个作介绍。另外，作为原则请用 0.45um 的过滤膜对样品过滤。

### (1) 生物液分析法的前处理：

主要目的是做氨基酸成分的提取（萃取），除去蛋白质以及不溶性物质。

#### (a) 血液

- ① 把血液用 7, 000~10, 000rpm(7000~10000G) 离心分离 15 分钟(rpm 转/分钟)
- ② 在澄清液中加入 5~10% 三氯醋酸，稀释 2~3 倍。
- ③ 用 7, 000~10,000rpm (7000~10000G) 离心分离 15 分钟
- ④ 将澄清液作为样品

**注意事项：**1) 澄清液有混浊时，要么提高离心分离的转速，要么进一步使用过滤器。

- 2) 虽然三氯醋酸的浓度根据蛋白质的量而不一样，通常把添加后的浓度做为 3%左右。
- 3) 将血液就这样做除蛋白操作，回收率很低，特别是 Arg 的消失明显
- 4) 最终样品量做成 0.05~0.1ml

- (b) 滤纸提取血液（直径 10mm 的点，最少也是直径 3mm×5 片）
- ① 剪开滤纸，沿着离心管的管壁放入
  - ② 加入 0.5ml 的 1% 三氯醋酸
  - ③ 用超声波清洗器震动 2 分钟
  - ④ 用 7, 000~10, 000rpm (7000~10000G) 离心分离 15 分钟
  - ⑤ 用 0.45um 的过滤器将澄清液过滤，使用微量小玻璃瓶装进自动进样器

**注意事项：** 样品的混浊多的时候，不要使用三氯醋酸，用水/乙醇提取（萃取），待减压干燥后，用 0.02N-HCl 稀释的话，分析柱的污染将减少。

(c) 尿

- ① 在原尿中加入 1% 三氯醋酸再稀释 2~5 倍（由于有异常的尿有大量的氨基酸出来，所以要提高稀释倍率）
- ② 有混浊时，进行过滤或者离心分离。
- ③ 把得到的液体的 0.05~0.1ml 作样品。

**注意事项：** 检测微量成分的良好灵敏度时，在除蛋白后，减压干硬之后用稀释液再溶解。浓度就和原液吻合。

(d) 酱汁（调味汁）、果汁等含有蔬菜原料的食品类

- ① 用 1~5% 三氯醋酸溶液稀释 10 倍
- ② 用 7, 000~10, 000rpm (7000~10000G) 离心分离 15 分钟
- ③ 把澄清液作样品

(e) 酱油、酒等设有沉淀物的水系食品类

- ① 在 0.02N HCl 稀释做样品（和 PH 的关系在 3 倍以上）

**注意事项：** 食醋等虽然在低稀释度就可以，但酱油等由于氨基酸浓度高，要稀释 200~300 倍左右再作样品。

(f) 从植物叶的提取（萃取）

- ① 用研钵将样品搓碎，或是截断成细小状。
- ② 在含有乙醇的 20%~30% 水中让其散开（1g 样品/3ml 乙醇/水）
- ③ 在水浴器上用 80°C，约 20 分钟以上提取（萃取）。
- ④ 将澄清液过滤提取，提取（萃取）要反复 3 次。
- ⑤ 使用漏斗将剩下的样品用酒精清洗。
- ⑥ 由④以及⑤的液体在水浴器上除去酒精。
- ⑦ 往残留下来的水溶液中加入乙醚提取（萃取）后，采取水层
- ⑧ 把水层减压干燥
- ⑨ 在 0.02 N HCl 给一定的容量

(2) 蛋白质加水分解物分析法的前处理

把混合了药液的氨基酸，以及用蛋白质加水分解得到的氨基酸作对象。

(a) 药液

- ① 由 0.02 N HCl 稀释 3 倍以上（根据氨基酸的浓度）作样品，包含有糖、核酸、维生素等水溶性物质，也不妨碍。

(b) 盐酸加水分解

- ① 将样品在加水分解用的玻璃试管上秤
- ② 加入 6N-HCl
- ③ 在减压状态下封管，此时，若置换 N<sub>2</sub> 的话，将更正确。
- ④ 在加水分解炉中，用 110°C、22 小时加热分解。分解时间以上面为准，根据目的而变更。
- ⑤ 减压干燥，除去 HCl
- ⑥ 在 0.02N-HCl 稀释一定的容量作样品

注意事项：1) 最终浓度以 0.5mg 蛋白质/ml 为标准

2) 加水分解时的容量以 6N-HCl 1mL 中，样品在 3mg 以下为基准

3) 减压干燥之际，温度控制在 40~80°C 之间

(c) 以回收 Trp 为目的的加水分解

- ① 代替 6N-HCl 的是使用 4N 甲基磺酸，依从前面所述，盐酸加水分解的方法让其分解。
- ② 分解后，由于不能减压干燥，加入 4N-NaOH，调节 PH=2
- ③ 用 0.02N-HCl 定容样品

注意事项：1) 甲基磺酸是用 1ml 小玻璃瓶装入，由技术化学制品株式会社出售，其组成是在 4N 甲基磺酸中含有 0.2% 3-(2-氨基乙基)

吲哚，中文别名，色胺。分子式，C<sub>10</sub>-H<sub>12</sub>-N<sub>2</sub>

2) 中和时的 PH，使用 PH 试纸

3) 分析了 20 个被检体后，将分解柱用再生液清洗 4 小时左右，这是为除去从树脂中混入到试剂的吸附物质。

4) 对 MESNA 也有效

(d) 以回收 Cys 、Met 为目的的加水分解

- ① 精确秤量 1~2mg 样品
- ② 加入 2ml 过蚁酸，在 0°C 放置 4~24 小时
- ③ 添加 48% HBr 0.3ml
- ④ 减压干燥
- ⑤ 依从盐酸加水分解的方法，减压进行到干燥为止
- ⑥ 加入 1ml 的 0.2N-NaOH，放置 1 小时
- ⑦ 用 0.05N~0.1N-HCl，进行 PH 调制和定容

## 第8章 保养检查

### 8.1 运转前的检查调整

警告：感染

生物学的样品（血清等），用空手去操作的话，会有受感染的危险，请一定使用

橡皮手套等，操作生物学的样品，用空手触摸样品时，请做消毒处理，以及接受医生的检查。

**警告：破裂**

由于试剂容器（玻璃或者是聚乙烯制品）的龟裂等引起的破裂，恐怕会导至受伤  
试剂容器在用 N<sub>2</sub> 气加压之前确认是否有龟裂，请一定要将试剂容器放入到保护罩中

(1) 确认氮气钢瓶的压力：	1 次压	1~14.7MPa
	2 次压	0.05~0.1MPa
	装置内的压力	34~40KPa

**注意事项：**

当氮气钢瓶的剩余压力（1 次压）在 1Mpa (10kgf/cm<sup>2</sup>) 以下时，请更换钢瓶

- (2) 缓冲液以及试剂要有充分的剩余量
- (3) 废液瓶要保持是空着的，还有，运转中不要有过多的残留量
- (4) 要有充分的进样器用清洗液(C1)（蒸馏水）
- (5) 苛三酮试剂或者是 OPA 试剂用脱气管水位的检查
  - ① 取下泵 2 喷出阀出口的导管
  - ② 连接附属在阀出口的注射器
  - ③ 从[module operation]操作画面向泵 2 输入的流量为”0”
  - ④ 把泵 2 按钮置于 ON，迅速的把注射器的活塞抽动的话，脱气管内的空气可排出
  - ⑤ 把泵 2 按钮置于 OFF 之后，取下注射器，接正常的配管
  - ⑥ 设定目的流量。
- (6) 缓冲瓶液位的检查
 

