



## 氟乐邦毛细管色谱柱使用指南

北京氟乐邦表面活性剂技术研究所

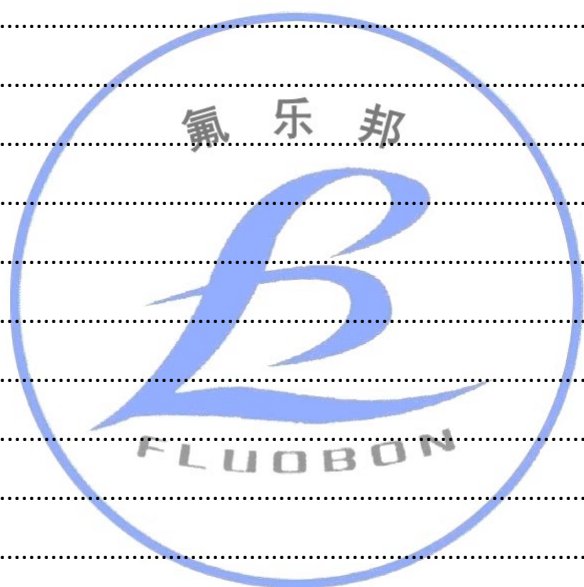
毛细管色谱柱中心

[www.fluobon.com](http://www.fluobon.com)

010-62561871

## 目录

|                         |     |
|-------------------------|-----|
| 一 毛细管色谱柱的选择 .....       | 4   |
| 1.1 固定相的选择 .....        | 4   |
| 1.2 膜厚选择 .....          | 5   |
| 1.3 长度选择 .....          | 5   |
| 1.4 内径选择 .....          | 5   |
| 二 色谱柱的安装和使用 .....       | 6   |
| 三 使用毛细管色谱柱时的注意事项 .....  | 8   |
| 四 气相色谱的常见问题和维护 .....    | 9   |
| 4.1 基线 .....            | 9   |
| 4.1.1 基线向下漂移 .....      | 9   |
| 4.1.2 基线向上漂移 .....      | 9   |
| 4.1.3 噪音 .....          | 9   |
| 4.1.4 基线位置突然变化 .....    | 9   |
| 4.1.5 毛刺 .....          | 10  |
| 4.1.6 基线漂移 .....        | 10  |
| 4.2 峰形扭曲 .....          | 10  |
| 4.2.1: 所有组分峰变小 .....    | 11  |
| 4.2.2.平头峰 .....         | 11  |
| 4.2.3. 峰伸舌 .....        | 12  |
| 4.2.4 鬼峰 .....          | 12  |
| 4.2.5 峰高峰面积不重复 .....    | 113 |
| 4.2.6 负峰 .....          | 113 |
| 4.2.7 无峰 .....          | 113 |
| 4.2.8 对样品的检测灵敏度下降 ..... | 113 |
| 4.2.9 裂分峰 .....         | 14  |
| 4.2.10 峰拖尾 .....        | 14  |
| 4.2.11 保留时间漂移 .....     | 14  |
| 4.2.12 分离度下降 .....      | 15  |
| 4.2.13 溶剂峰拉宽 .....      | 15  |
| 4.2.14 柱效快速下降 .....     | 15  |
| 4.3 毛细管分析常见问题的解决 .....  | 16  |



|                            |    |
|----------------------------|----|
| 4.3.1 峰丢失 .....            | 16 |
| 4.3.2 前沿峰 .....            | 16 |
| 4.3.3 拖尾峰 .....            | 16 |
| 4.3.4 只有溶剂峰 .....          | 16 |
| 4.3.5 宽溶剂峰 .....           | 16 |
| 4.3.6 假峰 .....             | 17 |
| 4.3.7 过去工作良好的柱出现未分辨峰 ..... | 17 |
| 4.3.8 基线不规则或不稳定 .....      | 17 |
| 4.3.9 同一根柱保留时间长短不一 .....   | 17 |
| <br>五 色谱仪的保养及维修 .....      | 18 |
| 5.1 清洁 ECD 检测器 .....       | 18 |
| 5.2 清洁 FID 检测器 .....       | 18 |
| 5.3 清洁 FPD 检测器 .....       | 18 |
| 5.4 清洁 NPD 检测器 .....       | 18 |
| 5.5 清洁 TCD 检测器 .....       | 19 |
| 5.6 清洁注射器 .....            | 19 |
| 5.7 清洗进样口 .....            | 19 |
| 5.8 清洁衬管 .....             | 19 |



