

深航通讯

2012年第1期



天津市深航科技仪器有限公司



刊首寄语

《琛航通讯》是天津市琛航科技仪器有限公司自主创办推出的全新的应用技术及经验互动交流平台，本期刊力求及时向您提供业界最新的技术资讯，使用经验，具体应用方法等全方位最具专业价值的信息。

本期刊根植于液相色谱行业，以专业的技术服务为依托，以市场为导向，以客户服务为宗旨，努力超越，追求卓越，我们真心的希望本刊能够成为您忠实的朋友。让我们一起祝愿

《琛航通讯》能够越办越好，也衷心希望广大读者以及业内同行共同参与，关心《琛航通讯》的成长。

目 录

2 刊首寄语

3 公司简介

3 天津市琛航科技仪器有限公司

4~11 应用在线

4 高效液相柱后衍生荧光检测法测定黄曲霉毒素

6 硫酸庆大霉素出峰情况比较研究

7 神奇的三乙胺

8 外标法检测样品中柚皮苷含量

10 阿莫西林有关物质检测

12~17 技术交流

12 食品中塑化剂检测方案探索

13 综合评价 C18 色谱柱性能的实验方法介绍

14 梯度实验常见的问题与解决方案

15 紫外检测器常见故障分析

16 高效液相色谱等度系统气泡故障排除

18~20 谱图荟萃

天津市琛航科技仪器有限公司是一家专业的实验室产品供应商，多年从事液相色谱全线产品的开发、研制、生产和销售。公司自创业初始，就以“科技保证质量，服务完善产品”为宗旨，为广大分析仪器行业的用户提供先进的设备和一流的服务。公司拥有经验丰富的生产人员，强劲的研究开发队伍，严格的质量管理和全方位的顾客服务体系。

做为美国 **CoMetro** 公司的液相色谱仪及美国索福达 **SofTA** 公司蒸发光散射检测器在中国地区的独家代理，以及美国 **VICI** 和 **Hamilton** 公司的一级代理商，我们将长期为用户提供从仪器硬件配置到安装、调试、应用及维修服务等全过程的技术支持。

公司始终如一地贯彻国际质量管理体系，通过了 **ISO9001** 质量管理体系认证，进一步提升了琛航公司的质量控制能力。公司全体员工秉承“诚信、尊重、成就、创新”的企业精神，坚持“一切为了用户”的质量方针，为国内外的客户提供最高性价比的产品，竞争性的价格，及时的交货和完美的服务。

高效液相-柱后衍生-荧光检测法测定黄曲霉毒素

黄曲霉毒素是黄曲霉在生长繁殖过程中产生的一组有毒代谢产物,黄曲霉毒素主要污染粮食和油料作物,如花生、玉米、大米、棉籽等。黄曲霉毒素对人及动物肝脏组织有破坏作用,严重时可导致肝癌甚至死亡。因此国际上对食品中黄曲霉毒素有严格的限量要求。

本文采用高效液相荧光检测器柱后衍生法对黄曲霉毒素进行测定,通过色谱柱的选择,流动相配比的优化以及检测器条件的调整等手段,以期得到黄曲霉毒素的最佳分离效果。



6000 系列柱后衍生系统

一、实验方法

Cometro 高效液相色谱系统;

荧光检测器, 激发波长 360nm, 发射波长 450nm,

Cometro 柱后衍生系统, 柱后衍生 70 度, 衍生剂: 碘的 0.03% 甲醇水溶液, 流速 0.3ml/min;

流动相: 甲醇-乙腈-水;

流速: 0.8ml/min;

色谱柱: 多种品牌的十八烷基键合硅胶柱;

样品: 黄曲霉毒素储备液;

二、结果与分析

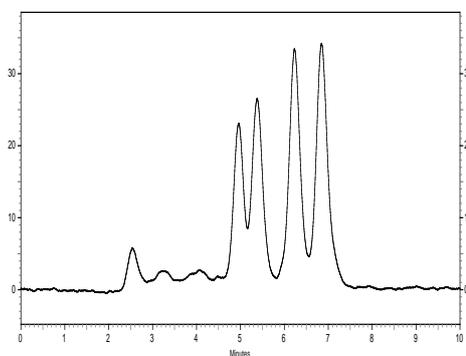
1、色谱柱的选型

采用四种不同品牌的 C18 色谱柱, 分别标记为进口柱 1、进口柱 2、进口柱 3、Comatex 柱。

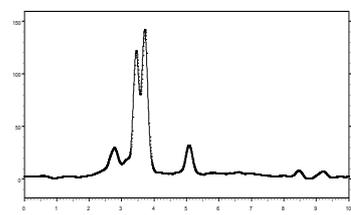
流动相: 甲醇-乙腈-水=40:18:42

进样量: 10 μ l

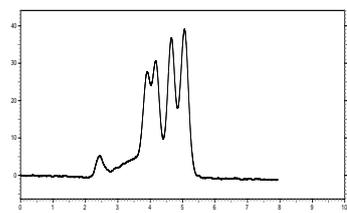
由实验结果可以看出, 四种不同填料的色谱柱中, Comatex 柱的分离效果最好, 但仍然不能得到一个良好的分离度, 因此, 通过改变流动相的比例来进一步改善分离效果。



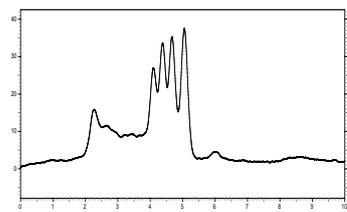
Comatex 柱



进口柱 1



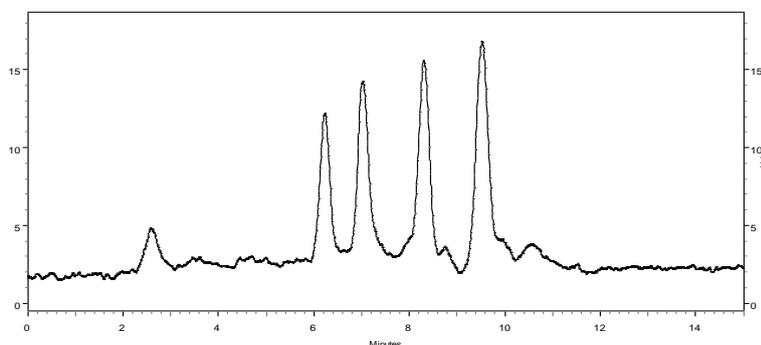
进口柱 2



进口柱 3

2、流动相配比的优化

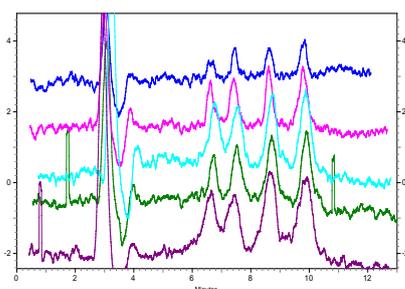
通过上述实验，选择分离效果最好的 Comatex 柱，调节流动相的比例为甲醇-乙腈-水=40:10:50，其他实验条件不变。