液位低的时候

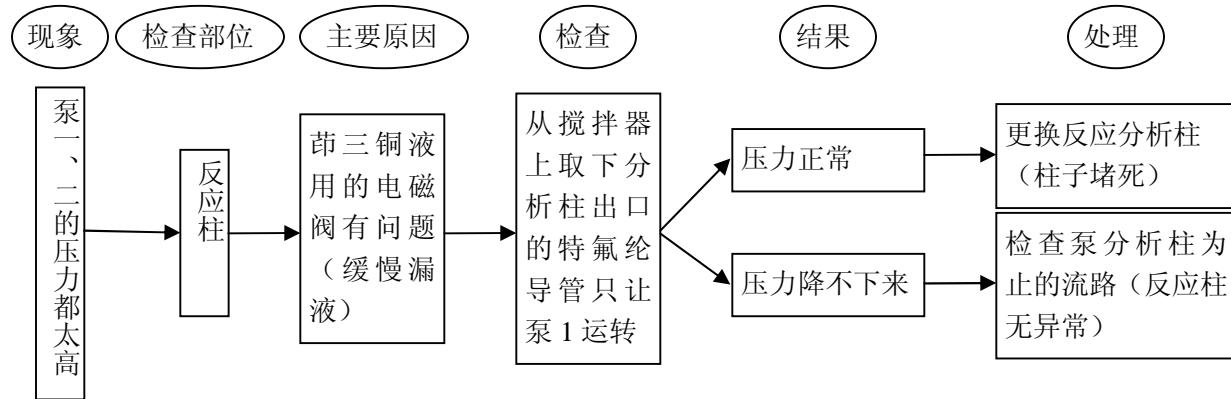
  - ① 松动袋状螺帽拔出盖子
  - ② 由于用 N<sub>2</sub> 气被加压了的缓冲液会出来，在缓冲瓶的一半左右的地方，迅速的盖上盖子，拧紧袋状螺帽。
  - ③ 缓冲液要是溢出的时候，请用蒸馏水将脱气管组清洗后擦干净。



## 8. 2 故障诊断方法

### 8. 2. 1 泵的压力异常

A:



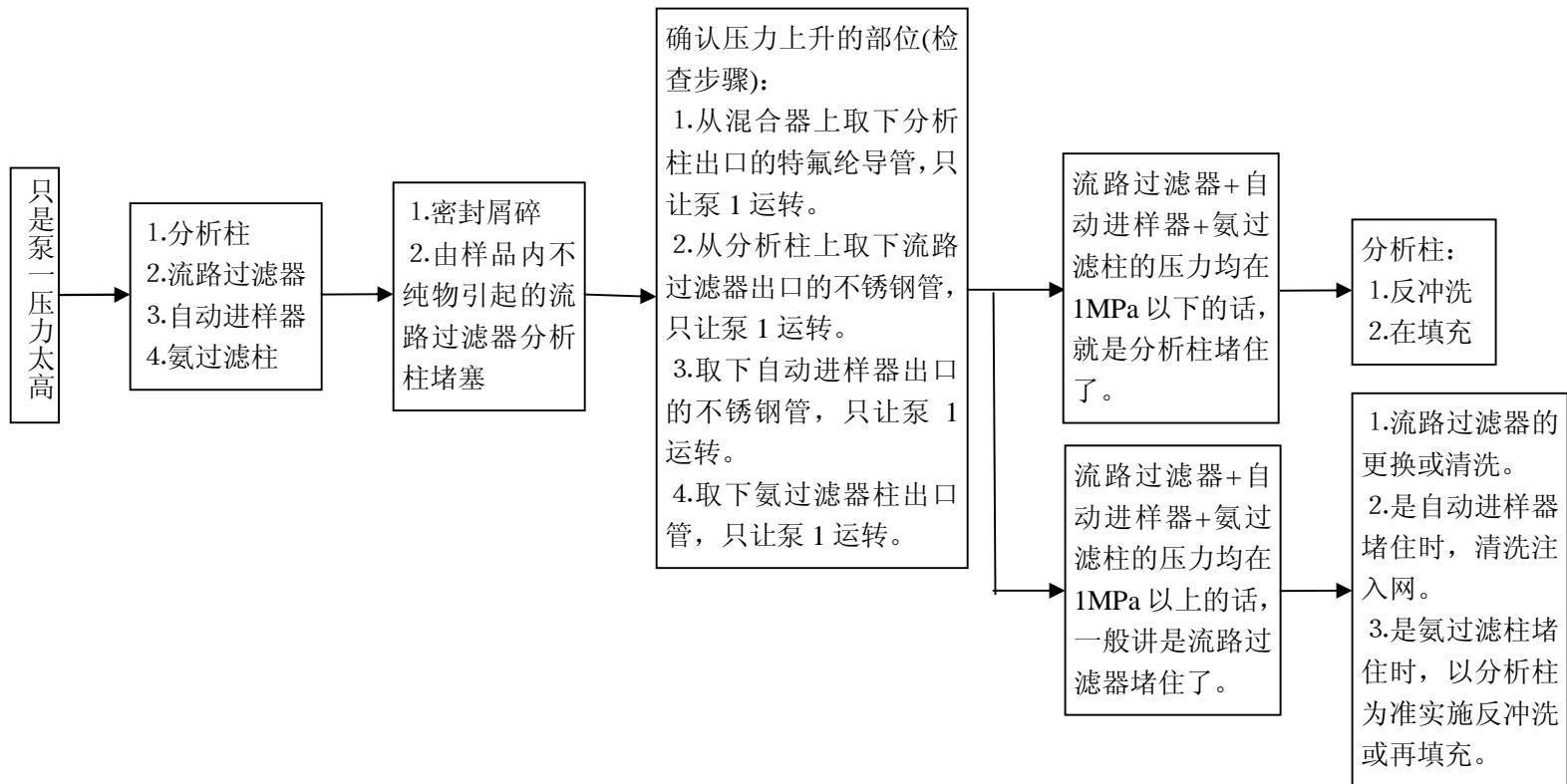
**备注:** 1、更换反应柱，请与本公司维修部联系。

2、确认电磁阀 (R1) 吸管泄漏。

确认方法:

- 1) 确认泵 2 是停止着的。
- 2) 取下泵 2 (茚三酮液用) 吸入阀一侧 R1 的特氟纶导管。
- 3) 确认 N<sub>2</sub> 气的加压力在 30~40KPa(0.35~0.4kgf/cm<sup>2</sup>)。
- 4) 确认从 R1 特氟纶导管有没有液体泄漏出来(放置 10 分钟)。
- 5) 液体哪怕只有一点点漏的话，证明电磁阀有泄漏，需要更换电磁阀，请与本公司维修部联系。
- 6) 进行到分析柱为止的流路检查

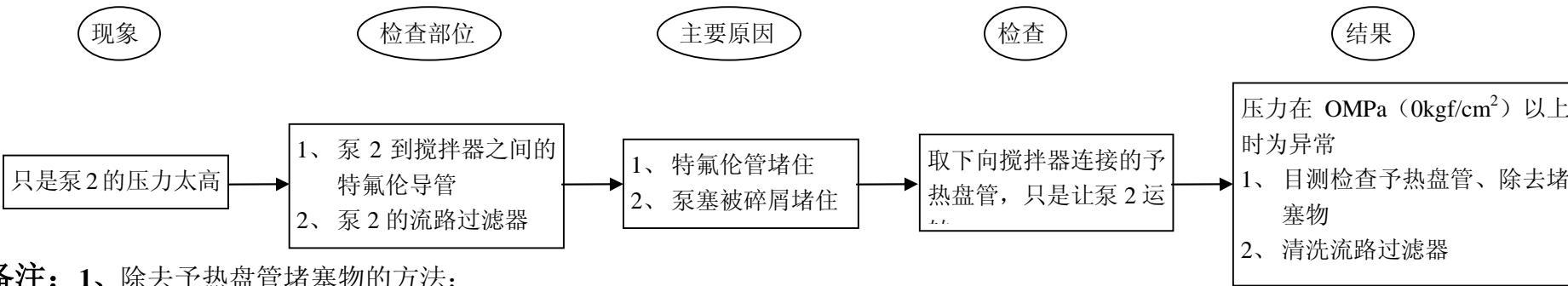
B:



**备注:** 1、分析柱的反冲洗（请不要将柱出口的特氟纶导管向搅拌器连接）。

- 1) 把分析柱的 Flow 方向在反向连接。
  - 2) 清洗分析柱, 用再生液冲 10 分钟以上, 用缓冲液冲 30 分钟以上 (泵流量、柱温度和分析条件相同)。
  - 3) 请将分析柱的 Flow 回到原来位置, 让泵 1 运转, 确认柱子的压力降下来没有。
- 2、再填充。请在反冲洗柱子后压力不下降时实施, (参照使用说明书第 6 章的分析柱填充法)。
- 1) 流路过滤器的清洗或者是更换, 参照 8.3.15, 注入阀的清洗参照 8.3.9.

