

液相色谱流动相使用及相关注意事项

侯建军

北京雪迪龙科技股份有限公司，北京 102206

有机相，比如甲醇、乙腈等必须使用色谱纯级别或相当于该级别的。水相，比如纯净水、超纯水、去离子水、二次蒸馏水等配流动相前或使用前必须要经过 $0.45\mu\text{m}$ 或 $0.22\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤。有机相要用有机相滤膜过滤，无机相或水相要用水相滤膜过滤，如果配置好的流动相中既有有机相又有水相，那就用有机相滤膜过滤。

过滤后的流动相使用前必须要进行充分的脱气，除去流动相中溶解的气体，比如 O_2 等。如不脱气或脱气不充分，流动相中溶解的气体很容易产生气泡，影响液相泵流速，流速可能会变小而且可能不稳定，这样可能会造成色谱基线噪声变大，有时会形成比较有规律的波形波动，长时间看波动大小和波动频次可能也会有变化，有时也会伴有基线漂移，造成灵敏度下降，检出限指标变差，影响色谱峰保留时间，甚至影响检测结果的准确性或根本无法完成检测。

目前各厂家或实验室采用的脱气方法主要大概有这么七种，以下一一介绍。

氦气脱气法：向密封的流动相储液瓶中连续吹氦气，首先要用氦气置换掉储液瓶中空气，再利用氦气在液体中的溶解度要比空气低的特点，连续吹氦气就可以把流动相中溶解的大部分气体脱出来，从而降低气体在流动相中溶解的量。这种脱气方法脱气效果较好，但储液瓶结构较复杂，使用成本也较高。也有人用比较便宜的氮气代替氦气（氮气脱气效果没有氦气好，但可以脱掉大部分气，大多时候也可以使用），降低成本。

加压脱气法：向密封的流动相储液瓶通入氮气或氦气，给储液瓶中流动相加压，这样会降低气体在流动相在溶解度，脱气效果较好，但这种方法也会存在储液瓶结构较复杂，使用成本较高的问题。

沸水脱气法或加热回流脱气法：这两种方法都得加热，利用液体温度越高液体中气体溶解度就越低的原理脱气，脱完气流动相再慢慢恢复常温，恢复过程中要注意防止流动相温度降低气体又溶解到流动相中。这种方法脱气效果也很好，但这种方法操作起来较麻烦，且有局限性。利用这种方法脱气主要是针对水的脱气，含有有机相或易挥发、有毒成分的流动相是不能这种方法的。用这种挥发出来的成分可能会污染环境，会改变流动相各成分的比例，影响使用效果。

抽真空脱气法：这种方法是用抽真空的方式脱掉流动相的气体，这种方法也是有弊端的，一是易抽走流动相中易挥发成分，比如有机相；二是储液瓶被抽真空，储液瓶中就是负压，液相泵吸液可能就会受到影响，影响液相泵流速。

超声波脱气法：这种方法使用超声波清洗器超声振动流动相，从而脱掉其内的气体。这是现在实验室用的最多的脱气方法。这种方法脱气效果不是太好，但这种方法操作起来简单，很受欢迎。

在线脱气机脱气法：这种方法目前主要有三种方式，一是膜脱气（在线脱气机用的最多的一种方法，脱气效果很好），通过真空泵从一种特殊材料的膜或管中把气体抽出去。一种是靠振动的方法脱气。一种是靠抽真空或是给流动相加压脱气。这种脱气方法能连续脱气，脱气效果较好，但脱气机价格一般都较高，高端仪器都有配置，普通仪器大多都没有配置。

以上几种方法是我用过或接触到过的几种方法，分享给大家，如遇到新方法再做补充。