

# 液相色谱故障诊断指导

关于解决常见问题和保持长效使用的指南

关于安捷伦产品服务:  
请添加安捷伦售后服务官方小程序



Agilent  
InfinityLab

## 高效液相色谱故障的初步诊断

### 溶剂

- 使用棕色溶剂瓶以避免流动相中菌类和藻类的生长
- 每 1-2 天更换溶剂瓶中的流动相, 并做好时间标识
- 使用液相色谱级的溶剂作为流动相并使用 0.2 μm 尺寸的过滤器预先过滤该溶剂

### 准备和启动泵

- 检查溶剂瓶和溶剂过滤头是否损坏或堵塞
- 带柱塞杆清洗的泵系统日常打开并使用该功能
- 使用适当的方法平衡色谱系统

### 日常维护

- 每 1-2 天更换水相和有机流动相
- 检查柱塞杆清洗装置的储液
- 使用匹配应用方法的溶剂来冲洗液相色谱系统

### 每周维护

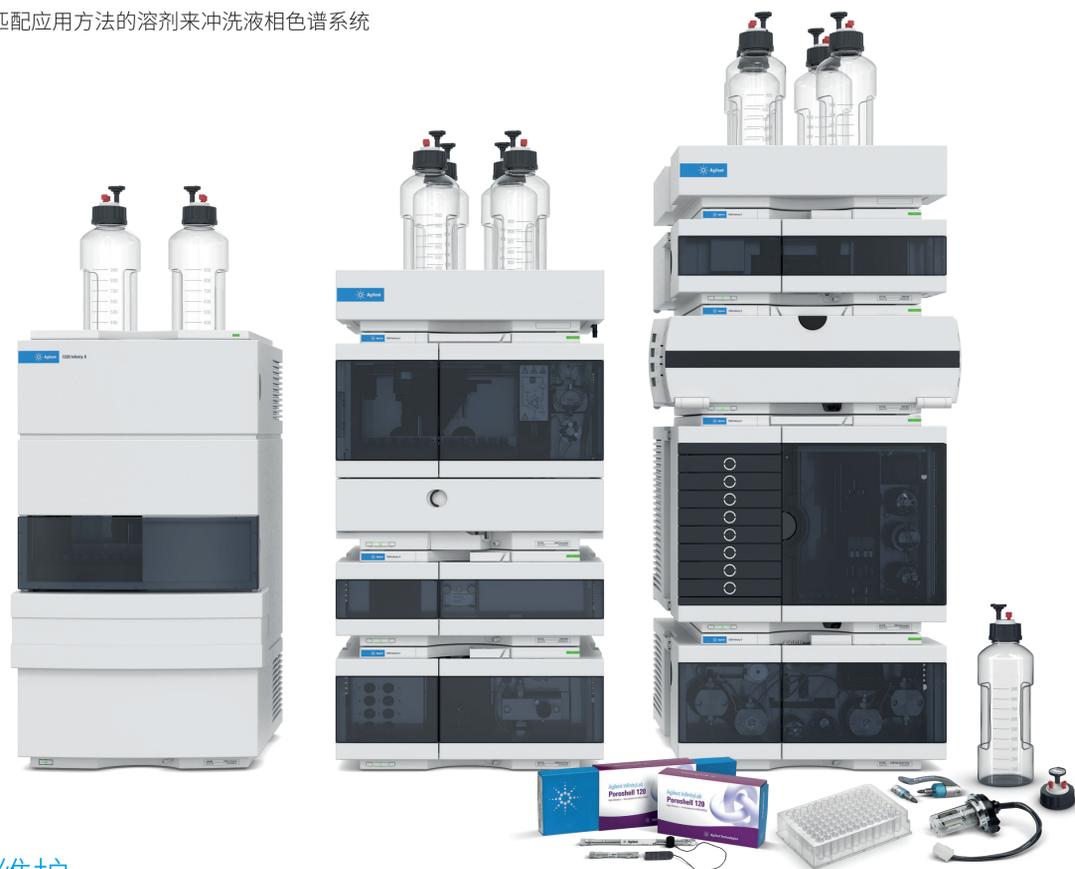
- 更换柱塞杆清洗装置的溶剂并检查溶剂过滤头
- 检查液相色谱系统的背压状态, 必要时更换在线溶剂过滤器的滤芯

### 停泵

- 冲洗所有通道以清除可能存在的缓冲盐沉积物和杂质颗粒物
- 用适当的保存用溶剂冲洗液相色谱系统并关闭电源

### 关于乙腈

- 如果可能的话, 在流动相中保持至少 5% 到 10% 比例的纯水
- 控制温度, 避免乙腈的挥发
- 务必保证每 2 到 3 天更换新的乙腈
- 为了避免泵的各种问题, 请定期进行温水清洗 (60 至 70 °C)



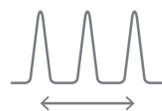
## 日常维护

在维护中使用安捷伦 Lab Advisor 软件, 可以帮助您更好的管理安捷伦液相色谱系统并实现高质量的运行和结果。持续的确保持仪器性能、生产效率和可靠性, 该软件是免费提供的

发现更多安捷伦液相色谱的使用经验:  
[https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/BestPractice\\_zh-CHS.pdf](https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/BestPractice_zh-CHS.pdf)