C:

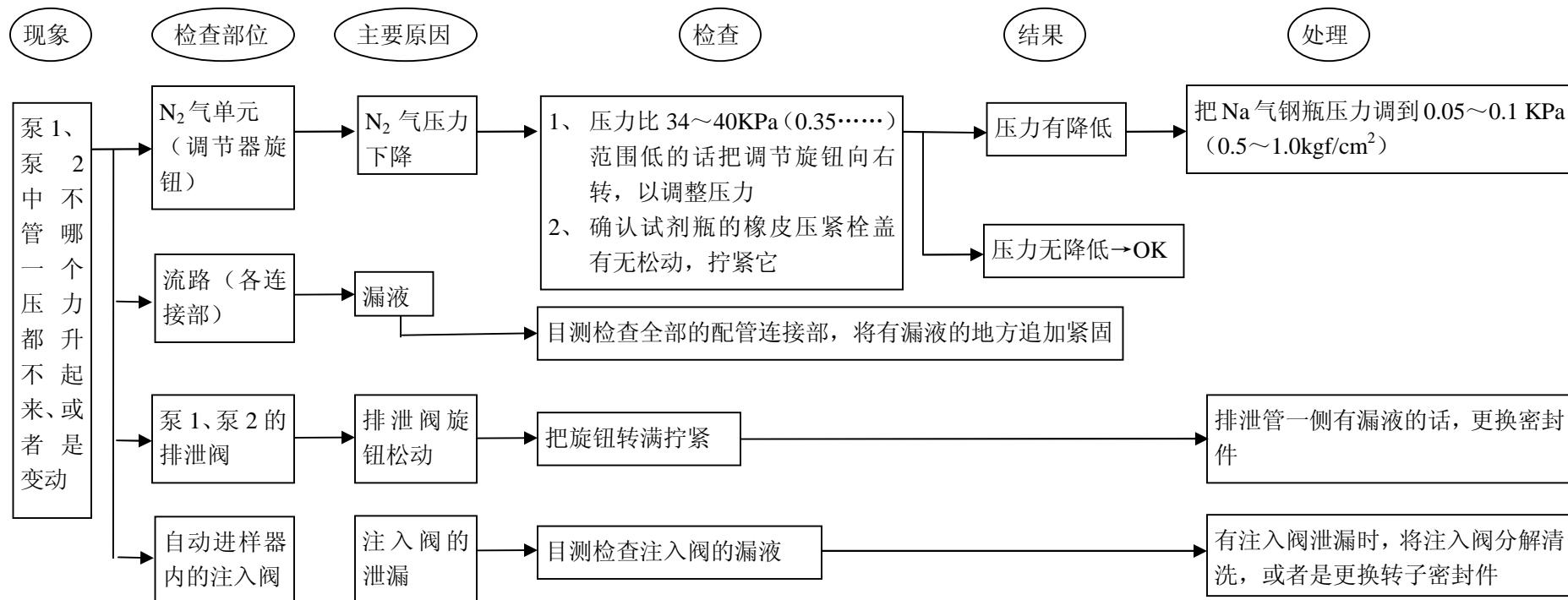


**备注:** 1、除去予热盘管堵塞物的方法:

- 1) 把预热盘管出口一侧接到流路过滤器，运转泵 2 把堵塞物冲出（请绝对不要接搅拌器）
  - 2) 用以上 1) 的方法不能除去时，取下预热盘管，用注射器往特氟伦管注入丙酮来除去堵塞物
- 2、流路过滤器的清洗方法：

在超声波清洗器来清洗流路过滤器（清洗液用蒸馏水）。流路过滤器的清洗参照 8.3.3

D:



**备注：**1、N<sub>2</sub>气单元的压力若降低的话，泵的吸入阀一侧成负压，由于泵内发生气泡而不能送液，因而泵内压力不上升

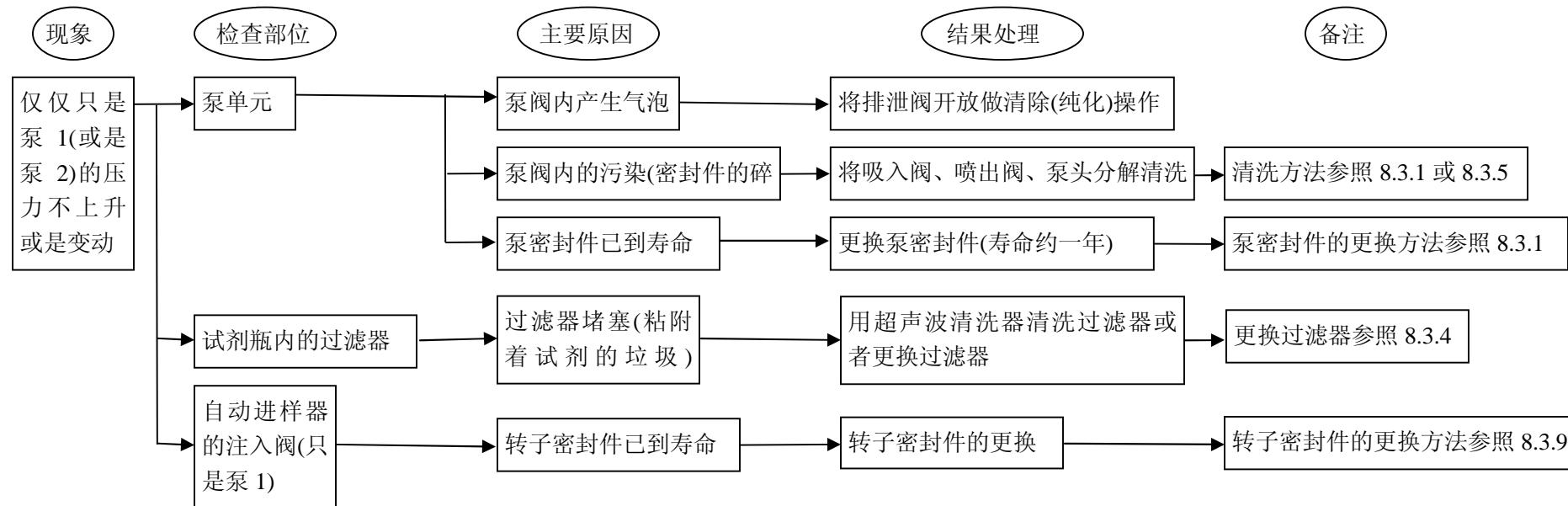
2、试剂瓶的盖子有松动的话，N<sub>2</sub>气全部从瓶口泄漏，N<sub>2</sub>气消耗量变大

