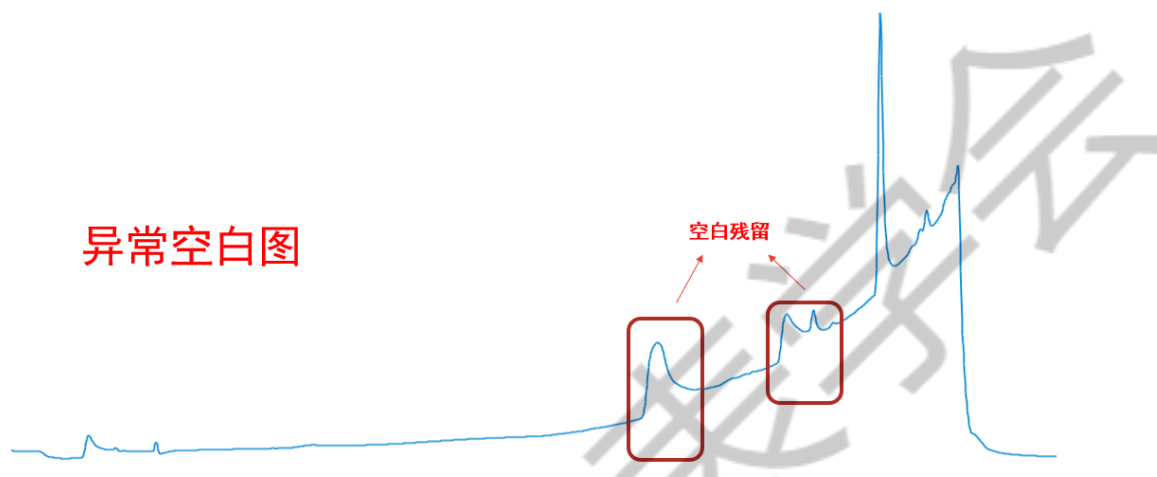


HPLC 顽固残留去污记

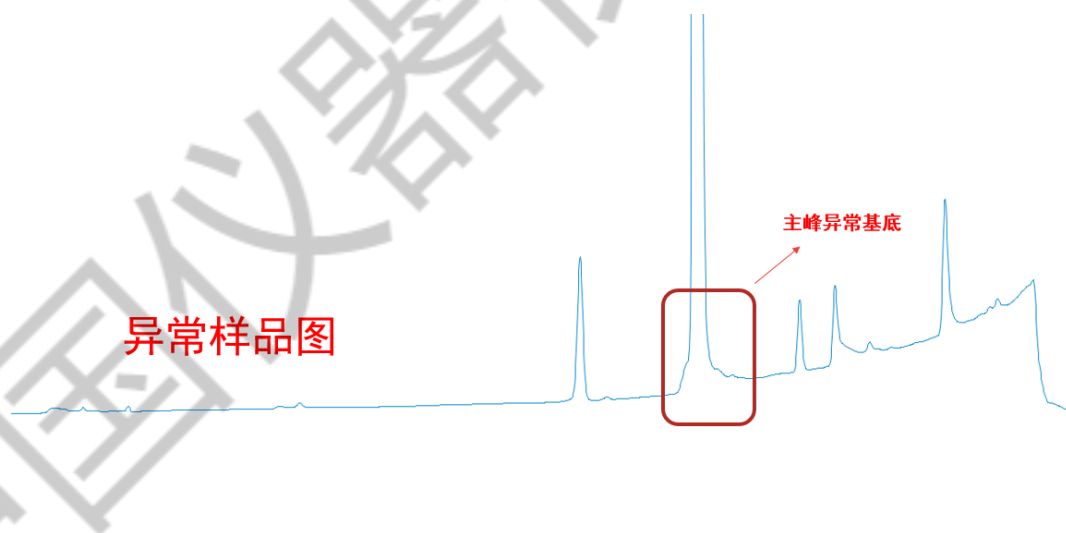
刘炜

(富美实(上海)化学技术有限公司, 上海 200000)

近日在用液相对样品进行日常测试的时候,偶然发现目标峰走出来的峰型有点异常,正常的时候目标峰出峰位置处就是平齐的基线,不会有波动和鼓包,目标物色谱峰峰底处变宽。这种情况对于纯度测试会产生不利影响,主峰峰面积会偏高。

