

# 液相色谱仪检定中的问题及建议

万 鹏

(唐山市计量测试所,河北 唐山 063000)

**摘要:**液相色谱仪作为一种分析类计量器具,在理化领域得到了广泛的应用。目前主要用来对药品和食品进行定性与定量检测。不过在液相色谱技术快速发展的背景下,液相色谱仪也在不断的进行更新换代,其检定水平也在不断提升。但是检定人员在使用液相色谱仪检定时往往存在着很多问题,从而无法满足相应的计量指标。本文主要针对液相色谱仪在检定过程当中遇到的问题及其建议进行有效探究,希望能够给液相色谱仪的检定提供有效的参考依据。

**关键词:**液相色谱仪检定;问题;建议

[DOI]10.12231/j.issn.1000-8772.2020.32.305

## 1 气泡因素产生的问题及其建议

液相色谱仪在进行鉴定的过程当中系统中有可能会存在一定的气泡,气泡轻微时会导致色谱图上出现噪声峰,严重时降低仪器的分析灵敏度。变大的气泡一方面可能会进入流路,另外一方面可能会进入色谱柱,这时不仅会减慢流动相的流速。而且还会导致基线起伏不稳定<sup>[1]</sup>。而出现气泡的原因,一方面是由于样品注入过程当中混入了一定的空气,仪器开始检定时流路中还残留一定的空气。另外一方面是由于流动相溶液中混入了一定量的氧气和空气,进而导致气泡的产生。为了避免液相色谱仪在检定过程当中气泡的产生,其一,在仪器正式启动之前可以将恒流泵的排空阀与注射器进行相连,抽干流路中的空气。其二,在样品注入前,要将注射器当中的空气排干净。其三,在检定过程当中为了防止气泡变大进入流动相,要对其进行脱气操作。

## 2 柱温变化引起的问题及其建议

用液相色谱仪进行检定时,一般都是室温条件下进行的,室温并不是恒定的,它会不断的变化,而室温的变化就会引起一些检定问题。下面就以温度对液相色谱仪的洗脱方式的影响为例。在进行等度洗脱时,保留时间会受温度变化的影响。一般温度升高1℃,保留时间会减少1%~3%,如果温度升高,那色谱峰就会产生前移的现象。对于梯度洗脱的方式,其产生的现象也是一样的,不过梯度洗脱对于温度的敏感度要小于等度洗脱。但是在进行梯度洗脱时,如果对温度不进行科学合理的控制,那对保留值的影响也是非常大的。当柱子的温度不稳定时,其影响最严重的就是峰宽。所以温度的变化不仅会对保留时间和选择性有一定的影响,而且还会对峰宽有一定的影响。峰会随着温度的升高而变窄,因为峰的面积是保持不变的,所以峰宽变小那峰就会越高,当温度升高到一定的程度会到达最小的检测限。柱子里的温度也会对峰形造成一定的影响,而且峰形的变化会随着柱子与流动相之间温差的增大而增大。为了在检测当中获得准确的结果,一定要对柱子的温度进行科学合理的控制,最科学的方法就是采用柱温箱将柱子的温度控制在恒定的范围之内。当然也可以将色谱柱放置在温度变化范围特别小的地方,这样柱子的温度几乎不会受到外界温度变化的影响,进而保障检测结果的准确性。

## 3 色谱柱污染问题及其建议

如果色谱柱受到一定的污染就会导致保留时间产生一定的漂移。色谱柱它会对流动相当中的任何物质进行吸附和过滤。在此过程当中色谱柱可能会受到一定的污染,其污染源可能来自于流动性容器及本身,进样器,连接管,样品和泵等。如果样品中存在有能在色谱柱上保留很强的组分,那就会导致保留时间漂移。但是由于组分的分子量比较高,它在产生保留时间漂移的同时也会让反压逐渐增加。针对于这种情况最简单的解决方法就是做好预防,如果没有预防好,那就要找到问题的根本原因,并采用相应的清洗方法,但是此方法比较困难,如果污染物是可溶物质,那就可以在给定色谱基础上采用一定的强溶剂来进行溶解。当然最简单最有效的方法就是采用保护柱。

## 4 色谱柱平衡问题及其建议

如果再利用液相色谱仪进行检定的过程当中观察到了保留时间出

现漂移的现象,首先就要观察色谱柱是否被老化,也就是将色谱柱中比较容易挥发的物质冲洗出来,减少柱流失所带来的干扰,也就是用流动相来进行平衡。如果色谱柱已经被用过了,那就要将色谱柱里面残留的样品进行冲洗,让柱子达到充分的平衡,然后才可以利用液相色谱仪进行检定工作,从而能够有效的避免和减少保留时间出现漂移情况的发生。

## 5 流动相有机溶剂问题及其建议

流动相的有机溶剂对于液相色谱仪的检测限具有一定的影响。液相色谱仪在检定过程当中使用的流动相的有机溶剂不仅要紫外吸收小,而且还要有很高的纯度,而对于纯度高的要求要满足以下几点。其一,试剂当中不要含有一定的杂质,不会对液相色谱仪的分析造成一定的干扰。其二,试剂里面不能含有重金属离子并且损害程度比较高的高纯度硅胶基质<sup>[2]</sup>。对于纯溶液进行检定的时候可以采用重蒸的方式,也可以采用滤膜过滤的方式,但是需要注意的是要将前置的过滤头先放在稀硝酸里面进行清洗然后再用清水进行不断冲洗直到其测试为中性为止。这样就可以最大限度的保障流动性有机溶剂的纯度符合一定的检定要求。

## 6 柱压因素产生的问题及其建议

在利用液相色谱仪对相关溶剂进行分析的过程当中经常会遇到柱压过高的情况。而产生柱压过高的原因比较多,但是这并不是因为柱子本身的因素而产生的。而是由以下几个方面产生的。其一,由于参与检定的样品和溶剂里面含有一定的颗粒物杂质,当筛板被这些杂质堵塞了之后,就会引起柱子的压力上升。这时解决方法就是要将堵塞的筛板进行及时更换。其二,泵里面存在有一定的空气,这时就需要对溶剂进行脱气操作,将泵里面的空气进行驱赶清除。其三,应该检查比例阀是否正常工作,如果比例阀失去了一定的功能,那就要及时更换新的比例阀。其四,检查泵的密封垫是否出现损坏,如果存在损坏的情况就要及时更换泵的密封垫。其五,对系统进行检查,如果存在有漏点,就要对漏点进行及时密封。

## 7 结束语

综上所述,液相色谱仪在具体应用的过程当中,会由于一些客观因素和主观因素导致其分析结果和分析过程受到一定的影响,这就大大降低了液相色谱仪的分析水平,导致分析的结果缺乏一定的准确性和可靠性。目前液相色谱仪应用范围比较广泛,而且每一个行业对仪器使用的侧重点不同,所以要在实践的过程当中不断进行总结和归纳,严格执行检定方法,减少其在使用过程当中不确定因素,从而提高检定结果的准确性和可靠性,促进液相色谱仪技术在未来得到更好的发展。

## 参考文献

- [1]冯伟杰.液相色谱仪检定中的方法及注意事项[J].现代工业经济和信  
息化,2018:109-110.
- [2]薛同江,蔡翔君,丁谦云.气相色谱仪计量检定过程中常见问题及解决  
方法[J].计量与测试技术,2019:67-68+72.
- [3]唐博,张晓楠,毛森,等.液相色谱仪检定中的异常峰[J].化学分析计量,  
2019:87-90.