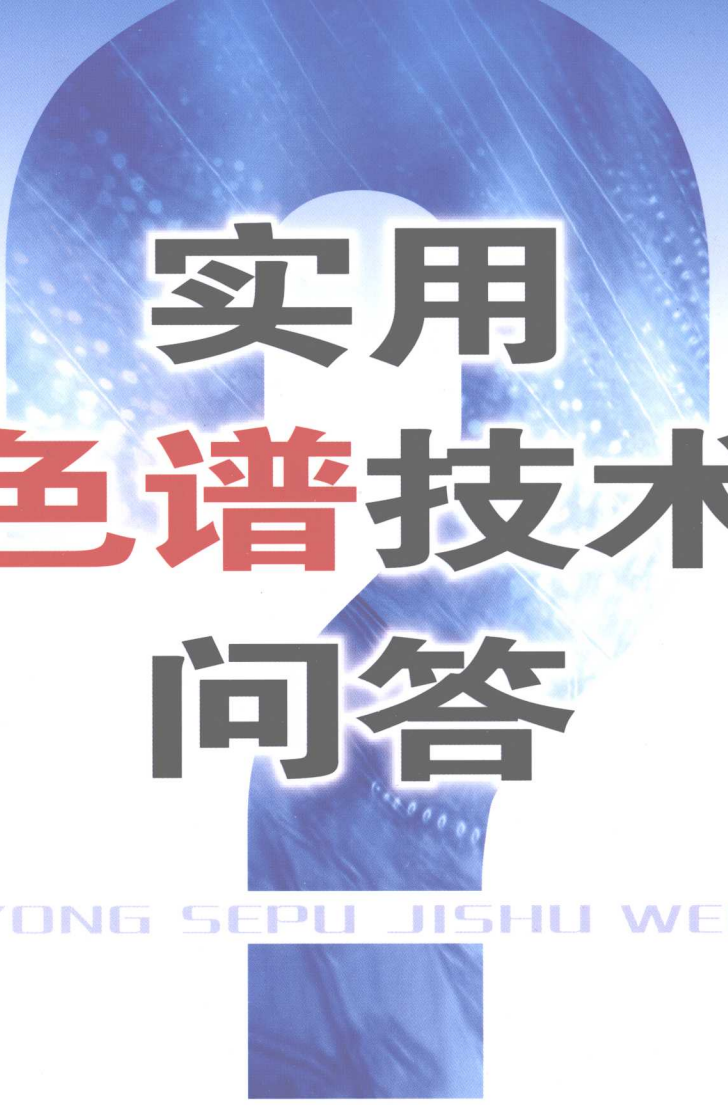




实用 色谱技术 问答

SHIYONG SEPU JISHU WENDA

中国色谱网 组织编写
刘虎威 主编



化学工业出版社

0657.7
0225
2

实用色谱技术问答

中国色谱网组织编写

刘虎威 主编

张维冰 施超欧 仲岳桐 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

实用色谱技术问答/刘虎威主编;中国色谱网组织编写. —北京:化学工业出版社, 2008.11

ISBN 978-7-122-03641-4

I. 实… II. ①刘…②中… III. 色谱法-问答
IV. 0657.7-44

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 137676 号

责任编辑: 杜进祥
责任校对: 宋 夏

文字编辑: 刘志茹
装帧设计: 关 飞

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 刷: 北京云浩印刷有限责任公司
装 订: 三河市前程装订厂
850mm×1168mm 1/32 印张 12 $\frac{3}{4}$ 字数 340 千字
2009 年 1 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 29.00 元

版权所有 违者必究

前言

20 世纪 80 年代以来,互联网迅猛发展,大大改变了人们的学习和工作模式,乃至生活方式。2000 年,由孔桂昌先生创立的中国色谱网 (www.sepu.net) 为色谱工作者开辟了一个内容广泛的交流平台,在不长的时间内就会聚了数万会员,相关论坛上数十万条有关色谱技术的帖子,反映了色谱分析的方方面面。这些论坛讨论凝聚了众多色谱网友的热情和心血,对广大色谱工作者不无帮助,对中国色谱的发展也有不小的贡献。我也曾忙里偷闲上网“逛逛”,发现确实获益匪浅。现在,几位版主经过对论坛内容的认真归纳总结和补充,形成了本书,以期给色谱工作者提供一些实用的指导和参考。这是一次非常有益的尝试,也是一项很有意义的工作。