- 性能评估和诊断测试功能
- 全面支持所有安捷伦液相色谱模块
- 生成多种仪器性能/状态报告, 方便您与安捷伦客户服务进行沟通和交流

### 保留时间漂移



可能性	解决方案
实际梯度比例和设定值不符	确保梯度系统能提供恒定的流动相梯度比例, 可以通过手动配置流动相比例来确认情况
柱温不稳定	使用柱温控制装置来确保恒定的柱温, 并确保实验室温度稳定
梯度运行时候, 每针之间的平衡时间不够; 或在等度运行时候出现意外的比例变化	确保每针样品运行完后, 有 10 倍于柱体积的流动相流经并平衡色谱柱
流动相性质不同导致的的选择性挥发	降低在线氮气脱气装置的流速; 保持溶剂瓶的密封性; 更换新的流动相
污染物聚集导致	选择使用强极性溶剂冲洗柱
样品在色谱柱上过载	降低进样量或者进样浓度

### 压力波动



可能性	解决方案
泵存在泄漏	检查并清洁泵各通道; 必要的话更换单向阀部件; 更换柱塞杆密封圈
流路中杂质颗粒	过滤样品和流动相
泵存在气泡	进行充分的溶剂脱气; 包括在线脱气, 超声脱气或者用氮气脱气

### 系统压力升高



可能性	解决方案
流路中存在堵塞	检查系统流路 (针座、毛细管、在线过滤器, 溶剂过滤器等)
水相/有机相系统: 缓冲盐溶液沉淀	预先做好缓冲盐体系的溶解度测试, 确保溶剂互溶性

### 色谱柱反压高



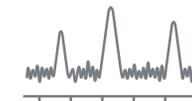
可能性	解决方案
色谱柱堵塞	检查样品处理; 使用保护柱
流动相粘度过高	使用低粘度溶剂或设定更高的色谱柱温度
色谱柱填料颗粒尺寸过小	使用较大粒径填料的色谱柱
色谱柱堵死	更换色谱柱

### 基线漂移



可能性	解决方案
基线向上或者向下漂移: 原因是流动相内的污染物聚合或者分解	冲洗色谱柱; 确保样品制备; 使用液相色谱级的溶剂
基线向上或者向下漂移: 流动相溶剂的折射系数差异太大 (RID)	使用流动相作为溶剂溶解样品
色谱柱温度不稳定	检查色谱柱控温系统, 保证色谱柱和连接管线的加热稳定

### 基线噪音



可能性	解决方案
污染	使用已脱气的高效液相色谱级溶剂; 冲洗液相色谱系统; 适当的样品处理
检测器问题	检查紫外检测器的光源使用时长; 考虑替换紫外检测器的光源或流通池

### 鬼峰



可能性	解决方案
上一针样品中的组分	冲洗色谱柱以去除污染物; 并使用空白进样方式确认污染物的来源
污染; 或者来源于样品中的未知干扰	适当的样品处理
离子对: 不平衡	尽量使用流动相溶剂来溶解样品, 以尽量减少干扰
流动相被污染	检查并更换流动相
溶剂中有气泡	检查并确保流动相的脱气正常

### 色谱峰拖尾



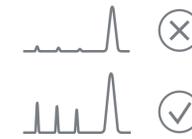
可能性	解决方案
存在未知的死体积	尽量减少不必要的接头和管线; 确保进样器转子密封圈的密封性; 确保所有管线接头的密封性
柱效问题	更换流动相; 更换色谱柱
硅胶柱: 柱流失	使用相同种类的预柱或者保护柱
硅胶柱: 某些样品, 特别是生物碱类样品结构中碱性氮原子与硅胶柱固定相键合酸性硅醇基相互作用导致	使用更强极性的流动相或在流动相内添加适当的“扫尾剂”(例如, 三乙胺)

### 色谱峰展宽



可能性	解决方案
进样量太大	减少进样量; 降低溶解样品的试剂极性; 采用更合理的梯度洗脱
检测器数据采集频率太低	提高数据采集频率
检测器流通池的体积太大	使用尽可能小体积的流通池

### 灵敏度问题



可能性	解决方案
检测样品浓度超出了检测器的灵敏度范围	稀释/浓缩样品, 保证样品响应在检测器灵敏度的线性区域内
样品问题	使用内标法定量, 或者优化样品制备方法

### 泄漏



可能性	解决方案
管线接头处出现结晶或者漏液痕迹/管线接头没拧紧	适度拧紧管线接头; 更换相关毛细管
液相色谱系统泄漏	检查每个模块的泄漏传感器, 确认存在泄漏或者传感器损坏; 检查检测器流通池

发现更多安捷伦液相色谱的使用经验:

[https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/BestPractice\\_zh-CHS.pdf](https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/BestPractice_zh-CHS.pdf)



获取安捷伦培训课程相关请参考以下网站:

<https://www.agilent.com/crosslab/university>



获取支持, 分享见解, 欢迎加入安捷伦社区:

<https://community.agilent.com>



关于安捷伦 Lab Advisor 软件相关, 请访问:

<https://www.agilent.com/chem/lab-advisor>



本文中的信息, 说明和规格如有变更, 恕不另行通知。  
© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2019  
2019 年 3 月 1 日, 中国出版  
5994-07092CHN



Trusted Answers