# 一 毛细管色谱柱的选择

## 1.1 固定相的选择

当面对一个未知物时，先试用现有GC柱，如果该柱分离不理想，根据你对样品的了解，基本原则是分析物与固定相有相似化学性质时才会相互作用。这说明对样品越了解，越容易找到合适的固定相。

非极性分子——通常仅由C和H组成并且无偶极矩，直联（正烷）是常见的非极性化合物的例子。

极性分子——主要由C和H组成同时也有其他原子，如：N、O、P、S或卤素。样品包括有醇类、胺类、硫醇类、酮类、有机卤化物等。

可极化物质——主要由C和H组成同时包含不饱和键。通常有：炔和芳香族化合物。

如果你的样品是具有相似的化学性质的非极性组分的混合物，比如大多数石油馏分中的烃，你可以试用OV-1毛细管色谱柱，它按沸点顺序分离。如果你怀疑有芳族化合物，试着用有苯基的SE-52或SE-54柱。

极性或可极化组分样品能够在中极性和/或可极化固定相色谱柱上进行分析，如有苯基或类似基团固定相，比如OV-17或OV-225柱。如果需要更高极性，可以选用聚乙二醇（PEG）固定相，即通常所说的WAX固定相。

常用毛细管色谱柱固定相类型与相关参数列表

| 型号      | 固定相极性 | 固定相成分                 | 相似固定相型号                                                                                                                     | 上限温度      | 一般分析对象                              |
|---------|-------|-----------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|-------------------------------------|
| OV-1    | 非极性   | 100%聚二甲基硅氧烷柱（胶体）      | HP-1、DB-1、Rtx-1、CP-Sil 5CB、BP-1、OV-1、OV-101、SE-30、KB-1                                                                      | 300/最 350 | 烃类、农药酚、胺类                           |
| OV-101  | 非极性   | 100%聚二甲基硅氧烷（流体）       |                                                                                                                             | 300/最 350 | 氨基酸、基油                              |
| OV-17   | 中极性   | 50%苯基二甲基硅氧烷柱          | HP-50、DB-17、Rtx-50、CP-Sil 24CB、BPX-50、OV-17、KB-50                                                                           | 250/最 340 | 药物，乙二醇类，杀虫剂，甾族                      |
| OV-1701 | 中极性   | 7%氰丙基-7%苯基-86%甲基聚硅氧烷  | HP-1701、Rtx-1701、CP-Sil 19CB、BP-10、OV-1701、KB-1701                                                                          | 300       | 药物、醇、酯、硝基苯类、除莠剂等。                   |
| OV-255  | 中极性   | 25%氰丙基，25%苯基的聚硅氧烷交联柱  | HP-225、DB-225、Rtx-225、CP-Sil 43CB、OV-225                                                                                    | 250       | 多环苯烃、硝基苯烃、酚、醇、多氯联苯、吡啶联苯胺、酯、卤代烃/含氯农药 |
| OV-275  | 中极性   | 氰乙基氰丙基聚硅氧烷            |                                                                                                                             | /最 275    |                                     |
| SE-30   | 非极性   | 100%聚二甲基硅氧烷柱          | HP-1、DB-1、Rtx-1、CP-Sil 5CB、BP-1、OV-1、OV-101、SE-30、KB-1                                                                      | 300/最 350 | 烃类、农药酚、胺类                           |
| SE-52   | 非极性   | 5%苯基，95%聚二甲基硅氧烷       | 性能相当于 SE-54                                                                                                                 | 300       | 多核芳烃、酚、酯                            |
| SE-54   | 非极性   | 5%苯基，1%乙烯基，94%聚二甲基硅氧烷 | KB-5、HP-5、DB-5、Rtx-5、CP-Sil 8CB、BP-5、OV-5、SE-52、                                                                            | 300       | 生物碱、药品、脂肪酸甲酯、卤代化合物、芳香化合物            |
| PEG-20M | 极性    | 100%聚乙二醇 20M          | HP-INNOWax、DB-WAXetr、DB-WAX、Rtx-WAX、Stabilwax、CP-Wax 52CB、BP-20、DP-FFAP、Stabilwax DA、OV-351、CAM、Carbowax Amine、Stabilwax-DB | 200       | 对醇类、芳香族类、香精油等                       |
| FFAP    | 极性    | 酸改性的聚乙二醇 20M          | SP-1000、BP-21、HP-FFAP、HP-WAX、Carbowax20M、SUPELLOWAX10、CPWAX52CB                                                             | 220       | 有机酸、醇类、醛类、丙烯酸酯类、酮类、腈类的分析            |
| 酒柱      | -     | -                     | --                                                                                                                          | 恒温使用      | 白酒专用柱                               |
| 环糊精     | -     | -                     | --                                                                                                                          | 200       | 手性分离专用，例如邻间对甲基苯酚。                   |