在该条件下，可以得到一个较好的分离效果。

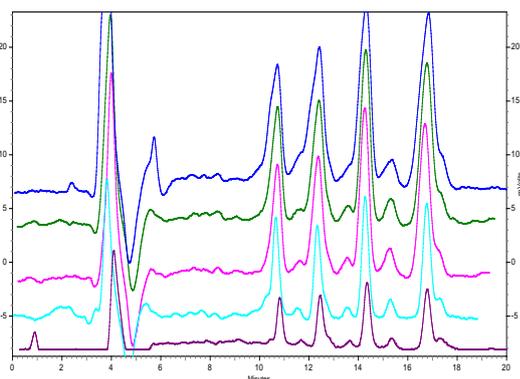
3、检测器条件的调整

将工作液稀释 25 倍后，进样量分别为 5 μ l、10 μ l、15 μ l、20 μ l、25 μ l，测定样品的标准曲线。



噪音大灵敏度低，信噪比、分离度差

优化调整检测器条件，使用 Comatex C18 色谱柱，优化流动相，重复上述实验。



上述结果显示，基线噪音 (0.2mv)，灵敏度，信噪比 (>10)，柱效 (>9000)，主峰之间的分离度 (>1.5)。

三、结论

通过色谱柱的选择，流动相配比的优化，以及灯的能量的调节，可以提高分离度，降低噪音，提高灵敏度，得到良好的分离效果。采用高效液相荧光检测器柱后衍生法测定黄曲霉毒素，选用 Comatex 色谱柱；流动相为甲醇-乙腈-水=40:10:50；优化检测器条件，可以得到最佳分离效果。

硫酸庆大霉素出峰情况比较研究

一、实验方法

Cometro 高效液相色谱系统;

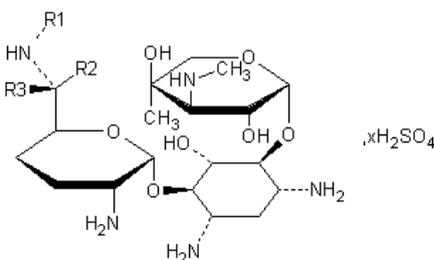
色谱柱: Inertex C₁₈ 150*4.6mm, 5μm;

蒸发光散射检测器 (SOFTAM300S):

SC 30°C, DT 70°C, CL 20%; Gain: Normal;

流速: 1.0ml/min, 0.8 ml/min, 0.6 ml/min;

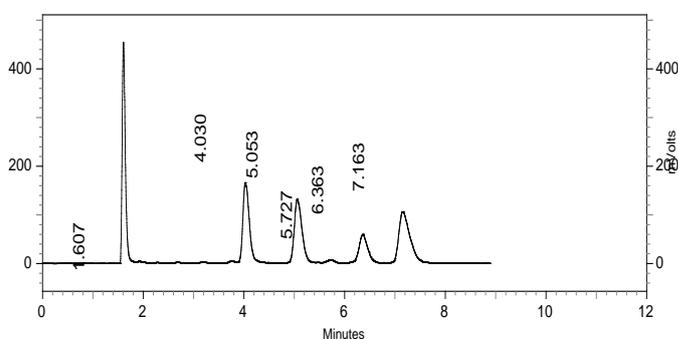
样品: 硫酸庆大霉素样品 2.5mg/ml;



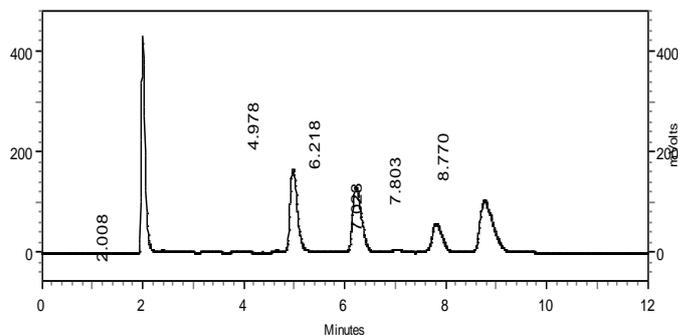
硫酸庆大霉素

二、实验结果

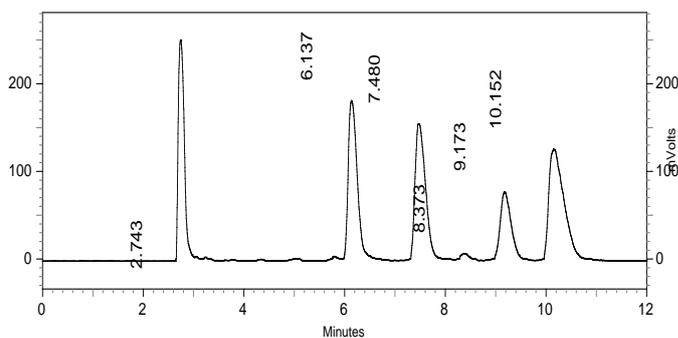
1、流速 1.0ml/min



2、流速 0.8ml/min



3、流速 0.6ml/min



SofTA 蒸发光散射检测器 M300s

三、结论

通过不同流速的比较可以看出, 在所有样品都能完全分离的情况下, 流速为 1ml/min 时效果最好。

神奇的三乙胺

一、实验方法

Cometro 高效液相色谱系统;

色谱柱: Comasil BDS C18 250*4.6mm, 5 μ m

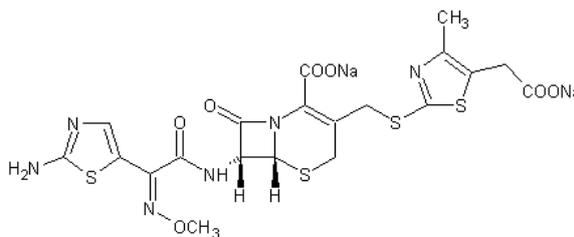
流动相: 磷酸盐缓冲溶液 (0.87g 磷酸二氢钾与 0.22g 无水磷酸氢二钠, 加水稀释至 1000ml, 摇匀)
-乙腈-三乙胺

检测波长: 262nm

流速: 1ml/min

样品: 头孢地嗪钠样品 (0.2mg/ml)

进样量: 10 μ l



头孢地嗪钠分子结构

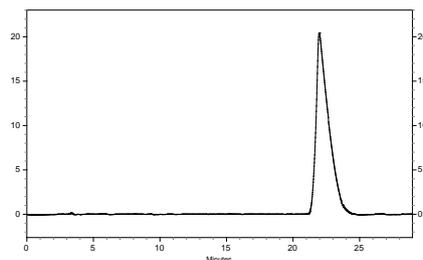
二、实验结果与分析

1、药典标准 (图 a)

流动相: 磷酸盐缓冲溶液-乙腈=92:80

Retention Time	Theoretical plates (USP)	Asymmetry
21.970	2291	1.97117

对称性 1.97, 严重拖尾, 柱效低



(图 a)

2、加入 1% 三乙胺 (图 b)

流动相: 磷酸盐缓冲溶液-乙腈-三乙胺=92:8:1, 磷酸调 pH=6
40min 未出峰, 增加流动相中有机相乙腈的比例, 缩短保留时间

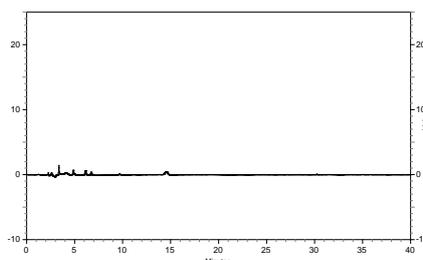
3、调节流动相配比 (图 c)

流动相: 磷酸盐缓冲溶液-乙腈-三乙胺=80:20:1, 磷酸调 pH=6

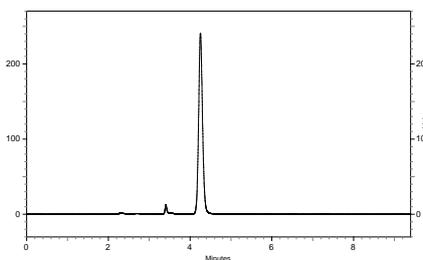
Retention Time	Theoretical plates (USP)	Asymmetry
4.253	9450	1.11056

三、结论

头孢地嗪钠的分子结构中含有较多的碱性基团, 容易与 C18 色谱柱中残余的硅羟基发生较强的相互作用而致色谱峰严重拖尾, 三乙胺的加入可以有效屏蔽这些相互作用, 同时还可以增强色谱柱与头孢地嗪钠分子间的非极性相互作用, 色谱峰明显改善。



(图 b)



(图 c)

