

當您經常使用的分析管柱出現了和以往不同的分析圖譜，該如何排除問題呢？

下表幫助您了解並解決層析圖譜顯示的潛在問題。

診 狀	可 能 的 原 因	解 決 方 法
(一) 滯留時間變化	1.分析管柱溫度變化 2.等度(isocratic)與梯度(gradient)間未能充分平衡 3.緩衝液容量不夠 4.分析管柱污染 5.分析管柱內條件變化 6.分析管柱快達到壽命	分析管柱恒溫 至少用10倍分析管柱體積的移動相平衡分析管柱 用>25mmol/L的緩衝液 每天沖洗分析管柱 穩定進樣條件 調節移動相 採用保護管柱或更換新的分析管柱
(二) 滯留時間縮短	1.流速增加 2.樣品超載(Overloading) 3.分析管柱的鍵合相流失 4.移動相組成變化 5.溫度增加	檢查幫浦，重新設定流速 降低樣品注射量 移動相pH值保持在3~7.5 檢查分析管柱的方向 防止移動相蒸發或沉澱 分析管柱恒溫
(三) 滯留時間延長	1.流速下降 2.矽膠分析管柱上活性點變化 3.分析管柱的鍵合相流失 4.移動相組成變化 5.溫度降低	管路測漏 更換幫浦密封圈 排除幫浦內氣泡 用移動相改性劑，如加三乙胺，或採用鹼性溶液 移動相pH值保持在3~7.5 檢查分析管柱的方向 防止移動相蒸發或沉澱 分析管柱恒溫
(四) 出現肩峰(Shoulder peak)或分叉	1.樣品濃度過高或注射量過多 2.樣品溶劑過強 3.分析管柱塌陷或形成短路通道 4.樣品含有污染物	用移動相配製樣品，總樣品體積小於第一峰的15% 注射量降低 採用較弱的樣品溶劑 更換分析管柱 採用較弱腐蝕性條件 加在線過濾器(on-line filter) 過濾樣品
(五) Ghost peak	1.進樣閥(Injector)殘餘樣品 2.樣品中未知物 3.分析管柱未平衡 4.三氟乙酸(TFA)氧化 5.水污染(逆相)	每次使用後用強溶劑清洗進樣閥 改善進樣閥和樣品的清洗 重新處理樣品 重新平衡分析管柱 用移動相作樣品溶劑 (尤其是 Ion-pairing chromatography) 每天重新配製 用抗氧化劑 使用HPLC級的水

當您經常使用的分析管柱出現了和以往不同的分析圖譜，該如何排除問題呢？
下表幫助您了解並解決層析圖譜顯示的潛在問題。

診 狀	可 能 的 原 因	解 決 方 法
(六) 基線雜訊(Noise) 變大	1.氣泡(尖銳的波峰)	移動相脫氣 加分析管柱後背壓
	2.污染(隨機雜訊)	清洗分析管柱 淨化樣品 使用HPLC級試劑
	3.偵測器(Detector)燈連續雜訊	更換氙燈
	4.電干擾(偶然雜訊)	採用穩壓電源 檢查干擾的來源(如水浴等)
	5.偵測器中有氣泡	移動相脫氣 加分析管柱後背壓
(七) 波峰拖尾	1.分析管柱超載	降低樣品量 增加分析管柱直徑 採用可負荷較高容量的固定相
	2.波峰干擾	樣品純化 調整移動相
	3.矽羟基(SiOH)作用	加三乙胺或鹼性溶液 增加緩衝液的濃度 降低移動相pH值
	4.樣品含有污染物	加在線過濾器(on-line filter) 過濾樣品
	5.分析管柱塌陷或形成短路通道	更換分析管柱 採用較弱腐蝕性條件
	6.Dead Volume或分析管柱外體積 過大	系統內之管線連接點降至最少，對 所有連接點作合適的調整，儘可 能採用細內徑的連接管
	7.分析管柱分析效能下降	用較低腐蝕條件 更換分析管柱 採用保護管柱
(八) 波峰寬度增加	1.樣品濃度過高或注射量過多	用移動相配製樣品，總樣品體積小 於第一峰的15% 注射量降低
	2.在進樣閥中造成波峰擴展	注射前後排出氣泡以降低擴散
	3.數據擷取系統設定的取點數太慢	設定速率應是每峰大於10點
	4.偵測器時間常數過大	設定時間常數為第一峰半寬的10%
	5.移動相黏度過高	增加分析管柱溫度 採用低黏度移動相
	6.偵測器flow cell的體積過大	用小體積flow cell 卸下熱交換器
	7.滯留時間過長	等度洗脫時增加溶劑含量，也可用 梯度洗脫
	8.分析管柱外體積過大	將連接管徑和連接管長度降至最小
	9.樣品超載	注射較低濃度或較小體積的樣品