

高效液相色谱仪色谱图异常的原因及处理方法

高效液相色谱仪色谱图出现保留时间变化、保留时间缩短、保留时间延长、出现肩峰或分叉、峰拖尾和峰展宽等异常时，原因及处理方法如下：

一、保留时间变化：

- 1、柱温变化：配置柱恒温，必要时需配置恒温箱。
- 2、等度与梯度间未能充分平衡：至少用 10 倍柱体积的流动相平衡柱。
- 3、缓冲液容量不够：用大于 25mmol/L 的缓冲液。
- 4、柱污染：每天冲洗柱。
- 5、柱内条件变化：稳定进样条件，调节流动相。
- 6、柱快达到寿命：用保护柱。

二、保留时间缩短：

- 1、流速增加：检查泵，重新设定流速。
- 2、样品超载：降低样品量。
- 3、键合相流失：流动相 PH 值保持在 3~7.5。
- 4、流动相组成变化：防止流动相蒸发或沉淀。
- 5、温度增加：柱恒温。

三、保留时间延长：

- 1、流速下降：管路泄漏，更换泵密封圈，排除泵内气泡。
- 2、硅胶柱上活性点变化：用流动相改性剂（如三乙胺等）或碱致钝化柱。
- 3、键合相流失：流动相 PH 值保持在 3~7.5。
- 4、流动相组成变化：防止流动相蒸发或沉淀。
- 5、温度降低：柱恒温。

四、出现肩峰或分叉：

- 1、样品体积过大：用流动相配样，总的样品体积小于第一峰的 15%。
- 2、溶剂过强：用较弱的溶剂。
- 3、柱塌陷或形成短路通道：更换色谱柱，采用较弱腐蚀性条件。
- 4、柱内烧结不锈钢失效：更换烧结不锈钢，加在线过滤器，过滤样品。
- 5、进样器损坏：更换进样器。

五、峰拖尾：

- 1、柱超载：降低样品量，增加柱直径，用较高容量的固定相。
- 2、峰干扰：清洁样品，调整流动相。
- 3、硅羟基作用：钝化样品。
- 4、死体积或柱外体积过大：连接点降至最低，对所有连接点作适当调整，尽可能采用细内径的连接管。
- 5、柱效下降：用较低腐蚀条件，更换柱，用保护柱。

六、峰展宽：

- 1、进样体积过大。
- 2、在进样阀中造成峰扩展：进样前后排出气泡以降低扩散。
- 3、数据系统采样速率太慢：设定速率应每峰大于 10 点。
- 4、检测器时间常数过大：设定时间常数为感兴趣第一峰半宽的 10%。
- 5、流动相粘度过高：增加柱温，用低粘度流动相。
- 6、检测池体积过大：用小体积检测池，卸下热交换器。
- 7、柱外体积过大：将连接管径和连接管长度降至最小。
- 8、保留时间过长。
- 9、样品过载。

来源：<http://www.fudizao.com>