笔者有幸应邀作为本书“主编”,抢先通读了全文。感到帖子所提问题大多来自实际工作中,针对性强;回帖者也都是工作在一线的色谱学者,有感而发,实事求是。然而,由于网络交流的随意性和网络语言的特殊性,有些问答不够严谨,有些答案不尽完善,有些文字尚欠规范。因此,我们没有完全照搬网上文字,而是针对具体内容进行了修改加工,同时针对一些网友普遍的问题进行内容补充。当然,我们尽量保留了网上论坛的一些特点,比如语言通俗,浅显易懂。这也是一种尝试,能否得到读者的理解与接受,还需时间与实践的检验,我们期待着。

本书第一稿由孔桂昌(剡)整理和统稿,刘虎威对第二稿的前四章进行了修改补充,张维冰对后四章进行了修改补充,其中第五章吸收了张庆合博士的修改意见。由于时间和学识有限,可能没有完全反映网友们的要求和希望,也没有涵盖色谱的所有领域,疏漏之处,敬希读者批评指正。

参加本书第一稿编写的人员有中国色谱网的三位资深版主仲岳桐(胖丁丁)、施超欧(恐龙)、孙雨安(sya),其中仲岳桐编写了

本书的气相色谱部分，施超欧编写了液相色谱部分，孙雨安编写了色谱法基础、联用技术等部分，朱岩（zhuyan63）编写了离子色谱部分，孔桂昌编写了色谱数据处理部分。在此，向他们表示衷心的感谢，也向所有参加色谱论坛讨论的网友们的网友们致谢！

最后，特别要感谢中国科学院大连化学物理研究所的张玉奎院士和化学工业出版社的责任编辑，没有他们的鼓励和督促，本书是不可能现在完成的。

刘虎威 张维冰

2008 年 8 月于北京

目 录

1 色谱法基础	1
1.1 基本概念	1
1.2 基本理论	8
1.3 实验技术	21
2 色谱分析样品处理技术	39
2.1 气相色谱样品前处理	39
2.2 液相色谱样品前处理	41
2.3 离子色谱样品前处理	69
3 液相色谱技术	77
3.1 色谱柱知识	77
3.2 流动相	104
3.3 进样	128
3.4 泵及柱温箱	131
3.5 检测器	133
3.6 其他问题	140
3.7 具体问题具体解决	147
3.8 制备色谱	157
4 气相色谱技术	165
4.1 进样系统衬管	165
4.2 计量单位及校正因子	170
4.3 检测器	172
4.4 进样技术	177
4.5 具体问题具体解决	195
4.6 具体项目分析	202
4.7 气路部分	216
4.8 色谱柱	224
4.9 稳定与重复问题	235

4.10 气相色谱在农残中的应用	244
4.11 气相色谱在气体及水分检测中的应用	251
5 色谱联用技术	258
5.1 基本原理	258
5.2 实验技术	266
6 离子色谱技术	302
6.1 离子色谱的基本原理和应用范围	302
6.2 离子色谱的分离	312
6.3 离子色谱的检测	321
6.4 常见故障和解决方法	330
7 色谱仪维护及保养技术	332
7.1 HPLC 仪器及其维护	332
7.2 其他	338
8 色谱数据处理技术	341
8.1 基本原理	341
8.2 实验技术	345
参考文献	364
后记	365