虽然以使用压紧螺丝的连接部的坚固是使用扳手，但其他连接部，特别是对特氟伦管的连接部，请只用手坚固（特氟伦管内径的破坏，将是堵塞的原因

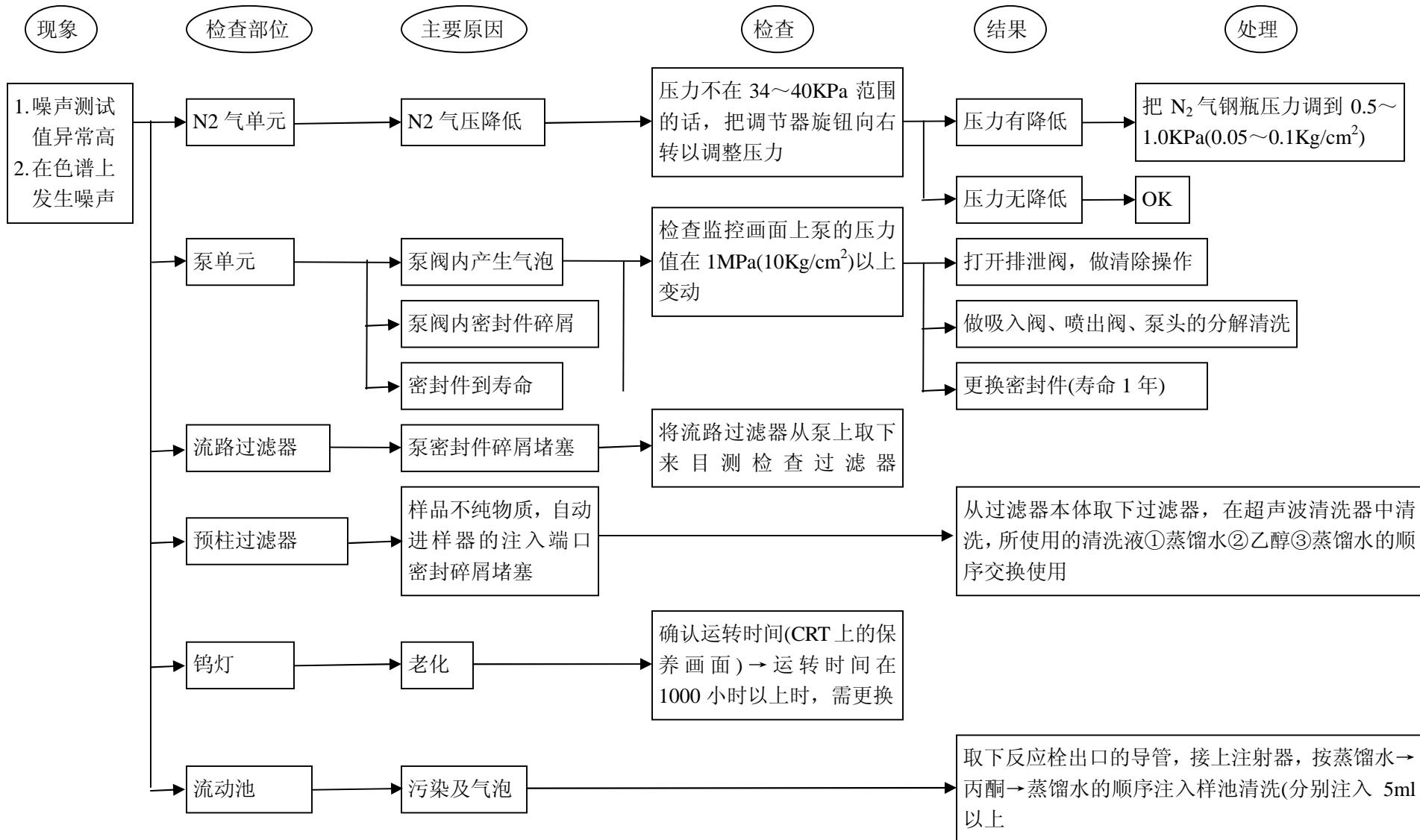
密封件的更换方法，参照 8.3.2

转子密封件的更换方法参照 8.3.9

E:



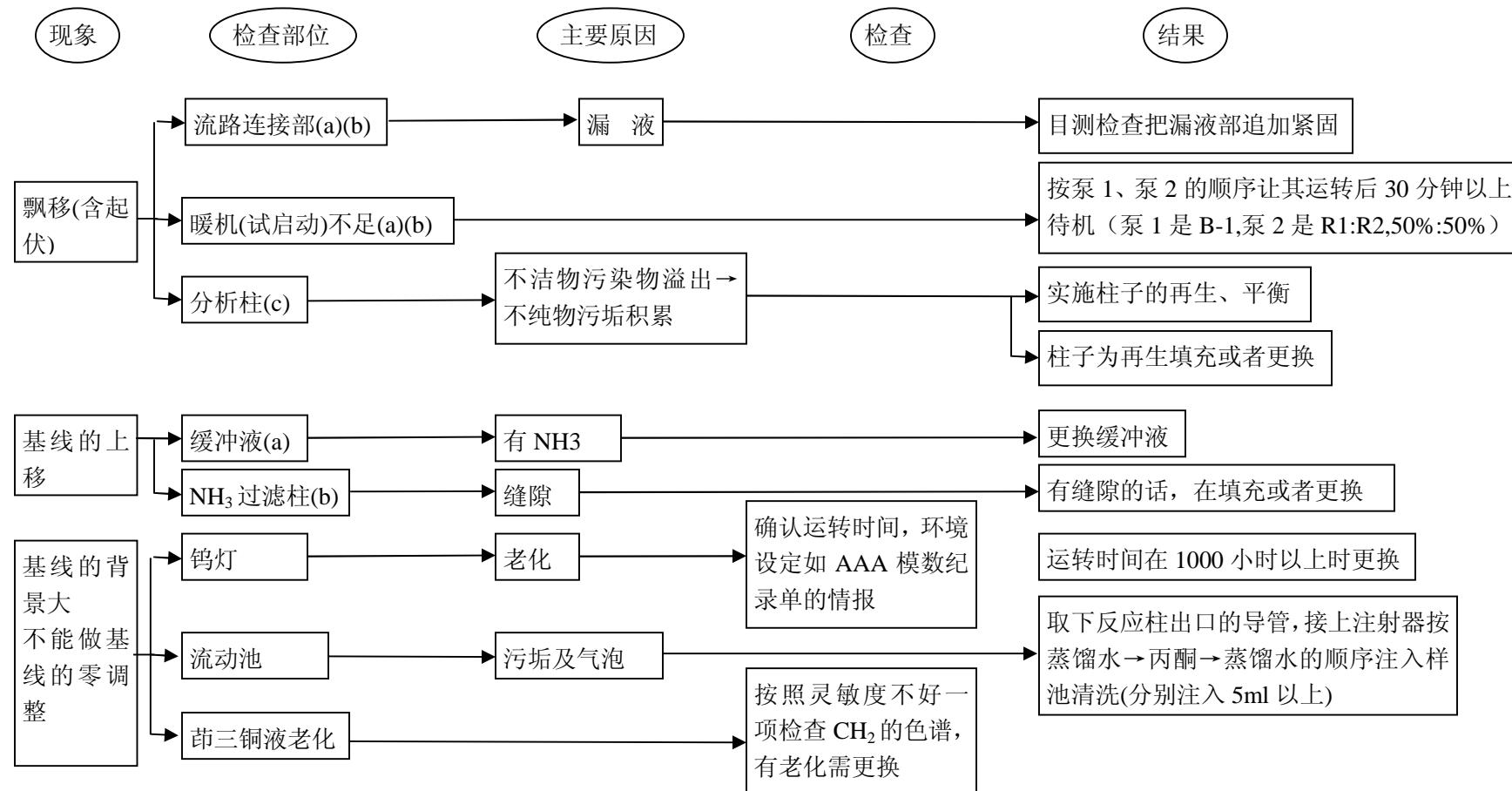
### 8.2.2 基线噪声



**备注：**N<sub>2</sub>气单元的压力若降低的话，泵的吸入阀一侧成负压，由于泵内发生气泡而不能送液，这是造成基线噪声的原因。

- 1、长时间停止使用（1星期以上）时，由于泵单元内自然产生气泡，装置再开始使用时，一定要实施泵的清除操作
  - 1`，泵头（在取下了吸入阀喷出阀的状态）用超声波清洗器（清洗头取下来）放入超声波清洗器中清洗（清洗液是蒸馏水）来清洗
  - 2，用上面两种方法还不能除去时，将吸入阀 喷出阀（从泵头取下来）放入超声波清洗器中清洗（清洗液是中性洗涤剂）详细方法和注意事项参照 8.3.1 或 8.3.5.
1. 由于预柱过滤器的堵塞，也是造成缓冲液泵压力上升的原因，请实施随时清洗、定期更换（每 6 个月 1 次）
- 2、为防止预柱过滤器以及柱子的堵塞，请一定要把样品用 0.45um 的过滤器过滤。更换参照 8.3.6
  1. 在更换灯时，请参照 8.3.6 灯的更换这一项