外标法检测样品中柚皮苷含量

一、实验方法

Cometro 高效液相色谱系统;

色谱柱: Comasil C₁₈ 250*4.6mm, 5 μ m;

流动相: 甲醇-水=40:60;

紫外检测器波长: 283nm;

流速: 1.0ml/min;

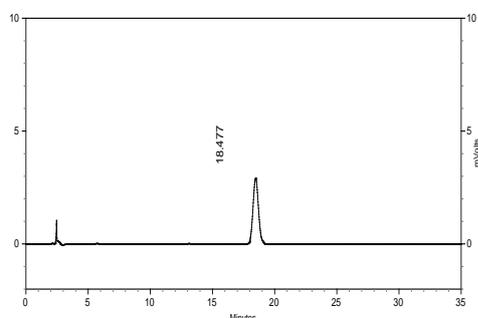
样品: 柚皮苷对照品 (19.68 μ g/ml), 样品;

进样量: 对照品分别进样 2.5 μ l、4 μ l、5 μ l、6 μ l、7.5 μ l 各 5 次, 样品进样 5 μ l, 使样品与标准品 5:1 混合再进样 5 μ l, 考察线性相关性, 保留时间重现性, 峰面积重现性, 回收率。

二、实验结果与分析

1、对照品 5 μ l

附进样量, 保留时间, 峰面积关系表:

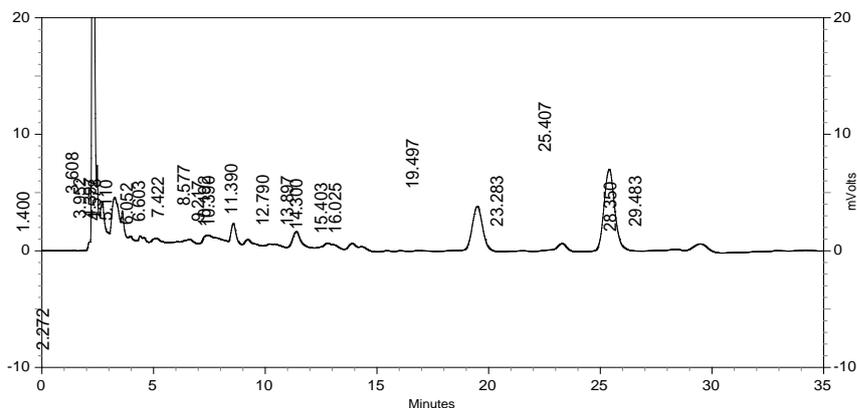


进样量/ μ	保留时间/min	峰面积/mV*min
2.5	18.386	42387
4	18.377	71244
5	18.477	89103
6	18.539	106504
7.5	18.501	134769

Channel A Results

Name	Retention Time	Area	Theoretical plates (USP)	Resolution (USP)	Asymmetry
柚皮苷	18.477	89103	8137	0.00000	1.09209

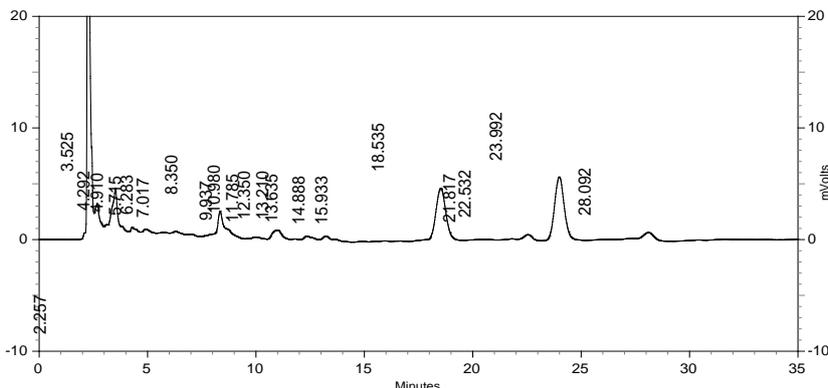
2、样品 5 μ l



Channel A Results

Name	Retention Time	Area	Theoretical plates (USP)	Resolution (USP)	Asymmetry
柚皮苷	18.477	89103	8137	0.00000	1.09209

3、样品与标准 5:1 混合后进样 5μl



Channel A Results

Name	Retention Time	Area	Theoretical plates (USP)	Resolution (USP)	Asymmetry
柚皮苷	18.535	120336	7828	2.87114	1.03257

三、结果运算

1、保留时间重现性考察

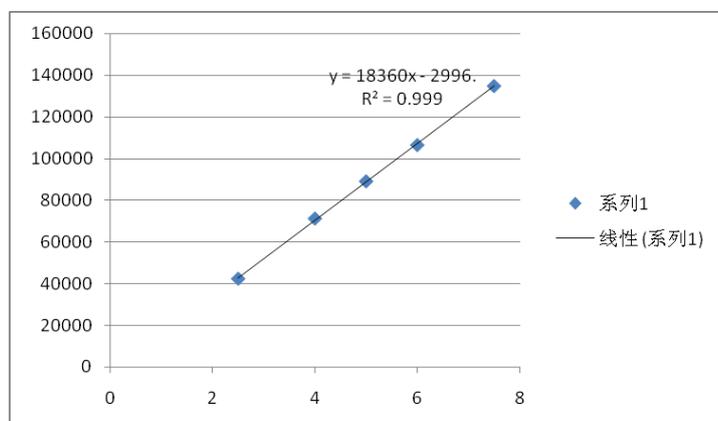
保留时间	18.386	18.377	18.477	18.539	18.501
RSD	0.3747%				

2、峰面积重现性考察

峰面积	89103	89105	88953
RSD	0.0979%		

3、线性相关性考察及样品含量计算

以进样量为横坐标，峰面积为纵坐标，得线性方程：



由此可算出样品含柚皮苷 28.08μg/ml。

4、回收率考察：

根据上面线性方程可算出混合后样品含柚皮苷 26.43μg/ml，而实际真值是 26.68μg/ml，因此得回收率为 99.06%。



四、综述

此四项考察综合考察了检测器的吸收稳定性，泵的流量精确性，进样阀、进样针的精确性，Comasil 色谱柱的优质性。

阿莫西林有关物质检测

一、实验方法

Cometro 高效液相色谱系统;

色谱柱: Comasil C₁₈ 250*4.6mm, 5μm;

波长: 254nm;

流速: 1.0ml/min;

样品: 阿莫西林原料样品 (约 2mg/ml);

对照品 (20μg/ml);

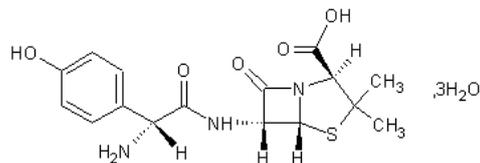
进样量: 20μl

流动相: A 磷酸盐 (pH=5) -乙腈=99:1;

B 磷酸盐 (pH=5) -乙腈=80:20。

梯度表

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	92	8
15.00	92	8
40.00	0	100
55.00	0	100
56.00	92	8
70.00	92	8



阿莫西林分子结构

Name	Retention Time	Area	Theoretical plates (USP)	Resolution (USP)
------	----------------	------	--------------------------	------------------

样品

1	2.787	9464	6111	0.00000
2	5.142	27245	9917	13.49134
3	7.080	24450	11532	8.24395
阿莫西林	11.223	4690129	8036	10.83894
4	17.268	8253	11995	10.68492
5	25.923	13824	160765	19.46456
6	27.470	7857	161474	5.81389
7	30.797	10138	315697	13.50415
8	31.830	15339	372563	4.83051
9	33.063	4103	206428	4.93651
10	34.923	20142	359640	7.09890
11	37.430	3251	64676	6.10147
12	39.792	3050	108857	4.40964
梯度假峰	41.345	8157	266135	3.86885
梯度假峰	46.210	31615	205741	13.36384
梯度假峰	58.990	38043	61357	18.79275