问题目录

1 色谱法基础	1
1-1 什么是色谱? 学习它的意义何在?	1
1-2 色谱新手入门, 从何开始?	2
1-3 与色谱工作有关的期刊和书籍有哪些?	3
1-4 色谱中常用的术语和参数有哪些?	4
1-5 色谱的相关数据是怎样得到的? 它们之间的关系如何?	7
1-6 常见色谱分析法的分类、原理和性能比较。	8
1-7 请解释一下塔板理论。何谓塔板数, 应如何计算, 有何实际意义?	8
1-8 何谓分离度, 如何计算及其实际意义如何?	9
1-9 速率理论——范第姆特方程式及其每项对分离的影响如何?	10
1-10 液相色谱分离条件能模拟吗?	13
1-11 气相色谱仪的主要部件及其作用是什么?	14
1-12 高效液相色谱仪的主要部件及其作用是什么?	16
1-13 常见液相色谱检测器的分类和性能指标? 以及性能指标的意义?	18
1-14 常见气相色谱仪检测器的原理及性能比较?	20
1-15 常见液相色谱仪检测器的原理及性能比较?	20
1-16 怎么测定响应因子呢?	21
1-17 面积归一化法、内标法、外标法、标准加入法的定义是什么, 何时用比较好?	22
1-18 最低检出限如何测定和计算?	23
1-19 液相色谱的柱效与柱子的内径有关吗?	24
1-20 TCD 是浓度型检测器, 而 FID 是质量型检测器, 这是为什么? 峰高及峰面积又各自代表何物理意义? 以峰高还是以峰面积定量更好?	24

1-21	回收率的定义是什么? 能说明什么问题, 且应该如何测定?	25
1-22	请问 C_{18} 、RP- C_{18} 、ODS、BDS 这些液相色谱柱型有何区别, 请从理论上给出答复。	25
1-23	一般类型的液相色谱柱可以通用吗?	26
1-24	径向加压柱的原理是什么?	27
1-25	常见各种压力单位如何换算?	27
1-26	有关标准曲线取几个点合适?	28
1-27	对称因子与拖尾因子的换算。	29
1-28	何谓相似相溶原则, 选择固定液的原则是什么? 在分离非极性和极性混合物时, 在理论上应选择什么极性的固定液? 填充柱中固定相用量怎样确定?	30
1-29	与色谱相关的校验标准有哪些?	31
1-30	说明常用气体钢瓶颜色及标字颜色。	31
1-31	保留时间锁定简介。	31
1-32	高效液相色谱仪操作步骤。	33
1-33	气相色谱进样口的类型和特点?	34
1-34	色谱法的优缺点?	35
1-35	色谱定性分析方法?	36
1-36	测量农药残留, 用气相色谱还是用液相色谱好?	37
1-37	怎样提高自己的色谱分析水平?	37

2 色谱分析样品处理技术 39

2-1	如何使用固相微萃取 (SPME) 做样品分析?	39
2-2	在用 GC 或 GC/MS 分析可溶解于水的醇、醛、酮、有机酸类物质时, 如何进行样品前处理?	39
2-3	对于有机酸的酯化衍生分析, 用什么办法好? 能用重氮甲烷化吗?	40
2-4	单一脂肪酸的甲酯化方法是否和油脂不一样? 我采用与油脂一样的方法对单一脂肪酸标准品进行甲酯化后, 在气相色谱上不出峰。为什么?	40
2-5	脂肪酸测定是否一定需要甲酯化? 用什么试剂甲酯化比较好?	40