### 8.2.3 基线的飘移



**备注：**虽然，对使用压紧螺丝的连接部的紧固是使用扳手，但其他连接部，特别是对特氟伦管的连接部，请只用手紧固（特氟伦管内径的破坏将是堵塞的原因）

1、为防止样品不纯物的积蓄，对样品的前处理，请从原料开始，用 0.45um 以下的过滤器过滤。

2、将不好的柱子中的树脂从柱子中抽出时，请按流路的反向连接，用泵送液把污染部分清除。

请确认在装置的设置处以及试剂的存放处，有没有 NH<sub>3</sub> 气产生。

由于缝隙产生的原因，泵 1 的压力上升是起因，请参照 8.2.1 泵的压力异常的处理，以防止流路的堵塞。

更换灯的注意事项：

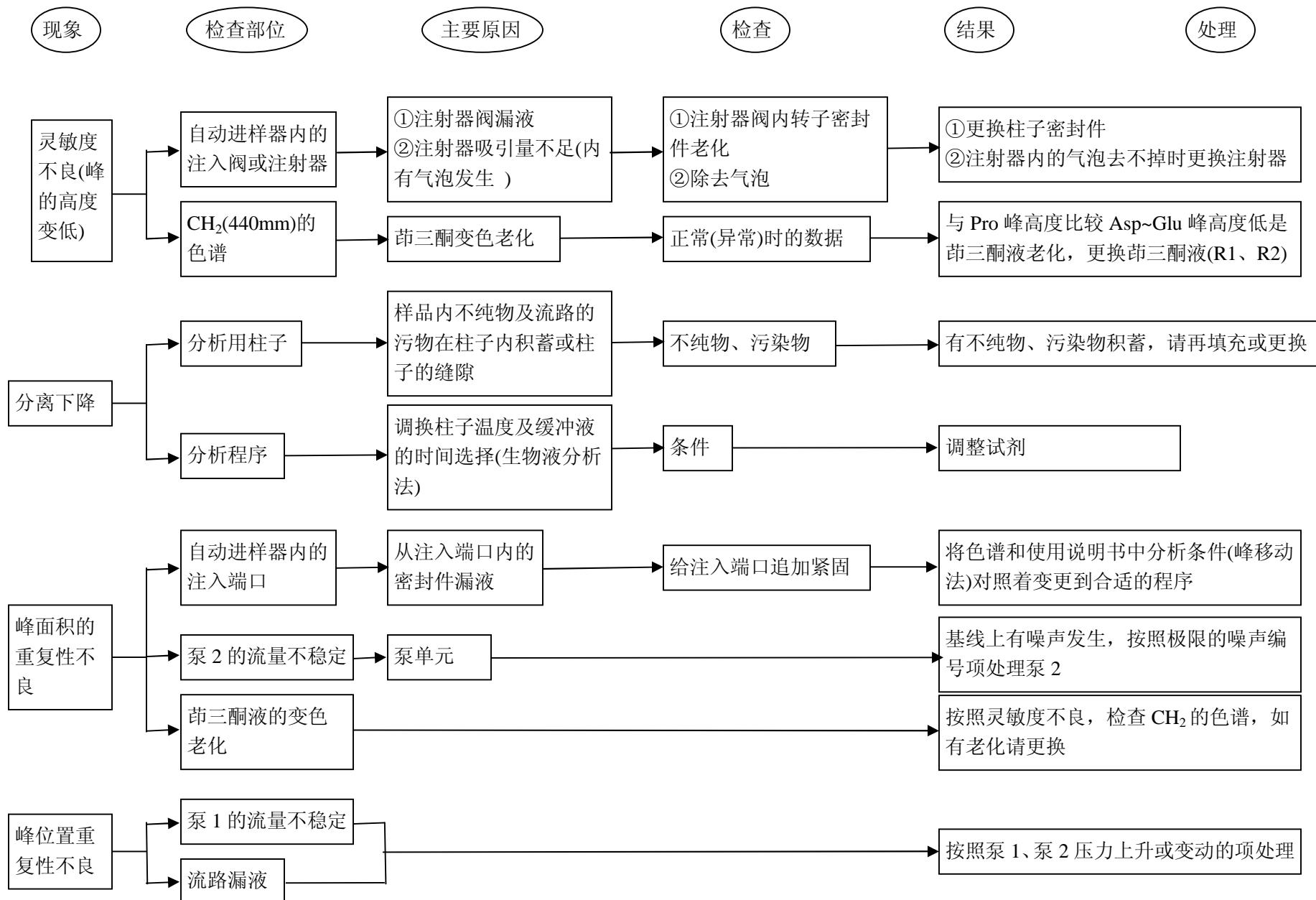
1、更换灯，请将电源开关关掉 20 分钟之后，待灯冷却下来再进行，

2、为防止在灯上留有指纹，请不要空手去拿。

3、请注意灯的安装位置。

灯的更换方法，请参照 8.3.6

#### 8.2.4 性能不良



**备注：**

长时间停止使用（1周以上）时，由于注射器系统流路会自然产生气泡，请一定实施清除操作（请参照峰面积再现性不良的处理）

关于用标准分析法的 Pro/Asp（峰高度比）正常时是在 3.0 以下，请以这个值为标准。

为防止由样品不纯物的积蓄，对样品的前处理请从原料开始，用 0.45um 以下的过滤器过滤（请避开对有白浊以及沉淀物的样品分析）。

由于缝隙产生的原因，泵 1 的压力上升是起因，请参照 8.2.1 泵的压力异常处理，以防止流路的堵塞。

蛋白质加水分解法参照使用说明书内 3.3.7，生物液分析法参照使用说明书内 5.5.1 进行。

注入端口密封件的更换方法，请参照 8.3.10（灵敏度不良也请参照该项）

为防止茚三酮溶液的老化，在分析结束后，也请一定往试剂瓶维持一定压力的 N<sub>2</sub> 气。

## 8.3 保养检查方法

**注意事项：超声波清洗器，冰箱等，请按照各自机器的使用说明书使用。**

### 8.3.1 泵密封件以及清洗密封件的更换

泵密封件老化的话，发生漏液是导致基线稳定性不好、数据重复性不好的原因。这种时候，需要更换泵密封件，还有，在这时清洗密封件也同时更换。

需准备的物品：

- | 扳手
  - | 泵密封件 2 个
  - | 取密封件的棒
  - | 一字型（起子）螺丝刀
  - | 托盘
  - | 内六角扳手
  - | 清洗密封件 2 个
  - | 清洗瓶
  - | 超声波清洗器
  - | 柔软的布
- (1) 取下连接在泵头上的入口软管：OUTLET 管（1）、（2）。
  - (2) 用内六角板手将泵头上的六角螺丝松动取出。
  - (3) 用双手将泵头往胸前笔直的慢慢的抽出（泵头（1）、（2）同时抽出）
  - (3)-1 清洗器密封室和泵头被一起取下来了的时候，把清洗器密封室从泵头上取下来。

**注意事项：请注意，不要把活塞弄坏（损坏）。**

- (4) 取出泵密封件。
- (4)-1 泵密封件，有残留在泵头上时，用密封件取出棒，将密封件拧转着取出。
- (4)-2 泵密封件，有残留在活塞上时，和取出清洗器密封件的同时，一起取出。
- (5) 接下来一边将清洗器的密封室一点点的左右转动，一边从活塞上取下来。
- (6) 用纱布等柔软的布，好好的清扫活塞的表面。
- (7) 将清洗密封室的轴受用#17 扳手固定，用一字型螺丝刀将固定密封件松动，并取下来。
- (8) 把轴承和密封固定件之间的密封件取下来。

- (9) 在轴承上有清洗密封件残留时用密封件取出棒将清洗密封件拧转着取出  
清洗泵头  
用蒸馏水或者是有机溶剂，好好清洗泵头  
根据情况，使用中性洗涤剂或超声波清洗器来清洗。
- (10) 将新的泵密封件安装在泵头  
当泵密封件不容易进入时，将泵密封件以及泵头的接触部用蒸馏水弄湿后安装  
即使这样还不容易进入时，就在安装泵头时，把泵密封件嵌在活塞上，再用六角扳手，拧紧安装在泵头上。
- (11) 把清洗密封件嵌在清洗密封室的轴承内。  
(12) 用扳手和一字型螺丝刀将密封固定件好好的拧紧。  
(13) 把清洗密封室配合着活塞一边慢慢的左右转动，一边嵌入。  
(14) 把泵头安装到泵上，配合着定位销将泵头慢慢的插入。  
(15) 固定泵头  
泵头的安装，用内六角板手将内六角螺丝轻轻拧紧，接下来用内六角板手左右交叉着转动 30° 左右，均等的分 4~5 次拧紧（请绝对不要单边拧紧）  
(16) 密封件的更换结束后，按照取下来时的反步骤，还原配管。  
接下来，请打开排泄阀，让泵启动，把泵头内或软管内的气泡赶出来，装满液体。  
(17) 在清洗机构装满清洗水（蒸馏水）