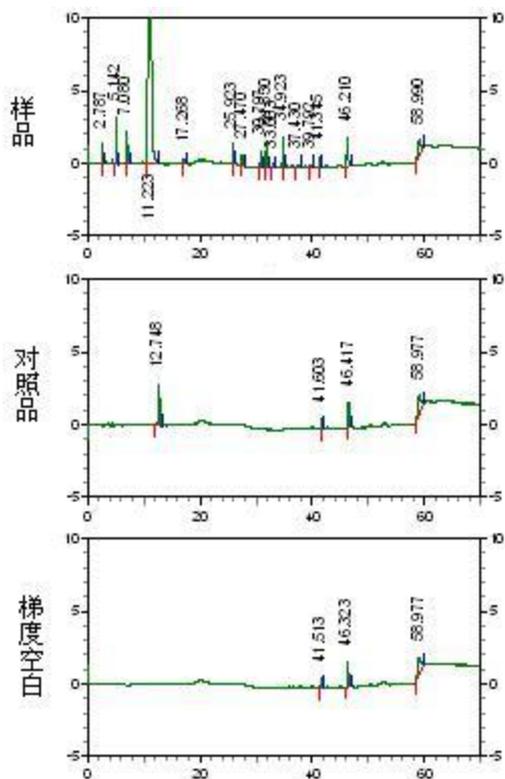
对照品

阿莫西林	12.748	53226	12032	0.00000
梯度假峰	41.603	6591	367607	78.05457
梯度假峰	46.417	24679	245449	14.82780
梯度假峰	58.977	48226	57297	18.46654

梯度空白

梯度假峰	41.513	6560	352379	0.00000
梯度假峰	46.323	24802	236337	14.55634
梯度假峰	58.977	42866	56800	18.45865

二、实验结果



三、结论

1、第一张图关注 8 个杂质小峰，第二张图关注 12min 处的大峰。由第三张图我们可以判断 41min, 46min, 58min 处的峰为梯度假峰，因此不予考虑，其次根据药典规定“供试品溶液任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍 ($53226 \times 0.05 = 2613.3$) 的峰可忽略不计”，实验者已经在积分的时候忽略。

2、根据有关物质的二条规定我们逐条分析：

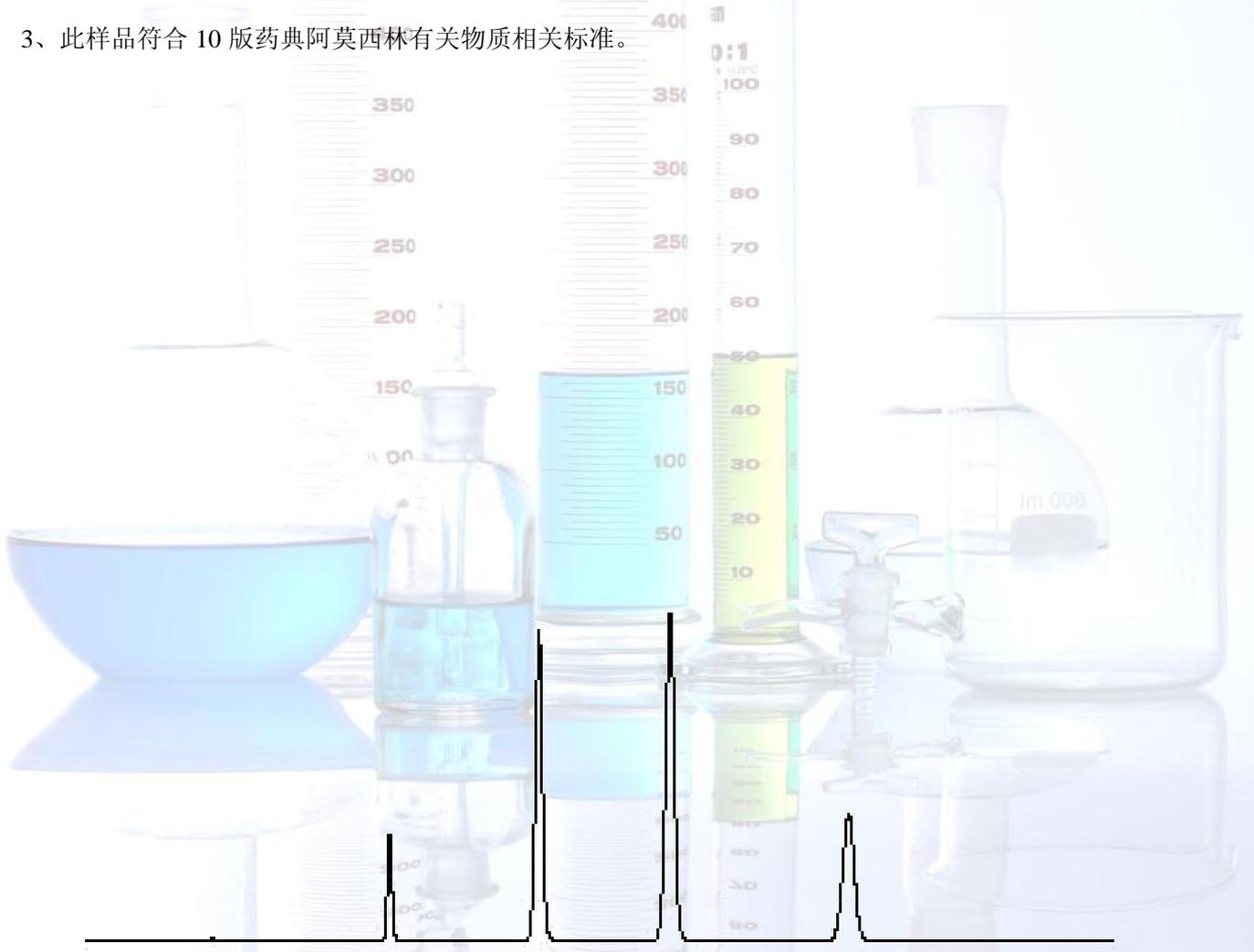
供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积；

分析：对照品的主峰面积为 53226，杂质 1-12 均小于它，此点合格。

各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰的三倍。

分析：对照品主峰面积的三倍为 159678，杂质 1-12 峰面积和为 147116，此点合格。

3、此样品符合 10 版药典阿莫西林有关物质相关标准。



食品中塑化剂检测方案探索

塑化剂 (Plasticizer), 或称增塑剂、可塑剂, 是一种增加材料的柔韧性或是材料液化的高分子材料助剂。其性状为无色无臭液体, 不溶于水, 溶于乙醚、乙醇、矿物油等有机溶剂。

台湾塑化剂风波如滚雪球般愈演愈烈, 已酿成一次重大食品安全危机。2011年5月起台湾食品中先后检出 DEHP、DINP、DNOP、DBP、DMP、DEP 等 6 种邻苯二甲酸酯类塑化剂成分, 药品中检出 DIDP。截止 6 月 8 日, 台湾被检测出含塑化剂食品已达 961 项。6 月 1 日卫生部紧急发布公告, 将邻苯二甲酸酯 (也叫酞酸酯) 类物质, 列入食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单。

这里的“塑化剂”指的是工业用的塑料软化剂。这次食品风波中涉及的主要有两种: 邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯 (DEHP), 主要用于 PVC (聚氯乙烯) 塑料制品中, 例如保鲜膜、食品包装、玩具等; 邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)。其他的例如邻苯二甲酸酯二丁酯 (DBP)、邻苯二甲酸苄丁酯 (BBP) 都是广泛使用的增塑剂。

下面主要介绍一种常见“塑化剂”的检测方法:

一、样品的前处理

以饮料为例, 使用固相萃取方法处理样品如下:

- 1、固相萃取柱: C8;
- 2、活化: 5mL 二氯甲烷, 5mL 甲醇, 5mL 纯净水;
- 3、上样: 20mL 饮料样品, 减压过柱, 流速<5mL/min; 上样后, 抽干 SPE 柱 5min;
- 4、清洗: 3mL 5% 甲醇水溶液;
- 5、洗脱: 1mL 丙酮: 乙酸乙酯=3:1 洗脱, 浓缩后进样, 反相色谱则需将洗脱液吹干后, 使用甲醇重新定容后进样。

三、色谱图如下:

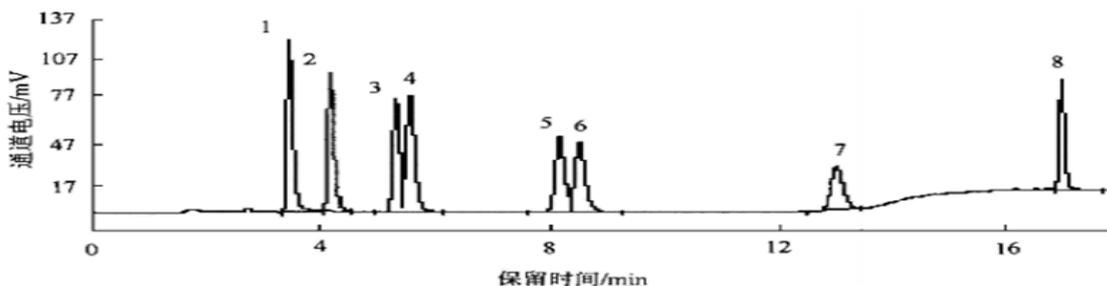


Figure 1 (1) DEP (2) DPrP (3) BBP (5) DAP (6) DCHP (7) DHP (8) DEHI



SPE 固相萃取小柱

二、HPLC 方法

CoMetro 高效液相色谱系统;

色谱柱: Comasil C18 250×4.6mm, 5μm;

流动相: 水-甲醇;

紫外检测器波长: 225nm;

流速: 1.0mL/min;

柱温: 35℃;

进样量: 20μL。

综合评价 C18 色谱柱性能的实验方法介绍

液相色谱中使用 C18 柱的反相色谱法以生物体相关物质为分析对象，能够满足主要研究领域的需要，使用最为广泛。而随着硅胶原料、键合方式、封尾方式的不同，生产出的色谱柱性能也不同，市场上则因此有数以百计性能不同的 C18 柱。而评价这些色谱柱的性能一般需要从以下 4 点入手：

- 1、对化合物的保留能力；
- 2、对酸性及中性化合物的理论塔板数和峰形；
- 3、对极性（碱性）化合物的峰形；
- 4、对配位化合物的峰形。

针对上述四点原则，本公司建立了统一的标准，以此来评价自己生产的 C18 色谱柱。

具体测定方法如下：

样品：尿嘧啶-甲苯-苯乙烷-阿米替林-靛茜五种物质混合物；

CoMetro 高效液相色谱仪-等度系统（包括：6000LDI 精密恒流泵，6000PVW 紫外/可见可编程检测器）；

紫外/可见检测器：波长 210nm；

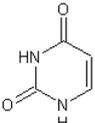
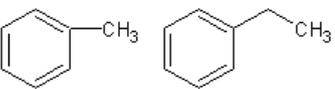
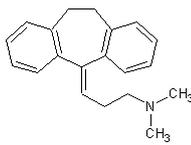
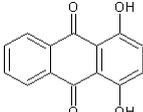
流动相：5mmol/L 磷酸盐缓冲液（pH=7）-甲醇=20:80；

流速：1.0mL/min；

柱温：25℃



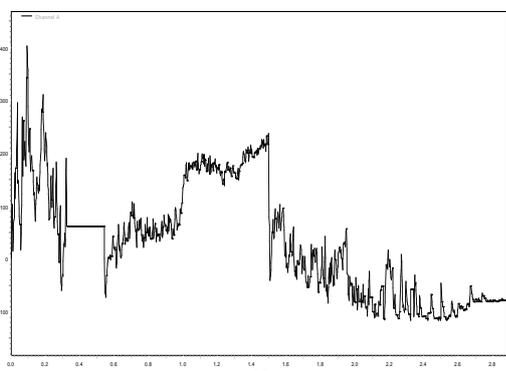
在此方法下，这五种物质的色谱行为都能够侧面反映色谱柱某一项性能的大致情况，有较好的科学性和说服力，这五种物质的结构式及具体作用如下：

<p style="text-align: center;">尿嘧啶</p> 	<p>典型的极性化合物，亲水性极强，在 C18 色谱柱中几乎没有保留，则可以用来测定系统的死时间。</p>
<p style="text-align: center;">甲苯/苯乙烷</p> 	<p>非极性化合物，不会与 C18 色谱柱中的残余硅羟基作用，则可以用来标定色谱柱的理论塔板数，同时保证其峰形良好也是对色谱柱的基本要求。</p>
<p style="text-align: center;">阿米替林</p> 	<p>含氮有机碱，在中性环境下能形成稳定的氮正离子，能与色谱柱中的残余硅羟基形成静电作用，其拖尾因子能侧面反映色谱柱残余硅羟基的数量。</p>
<p style="text-align: center;">靛茜</p> 	<p>典型的螯合物，能与色谱柱中的金属离子作用，其拖尾因子则可以侧面反映出色谱柱中金属离子的含量。</p>

梯度实验常见的问题与解决方案

众所周知，做 HPLC 分析时梯度系统可以在大大缩短分析时间的同时而不影响样品的分离，但是简便的同时也伴随着多种多样的问题，就笔者个人总结，常见的问题有三点：

(1) 两相混合后产生大量气泡



上图为缓冲盐溶液与纯甲醇走梯度产生的气泡图，对此我们公司通常的解决方法是使用“反压调节器”使紫外检测池有一定的压力，阻止气泡形成。其次通常我们不建议使用纯的有机相如纯甲醇，纯乙腈作流动相。

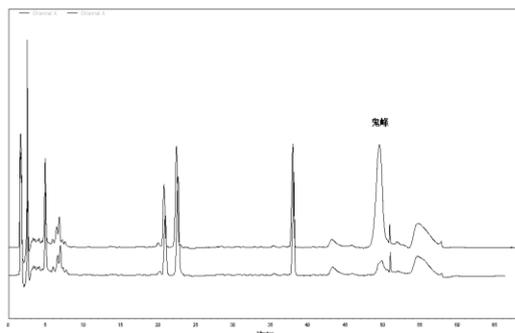
(2) 梯度基线漂移问题

此问题一般发生在梯度线形变化的时候，而在低波长下基本不可避免。因为色谱常用的甲醇和乙腈在低波长（如 210nm）下是有吸收的，如果基线随着有机相不断增多而上漂或者随着有机相的不断减少而下漂，这不仅是正常现象，还反映了系统的灵敏性和准确性。所以这个问题无法消除，只能通过选择更优质的有机溶剂来降低基线漂移的程度，如乙腈的工业污染物为丙酮（有很强的紫外吸收），选择更优质的乙腈可以有效地降低梯度漂移的程度。

(3) 梯度鬼峰

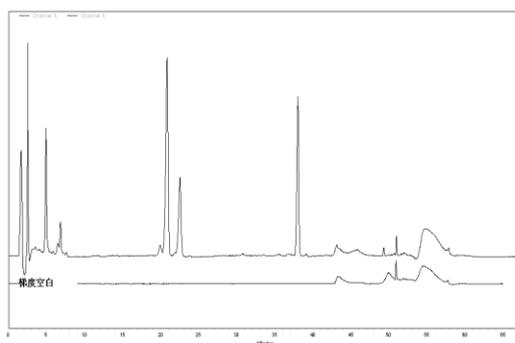
这个问题可以一分为二，梯度鬼峰有偶然情况和必然情况两种。

偶然情况为流动相未经良好脱气，溶解氧能与某些有机溶剂形成有紫外吸收的络合物，而出现很强的吸收，此种情况没有重复性，可以通过良好的流动相脱气而避免。



上图为某样品 2 次进样的结果，50min 处明显出现不可重复的鬼峰。

必然情况即随着梯度运行形成一些莫名其妙的峰，并且有极好的重复性，不可避免，一般发生在梯度有大的变化的时候。遇到这样的情况不要担心，做一个梯度空白对照，只要保证梯度鬼峰不影响样品的出峰即可。如下图：