2-6	有没有纯甲醛标准溶液? 我们现在用的甲醛溶液是 37%~40% 的甲醛, 用 FID 分析, 有 3~4 个色谱峰。请问哪里有更纯一些的甲醛溶液卖。	41
2-7	玻璃安瓿装的标准溶液开封后如何保存较好?	41
2-8	如何处理液相色谱的流动相废液?	41
2-9	容量瓶可以烘吗?	42
2-10	如何配备色谱实验室保护装备?	43
2-11	色谱分析中有些对照品少而贵, 称的量很少, 要是称 10mg 的对照品要用什么级别的天平?	43
2-12	我认为样品的稳定性很好, 但已经放置两周了, 放在冰箱中没有动过, 现在我用它做含量测定, 样品要重新配制吗?	44
2-13	药品分析中标准品和对照品有什么区别?	44
2-14	做液相色谱时, 标准中要求称取 5mg 的样品, 这是不是要求准确称取 0.0050g 样品?	45
2-15	流动相和样品溶剂可不可以不一样?	45
2-16	怎样用有机溶剂提取乳状物?	46
2-17	农药前处理中使用的溶剂。	46
2-18	如何提取油性针剂中的药物?	46
2-19	发酵液离心后用 HPLC 测定还需要其他处理吗?	46
2-20	血液中精神类药物的预处理? 只要定性即可, 有什么快捷的方法吗?	47
2-21	能否介绍一下用大孔吸附树脂做中药前处理的经验?	47
2-22	请教乙酸乙酯的纯化方法 (除水)?	48
2-23	样品前处理中过滤, 但固体粉末会把滤纸堵住, 该怎样操作啊? 曾经试过抽滤, 不行。	48
2-24	废水样品如何预处理和分离?	48
2-25	请教椰子油酸的前处理方法: 分析椰子油酸, 在分析前要进行甲酯化, 请教它的甲酯化有什么应该注意的地方?	49
2-26	超滤用什么方法代替?	49
2-27	关于一种安眠药的预处理方法。	49
2-28	从黏糊糊的一团提取物中结晶的方法。	50
2-29	有关阿维菌素血样的前处理方法? 阿维菌素的血样前处理,	

	用乙酸乙酯萃取,效果不是特别理想。.....	51
2-30	半固体制剂有效成分的提取方法?我想测定软膏剂等制剂中有效成分的含量或定性,但基质会将成分包裹在里面而影响成分的提取,怎么办?	51
2-31	样品溶于水相,约有 150mL。什么方法能快速简便地把水蒸干?	51
2-32	怎样进行烟用香精色谱分析的处理?液体香精需要处理吗?	52
2-33	如何对样品进行脱色?	52
2-34	怎样去除脂肪?用 GC-MS 做鱼肉中的酚类物质测定时,因脂肪的存在对柱的影响很大,有谁告诉我怎样去除脂肪?	52
2-35	低浓度大剂量的尿样的处理方法?	52
2-36	关于样品浓缩处理的蒸发与定容。	53
2-37	用自制的树脂填充柱富集目标物。	53
2-38	有富集鱼塘水中微量农药的方法吗?	54
2-39	如何提取原油样品中的气体?又如何注入色谱仪(如仪器为 HP6890)进样口?	54
2-40	内标什么时候加比较好?	54
2-41	关于 SPE 的一点小问题:在用 SPE 处理水样,富集后洗脱时,能不能分段洗且中间抽干再洗?据说这样会对回收率有影响?	55
2-42	总结一下常用的血浆除蛋白的几种方法?	55
2-43	脂肪酸测定的样品处理中,方便快速的脂肪酸甲酯化方法?	56
2-44	哪位知道冷冻干燥是否可以用有机溶剂做溶剂?可否把以乙酸乙酯-甲醇(都含有少量的水)为溶剂的溶液冷冻干燥?为什么?有资料吗?	56
2-45	K-D 浓缩器与 N ₂ 吹扫使用区别何在?	57
2-46	酱油中的苯甲酸测定,如何进行样品前处理才能用液相色谱分析,直接进样可以吗?用液相色谱测定酱油中的苯甲酸在国标中没有前处理方法,直接进样可否?如果不能,如何进行前处理?	57
2-47	请教酱油中蛋白质的除去方法?	57