**注意事项：**在新的密封件时，由于使用中密封件的融合（磨合），紧固会有松动而发生漏液，这时按照前面所叙请用内六角板手紧固。

### 8.3.2 排泄阀密封件以及垫圈的更换

#### (1) 排泄阀密封件的更换

需准备的物品：

- | 密封件取出棒
- | 密封件（更换用）

当排泄阀在关闭的状态也有液体从排泄软管出来时，要更换阀密封件。

- ① 松开排泄阀手柄并抽出来；
- ② 将密封取出棒细的一边拧入阀密封件，把它抽出来
- ③ 在排泄阀手柄轴的前端，装上新的密封件
- ④ 把排泄阀手柄插入阀体拧紧。

#### (2) 排泄阀密封垫圈的更换

排泄阀在关闭的状态下，从排泄阀的手柄一侧有液体出来时，要更换密封垫圈。

需准备的物品：

- | 切刀（美工刀）
  - | 密封垫圈（更换用）
- ① 松开排泄阀手柄并抽出来；
  - ② 把排泄阀手柄中间的密封垫圈用美工刀切断，取下来；
  - ③ 将排泄阀插入新的密封垫圈，此时，请不要让密封垫圈变形，笔直的插进去。

**注意事项：**用美工刀作业时，请谨慎地操作，不要受伤。

### 8.3.3 流路过滤器的清洗

需准备的物品：

- | #21 扳手，更换用过滤器
  - | 清洗瓶、托盘、超声波清洗器
- ① 用#21 扳手将流路过滤器松动并取下来

- ② 把清洗瓶口的前端插入过滤器入口，把粘附在过滤器表面的异物清除。
- ③ 污染（污垢）严重时利用超声波清洗器清洗。
- ④ 过滤器堵塞了需要更换的话，将过滤器组件（总成）的水分控干之后放入冰箱（在-10℃）放约5分钟，让特氟伦垫圈收缩，从过滤器上取下来。
- ⑤ 把新的过滤器组件，慢慢的压入，安装在流路过滤器上。
- ⑥ 将流路过滤器安装到排泄阀之前，请启动泵，进行流路的清洗，再安装到排泄阀的下部。
- ⑦ 请用#21扳手，充分拧紧，拧紧力度不足的话，会发生漏液。

#### 8.3.4 溶剂过滤器的清洗

需准备的物品：

- | 烧杯
  - | 清洗液
  - | 超声波清洗器
- ① 松开容器的盖子（把加压中的N<sub>2</sub>气压力调到OKPa之后再进行）
  - ② 抽出容器内的吸入软管
  - ③ 从吸入软管上取下溶剂过滤器
  - ④ 用蒸馏水清洗之后，在烧杯中放入清洗液（甲醇等），在那里边再清洗5~6分钟
  - ⑤ 在这之后，把清洗液换成蒸馏水再清洗5~6分钟，这样的操作要进行3次以上，把清洗液充分的冲掉
  - ⑥ 好好地把水控干后，装在吸入软管上。

#### 8.3.5 喷出阀、吸入阀的清洗

把排泄阀置于开放状态，把使用液按0.999ml/min送液10~15分钟，用这个操作不见效果时，请按以下步骤把阀取出来清洗

需准备的物品：

- | 板手
- | 清洗液（中性洗涤剂）
- | 烧杯
- | 超声波清洗器
- | 蒸馏水
- | 优质纸
- | 垫圈类
- | 滤纸→数张

请将泵头的内六角螺丝充分拧紧放好。

- ① 取下被连接在吸入阀，喷出阀的入口软管以及OUTLET管
- ② 松动吸入阀以及喷出阀每个阀的管座并取下来（用#10扳手）
- ③ 在台子上准备大一些的纸，取下垫圈（2）（参照下一页的图），把阀管座稍稍斜着在台子上轻轻敲打，将装在里边的检查阀和垫圈（1）取出来。
- ④ 准备好装入了清洗液（蒸馏水）的烧杯，请将更换的垫圈以及检查阀的阀室、阀座球状物（卡纸）分组、组合，不要弄乱分别放入各个烧杯。还有请把阀管座也放入别的烧杯。

注意事项：检查阀的阀座和球状物（卡座）因为是一对一对的，请不要将其组合弄乱了，

放入别的烧杯

- ⑤ 把装有检查阀、阀管管的烧杯，放入超声波清洗器中，清洗10分钟

- ⑥ 将烧杯中的洗涤剂换成蒸馏水，再进行 5~6 分钟的超声波清洗，进行 3 次以上这样的操作，将洗涤剂充分控干（晾干）
- ⑦ 在台子上放好滤纸用小夹子（镊子）按照阀室→球状物（卡纸）→阀座的顺序取出组成检查阀。

注意事项：组装时请不要将检查阀的方向，阀座的表面和里面弄错了  
阀座的光泽的一面为球状物（卡纸）的一侧。

阀管座以及密封垫圈也要进行晾干。

- ⑧ 将组成的检查阀按照左图的顺序装入阀管座（支持器）内，请注意检查阀的朝向，阀座的朝向，垫圈的厚度。
- ⑨ 把阀管座装在泵头上（不要将吸引、喷出弄错），用#10 扳手充分拧紧（拧紧力度不够的话，有不吸引的情况）
- ⑩ 按照卸下来时相反的顺序，装上入口软管、OUTLET 管等配管。
- ⑪ 接上柱子，确认压力到稳定。

注意事项：请不要把吸入、喷出的安装弄错了，若安装弄错了，液体将不吸引、喷出。

### 8.3.6 鸽灯的更换

**警告：烫伤**

触摸灯和灯罩的话恐怕有因高温（70℃）的烫伤  
更换灯时，请关掉电源开关 20 分钟后，待灯冷下来再进行。

- ① 把主机的电源开关置于 OFF
- ② 取下螺丝 A（4 只），把光度计往胸前方向抽出
- ③ 把螺丝 B 松动转 3 圈左右，将灯罩向上抽，取下来
- ④ 使用手套、布等等把灯抓住，笔直向上拔出
- ⑤ 将新的灯，笔直的一直到根部完全插入灯座
- ⑥ 装上灯罩，拧紧螺丝 B
- ⑦ 推电源电子表 紧螺 A（4 只）

注意事项：推入光度计时，请注意不要把内侧的配件夹在光度计之间。

注意事项：请绝对不要取下灯座上有红色油漆的螺丝，若移动了灯座的安装位置  
将得不到其本来的性能，会有不能测出来的情况。

### 8.3.7 流动池分解情况

- (1) 将主机电源开关置于 OFF
- (2) 取下螺丝 A（4 只），把光度计向胸前方向抽到能取下来的位置
- (3) 取下螺丝 B（2 只），取下样池盖
- 取下螺丝 C，把样池单元泵拖出来那样取下来
  - ① 松动压紧螺丝，取下入口软管以及排泄软管
  - ② 取下螺丝 D，从样池基座上将样池座取下来（ABCD 请参照 main unit 英文说明书 8-25 和 8-26 页）
  - ③ 从样池座上取出流动样池
  - ④ 将流动样池在超声波清洗器中清洗（按照水→甲醇→水的顺序清洗）
  - ⑤ 把纱布在丙酮或者是乙醚/乙醇浸泡后擦去流动样池表面的污垢
  - ⑥ 把流动样池的入口、出口的流路孔和样池座的螺丝孔尽可能重合成中心，再把流动样池放入样池座
  - ⑦ 把入口软管的压紧螺丝和排池软管的压紧螺丝交叉拧紧、固定流动样池