甲基聚硅氧烷或二甲基聚硅氧烷，是一般常用的弱极性固定液，适用于分析非极性或弱极性的化合物，样品如为强酸或强碱，能使它在高温下解聚，使用时要注意。

乙烯基甲基聚硅氧烷，可供广泛使用的弱极性固定液，适用于分离各种高沸点化合物。

苯基甲基聚硅氧烷，由于硅原子上引入苯基，芳香化合物及其它极性组分的保留值稍有增大，应用范围较广。氰烷基甲基聚硅氧烷，属于中强极性，选择性高，热稳定性好，对芳烃-环烷烃、芳烃-环烯烃、烷烃-烯烃、苯酚-苯酚醚、碳氢化合物-硝基化合物-腈类化合物的分离都有很强的选择性。该种固定液分子中氰烷基功能团的空间取向，通常背向担体表面，在高温时，有可能转向担体表面，造成极性下降，必须经过一些时间的冷却才能恢复原状态，故在程序升温使用时，会有保留值的波动。

氟烷基甲基聚硅氧烷，属中级性，能很好分离沸点相近的烷烃-烯烃、芳烃-环烷烃、醇类-酮类，也适用于卤代化合物的分析。

丁二酸乙二醇酯-硅氧烷聚合物，分离脂肪酸甲酯及甾体化合物。

碳硼烷-硅氧烷聚合物，分离高沸物，除强碱性化合物外，对其它化合物是稳定的。

聚乙二醇，分离醇、酮、醛等含氧化合物及一般应用，是氢键型固定液。(低分子量的 PEG 类固定液易分解出少量甲醛、甲酸，使柱效下降，胺类不出峰)

## 1.2 膜厚选择

薄膜比厚膜洗脱组分快、峰分离好、温度低。

一般而言，色谱柱的膜厚为0.25到0.5  $\mu\text{m}$ 。对于流出达300℃的大多数样品（包括蜡、甘油三脂、甾体化合物等）能够很好的分析。对于更高的洗脱温度，可以用0.1  $\mu\text{m}$ 的液膜。而厚液膜对于低沸点化合物有利，对于流出温度在100℃~200℃之间的物质，用1~1.5  $\mu\text{m}$ 的液膜效果较好。超厚膜（3~5  $\mu\text{m}$ ）用于分析气体、溶剂和可吹扫出来的物质，以增加样品组分与固定相的相互作用。另一个选择厚膜的原因是当用大口径柱时保持分离度和保留时间。由于这个原因，大口径柱都只有厚膜。厚膜的流失较大，温度极限必须随膜厚度增加而下降。

## 1.3 长度选择

一般情况，15m柱用于快速筛选简单混合物或分子量极高的化合物。30m柱是最普遍的柱长。超长柱（50、60或100m、150m）用于非常复杂的样品。

柱长度在柱性能上不是一个重要参数，例如：加倍柱长，恒温分析时间则加倍但峰分辨率仅增大约40%。如果分析只是比较好但不是特别好时，有比增加柱长度更好的办法来改进分析结果，如考虑更薄的膜，优化载气流量或用程序升温等。