2-48	做柑橘残留橘子皮太难对付了, 请问有否好方法?	58
2-49	希望知道 $C_{12} \sim C_{24}$ 脂肪酸的气相色谱分析方法。	58
2-50	固相萃取小柱能否重复使用?	59
2-51	体内药物分析样品的种类和选取原则?	59
2-52	体内药物分析样品储存应该注意哪些方面?	60
2-53	测定体液样品前的处理步骤?	61
2-54	哪些因素导致待测物损失?	63
2-55	样品处理过程中哪些因素会引起沾污?	64
2-56	固相萃取柱的种类和应用范围?	64
2-57	怎样选择固相萃取柱的大小?	65
2-58	固相萃取柱的使用方法?	66
2-59	什么是固相微萃取? 基本原理是什么? 有什么特点?	67
2-60	离子色谱测定水中总氮、总磷时如何处理样品?	69
2-61	据说亚硫酸根对柱子有较大的损害, 各位是否有什么好主意和经验可以提供?	69
2-62	用离子色谱分析土壤中氯、溴、碘, 在样品处理方面可有好办法?	70
2-63	分析双氧水中常见阴离子, 样品处理是怎么做的?	70
2-64	分析碱中痕量阴离子或酸中痕量阳离子, 样品用什么办法处理?	71
2-65	复杂基体中痕量离子的离子色谱分析时, 样品处理用什么方法比较理想?	72
2-66	有机物中氯离子含量的测定。	72
2-67	如何除去样品中大量的氯离子? 因工作要测硝酸根 (约几十 mg/L), 但受样品中大量的氯离子 (含量为十几 g/100mL) 影响, 回收率极低, 不知道有什么好的解决方法可以除去氯离子?	73
2-68	离子色谱法在测定饮用水中痕量溴酸盐标准方法中的应用?	73
2-69	离子色谱仪停泵后压力显示不能回零, 不知是何原因?	74
2-70	降水中的亚硝酸根为什么不出峰?	74
2-71	离子色谱电导检测器怕有机物吗?	74
2-72	柱子如何保存和维护?	74

2-73	为何接上色谱柱信号就弱?	75
2-74	测定实际水样中的总磷、总氮时, 如何消解样品?	75
2-75	我的样品中含有比较高的有机化合物, 用什么方法处理 样品?	75
2-76	测定火腿中的硝酸根和亚硝酸根用什么方法比较好?	76

3 液相色谱技术 77

3-1	C_{18} 和 C_8 柱是否可以互换使用?	77
3-2	Kromasil 100-5 C_{18} 柱出了什么问题?	77
3-3	关于手性液相色谱柱的选购。	79
3-4	含有缓冲盐的流动相怎样平衡柱子和清洗柱子?	79
3-5	可以自己装填高效液相色谱柱吗?	79
3-6	液相色谱柱能串联与并联使用吗?	79
3-7	色谱柱的柱压有没有正常值?	80
3-8	色谱柱好久没用了, 发现里面干了, 怎么办?	80
3-9	色谱柱进了空气怎么办?	81
3-10	如何对液相色谱柱进行修补?	81
3-11	色谱柱上标有方向, 请问反接能否用于分析?	82
3-12	新买的 C_{18} 柱需要老化吗, 是否要特别处理?	82
3-13	液相色谱柱柱温对分离分析有多大的影响?	83
3-14	在什么情况下应采用湿法装柱? 怎样装法?	84
3-15	怎样清洗液相色谱空柱?	84
3-16	怎样用干法装填液相色谱柱?	85
3-17	做一中药样品, 新 C_{18} 柱, 用了不到两天就出现分裂峰, 中药样品这么容易伤色谱柱吗?	85
3-18	C_{18} (C_8) 柱可以进酸性或碱性流动相吗?	86
3-19	HPLC 更换色谱柱应注意什么?	86
3-20	L1 和 L8 是什么类型的柱子? 它是怎么规定的?	87
3-21	C_{18} (C_{18})、RP18(RP-18)、ODS 什么区别?	89
3-22	保护柱与预柱的区别?	90
3-23	加了保护柱后, 柱效下降了, 为什么, 怎么办?	91
3-24	聚苯乙烯-二乙烯基苯柱使用时要注意什么?	91
3-25	如何判断聚苯乙烯-二乙烯基苯柱的污染故障?	92