上图 40min 以后的峰即为可重复的梯度鬼峰，不影响样品的检测。

可能还有些问题这里未能总结，得通过化学工作者不断去发现和总结，遇到问题解决问题是化学工作者的基本工作，实事求是化学工作的基本要求。

紫外检测器常见故障分析

1. 基线噪声

- a、氙灯寿命。氙灯寿命到了时，基线不稳定有噪声产生。氙灯发射出的光的强度不稳定，就像日光灯寿命终止时亮度在不断变化。计算一下使用的时间或看一下计时器即可判断。现象：基线呈或上或下的无规则变化。
- b、检测池内有气泡。流动相流动时，引起微小气泡的抖动，光强随着变化（气体与流动相对波长的吸收度不同）。排除方法：将池子液体出口处用吸耳球的任何部位堵住，此时，压力显示会增加一点，气泡被压缩很小很小，然后突然松开，气泡会突然膨胀随液体流出，反复多次即可排除。
- c、检测池内污染。有微小的颗粒随流动相的流动在晃动，引起吸收值的变化。检查方法：取下池子，用吸耳球吹净池内的液体，在阳光下观察池内情况，必要时拆开清洗。污染物的来源大致是样品长期累积、柱填料流出等。

以上三种情况可以这样进行判断：泵停止运转，分别观察参比值 R、测量值 S 的稳定性，方法是分别按下参比键、测量键不动，显示值在变化（R 值和 S 值），可以判断氙灯是否有问题，寿命是否终止期到了。如果 R 值很稳定，S 值不稳定（此时泵正常运转）则判断池体内有气泡或污染。

2. 基线漂移

- a、溶解在流动相中的气体在池体内突然减压，产生气泡（微小）逐渐增大，逐渐使吸收度改变引起漂移。排除方法同上述 1.b。
- b、环境温度变化较大，使仪器内的温度随之变化，电力工作点改变引起漂移。流动相、柱子随温度的变化也会引起漂移。应尽量减小温度的变化。



6000 PVW 紫外可见可编程检测器

- c、柱子长期大量不断的进样品，有些比较重的组份会慢慢不断的流出，形成漂移，这时候需要对柱子进行清洗。流动相中加入缓冲液时，用完后冲洗不彻底，再开机时也会出现基线漂移的现象。

以上现象的判断必须保证积分仪、工作站等设备工作正常。

3. 检测器不能正常调零。

- a、检测器本身电路故障，如氙灯不启辉，调零键开关接触不上均可出现调零故障（外接调零试一下是否正常调零）。
- b、池体污染严重，如石英片内外污物遮挡，使透过率大大降低，S 值很小，调零电路无法进行工作。
- c、流动相本身的质量问题，缓冲液配错成份均能引起 S 值的改变。
- d、氙灯寿命，能量降低、S 值下降等引起不调零。但是绝大多数情况是基线不稳定。

4. 仪器灵敏度突然下降。

- a、检测波长旋钮是否指在所需要的波长上（有可能无意之中改变了波长的位置）。
- b、流量是否正确。
- c、积分仪、工作站工作情况是否正常（这种情况一般不易发生）。

高效液相色谱等度系统气泡故障排除

	故障原因	故障排除
故障 1	溶剂混合时，由于两种液体热力学体积的变化，会产生气泡；混合时放热或者吸热易产生气泡，比如：甲醇和水混合属于放热，乙腈和水混合属于吸热。通常用量筒混合后明显看到体积的增减，而且有许多小气泡产生，挂在瓶壁上，或者晃一下可以看到许多小气泡存在液体中。	对溶剂过滤，超声脱气（常用），尤其是乙腈和水混合后，超声脱气时间要长一些，也可以通过其他方法脱气，例如安装在线脱气机，充氮脱气等。处理好的液体在使用过程中应该保持室内温度恒定。
故障 2	溶剂滤头污染，导致泵在吸液过程中吸力不均匀而强制吸液从而产生微小的真空气泡。此时会观察到进液管壁上分布许多很小的气泡，有的在动有的停留在管壁上，或者感觉流速比设定值小，压力也不稳。	先观察现象确认，再排除。用 5%-10% 的稀硝酸浸泡过夜（怕超声的滤头）或者超声处理数小时（可以超声的滤头），然后用纯水浸泡过夜或者超声处理，注意换水多处理几次，洗掉酸的残留，最后用有机相甲醇浸泡处理或者超声即可。若上述处理未果，需更换新的溶剂滤头。
故障 3	流动相放好后，没有排气，就开始运行泵，易产生气泡。	放好流动相后，打开旁通阀，用注射器慢慢吸液，观察进液管无气泡后再吸 10ml 将流路中的空气驱赶干净，旋紧旁通阀后再运行泵，或者是打开旁通阀大流速排液，观察进液管无气泡后，再排气 2min 将流路中的空气驱赶干净，旋紧旁通阀后再运行泵。
故障 4	单向阀或者泵头内部污染（泵的压力波动一般在 100psi 以上就要考虑了）。泵头是压力变化最剧烈的地方，也是最易产生气泡的地方，泵头靠负压而吸液，而负压必然使流动相中的小气泡长大，当泵腔变正压时，已长大的气泡未必能全部变小流入后续液路，则泵腔内将积存气泡，从而影响吸液精度。	小心拆下泵头，用甲醇超声清洗单向阀以及内部密封圈和泵头整体，用棉花沾甲醇擦拭柱塞杆。必要时更换单向阀，密封圈，柱塞杆等。

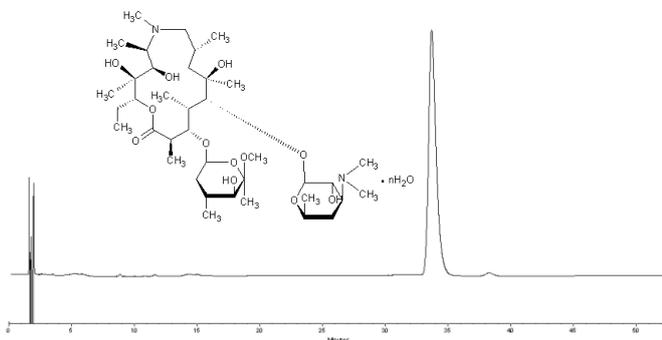
	故障原因	故障排除
故障 5	进样时带入气泡，吸样时带到进样针中气泡	在进样前，注意排出进样针里的空气，将进样针头垂直向上，用手指垫上滤纸摁住针头处，往上推，气泡很容易就上去了，排出即可。
故障 6	色谱柱进气泡	用纯甲醇低流速（0.2-0.3ml/min）长时间冲洗反相色谱柱，随后可逐步加大流速，最大加到1ml/min，直至色谱柱压力稳定。或者更换色谱柱。
故障 7	流通池是易积存气泡的地方，其对基线影响较大，流动相流入色谱柱后，压力越来越小，微小气泡将逐渐长大，而流通池截面积相对较大，则气泡在池内易长大，在无外压的情况下，很难缩小到管路内径以下流出流通池，从而存在了池内，导致基线很乱。	在废液出口处加反压调节器（压力一般在150psi左右），为流通池提供一个背压；其次是用手指堵废液管出液端，眼看泵柱压上升（约2-3s），松开，且同时看检测器显示屏上吸光度值的变化。如果池内有气泡，则手指堵废液管，吸光度值将剧烈变化，当手松开后吸光度值再次大幅上升，证明池内有气泡但没有排掉，当手指堵住和松开废液管时，吸光度值基本不变时，证明排气泡成功，再观察基线将稳定（此过程需要重复10-20次）。

