

高效液相色谱仪、气相色谱仪的 正确使用和科学保养

侯宇凯 段秀洪 尹俊

沈阳化工研究院试验厂 (沈阳 110021)

高效液相色谱(HPLC)和气相色谱(GC)技术已成为环境化学、石油化工和医药农药等领域的主要分析测试手段。估计我国至少有数百个农药厂,每家都有几台,十几台甚至几十台气相色谱和高效液相色谱仪在运行。因此,保持色谱仪的运行良好,确保分析数据的准确可靠,延长价值昂贵的色谱柱寿命,降低仪器维修费用,成了广大分析工作者关注的焦点。我们愿意将大量参考资料和实际工作经验中总结出来的HPLC和GC的正确使用和科学保养知识作简要介绍,与同行商榷。

一、HPLC的正确使用和科学保养

特别提示:反复认真地阅读仪器使用说明书,做到对仪器的主要部件如进样阀、高压输液泵、检测器和数据处理机的功能、特点及其相互关联匹配情况,熟悉、理解,融会贯通。严格按照说明书要求,进行规范操作,这是正确使用和科学保养仪器的前提。

1、保持贮液瓶清洁,对专用贮液瓶应定期清洗;用试剂瓶作贮液瓶时,要经常更换。

2、定期(如半个月)在稀硝酸溶液中超声、清洗过滤器,保持过滤器畅通无阻。

3、使用HPLC试剂和新蒸二次蒸馏水作流动相,所使用的溶剂其截止波长一定要低于检测波长,对不是HPLC级的试剂要进行过滤(HPLC级试剂出厂前已用 $0.02\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤)。对流动

相一定要脱气。

4、每天开始使用仪器,注意放空排气,确保泵头、流动池以及其他流路系统中无气泡存在。

5、珍惜保护色谱柱,避免柱头突然产生大的波动,扰动损伤柱床。如避免泵启动过速、升压过快、样品阀搬动过慢所造成的柱压大的波动。

6、采用保护(警戒)柱,延长柱寿命。如污染物堆积于保护柱柱头,造成柱压升高,柱效下降,峰形变差时,卸下用强溶剂反冲后再用或更换新保护柱。

7、避免超负荷进样,对 $250\times 4.6\ \text{mm}$ 的柱子,绝对进样量应不超过 $100\ \mu\text{g}$ 。在灵敏度允许的前提下,应尽量将试样浓度降低,减少绝对进样量(进样体积可保持不变),这是保持HPLC柱性能持久良好的重要举措之一。

8、经常用强溶剂冲洗柱子,将柱内强保留组分及时洗脱出。反相柱用异丙醇-二氯甲烷(1:1)冲洗,正相(硅胶柱)用纯甲醇或异丙醇冲洗,时间均不少于1 h。

9、做完试验,及时用适当溶剂冲洗柱子和进样阀,尤其是对过夜的柱子和进样阀,一定要用足量的水彻底洗净其中的盐类、缓冲液,再用甲醇或乙腈冲洗,并保存在乙腈中。正相柱保存在非极性有机溶剂(如己烷)中。

10、以硅胶为基质的柱子,如C-18, C-8等,要控制好流动相的pH值,一般不要低于2.5,不高于7.0。

11、尽量用流动相溶解样品,一是避免出现拖尾峰、怪峰,二是避免试样在系统中由于溶解度降低而析出。

12、对于阻塞或受伤严重的柱子,必要时,可卸下不锈钢滤板,超声洗去滤板阻塞物,对塌陷污染的柱床进行清除、填充、修补工作,此举可使柱效恢复到一定程度(80%),有继续使用的价值。

13、色谱仪检测器输出与积分仪(处理机)要匹配,要合理设置参数如斜率、半峰宽、阈值、AUFs值、衰减等。将适宜的进样量和合适的参数结合起来,使主峰峰高达到记录仪满量程的80%左右。

14、用HPLC分析酸碱性物质,由于吸附作用(次级保留)使峰形拖尾。加入改良剂可以大大改善峰形,提高积分的准确度。一般规则是:

(1)分析酸性物质,可加入1%的醋酸。

(2)分析碱性物质,可加入10~20 mmol/L 三乙胺。

(3)酸碱物质混为一体,可同时加入1%的醋酸和10~20 mmol/L 三乙胺。

二、GC的正确使用和科学保养

特别提示:反复认真地阅读仪器使用说明书,做到对仪器的主要部件如流路系统、气化室、柱箱、检测器和数据处理机的作用、特点,熟悉、理解,融会贯通。遵照说明书指导,规范操作,这是正确使用和科学保养仪器的前提。

1、仪器应有良好接地,使用稳压电源,避免外部电器干扰。

2、使用高纯载气,纯净氢气和压缩空气,尽量不用氧气代替空气。

3、确保载气、氢气、空气的流量和比例适当、匹配(Fid),一般指导流速依次为载气30 mL/min,氢气30 mL/min和空气300 mL/min。针对不同仪器特点,可在此基础上,上下作适当调整。

4、经常进行试漏检查(包括进样垫),确保整个流路系统不漏气。

5、气源压力过低(如不足10~15个大气压),

气体流量不稳,应及时更换新钢瓶,保持气源压力充足、稳定。

6、对新填充的色谱柱,一定要“老化”充分,避免固定液流失,产生噪音。对OV-101,OV-17,OV-225等试剂级固定液,老化时间应不少于24 h;对SE-30,QF-1工业级固定液因纯度低,老化应不少于48 h。

7、注射器要经常用溶剂(如丙酮等)清洗。试验结束后,立即清洗干净,以免被样品中高沸点物污染。

8、要尽量用磨口玻璃瓶作试剂容器。避免使用橡皮塞,因其可能造成样品污染。如果使用橡皮塞,要包一层聚乙烯膜,以保护橡皮塞不被溶剂溶解。

9、避免超负荷进样(否则会造成多方面不良后果)。对不经稀释直接进样的液态样品,进样体积可先试0.1 μL(约100 μg),然后再作适当调整。

10、对于欠稳定的液态农药、中间体,最好用溶剂稀释后再进行分析。这样可以减少样品的分解。

11、尽量采用惰性好的玻璃柱(如硼硅玻璃、熔融石英玻璃柱),以减少避免金属催化分解和吸附现象。

12、保持FID检测器的清洁、畅通。为此,检测器温度可设的高一些,并用乙醇、丙酮和专用金属丝经常清洗和疏通。

13、保持气化室的惰性和清洁,防止样品的吸附、分解。每周应检查一次玻璃衬管,如污染,清洗烘干后再使用。

14、定期检查柱头和填塞的玻璃棉是否污染。至少应每月拆下柱子检查一次。如污染,应擦净柱内壁,更换(1~2) cm 填料,塞上新的经硅烷化处理的玻璃棉,“老化”2 h,再投入使用。

15、做完试验,进数针溶剂(如丙酮等),冲洗柱子和检测器。

(收稿日期 2003 - 04 - 01)