分析活性极强的组分是一种特殊情况。如果样品与柱材质接触，那么峰会严重拖尾。较厚的膜、相对短的柱可以由于较少的柱材和较厚的固定液体掩盖其表面以屏蔽活性表面，从而减少相互作用的机会。

## 1.4 内径选择

增加直径意味着需要更多的固定相，即使厚度不增加，也有较大的样品容量。同时也意味着降低了分离能力且流失较大。小口径柱为复杂样品提供了所需的分离，但通常因为柱容量低需要分流进样。如果分离度的降低能够接受的话，大口径柱可以避免这一点。当样品容量是主要的考虑因素时，如：气体、强挥发性样品、吹扫和捕集或顶空进样，大内径甚至PLOT柱可能比较合适。

同时色谱柱内径的选择中要考虑仪器的限制和要求。填充柱的进样口可以使用大口径毛细管柱（0.53mm内径），而小口径柱就不一定能够被连接在仪器上使用。毛细管柱的进样口一般可以用于所有内径范围的毛细管柱。（0.1mm、0.25mm、0.32mm、0.53mm）直接联用的GC/MSD和MSD需要小口径柱，因为真空泵不能处理大口径柱的大流量。查明你的整个系统看看你适合那些柱内径的色谱柱。

## 二 色谱柱的安装和使用

色谱柱的正确安装才能保证发挥其最佳的性能和延长使用寿命。正确的安装请参考以下步骤：

### 步骤1. 检查气体过滤器、载气、进样垫和衬管等。

检查气体过滤器和进样垫，保证辅助气和检测器的用气畅通有效。如果以前做过较脏样品或活性较高的化合物，需要将进样口的衬管清洗或更换。

### 步骤2. 将螺母和密封垫装在色谱柱上，并将色谱柱两端要小心切平，切面要平滑整齐。

### 步骤3. 将色谱柱连接于进样口上。

色谱柱在进样口中插入深度根据所使用的GC仪器不同而定。正确合适的插入能最大可能地保证试验结果的重现性。

通常，色谱柱的入口应保持在进样口的中下部，即处于进样针穿过隔垫完全插入进样口后针尖与色谱柱入口相差1-2cm(这是较为理想的状态)。避免用力弯曲挤压毛细管柱，并小心不要让标记牌等有锋利边缘的物品与毛细柱接触摩擦，以防柱身断裂受损。

色谱柱正确插入进样口后，用手把连接螺母拧上，拧紧后（用手拧不动了）用扳手再多拧1/4-1/2圈，保证安装的密封程度。因为不紧密的安装，不仅会引起装置的泄漏，而且有可能对色谱柱造成永久损坏。

### 进样口气化温度

气化温度既要使样品中的所有组分快速完全气化，又不能使样品发生高温分解，这就需要在实验中不断的总结经验。在不少的样品分析中，气化温度的定义还要考虑如何减少‘反闪’和低挥发组分的‘排异’和非线性流失。根据实验经验，气化温度的设定和调整可以从250℃开始

### 步骤4. 接通载气。

当色谱柱与进样口接好后，通载气，调节柱前压以得到合适的载气流速（见下表）。将色谱柱的出口端插入装有己烷的样品瓶中，正常情况下，我们可以看见瓶中稳定持续的气泡。如果没有气泡，就要重新检查一下载气装置和流量控制器等是否正确设置，并检查一下整个气路有无泄漏。等所有问题解决后，将色谱柱出口从瓶中取出，保证柱端口无溶剂残留，再进行下一步的安装。

柱前压设置：

| 柱前压设置为 Psi | 15m   | 25m   | 30m   | 50m   | 100m   |
|------------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 0.20mm     | 10-15 | 20-30 | 18-30 | 40-60 | 80-120 |
| 0.25mm     | 8-12  | 13-22 | 15-25 | 28-45 | 55-90  |
| 0.32mm     | 5-10  | 8-15  | 10-20 | 16-30 | 32-60  |
| 0.53mm     | 1-2   | 2-3   | 2-4   | 4-8   | 6-14   |