以上为等度系统气泡的故障排除，望各位同行和工作者多多指教，商榷。给予纠正，有不妥之处，及时沟通。



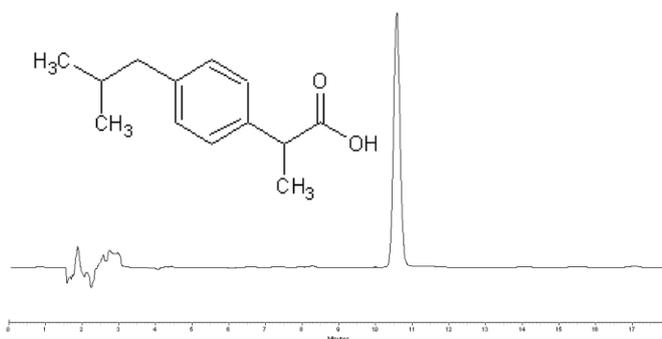
阿奇霉素

- 📌 色谱柱: Comasil BDS C18
- 📌 紫外检测器波长: 210nm
- 📌 流动相: 磷酸盐 (0.05mol/L 磷酸二氢钾用 20%的磷酸调节 pH=8.2) - 乙腈=45:55



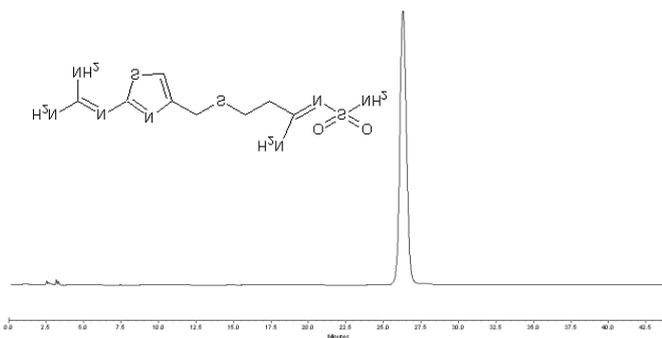
布洛芬

- 📌 色谱柱: Comasil C18
- 📌 紫外检测器波长: 263nm
- 📌 流动相: 乙酸钠溶液 (6.13g 乙酸钠使用 750ml 水溶解, 用冰乙酸调 pH=2.5) - 乙腈=40:60



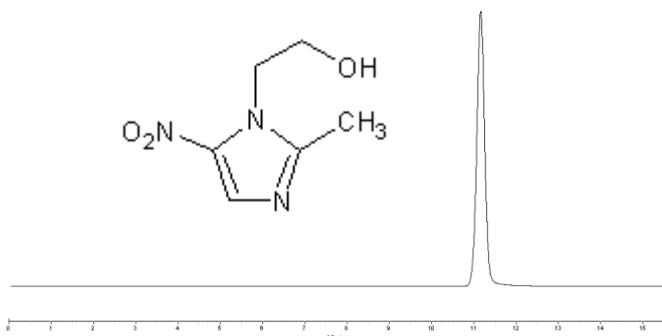
法莫替丁

- 📌 色谱柱: Comasil C18
- 📌 紫外检测器波长: 254nm
- 📌 流动相: 庚烷磺酸钠溶液 (2.0 庚烷磺酸钠溶于 800ml 水, 用醋酸调 pH=3.9, 再用水稀释至 1000ml) - 乙腈-甲醇=78:19:3



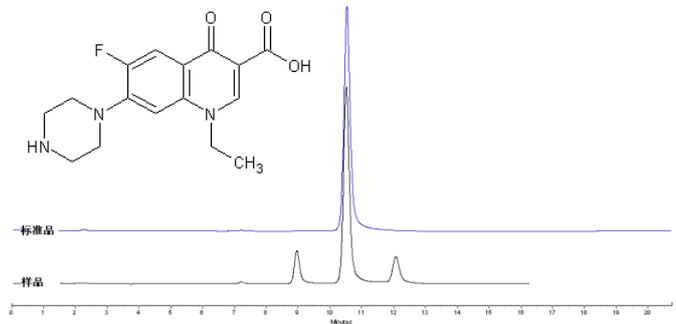
甲硝唑

- 📌 色谱柱: Comasil C18
- 📌 紫外检测器波长: 310nm
- 📌 流动相: 水-甲醇=80:20



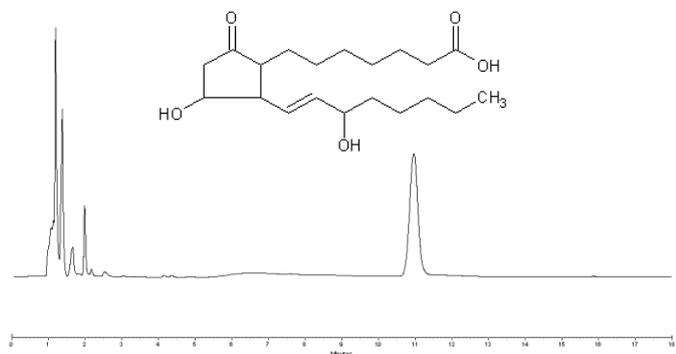
诺氟沙星

- 📌 色谱柱: Comasil C18
- 📌 紫外检测器波长: 278nm
- 📌 流动相: 流动相 A—0.025mol/L 磷酸(用三乙胺调 pH=3) - 乙腈=87:13, 流动相 B—乙腈



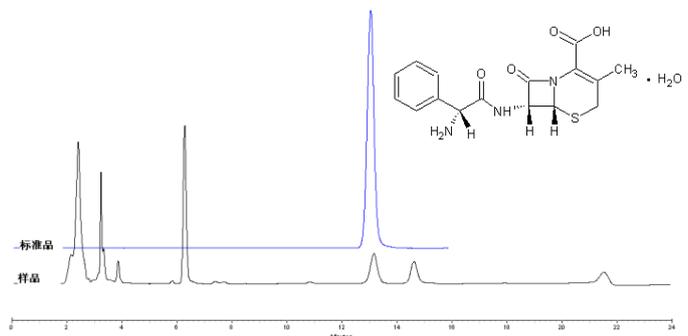
前列地尔

- 📌 色谱柱: Comasil C18
- 📌 紫外检测器波长: 214nm
- 📌 流动相: 0.02mol/L 磷酸二氢钾(用 20% 的磷酸调节 pH=4.9) - 乙腈=60:40



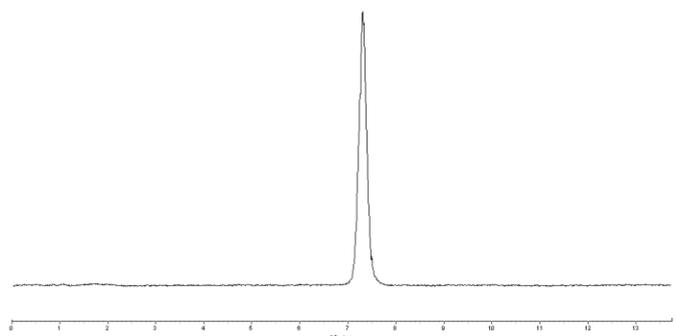
头孢氨苄

- 📌 色谱柱: Comasil C18
- 📌 紫外检测器波长: 254nm
- 📌 流动相: 水-甲醇-3.86%醋酸钠-4%醋酸 =742:240:15:3