3-26	配制哪些色谱柱能满足一般色谱分析要求?	93
3-27	如何测定色谱柱柱效?	93
3-28	如何对聚苯乙烯-二乙烯基苯柱进行清洗及再生?	94
3-29	如何看色谱柱上的标识?	95
3-30	如何判定一根液相色谱柱失效?	96
3-31	请教一下长柱与短柱, 不同内径有什么区别?	97
3-32	在做样品分析时, 色谱柱的柱压一直慢慢升高, 怎么办?	98
3-33	对于色谱柱的连接, 金属接头经常发生拧死现象, 如何解决和预防?	98
3-34	卡套柱有什么特点?	99
3-35	如何安装卡套柱?	99
3-36	色谱柱如何再生?	100
3-37	什么是整体色谱柱? 其有什么特点?	101
3-38	我有一根 Chromolith™ 整体色谱柱, 该如何使用和维护?	102
3-39	如何选择保护柱和更换保护柱?	103
3-40	HPLC 的流动相常见的脱气方法有哪些? 如何避免气泡产生?	104
3-41	HPLC 应该准备哪些常规的流动相试剂?	105
3-42	纯甲醇可以做流动相吗?	106
3-43	纯水到底能不能当流动相或冲洗色谱柱?	106
3-44	可否用分析纯的溶剂代替色谱级的溶剂来作为液相色谱的流动相?	107
3-45	请教关于流动相中加入离子对试剂的问题。	108
3-46	含四氢呋喃或甲醇的流动相变浑浊是什么原因?	109
3-47	可以用低浓度的盐酸和甲醇混合作 C ₁₈ 柱的流动相吗?	109
3-48	流动相经过超声处理, 为什么在分析过程中, 溶剂瓶中的吸滤头还是不断产生气泡, 这是什么原因?	110
3-49	流动相多长时间才能平衡?	110
3-50	流动相中可以加什么酸?	111
3-51	请问怎么测量有机流动相的 pH 值?	112
3-52	如果溶剂瓶中的流动相用光了, 在没有及时补加的情况	

	下系统运行了一会儿,可能产生什么影响?	112
3-53	如何过滤流动相?	113
3-54	三乙胺在液相色谱流动相中有什么作用?	114
3-55	什么级别的水可以满足 HPLC 分析的要求,如何得到色谱用水?	114
3-56	为节约流动相而频繁改变流速可行吗?	115
3-57	液相色谱的流动相可以放置多长时间?	116
3-58	HPLC 流动相能否直接循环使用?	116
3-59	在 HPLC 流动相中,用乙醇代替甲醇可以吗?	117
3-60	正、反相分析系统切换时,应注意什么,有何要求?	117
3-61	反相色谱流动相中甲醇和乙腈有什么区别?	118
3-62	流动相中的白色粉末是哪里来的?	121
3-63	甲醇/水做梯度分析时为何比乙腈/水漂移大?	121
3-64	用甲醇和水作流动相,基线还平稳。但换用甲醇和乙酸铵作流动相后,基线一直不稳定,呈折线形而且波动范围较大,怎么办?	122
3-65	不同缓冲液流动相配制方法对分析结果有什么影响?	122
3-66	离子对色谱法中烷基磺酸和高氯酸使用上有何区别?	124
3-67	流动相配制时其混合比如何确定,例如 50% 的甲醇水溶液是体积比还是质量比?	126
3-68	流动相组成: 0.05% H_2SO_4 : 乙腈 : 乙酸乙酯 = 86 : 12 : 4, 反相 C_{18} 柱,柱温 $35^{\circ}C$,流动相在一天内样品出峰时间相对较稳定,但之后却呈增长趋势,不知是什么原因?	127
3-69	进样阀的工作原理?	128
3-70	进样后抽出针,发现有液体从进样孔流出,这是为什么?	129
3-71	进样压力增大,不稳定,柱前压升高,是不是进样阀出了问题?	129
3-72	六通阀无法将样品注射进去,有人说是系统堵塞,但柱压却正常,这是什么原因?	130
3-73	进样(阀切换)快慢会不会影响峰形和定量?	130
3-74	怀疑泵的流量不准,如何测定实际的流量呢?	131
3-75	HPLC 柱温对分离分析有多大的影响?	131

