

色谱图整体考察 —— 异常色谱峰的峰宽考察

谯应召

(青岛科技大学山东化工研究院, 山东济南 250014)

摘要: 气相色谱分析过程, 强度相近的色谱峰宽度随保留时间的变化情况存在一定规律, 色谱柱恒温情况下, 色谱峰的宽度一般随保留时间增加而增大, 程序升温情况下, 色谱峰宽度一般与保留时间增加的关系不大。强度较大、组分极性较强、沸点较高的色谱峰可能造成某段保留时间范围内峰宽的异常变化, 一般属于正常现象, 需要色谱工作者对整体色谱图进行综合考虑和判定。除去上述情况之外, 整体色谱图中出现异常的色谱峰变宽或者变窄的情况, 可能与色谱故障状态有关。

关键词: 气相色谱; 拖尾因子; 检出限; 溶剂残留

中图分类号: 0657.7+1

文献标识码: B

谱图综合考察中, 需要考虑整体色谱图中某个或者某些异常色谱峰的峰宽问题。

色谱工作者在诊断和维修色谱峰宽度异常的故障时, 需要对色谱图进行整体考察, 确定故障的来源。

气相色谱仪的恒温分析或者液相色谱仪的等强度洗脱条件下, 色谱图中色谱峰的峰宽一般会随着保留时间的延长而增加, 如图 1 所示。

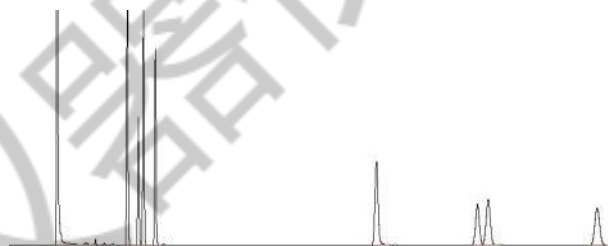


图 1 峰宽增加

气相色谱仪的程序升温分析或者液相色谱仪的梯度洗脱条件下, 色谱图中色谱峰宽度一般变化不大, 如图 2 所示 (较多的情况下, 色谱峰宽度也存在一定程度的缓慢增加, 当不如恒温分析或等强度分析条件下峰宽增加的现象更显著)。

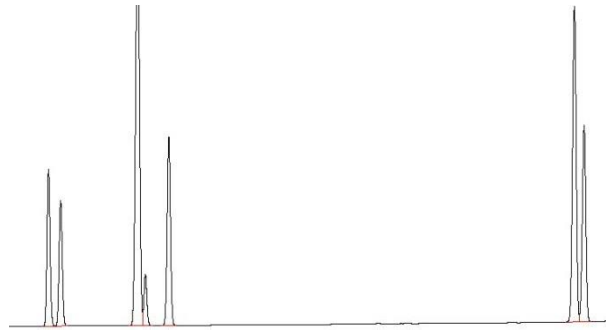


图 2 峰宽变化不大

如果在连续出现的宽度相似色谱峰中出现宽度异常增大的情况，如图 3 所示，那么需要首先考察该色谱峰强度，在纯度分析中（即主峰峰高较高）经常出现类似情况。

此外需要考虑是否该异常色谱峰是否为色谱柱内滞留的杂质或者上次进行未流出的组分，需要实验是否需要增加多次进样之间的时间间隔。

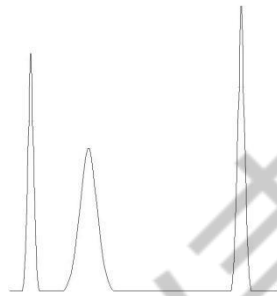


图 3 色谱峰变宽

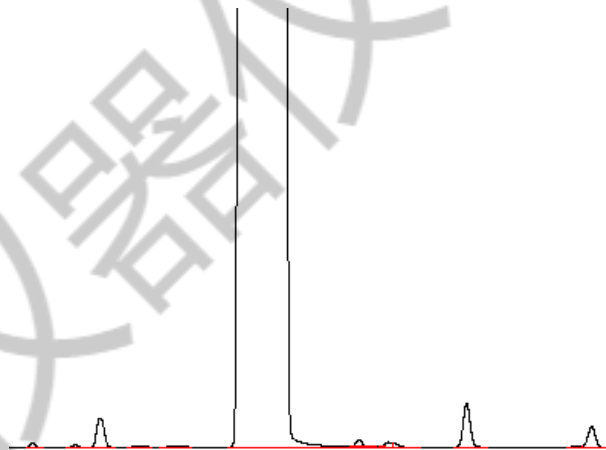


图 4 纯度分析色谱图

如果在连续出现的宽度相似色谱峰中出现宽度异常减小的情况，如图 5 所示，需要考虑是否存在色谱分析程序、是否为固体颗粒或者其他电气信号的干扰。

然后需要进一步考察，如果由于色谱程序（例如阀程序、流量程序）造成的较窄色谱峰的宽度要稍大些，与普通的保留时间较短色谱峰较为接近。而固体颗粒杂质造成的较窄色谱信号的宽度会更小，可能低于 1s。