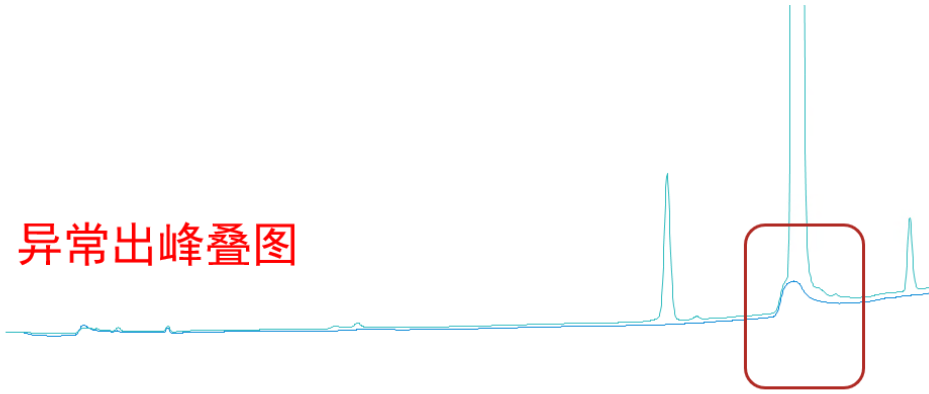


查看了过往的样品测试记录,这种情况是在某一点开始的,之后走的样品均出现不同程度的异常。起初以为是样品基底本身带来的干扰影响,后来通过连续运行多次空白发现并不是样品本身引起,而是仪器系统带来的残留干扰。



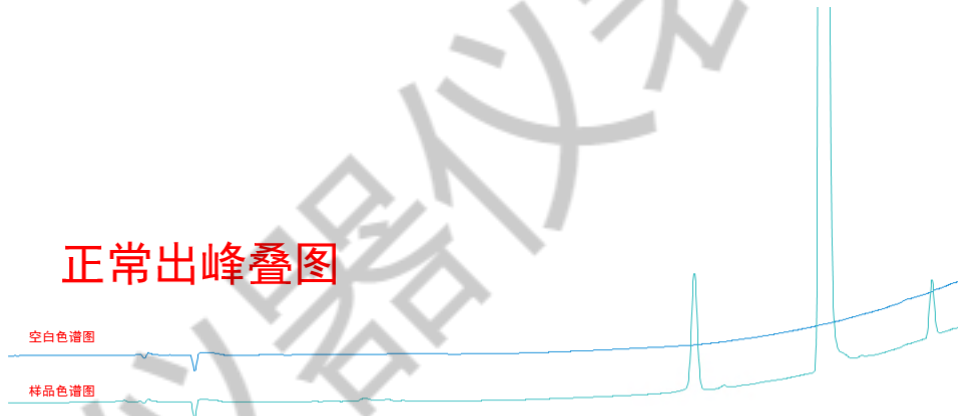
为了解决这一问题,尽快让测试恢复正常,于是便开始查找原因。最先排查的是色谱柱,因为色谱柱是比较容易有残留的,将这根一直用的色谱柱拆下,接在另外一台仪器上运行空白,发现有残留鼓包,说明这根色谱柱本身的确是有残留存在的。

异常出峰叠图



于是采取措施，将色谱柱重新接好，加大有机相比比例，低流速冲洗柱子和整个系统，同时在冲洗的过程中提高柱温，以便让残留更快的流出。经过了长时间的冲洗后，需要检查此法是否有效，通过进空白发现原先的残留鼓包有明显缩小，说明冲洗起码起效了。继续按照此法进行冲洗，后续发现鼓包基本维持稳定，不再继续缩小。为验证是否除柱子以外液相系统管路也有残留，便拿了另外一根同尺寸同型号的色谱柱替换被冲洗的柱子，运行空白后发现残留鼓包也是有的，这根柱子在另外一台仪器上走没有残留，换到这台仪器上走就有残留，说明除了之前有残留的色谱柱以外，仪器系统内部管路也有顽固残留。

正常出峰叠图



为了去除仪器系统残留，首先把所有的流动相都换新，包括洗针溶液，换完后继续冲洗柱子及整个系统，每冲一段时间走一针溶剂空白，看看残留是否有所变化，然而还是效果不佳。通过与同事之间的讨论，发现之前忽略了进样系统这一块，这里也是很容易出现残留污染的，但是平常冲柱以及冲洗管路都是无法顾及到这里的。

虽然平常走样都设置了洗针，但洗针每次进样量也只有 5ul，可能无法完全冲洗干净，特别是样品环以及计量泵那一部分。随后便对进样管路这一段进行冲洗，准备空白溶剂至 2ml 进样小瓶，设置进样体积至最大 100ul，此时在进样的时候就有足够大体积的溶剂冲洗进样