

# 液相色谱的常见问题与维护——泵的预防与故障解决

## 输液泵的性能

- ①流量稳定，其  $RSD$  应  $<0.5\%$ ，这对定性定量的准确性至关重要；
- ②流量范围宽，分析型应在  $0.1\sim 10\text{ml}/\text{min}$  范围内连续可调，制备型应能达到  $100\text{ml}/\text{min}$ ；
- ③输出压力高，一般应能达到  $150\text{-}300\text{kg}/\text{平方厘米}$ ；
- ④液缸容积小；
- ⑤密封性能好，耐腐蚀。

## 输液泵的分类

- 按输液性质可分为恒压泵和恒流泵
- 
- 恒流泵按结构又可分为螺旋注射泵、柱塞往复泵和隔膜往复泵
- 

## 优缺点

恒压泵受柱阻影响，流量不稳定  
螺旋泵缸体太大  
这两种泵已被淘汰  
目前应用最多的是柱塞往复泵。

## 柱塞往复泵

柱塞往复泵的液缸容积小，可至  $0.1\text{ml}$ ，因此易于清洗和更换流动相，特别适合于再循环和梯度洗脱；改变电机转速能方便地调节流量，流量不受柱阻影响；泵

压可达  $400\text{kg}/\text{cm}^2$ 。其主要缺点是输出的脉冲性较大，现多采用双泵系统来克服。双泵按连接方式可分为并联式和串联式，一般说来并联泵的流量重现性较好（RSD 为 0.1% 左右，串联泵为 0.2-0.3%），但出故障的机会较多（因多一单向阀），价格也较贵。

## 关于输液泵故障的预防

要保持泵的良好操作性能，必须持续保持系统的清洁，确保使用的溶剂和试剂的质量，流动相进入流路前必须进行过滤和脱气。

预防泵故障需要持久不间断的努力：

- 1) 使用优质试剂和 HPLC 级溶剂，对泵对色谱柱都有好处；
- 2) 流动相和溶剂在使用前使用优质材料过滤；
- 3) 对流动相和溶剂进处理脱气；
- 4) 每次开始使用时要排气放空，工作结束后从泵及色谱柱中洗去缓冲液或有害物质；不让水及腐蚀性溶剂等有害物质滞留泵及色谱柱中；
- 5) 定期更换在线过滤圈等垫圈；
- 6) 严格遵从泵操作手册中的建议。

## 关于输液泵故障的处理

### 一、单向阀现象：柱压波动范围很大。

**原因：**单元向阀污染或阀内进入气泡引起。污染使得球与阀座密封不严，液流倒流，压力不稳，或球与阀座粘在一起阻死。气泡进入阀中会紧贴在阀体的一侧，使球难以返回到阀座，引起倒流，使压力和流速变化范围大，有时甚至为零。

**措施：**对于污染用不同极性的一系列溶剂冲洗有可能解决问题，如用 25mL 水、甲醇、异丙醇、二氯甲烷依次冲洗。或拆下进出单向阀放在 10% 的硝酸液内超声清洗 30-60min，若仍不解决问题则要更换单元向阀。对于阀内进入气泡不必弄清气泡存在何处，只要打开泄液阀大流速冲洗就可解决问题，在冲洗泵时可用扳手迅速打开泵头上的输出管路，以促进气泡排出。

二、塞杆密封垫现象：在高压下压力不稳定，从泵头渗漏流动相液体，反映在分析结果上是样品保留时间的改变

**原因：**垫圈与运动着的柱塞杆紧紧接触，是液相色谱系统中最易磨损的部件。缓冲液或其它含盐的流动相更加速垫圈的磨损。垫圈磨损是不可避免的。

**措施：**一旦垫圈损坏只有进行更换。更换时注意要将柱塞杆缩至最后，松开泵头的两根收紧螺钉，操作时处处以平衡的动作进行，切不可摇动或上下摆动泵头，否则柱塞杆极易折断。

三、塞杆现象：无流动相流出，压力波动，更换新的垫圈后仍渗漏。

**原因：**一旦出现以上现象，只有更换柱塞杆。更换进要用专用工具，由于此项操作比较复杂困难，需请专业维修工程师来解决。也可自行按说明书的指导仔细进行。