

液相色谱分析有气泡？这样来解决！

在操作高效液相色谱时，有没有为老是出现气泡而崩溃？

有没有为超声波震荡了一个小时，流动相还出现气泡，而晕倒？

有没有为天气晴好的时候没出现气泡，阴天、下雨天，同一瓶，出现了气泡，而对自己的工作失去信心？

在操作高效液相色谱时，流动相出现气泡，那整个工作就没法进行了。



常见现象及原因分析

超声波震荡了一个小时的流动相，为什么天气晴好的时候没出现气泡，阴天、下雨天就会出现；是因为阴天、下雨天空气气压下降，引起溶在流动相中的空气过饱和（晴天时气压高还没饱和），当高压泵抽取流动相时，空气析出，产生了气泡。

超声波震荡了一个小时的流动相，为什么里面还有空气呢？这是由于在常压下震荡，驱赶空气效果不行。

如果把装流动相的瓶子进行抽真空，同时进行超声波震荡，效果会怎么样呢？效果非常好，只要 1min，流动相中的空气差不多没了；经过这样驱逐空气的流动相，阴天、下雨天使用也不会出现气泡了；而且省时，不用动不动半小时、一小时超声波震荡；并且效果非常好。

由于气泡的存在，会造成色谱图上出现尖锐的噪声峰，严重时会造成分析灵敏度下降；气泡变大进入流路或色谱柱时会使流动相的流速变慢或不稳定，使基线起伏。

造成上述现象的主要原因有三条

- 一是流动相溶液中往往因溶解有氧气或混入了空气而形成气泡；
- 二是系统开始工作时未能将流路中的空气驱赶干净；
- 三是在注入样品时不注意混入了空气。

而液相色谱仪在使用中，整个液路系统有两个地方易产生气泡！

- 1、泵头吸液白管；
- 2、检测口流通池。

气泡产生的原因大多数是因为

温度上升，压力下降！温度上升或柱温上升，当接近试剂沸点时，试剂汽化产生气泡，试剂中已含微小气泡，因加热变大而产生气泡。

压力下降产生气泡，流动相中一直包含微小气泡，无论超声过滤，均不能彻底去掉它，那么当压力下降时，微小气泡将长大，且多个小气泡易聚集成大气泡，而影响正常实验。

气泡产生原因及解决办法

- 一、泵头及吸液白管。

1、泵头：泵头是压力变化最剧烈的地方，也是最易产生气泡的地方，泵头靠负压而吸液，而负压必然使流动相中的小气泡长大，当泵腔变正压时，已长大的气泡未必能全部变小流入后续液路，则泵腔内将积存气泡，从而影响吸液精度，鉴于此，泵头上专门设计了排气阀，便于泵头排气，观察柱压稳定了说明泵头排气成功。

2、吸液白管长气泡。

a、吸液白管接触空气部位漏气，产生可见气泡，吸液白管是常压和负压交替变化部位，其漏表现为大气进入白管内，而不易见到管内液体漏出。

处理方法：更换白管。

b、滤头堵：滤头堵使得液体流入滤头的速度下降，泵强制吸液而产生真空气泡。

判断：拔掉滤头不再长气泡则是滤头堵。

处理：A、30%硝酸水液超洗滤头，20分钟左右。 B、水超洗滤头，注意换水多超几次。

c、流动相汽化产生气泡。

尤其是夏天室温高，沸点低的试剂易汽化，比如：乙酸，乙醚，氨水，石油醚等易于汽化。

处理：超声，降室温。

二、检测流通池长气泡

流通池是易积存气泡的地方，其对基线影响巨大，流动相流入色谱柱后，压力越来越小，微小气泡将逐渐长大，而流通池截面积远大于钢管面积，则气泡在池内易长大，气泡的特点是长大在无外压的情况下，很难缩小到钢管内经以下流出流通池，所以它就存在了池内。 处理方法：1、对于示差检测器（示差检测器池只能耐几个公斤压力），只能是反复冲洗斥资，举高废液瓶靠废液管内液柱给池加一个微小反压，所以这就靠成了示差池子排气困难些，但无它法。

为了避免这类问题的出现，液相色谱实际分析过程中必须重视对流动相进行脱气处理。

常用的脱气方法有以下几种

1.吹氮脱气法 使用在液体中比空气溶解度低的氮气，在 0.1Mpa 压力下，以约 $60\text{ml}/\text{min}$ 流速通入流动相 $10-15\text{min}$ 以驱除溶解的气体。此法使用于所有的溶剂，脱气效果较好，但在国内因氮气价格较贵，本法使用较少；

2. 加热回流法 此法的脱气效果较好；

3. 抽真空脱气法 此时可使用微型真空泵，降压至 $0.05-0.07\text{MPa}$ 即可除去溶解的气体。显然使用水泵连接抽滤瓶和 $G4$ 微孔玻璃漏斗可一起完成过滤机械杂质和脱气的双重任务。由于抽真空会引起混合溶剂组成的变化，故此法适用于单一溶剂体系脱气。对多元溶剂体系应预先脱气后再进行混合，以保证混合后的比例不变。

4. 超声波脱气法 它是目前实验室使用最广泛的脱气方法，将配制好的流动相连同容器一起放入超声波水槽中脱气 $10-20\text{min}$ 即可。该方法操作简便，基本能满足日常分析的要求。

5. 在线真空脱气法 把真空脱气装置串联到储液系统中，并结合膜过滤器，实现了流动相在进入输液泵前的连续真空脱气。此法的脱气效果明显优于上述几种方法，并适用于多元溶剂体系。

其二，在液相色谱系统开始工作前，可以用注射器连接恒流泵的排空阀，抽入流动相，将流路中的空气驱赶干净。

其三，在注入样品前注意排出样品注射器中的空气。