- ⑧ 按照分解时相反的顺序组装，让液体流动，确认没有漏液之后把流动池单元组装进光度计

**注意事项：**压紧螺丝在用手尽量拧紧之后，再使用叉子板手拧紧约 30°

### 8.3.8 自动进样器注射器的更换

- ① 松动清洗瓶的盖子并取下来
- ② 从注射阀上取下注射器（把注射器的螺丝部向左转动之后，从挂钩槽将活塞部慢慢取出，这时多少会有液体泼撒出来，请用餐巾纸（面巾纸）等将其擦干净）
- ③ 把新注射器装满蒸馏水（把注射器插入烧杯内，反复推拉活塞，赶出注射器内的空气）
- ④ 把注射器装入到注射阀（将注射器的活塞部装到挂钩后，把注射器螺丝部往右转动好好的拧紧）
- ⑤ 把清洗瓶的盖子还原
- ⑥ 在组合操作画面的自动进样器画面的进样器清洗，进行 3 次以上，以确认在注射器内没有气泡

**注意事项：**1、注射器内是干燥状态时，请尽可能不要动活塞

2、在注射器内没有液体的时候，由于注射器的润滑性不好，会有工

作不正常，还会造成活塞密封的异常磨擦。

3、注射器向注射阀螺丝的拧紧，请用手好好的拧紧，不完全拧好的话，会引起连接部的气密性降低，是造成性能不良的原因。

### 8.3.9 喷射阀转子密封件的更换

**注意事项：**泵的送液停止之后再进行更换工作。

更换按以下步骤进行：

- ① 定子固定螺丝（3 只）用内六角扳手取下来，取下定子和定子环
- ② 拔出转子密封件
- ③ 装上新的转子密封件，此时按照转子密封件外围金属上的标记与转子吻合位置安装
- ④ 在转子销 2 根止动销之间的转动位置装上转子
- ⑤ 让定子导向销进入定子的孔那样把定子环和定子装上，用定子固定螺丝拧紧，这 3 个螺丝的拧紧，请一点一点的交叉慢慢的拧紧
- ⑥ 密封件更换后，请确认没有漏液的情况

### 8.3.10 自动进样器注入口密封件的追加紧固以及更换

#### (1) 注入口密封的追加紧固

- ① 把#10 板手卡在锁紧螺丝帽上，向反时针方向转半圈让它松动
- ② 用手将注入口向顺时针方向尽量拧紧
- ③ 用扳手将锁紧螺帽向顺时针方向旋转好好拧紧

#### (2) 注入口密封件的更换

请将注入口密封件的注入次数定在 3000 次左右为目标定期的更换

- ① 用#10 板手将锁紧螺帽向反时针方向转半圈，松动之后，用手一直把它松到碰到注入口为止
- ② 用手把注入口向反时针方向旋转，直到从导向上取下来
- ③ 从注入口下部前端取下密封件，然后，同样的将新密封件装上注入口

**注意事项：**注入口部分有污垢时，请清扫干净

- ④ 向上插入注入口，用手按顺时针方向尽量拧紧
- ⑤ 用板手将锁紧螺帽按顺时针方向好好拧紧

**注意事项：**1、注入口密封件更换后，插入电源点击摸数操作画面上的自动进样器，让进样器“OK”，开始清洗工作，这时，请确认从密封部有没

有漏液

- 2, 的先端有变形的话, 口的密封寿命将会是极其短暂, 所以请使用没有变形的针。
- 3, 入口的紧固不完全的话, 是造成性能不良的原因, 请充分确认没有松动的情况。

### 8.3.11 针的更换以及针的位置（高度）的调整

#### (1) 针的更换

- ① 在摸数操作画面, 按自动进样器的设定按钮
- ② 让注入口移动“OK”, 将针腔移动到上部空着的位置为止
- ③ 把压紧螺丝向反时针方向转动, 并取下来
- ④ 松动止动螺丝, 把针导杆以及针从针腔上边抽出来
- ⑤ 从针导杆上把针以及针套管抽出来
- ⑥ 往新的针上装好套管, 并用压紧螺丝(A) (A 请参照 main unit 英文说明书 8-36 页)  
拧紧在针导杆上

注意事项：请不要把针弄弯曲，注意操作

#### (2) 针高度的调整

- ① 针以注入口为基准, 调整高度  
在摸数操作画面, 按自动进样器的设定按钮  
点击注入口移动并点击“OK”针就移动到注入口的最下点
- ② 把针的尖端往针导杆降低到下图的位置, 让最下端用力接触到位, 拧归止动螺丝

注意事项：针的位置不好，是造成从注入口漏液或性能不良（重复性不良），和样池没有清晰干净的原因。

- ③ 调整后, 点击平台, 点击让主页“OK”, 让针回到原点

### 8.3.12 自动进样器注射阀转子密封件的更换

- ① 松动清洗瓶的盖子并取下来
- ② 从注射阀上取下注射器（把注射器的螺丝部向左转动之后, 从挂钩槽将活塞部慢慢取出来, 这时多少会有液体拨撒出来, 请用餐巾纸(面巾纸)等等将其擦干净
- ③ 取下注射阀的固定螺丝(4只), 取下定子
- ④ 从法兰盘上将转子密封件抽出来
- ⑤ 把新的转子密封件装进法兰盘, 这时, 法兰盘内的各个零件要象图示那样按顺序组装
- ⑥ 将定子装入法兰盘, 用固定螺丝(4只)交叉着好好的拧紧
- ⑦ 把新的注射器中装满蒸馏水(把注射器插入烧杯内, 反复推拉活塞赶出注射器内的空气)
- ⑧ 把注射器装入到注射阀(将注射器的活塞部装到挂钩后, 把注射器螺丝部往右转动好好的拧紧)
- ⑨ 把清洗瓶的盖子还原
- ⑩ 在摸数操作画面进行进样器清洗3次以上, 以确认在注射器内没有气泡

### 8.3.13 自动进样器进样口的更换

从上边把螺丝1、螺丝2取下来更换 (1 2 请参照 main unit 英文说明书 8-32 页)

### 8.3.14 装置长时间停止使用时

装置在停止1周以上时, 请把全流路置换成蒸馏水, 拔掉加压的N<sub>2</sub>气, 压力调到0MPa之后, 将电源开关OFF

注意事项：电源开关不置于OFF时, 请把流路转换成蒸馏水, 在摸数操作画面把反应装置的温度设定在OFF

### 8.3.15 流路上的过滤器的清洗

- (1) 取下两端压紧螺丝
- (2) 取下过滤器压紧螺丝，取出过滤器
- (3) 按照 8.3.4 之④⑤的要领清洗过滤器
- (4) 清洗后还是有堵塞时（负荷压力 0.5Mpa(5kgf/cm<sup>2</sup>)以上，流量在 0.4ml/min, 更换过滤器

注意事项：1、流路上的过滤器负荷压力（确认泵 1 的流量在 0.4ml/min 的时候，从取下主分析柱入口的一侧到流路上的过滤器的压力差）通常为 0.1~0.3MPa(1~3kgf/cm<sup>2</sup> 请在超过了 0.5Mpa(5kgf/cm<sup>2</sup>) 时清洗  
2、清洗后还是有堵塞时（负荷压力 1Mpa(10kgf/cm<sup>2</sup>) 流量在 (0.4 ml/min) 要更换过滤器

### 8.3.16 陷型模锁紧型管的连接方法

- ① 往管接头上将不锈钢管一直插到底，请不要有空隙
- ② 请不要把压紧螺丝紧过头，以及不要把套管或不锈钢管弄坏
- ③ 分析柱出口一侧的特氟伦管也是陷型模锁紧型的，请不要把螺丝紧过头和弄坏特氟伦管，如果特氟伦管中间细的部分大的话，在前端 10mm 处剪成直角，再拧紧。

### 8.3.17 参数架的设定

从自动进样器的标准架（架数 120 只）变更成冷却架（架设 80 只）时，以及从小玻璃瓶变成微量玻璃瓶等，需要设定参数架，以下表示的是其设定值

**表略**

设定是在主机正面上部的进样器操作面板（参照下面）进行，以下表示的是设定步骤。另外，请把这个面板上设定了的内容，参照 4.5.4 项，把同样的内容也设定在 PC 一侧，参数架（RACK PARAM）的设定步骤。

① 参数架的内容

X1: 最初试管的 X 座标

Y1: 最初试管的 Y 座标

X2: 最后试管的 X 座标

Y2: 最后试管的 Y 座标

Z1: 针高度（从上点开始的距离）

Nx: X 方向的试管数 (1~20)