3-76	造成流速不稳或与设置流速不一致是何原因? 如何处理?	132
3-77	用 HPLC 如何确定被测组分的检测波长?	133
3-78	HPLC 有多少种检测器, 常见的有哪些?	134
3-79	流动相的紫外吸收对紫外检测器测定有何影响?	136
3-80	如何判断检测池有无气泡? 怎样防止气泡产生? 如何排除气泡?	137
3-81	荧光检测器有哪些应用特点?	138
3-82	紫外检测器与二极管阵列检测器有何区别?	138
3-83	氙灯的能量可以维持多长时间? 可以放置多长时间?	139
3-84	Agilent 1100 的 VWD 如何进行紫外扫描?	139
3-85	紫外检测时为什么会出现负峰? 什么原因?	140
3-86	为什么同样的条件下, 不同时间手性柱分离样品的结果不一样?	140
3-87	为什么在 211nm 用乙腈为流动相时紫外吸收值会变成负值, 该如何校零?	141
3-88	长时间分析中如何保证保留时间不漂移?	141
3-89	标准溶液和样品(血浆)中的同一物质的出峰时间并不一致, 这可能吗?	142
3-90	流动相为甲醇/水(90:10), 柱温 55℃, 检测波长 214nm, 基线走了一天仍不稳, 怎么办?	142
3-91	梯度洗脱或检测波长程序改变时基线为什么不稳?	143
3-92	乙腈/三氟乙酸缓冲液梯度洗脱在低波长为什么基线会下漂?	143
3-93	液相色谱保留时间漂移是什么原因造成的? 如何解决? ..	144
3-94	为什么色谱峰变得比以前矮、胖了?	145
3-95	分析单一组分样品, 结果是大峰后面带一小峰或一小峰后连大峰, 这种情况如何解决?	145
3-96	HPLC 分析中出现峰拖尾、峰太宽现象应如何解决?	146
3-97	面积归一化法定量有多大的可靠性?	147
3-98	日常需要分析八个不同的样品, 如何安排?	149
3-99	离子对色谱分离, 色谱峰不断后移的问题?	149
3-100	流动相是甲醇/低浓度三氟乙酸的稀释液, pH 值是 3.0。	

- 主峰出峰时间为 12min, 最后有一个峰在 36min 时出来。
怎样可以使其提前出峰? 150
- 3-101 没有柱温箱, 冬天和夏天保留时间差很多, 有时相差
不超过 1min, 在没有其他物质干扰时, 这样进行含量
测定可以吗? 150
- 3-102 做一新药血浓度检测, 流动相为甲醇/水 (85 : 15),
流速 0.8mL/min, 开始样品出峰时间为 5.8min, 后
变为 4.8min, 再进样时又推前为 3.8min, 换了一根
新柱, 情况一样, 查看流速没有出错, 为什么? 151
- 3-103 为什么期刊论文中 HPLC 分析的回收率都很高? 151
- 3-104 为什么四元梯度泵保留时间每次都往后延迟 0.2~0.4min,
但单一流动相保留时间就比较一致? 请问是不是泵的精度
有问题? 流动相为乙腈/磷酸盐溶液 (内含小分子氨基酸,
浓度都很低)。 152
- 3-105 为什么相同的色谱条件, 采用两根不同的色谱柱, 同一
化合物的保留时间差别这么大? 152
- 3-106 为什么新柱用了离子对试剂, 几天下来, 保留时间就提
前了? 153
- 3-107 分析酸性物质, 条件没变, 水相多加了点乙酸, 可出峰
时间拖后了, 为什么? 154
- 3-108 三个峰的保留时间分别是 6min、9min、19min, 第三个峰
的出峰时间太靠后, 耽误时间, 但要是改变条件, 前两个
峰就分不好了, 怎样才能使第三个峰时间提前? 现在用等
度流速做的。 154
- 3-109 有一药物用紫外 201nm 测定含量, 在做了几个月之后,
突然不出峰了, 柱压没有明显上升, 用了两台仪器都不
出峰, 隔两天再做又恢复了, 不知什么原因? 154
- 3-110 我分析一样品, 文献上是 5min 多出峰, 而我的要到
13min 才出峰。流动相一样, 色谱柱也一样, 会有那
么大差异吗? 是不是柱子不行了? 155
- 3-111 在分析中药提取物时, 为什么样品与标准品的保留时间
相差 2min? 155
- 3-112 在用 C_{18} 柱分析有机酸类的芍药苷标准品时, 试了好多流