



毛细管色谱柱的使用技术及常见故障

一、毛细管柱与进样器的连接

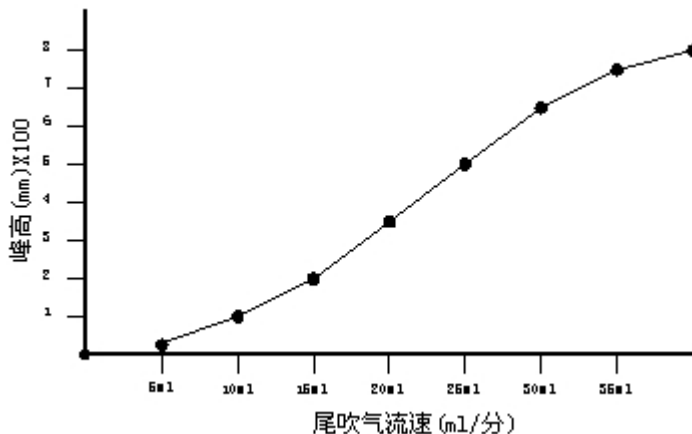
对于分流进样，毛细管柱的入口端一定要伸过分流进样器的分流出口，亦就是使毛细管柱的入口处于载气的高流速区域。如果毛细管柱的入口在分流进样器的分流出口以下，处于载气的低流速区域，得到的色谱图还不如填充柱，所以必须将毛细管的入口伸过分流进样器的分流出口，这样才会得到尖锐的峰形。对于分流/不分流进样，毛细管的入口应接到进样器的底部这样可以使汽化管中的样品完全进入柱子，也不会出现气流清洗不到的“死区”。

二、毛细管柱与检测器的连接

在毛细管连接到检测器之前，先接通载气，看一下柱子的出口是否有载气通过，（将柱子出口浸入清水中看是否有气泡出现）如果没有载气从柱子出来，说明柱前的系统中有的地方漏气或柱子堵塞，应找出原因加以解决。然后将柱子的末端尽可能的伸到(FID)的喷嘴以下的1~2厘米处，如果柱子不能直接伸到检测器的喷嘴下1~2厘米处，但必须伸到尾吹气入口的上部使柱子的末端处于气流的高速区域。

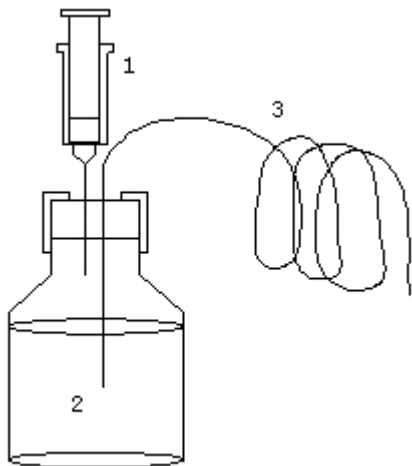
三、尾吹气流量的测量与选择

毛细管色谱分析用FID检测器时，一定要加尾吹气，一般用空气或N₂气。加尾吹气的作用之一是减少柱后死体积对色谱峰造成的扩散，之二是保证FID有合适的氮氢比。FID系质量型检测器，适当地增加尾吹气可提高检测的灵敏度，但尾吹气太高，会引起基线不稳以至灭火，尾吹气太低，会引起色谱峰拖尾、对毛细管柱效损失大大。尾吹气流量一般在20~30ml比较适合，可用皂沫流量计来测量。



四、毛细管柱的老化

涂渍好的毛细管柱首先要经过充分的老化，以除去固定液中的低分子量物质，一般商品毛细管柱，在制造出厂前都已经过充分老化；但柱子一经从仪器上拆卸下来，较长时间接触空气，在下次使用之前，最好以较低的初始温度程序升温至最高使用温度老化2~3次。各种固定液因其性质和生产厂家不同而最高使用温度有所不同，所以要注意毛细管柱的说明，生产毛细管柱的厂家应注明最高使用温度。老化中应注意载气的流速不易过大，否则会破坏均匀的液膜。一般非极性柱在250℃以下老化使用，可用普通氮气，在250℃以上高温使用时，必须使用高纯氮气或普通氮气经脱氧后使用，以延长柱子的使用寿命。对极性柱，尤其是PEG类（聚乙二醇）、FFAP、含氰基的固定液（OV225;OV275），一定要用高纯氮气（最好高纯氮气经过脱氧，）99.99%否则，固定液很快被氧化，以致不能使用。



五、交联毛细管柱的再生

交联毛细管柱最重要的优点是当柱被可溶性有机重组分污时，可以用溶剂清洗除去污染物，使柱得以再生，根据污染的性质，可适用非极性溶剂（如正戊烷）或极性溶剂（如二氯甲烷、丙酮、苯等）。每个实验室都可以做一简单设备来进行清洗。清洗方法：将溶剂装入小瓶的2/3处，把毛细管的出口端（接检测器的一端）刺过青霉菌素的橡皮盖插入溶剂底部。（青霉菌素橡皮盖较硬，不易被弹性石英毛细管刺透，可用一金属丝或注射针预先刺透，在留的痕迹处插入石英毛细管）。接着用25ml或50ml的注射针，向小瓶内压入空气，溶液即会压入柱内，直全部溶剂从柱中流出，（如果是20米以上的大口径毛细管柱，再加一次溶剂清洗）随后，将柱从小瓶中拉出与仪器的进样连接，用载气将柱中的溶剂吹干后，再把柱的另一端与检测连接。用程序升温的方式老化1~2次，即可使用。清洗过程应注意：①溶剂必须用分析纯试剂；②溶剂在柱浸泡时间不能过长，以防止固定液液膜溶胀，使柱效下降。

六、进样不出峰

这是最常见的问题之一，主要原因有以下几个方面：漏气：进样隔垫、柱子两端的接头以及放空锥形阀前的连接处漏气。火焰熄灭：调节氢气或尾吹气流量的大小，看记录笔是否向一边偏移，如笔不动，说明火熄了或火没点着。电路不正常：离子线、放大器、记录仪连接错或接触不好，放大器有问题。系统堵塞：在上述情况均正常时应怀疑系统堵塞，样品没有进到检测器，先检查柱后是否有气流通过，如果没有气流通过，可能柱子堵塞，从柱后折断1~2厘米，仍不通气，再检查柱前是否堵塞，在确认柱子通气的前提下，检查柱子到检测器的连接管路是否堵塞。尾吹气没加上：调节尾吹流量，如果记录笔不动（在保证火点着和仪器正常情况下），应怀疑流量不够。关掉氢气和空气，喷嘴口若没有气流，证明是气路堵塞或尾吹管路堵塞。灵敏度太低：可能高压没加上，绝缘不好等仪器本身的问题，也有操作上的原因，高阻太低，衰减太大，记录仪满刻度毫伏数大大等。毛细管色谱常用10~10 欧姆的高阻，衰减尽可能小，记录仪满刻度1毫伏（噪音可允许的情况下）。如果记录仪满刻度只有5毫伏或10毫伏，衰减可相应小一些或高阻高一档。另外，柱子从中间断开。样品浓度太低、放空流量太大。注射针堵塞等原因都可能造成不出峰。[下转第7页]