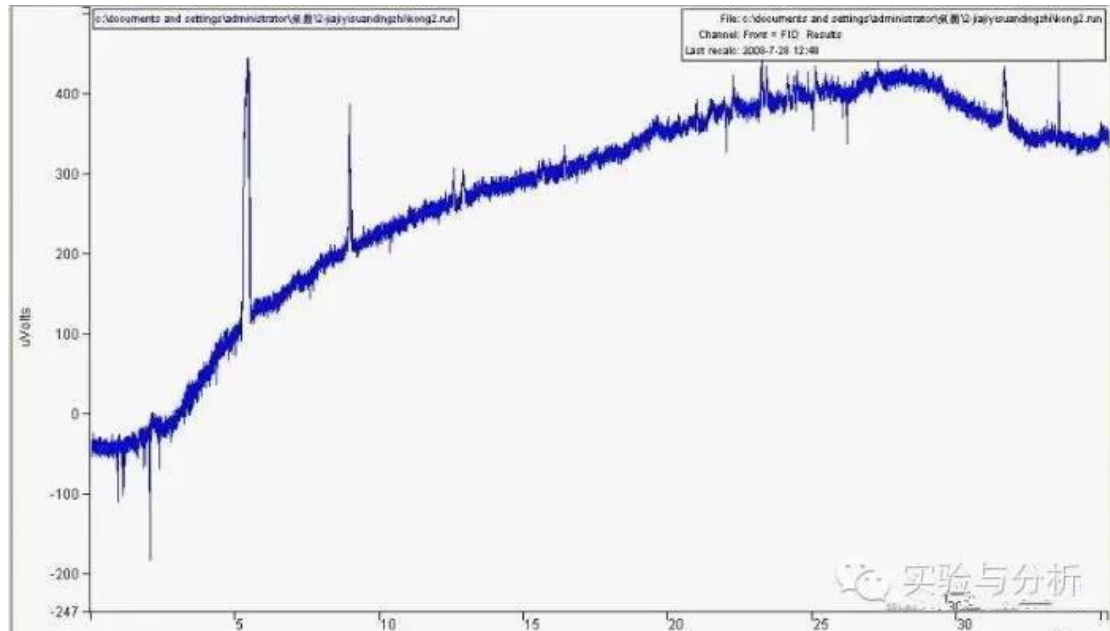


## 色谱分析中出现鬼峰肿么办？



鬼峰产生的原因是多种多样的，根据本人的经验以及文献报道，将原因归纳为以下几个方面：1、流动相、样品稀释液、仪器或是容器中存在杂质，当梯度开始时由于有机相比比例不高，洗脱能力不强，杂质在色谱柱柱头富集，随着流动相比比例变化，洗脱能力增强，富集的杂质被洗脱，从而形成鬼峰。2、流动相脱气不完全。空气在有机相和水中的溶解度不同，当水和有机相混合时，气泡就产生了3、操作问题情况梳理一

### 1、试剂问题

#### a) 有机溶剂

甲醇制备工艺相对乙腈来说较为简单，杂质含量也较少。但是由于甲醇紫外吸收范围比乙腈广，所以当使用紫外检测器时，尤其是波长较低时，尽量使用乙腈作为有机相，用甲醇的话漂移太大。而用作梯度色谱的乙腈质量要求较高，一般用进口梯度色谱专用乙腈能够很好的减少鬼峰的出现。

#### b) 水

很多单位用自制蒸馏水作为水相，但是结果并不是很好。原因就是一些低沸点的有机杂质并不能够通过蒸馏除掉。有条件的尽量用 HPLC 级的纯水，没有条件的也可用娃哈哈或是屈臣氏等水代替，但是如果色谱条件比较严格也是有可能出问题的。

#### c) 其它试剂

缓冲盐、TFA、EDTA 等试剂也会对流动相造成很大的影响，尽量用纯度高的试剂配制流动相。

## 2、仪器问题

a) 液相的流动相管路被污染。

长时间的使用含水量较高的流动相(尤其是加入缓冲盐的)，细菌就容易在管路中滋生，细菌的代谢产物或是细胞碎片能造成鬼峰。

b) 输送泵故障，造成系统压力不稳，从而产生鬼峰。

c) 单向阀堵塞，造成系统压力不稳，从而产生鬼峰。早期岛津的液相单向阀貌似不能用纯乙腈作为流动相，现在应该已经得到改进。

情况梳理二 1、 在线脱气机脱气不完全。

2、 两种流动相的有机相比比例相差太大。例如 A 为 100%水，B 为 100%乙腈。在梯度条件允许的情况下尽量减少两中流动相之间的差距，降低空气在两中流动相中溶解度的差异，从而减少气泡的产生。

3、 流动相配置好后预先超声脱气。

情况梳理三

## 1、流动相配置过程中受到污染

a) 盛放流动相的容器或是量具受到污染。

这种污染可能来自于洗涤剂、铬酸洗液或是其他实验人员用完后的残留杂质。流动相容器的清洗一般用干净的水+有机溶剂涮洗就行，过多的清洗步骤反而可能造成二次污染。有时流动相容器的塑料盖碎片都有可能是杂质的来源。

b) pH 计。

很多 pH 计以聚碳酸酯作为外壳，然而聚碳酸酯是可以溶于有机溶剂的，所以尽量使用玻璃 pH 计来测量流动相的 pH。

c) 滤膜。

劣质的或者型号错误的滤膜往往是鬼峰出现的原因。

d) 放置时间过长。

流动相在空气中暴露时间过长，就可能吸收空气中的有机杂质，有时流动相中的添加剂，例如 TFA，时间长了会氧化从而产生杂质。

## 2、仪器样品稀释液与流动相极性或者 pH 相差太大。

这也是导致鬼峰的原因之一，这种问题很有可能导致样品分为两个不同的阶段出峰，从而产生双峰或者多峰。