固相萃取装置常见问题及五大案例分析

**固相萃取**操作过程中经常会遇到筛板堵塞固相萃取装置、流速缓慢、净化效果不理想、重现性差以及回收率不理想等问题，本文拟针对上述问题进行简单分析，并例举一些实验过程中遇到的案例，提供发现问题和解决问题的方法，与各位老师一起探讨学习。

　　1、筛板堵塞

　　常见的固相萃取柱通常由柱管、筛板和填料3部分组成，其中筛板是一种具有多孔结构的材料，起到固定填料和过滤溶液的作用。

　　当上样液中含有较多颗粒杂质时，这些颗粒杂质会在筛板上不断聚集，在筛板上端形成一层颗粒层，随着压力的增加以及时间的延长，颗粒层会越来越严实，最终导致筛板完全堵死，溶液无法通过固相萃取柱。

　　遇到这种情况，可以在上样前先高速离心或者过滤，然后取上清液或者滤液过固相萃取柱，减少颗粒杂质的影响。

　　例如食品中人工合成着色剂的测定，当样品为饮料、配制酒等液体时，过聚酰胺固相萃取柱或者G3垂融漏斗还是很轻松的，而当样品为糕点固相萃取装置、谷物制品以及果冻时，上样前需先高速离心或者过滤，否则就很容易出现筛板堵塞的现象。

　　2、流速缓慢

　　固相萃取过程中流速不能太快，流速太快不利于目标化合物在填料上的保留以及溶剂与目标化合物或者填料的相互作用，从而影响保留或者洗脱过程。当然流速也不能太慢，否则会大大延长前处理的时间。

　　固相萃取过程中导致流速缓慢的原因有：

　　(1)样品粘度高，例如食品中遇到浓缩汁、糖果时，需要对样品充分稀释，降低上样液的浓度；

　　(2)填料较多或者太紧密，此时需要增强负压或者减少填料的使用量；

　　(3)溶剂极性不匹配，例如SN/T1924-2011中淋洗固相萃取柱时，先用水、甲醇，接着用正己烷淋洗，正己烷与前两者的极性不同，从而导致流速很慢，遇到这种情况，可以增加负压或者选用合适的溶剂进行过渡。

　　3、净化效果不理想

　　通常固相萃取柱有两种净化模式，一种是采用保留目标化合物的模式，另一种是采用保留杂质的模式，不管采用哪种模式都需要选择合适的填料，使得目标化合物或者杂质能吸附在填料中，同时不需要保留的组分尽可能多的随着溶剂一同流出固相萃取柱。

　　在保留化合物模式下净化样品时，通常会经历上样、淋洗和洗脱三个步骤。淋洗和洗脱溶剂选择的不合适也会使得净化效果不理想。

　　例如淋洗液洗脱强度太弱，淋洗时不能将杂质淋洗掉，或者洗脱液的强度太强，洗脱时将杂质一并洗脱下来，这两种情况均会导致净化效果不理想。

　　由此可见，采用固相萃取柱净化样品时，填料、淋洗液和洗脱液的选择尤为重要。当遇到一些复杂样品，一种填料不能满足净化效果时，可以选择串联固相萃取柱或者采用混合填料的方式进行操作。

　　4、重现性差

　　固相萃取中重现性差通常与产品质量、流速以及操作有关。固相萃取柱中填料的质量、均匀性和松紧度都可能影响到方法的重现性，因此选择质量可靠的厂家很重要，遇到重现性差的实验，可以选择用标准溶液考察一下固相萃取柱的重现性。

　　固相萃取过程中流速的快慢也是影响重现性的重要因素之一，上样、淋洗、洗脱过程中适当降低流速，通常而言，流速低于5mL/min时结果较为稳定，有些实验可能需要更慢的流速。当然，操作者水平的高低也会影响到结果的重现性。

　　例如，通常上样前需要活化固相萃取柱，上样过程中不能让填料干涸，浓缩过程不能有损失，复溶的时候需要充分溶解等等，这些都与操作技能息息相关。

　　5、回收率不理想

　　在实验中，操作者关注较多的可能也是关于加标回收率的问题，固相萃取柱质量的优劣、固相萃取方法是否合适、操作者操作技能的高低都可以通过加标回收实验进行验证。原则上加标回收率应在80%~120%之间，当然对于多组分目标物同时检测时，这一指标可适当放宽。

　　回收率的问题通常体现在以下3个方面：

　　(1)目标物没有回收；

　　(2)目标物的回收率较低；

　　(3)目标物的回收率过高。

　　遇到上述情况时，需要对固相萃取过程进行排查，找到问题后对症下药，对实验方法就行修正。如何才能找到问题，其实不难。

　　在一次完整的固相萃取过程中，目标化合物只可能存在于样品的流出液、淋洗液、洗脱液和填料中，我们只需要对这3种液体逐个测定，便能发现问题。