（以上仅为建议的起始设置，具体数值要依据实际的载气流速。）

### 步骤5. 将色谱柱连接于检测器上。

色谱柱与检测器的连接安装和所需注意的事项与色谱柱与进样口连接大致相同。如果在应用中系统所使用的是ECD或NPD等，那么在老化色谱柱时，应该将柱子与检测器断开，这样检测器可能会更快达到稳定。

### 步骤6. 确定载气流量，再对色谱柱的安装进行检查。

注意：如果不通入载气就对色谱柱进行加热，会快速且永久性的损坏色谱柱。

### 步骤7. 色谱柱的老化。

色谱柱安装和系统检漏工作完成后，就可以对色谱柱进行老化了，对色谱柱升至一恒定温度，通常为其温度上限。特殊情况下，可加热至高于最高使用温度10-20℃左右，但是一定不能超过色谱柱的温度上限，那

样极易损坏色谱柱。

当到达老化温度后，记录并观察基线。初始阶段基线应持续上升，在到达老化温度后5-10分钟开始下降，并且会持续30-90分钟。当到达一个固定的值后就会稳定下来。如果在1小时后基线仍无法稳定或在15-20分钟后仍无明显的下降趋势，那么有可能系统装置有泄漏或者污染。遇到这样的情况，应立即将柱温降到40℃以下，尽快的检查系统并解决相关的问题。如果还是继续的老化，不仅对色谱柱有损坏而且始终得不到正常稳定的基线。

一般来说，涂有极性固定相和较厚涂层的色谱柱老化时间长，而弱极性固定相和较薄涂层的色谱柱所需时间较短。

#### 步骤8. 设置确认载气流速。

对于毛细管色谱柱，载气的种类首选高纯度氮气或氢气。载气的纯度最好大于99.995%，而其中的含氧量越少越好。

如果您使用的是毛细管色谱柱，那么依照载气的平均线速度（cm/sec），而不是利用载气流量（ml/min）来对载气做出评价。因为柱效的计算采用的是载气的平均线速度。

推荐平均线速度值：氮气：10~12cm/sec 氢气：20~25cm/sec 载气杂质过滤器在载气的管线中加入气体过滤装置不仅可以延长色谱柱寿命，而且很大程度的降低了背景噪音。建议最好安装一个高容量脱氧管和一个载气净化器。

使用ECD系统时，最好能在其辅助气路中也安装一个脱氧管。

#### 步骤9. 柱流失检测。

在色谱柱老化过程结束后，利用程序升温作一次空白试验（不进样）。一般是以10℃/min从50℃升至最高使用温度，达到最高使用温度后保持10min。这样我们就会得到一张流失图。

这些数值可能对今后作对比试验和实验问题的解决有帮助。在空白试验的色谱图中，不应该有色谱峰出现。如果出现了色谱峰，通常可能是从进样口带来的污染物。如果在正常的使用状态下，色谱柱的性能开始下降，基线的信号值会增高。另外，如果在很低的温度下，基线信号值明显的大于初始值，那么有可能是色谱柱和GC系统有污染。

**其他：**色谱柱的保存用进样垫将色谱柱的两端封住，并放回原包装。在安装时要将色谱柱的两端截去一部分，保证没有进样垫的碎屑残留于柱中。

**注意：**当空气中氢气的含量在4~10%时，就有爆炸的危险。所以一定要保证实验室有良好的通风系统。

### 三 使用毛细管色谱柱时的注意事项

毛细管色谱柱在气相色谱仪分析中是一个核心部分，正确使用毛细管色谱柱对气相色谱仪分析结果的准确性和延长毛细管色谱柱的使用寿命至关重要，现根据相关文献整理如下资料供气相色谱仪分析工作者参考：

