

药物分析辅导：HPLC故障及排除方法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18681.htm

(一) 保留时间变化

- 柱温变化：柱恒温；
- 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
- 缓冲液容量不够：用 $>25\text{mmol/L}$ 的缓冲液
- 柱污染：每天冲洗柱
- 柱内条件变化：稳定进样条件,调节流动相
- 柱快达到寿命：采用保护柱

(二) 保留时间缩短

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

(三) 保留时间延长

- 流速下降：管路泄漏,更换泵密封圈,排除泵内气泡
- 硅胶柱上活性点变化：用流动相改性剂,如加三乙胺,或采用碱至钝化柱
- 键合相流失：同前(二)3
- 流动相组成变化：同前(二)4
- 温度降低：同前(二)5

(四) 出现肩峰或分叉

- 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%
- 样品溶剂过强：采用较弱的样品溶剂
- 柱塌陷或形成短路通道：更换色谱柱,采用较弱腐蚀性条件
- 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
- 进样器损坏：更换进样器转子

(五) 鬼峰

- 进样阀残余峰：每次用后用强溶剂清洗阀,改进阀和样品的清洗
- 样品中未知物：处理样品
- 柱未平衡：重新平衡柱,用流动相作样品溶剂(尤其是离子对色谱)
- 三氟乙酸(TFA)氧化(肽谱)：每天新配,用抗氧化剂
- 水污染(反相)：通过变化平衡时间检查水质,用HPLC级的水

(六) 基线噪声

- 气泡(尖锐峰)：流动相脱气,加柱后背压
- 污染(随机噪声)：清洗柱,净化样品,用HPLC级试剂
- 检测

器灯连续噪声：更换氙灯 4.电干扰(偶然噪声)：采用稳压电源,检查干扰的来源(如水浴等) 5.检测器中有气泡：流动相脱气,加柱后背压 (七)峰拖尾 1.柱超载：降低样品量,增加柱直径采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：加三乙胺,用碱致钝化柱增加缓冲液或盐的浓度降低流动相PH值,钝化样品 4.同前(四)4：同前(四)4 5.同前(四)3：同前(四)3 6.死体积或柱外体积过大：连接点降至最低,对所有连接点作合适调整,尽可能采用细内径的连接管 7.柱效下降：用较低腐蚀条件,更换柱,采用保护柱 (八)峰展宽 1.进样体积过大：同(四)1 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：设定速率应是每峰大于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,采用低粘度流动相 6.检测池体积过大：用小体积池,卸下热交换器 7.保留时间过长：等度洗脱时增加溶剂含量也可用梯度洗脱 8.柱外体积过大：将连接管径和连接管长度降至最小 9.样品过载：进小浓度小体积样品 100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com