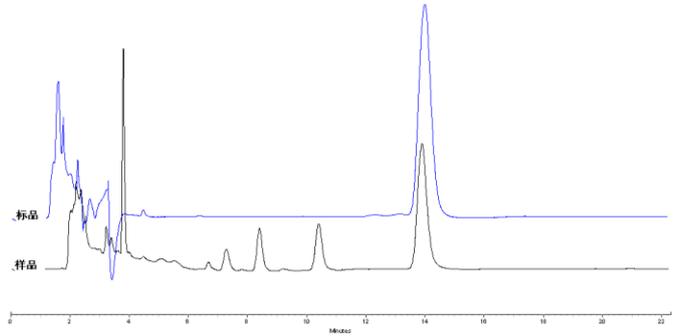
黄芪甲苷

- 📌 色谱柱: Inertex C18
- 📌 蒸发光散射检测器, DT=60°C, SC=30°C
- 📌 流动相: 乙腈-水=32:68



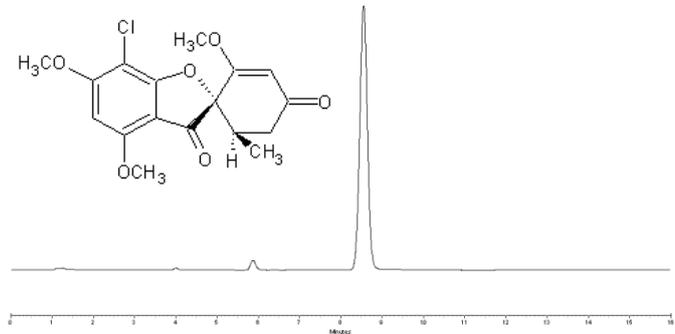
橙皮苷

- 色谱柱: Comatex C18
- 紫外检测器波长: 283nm
- 流动相: 乙腈-水=21:79



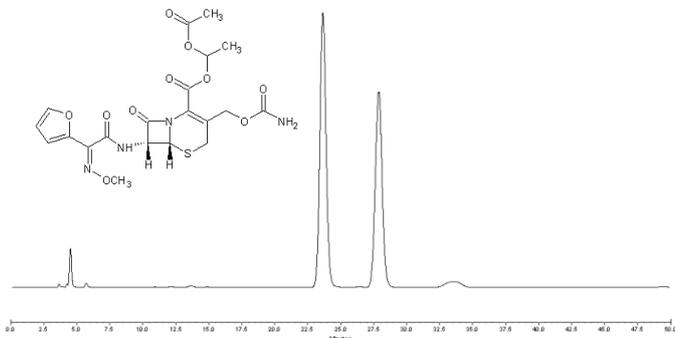
灰黄霉素

- 色谱柱: Comatex C18
- 紫外检测器波长: 254nm
- 流动相: 0.05mol/L 磷酸二氢钾 (用磷酸调 pH=3.7) - 乙腈-甲醇=57:38:5



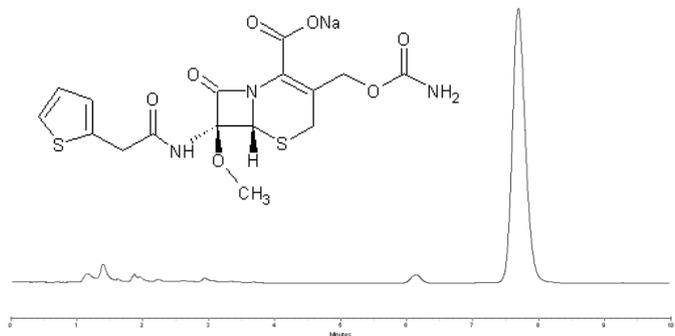
头孢呋辛酯

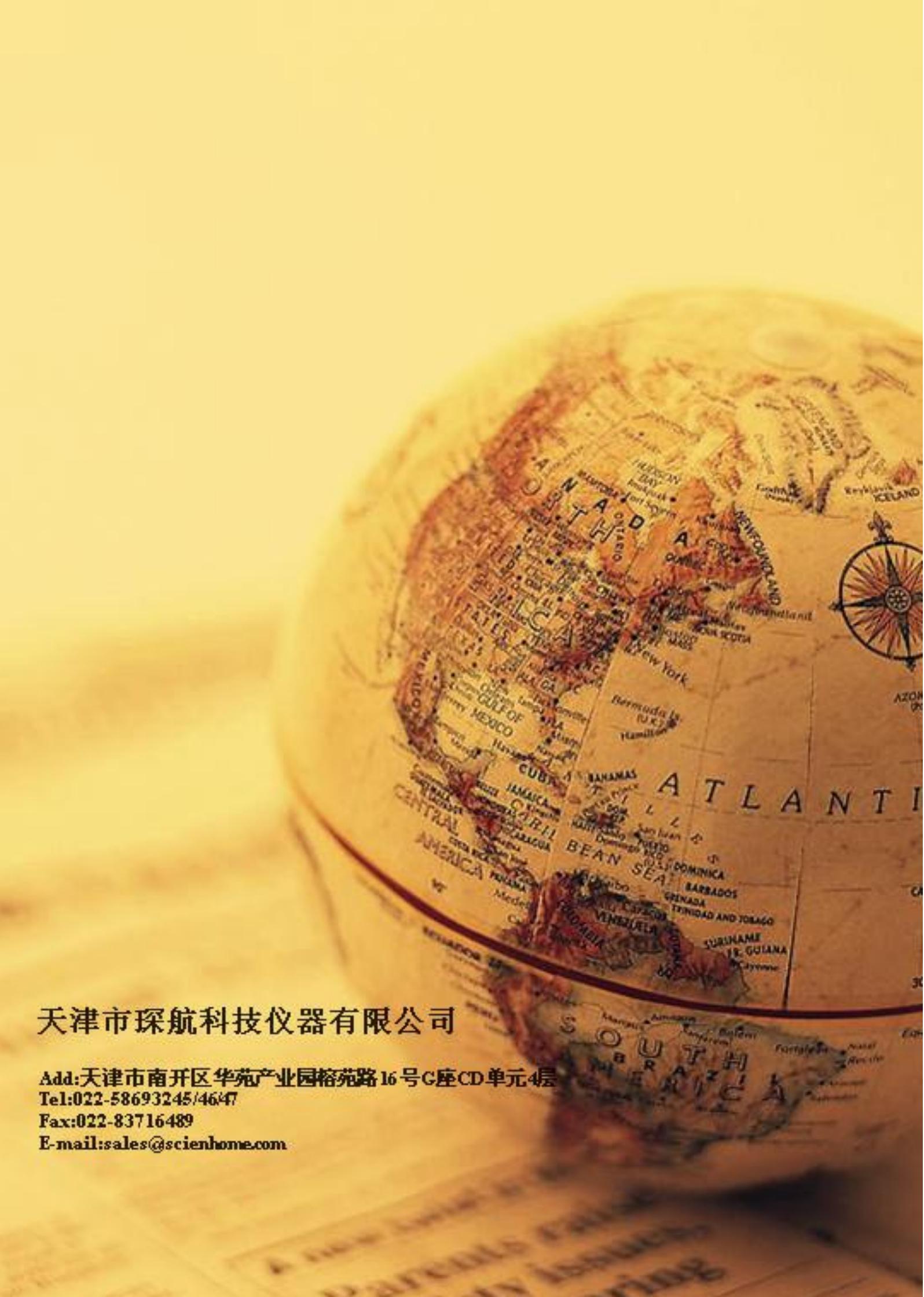
- 色谱柱: Comatex C18
- 紫外检测器波长: 278nm
- 流动相: 0.2mol/L 磷酸二氢铵-甲醇=62:38



头孢西丁钠

- 色谱柱: Comatex C18
- 紫外检测器波长: 254nm
- 流动相: 水-乙腈-冰乙酸=81:19:1





天津市探航科技仪器有限公司

Add:天津市南开区华苑产业园榕苑路16号G座CD单元4层

Tel:022-58693245/4647

Fax:022-83716489

E-mail:sales@scienhome.com