1. 在没有载气通过时，柱的固定液热分解较迅速，所以在柱箱（炉）升温前总是应该先通上载气（这与TCD操作要求相似），柱箱冷却后才能把载气关上。

2. 载气中若夹带灰尘或其它颗粒状物体就会导致柱迅速损坏，因此在载气进入仪器管线前需加净化器。（带填充剂的汽化室玻璃衬管必须注意不能带有微粒或灰尘吹出）

3. 载气中的水分通过固定液的液膜吸附在柱管表面上，将取代或破坏固定液液膜，所以，固定液极性越强，越需要采用干燥的载气，例如：象OV-1、SE-30、SE-54、OV-101对载气干燥要求不高，而PEG-20M、FFAP和SP1000对载气要求就很高。但在涂布于碳酸钡沉积层上的柱子情况就恰恰相反，涂极性固定液的柱子能经受含水样品的直接进样，而涂非极性固定液的柱反而不能经受含水样品。

4. 对于那些能被氧化的固定液（如PEG-20M、Caxbowax、FFAP等）对载气除氧也很重要，在N<sub>2</sub>和He中往往含O<sub>2</sub>较高，而H<sub>2</sub>中含O<sub>2</sub>少，所以，ECD-CS、FID-CS常用高纯N<sub>2</sub>作载气，TCD-CS用H<sub>2</sub>作载气，可用105催化剂常温下除O<sub>2</sub>。同时，停机使用时，应将排空端密封住，以防止空气中的O<sub>2</sub>对柱固定液的氧化作用。

5. 在大多数情况下，柱的寿命与它的使用温度成反比。采用稍低些的温度上限，可显著提高柱的寿命，程序升温到较高温度所维持的时间短对柱的寿命影响较小。

(1) 聚二甲基硅酮类固定相：OV-1，SE-30（弹性体，OV-101，SF-96，DC-2000 流体），使用温度上限为300℃，但把温度上限改为280℃，可使柱子寿命显著延长。一般来说，弹性体类固定液比流体类更稳定些，SF96，DC2000因含有较高水平的残留催化剂和不纯物，不宜作GC/MS分析。

(2) 聚苯基乙基硅酮：SE-52（弹性体，5%苯基），SE-54（弹性体，5%苯基，1%乙烯基），DC-10（液体，35%苯基），OV-17（液体，50%苯基）实际上限250℃。SE-52、SE-54在280℃时稳定性很好，常用于GC/MS分析，并能容纳超负荷的大进样量。苯基含量增加、稳定性要差点。

(3) 聚氰丙基硅酮是极性强的硅酮固定液：OV-225（液体，25%氰丙基，25%苯基），Silav10c、SP-2340（液体，75%氰丙基），实际温度上限是250℃。

(4) 聚乙二醇型（Carbowax or PEG）固定液是乙烯氧化物聚合体的混合物，其名称反映了他们分子量变化范围的平均值。Carbowax 20000（腊状固体），FFAP（两终端都是对苯二甲酸的Carbowax 20000），实际温度上限是220℃。

6. 水、醇（尤其是甲醇）、二硫化碳这类的溶剂，有着非常强的置换固定液的能力，因此用于有意将相当大量的溶剂聚集在柱上（溶剂效应）的不分流进样法以及柱上进样法的溶剂，应根据它们对柱壁的吸附亲和力（或固定液被置换的可能性）小心的加以选择。（例如：甲醇不宜用于PEG-20M，丙酮往往会引起引起硅酮降解。）

7. 毛细管柱最大特点是高的柱效，但是必须清楚一般所测得的柱效不仅反映了柱的质量，而且还包括进样过程的整个系统的效率的总质量，也就是说，自样品进入系统的一瞬间开始到记录笔绘出色谱峰为止，每一个能影响峰的加宽或分离的因素，如进样器、柱的连接、辅助气引入位置、管路死体积、进样器内衬的毛病等等，都一定会影响柱效。

8. 一根好的柱子，由于安装不当，可以造成理论塔板数降低，峰形增宽或拖尾、活性物质的吸附性拖尾或消失、灵敏度降低或组分分离不佳等等。

9. 进样器与色谱柱连接方式：

(1) 分流进样方式：分流点要求位于载气流速较高的区域。

(2) 不分流进样方式：色谱柱最好不伸进进样器内，避免造成气流扫不到的区域，通常直接连接到进样器的末端。

(3) 检测器与色谱柱出口端连接：对FID不仅插入深度要超过尾吹和H<sub>2</sub>气的进口，而且应尽可能将柱出口端插到FID的喷嘴下面1mm处为佳，对TCD应插到TCD气体入口处为佳。可以改善轻度拖尾。