Ny: Y 方向的试管数 (1~20)

P: 工作方式

② 参数架的设定步骤：

在输入参数架时，选择用应用画面“2) RACK PARAM”

STEP	VIAL	VOL(μl)	INJ	TIME(min)	[S]
1	1	10.0	1/1	0.0	

<初始画面>

UTILITY



[UTILITY]	1
1) SEQ	2) RACK PARAM

<应用画面>

2 ENTER



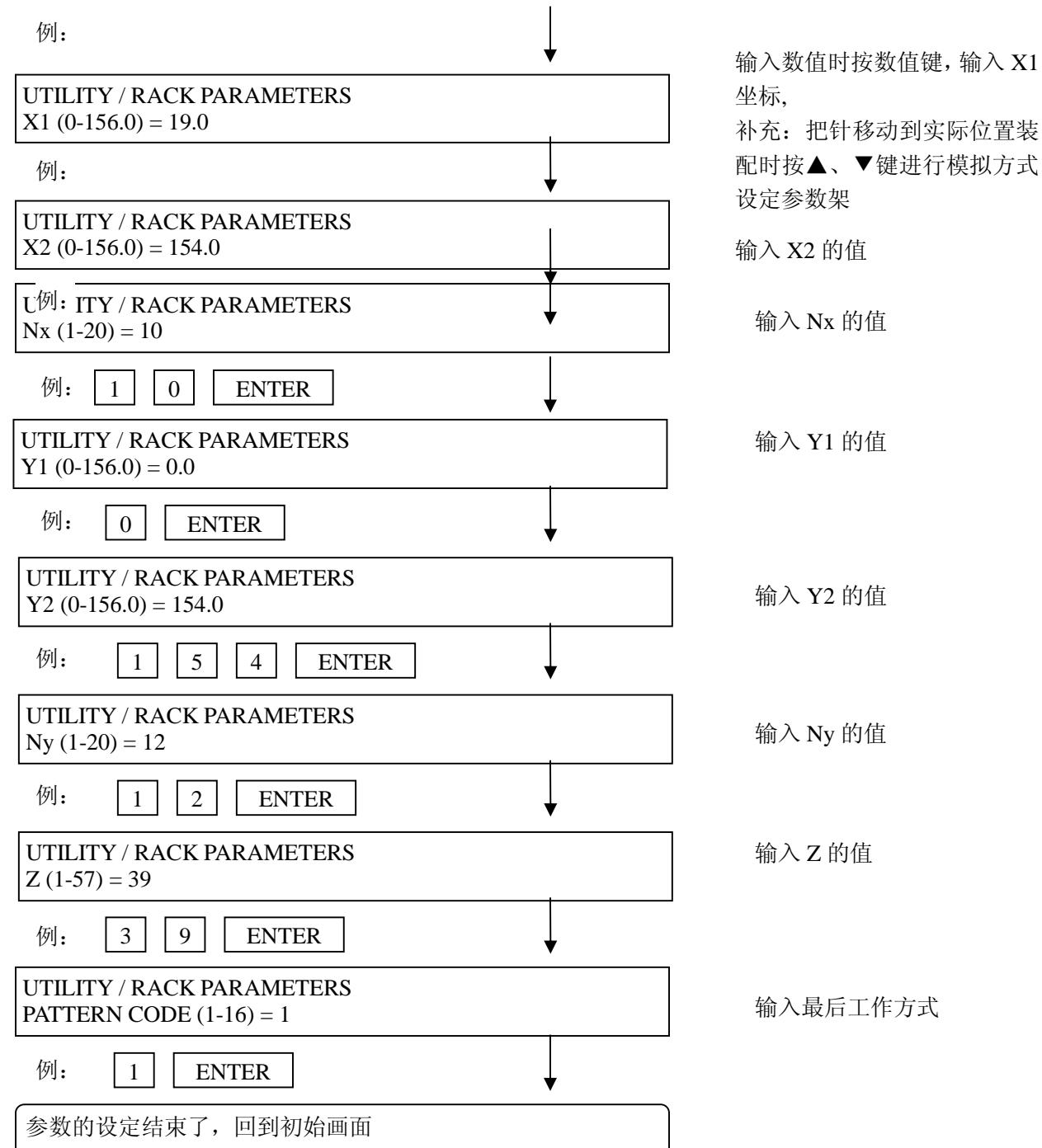
UTILITY / RACK
RACK CODE (1-16) = 1

<输入画面>

1 ENTER

41

从这里开始要输入参数，设定架的代号，架的代号可在 1~16 的范围输入



## 第 9 章 保养零件表

### 9.1 定期更换的零件

请将以下定期更换的零件为仪器的运转随时准备仅仅是需要的数量。预想寿命以及年使用量, 是在由标准分析来全负荷运转 300 天时的值, 因为这个值根据条件又有很大

的变化，所以请在实际使用条件下准备适当的数量。

零件号	品名	使用处	预想寿命	年使用量	备注
855-5030	泵密封件	泵 1.2	约 720 小时	20	参照 8.3.1
855-5034	清洗密封件	泵 1.2	约 720 小时	20	参照 8.3.1
855-1200	灯	光度计	约 1000 小时	8	参照 8.3.6
855-2351	隔膜 (100 个/袋)	样品瓶		12	
855-36443	过滤器	流路过滤器	乐个月	2	参照 8.3.15
080-3040	注入通道密封件	自动进样器	3000 次	2~4	参照 8.3.10
080-1064	注射器 (0.5ml)	自动进样器	柱塞往返 5 万次	1	参照 8.3.8
855-5241	吸引盘管	自动进样器	约 1 年	1	检查注射器和针之间
855-5539	注射阀	自动进样器	转换次数 1 万次	1	参照 8.3.9
810-3030	针	自动进样器	约 1 年	1	参照 8.3.11
810-3095	注射阀密封件	自动进样器	转换次数 3 万次	1	参照 8.3.12
635-6247	针套管	自动进样器	约 1 年	1	参照 8.3.11
810-3010	清洗通道	自动进样器	约 1 年	1	参照 8.3.13

## 9.2 保养用的预备零件

以下的零件是装置在长时间运转时要准备的零件

零件号	品名	使用处	保有数量	备注
855-5028	柱塞	泵 1.2	2	参照 8.3.1
855-2920	排泄阀密封件	排进阀	1	参照 8.3.2
810-1128	排泄阀密封圈	排进阀	1	参照 8.3.2
855-5084	检测阀部分 (855-1381 球+阀座) (855-5171 阀体)	泵 1.2	1	参照 8.3.5
				参照 8.3.5
				参照 8.3.5
855-5086	阀密封圈 (1)	泵 1.2	2	参照 8.3.3
855-5087	阀密封圈 (2)	泵 1.2	1	
810-1031	流路过滤部分 (658-1423 过滤器) (638-1422 密封圈)	排泄阀	1	
855-5200	电磁阀	电磁阀单元	1	
855-4069	IL 试剂瓶 (聚乙烯)	缓冲液用	1	
855-5098	脱气管 (1) 套件	反应液, 缓冲液用	1	参照 8.1
855-5099	脱气管 (2) 套件	清洗液用	1	参照 8.1
635-1973	特氟伦管	流路	1	

	0.25mmID x 0.66T (10m)			
635-1971	特氟伦管 0.33mmID x 0.62T (10m)	流路	1	
635-1972	特氟伦管 0.5mmID x 0.5T (10m)	流路	1	
635-1967	SVS (不锈钢) 导管 0.25mmID x 0.66T (10m)	流路	1	
635-1968	SVS (不锈钢) 导管 0.5mmID x 0.5T (10m)	流路	1	
635-1974	SVS (不锈钢) 导管 0.8mmID x 0.38T (10m)	流路	1	
855-5110	PEEK 方便的连接件	流路	10	
835-2240	套管 1/16	流路	10	
J821165	保险丝 HM10	泵电路板/PD 电路板	4	
J821166	保险丝 HM16	N2 电路板	1	
J821159	保险丝 LM50	反应装置	1	
855-1379	小玻璃瓶套件 (50.1500ul 共用 36 个/合)	样品瓶	5	
855-5064	预热盘管部	反应装置	1	