## 四 气相色谱的常见问题和维护

### 4.1 基线

#### 4.1.1 基线向下漂移

**可能的原因一:**新色谱柱刚安装在设备上, 基线续可能连续向下漂移几钟. 这是正常现象。

**建议采取措施:**提高柱温箱温度至色谱柱的最高连使用温度附近, 维持该温度到基线走势平稳。如果 新色谱柱在初次使用中, 以基线连续10分钟没有下降的趋势, 应立刻冷却色谱柱并检查气路有无泄漏

**可能的原因二:**检测器未达到平衡。

**建议采取措施:**延长检测器的平衡时间。

**可能的原因三:**检测器或系统中的其它中的沉淀污染被高温‘烘烤’出, 形成对基线的干扰

**建议采取措施:**参见P16—18, 清理系统中的污染物。

#### 4.1.2 基线向上漂移

**可能的原因一:**色谱柱固定相的破坏。

**建议采取措施:**不洁净的载气和过高的使用温度是破坏固定相的主要原因, 调整相应的条件。如果固定相破坏. 流失严重, 必须更换新的色谱柱。

**可能的原因二:**载气流速下降。

**建议采取措施:**①调整载气压力 ②清洗或更换气路中的压力和流量调节阀。参见16-18。

#### 4.1.3 噪音

**可能的原因一:**毛细管色谱柱末端插入FID. NPD或者FPD检测器的火焰区过深。

**建议采取措施:**查看色谱柱的安装部分, 连接色谱柱和检测器。

**可能的原因二:**使用ECD或TCD检测器时, 气体泄漏

**建议采取措施:**检查. 维修气路。引发基线噪声。

**可能的原因三:**使用FID. NPD或者FPD检测器时, 燃气流速或者燃气选择不当, 引起基线噪音。

**建议采取措施:**使用干燥. 洁净的高等级燃气。调整燃气流速。

**可能的原因四:**进样口被污染。

**建议采取措施:**①参P18, 清洁进样口。 ②更换进样衬垫。③更换衬管中的玻璃纤维或硅烷化玻璃柱。

**可能的原因五:**毛细管色谱柱被污染。

**建议采取措施:**①切除色谱柱首端10厘米。②使用溶剂清洗色谱柱。③色谱柱污染严重时, 必须更换新的色谱柱。

**可能的原因六:**检测器发生故障。

**建议采取措施:**参见16-18, 维修更换检测器。

**可能的原因七:**检测器电路发生故障。

**建议采取措施:**及时联系GC设备生产商或者专业维修机构。

#### 4.1.4 基线位置突然变化

**可能的原因一:**电源电压波动。

**建议采取措施:**观察线路电压与基之间的变化关系。建意安装电源稳压器。

**可能的原因二:**电路接口处连接不好。

**建议采取措施:**检查电路接口连接处,清理接口处的污染物和锈斑,重新将松动的接口拧紧。

**可能的原因三:**进样口被污染。

**建议采取措施:**①清洁进样口。②更换进样隔垫。③ 更换衬管中的玻璃纤维或硅烷化玻璃柱。

**可能的原因四:**毛细管柱被污染。

**建议采取措施:**①切除色谱柱首端10厘米。②使用溶剂清洗色谱柱。③色谱柱污染严重时, 必须更换新的色谱柱。

**可能的原因五:**毛细管色谱柱末端插入FID. NPD或者FPD检测器的火焰区过深。

**建议采取措施:**查看色谱柱的安装部分P10重新连接色谱柱和检测器。

**可能的原因六:**检测器被污染。

**建议采取措施:**参见P16—18,清理检测器。

## 4.1.5 毛刺

**可能的原因一:**电磁干扰通过电源或仪器壳形成对基线的影响。

**建议采取措施:**一般干扰有很强的周期性,很多情况下来自附近其它电子设备. 关闭或移动这些设备。在必要的情况下增加稳压电源,可以消除电源变化引起的干扰。

**可能的原因二:**颗粒污染进入检测器中。

**建议采取措施:**参见P16-18,清洁检测器,清除颗粒杂质来源。注意:清洁的H<sub>2</sub>燃烧时,火焰无色;有有机污染时,H<sub>2</sub>燃烧的火焰颜色为黄色。

**可能的原因三:**气路密封松动,气压升高,气体从松动处泄漏,压力开始下降到密封可以再次密封。如此压力周期变化,引起基线规律性的毛刺出峰。

**建议采取措施:**拧紧松动的密封。

**可能的原因四:**检测器内部电路接口或输出,输入信号接口松动,积尘或者被腐蚀。

**建议采取措施:**检查接口,清洁接口并拧紧松动的部分。更换腐蚀严重的火焰检测器。

## 4.1.6 基线漂移

**可能的原因一:**例如温度,电压等环境条件的波动,引起基线的Wander。

**建议采取措施:**找到环境因素变化与基线Wander间的关系,然后稳定该因素。

**可能的原因二:**温度控制偏移。

**建议采取措施:**测量检测器的温度。如果正在使用TCD检测器,检测一遍检测器。

**可能的原因三:**基线Wander,而温度恒定,那么载气中可能有杂质。

**建议采取措施:**更换载气气源或者气体净化器。

**可能的原因四:**进样口被污染

**建议采取措施:**a、参见P18,清洁进样口。b、更换进样垫。c、更换衬管中的玻璃纤维或者硅烷化玻璃珠。

**可能的原因五:**毛细管色谱柱被污染、

**建议采取措施:**a、切除色谱柱首端10厘米;b、使用溶剂清洗色谱柱;c、色谱柱污染严重时,必须更换新的色谱柱、

**可能的原因六:**气体流速控制失灵、

**建议采取措施:**清洗或者更换气体流速调节阀。

## 4.2 峰行扭曲

A. 所有组分峰变小

B. 平头峰

C. 峰伸舌

D. 鬼峰

E. 峰高峰面积不重复

F. 负峰

G. 无峰

H. 对样品的检测灵敏度下降

I. 分裂峰

J. 峰拖尾

K. 保留时间漂移

L. 分离度下降

### 4.2.1 所有组分峰变小

**可能的原因一:**进样针缺陷

**建议采取措施:**使用新的或者无缺陷的进样针

**可能的原因二:**进样后样品渗漏, 例如隔垫失效引起渗漏、

**建议采取措施:**判断样品渗漏点, 并且进行维修

**可能的原因三:**吹扫气体流速过高或者进样分流比过大

**建议采取措施:**调整气体流速和分流比。

**可能的原因四:**分析大分子量或者低挥发样品时, 样品的汽化温度或者柱温低

**建议采取措施:**提高样品气化温度或柱温, 使用升温程序时特别要注意色谱柱标示的最高温度。

**可能的原因五:**NPD检测器中◎盐表面被二氧化硅覆盖。这层涂覆物一般来源于于色谱柱中硅树脂的流失, 或者色谱柱衍生过程中硅烷化试剂的残留。

**建议采取措施:**更换◎盐。尽量避免硅化物进入检测器中。◎盐表面的硅化物熔球一般只有六个月的寿命。

**可能的原因六:**NPD检测器的使用温度过高. 气体不纯. 或者关闭检测器时环境温度过高, 都会造成◎盐的流失, 直接影响检测器对样品的分析。

**建议采取措施:**a. 更换◎盐。b. 当气体受阻或者被切时, 立即关闭NPD检测器。C, 避免过高的使用温度。D, 暂时停止使用NPD检测器时, 可以在150度的温度下保持对检测器的加热状态。e. 仪器长期停止使用时, 使用于干燥剂保存。

**可能的原因七:**采用不分流进样模式时, 分流阀截至时间过程. 或者色谱柱初始温度过高, 都会阻碍样品的聚焦, 而影响检测效果。

**建议采取措施:**增加进样过程中分流的截止时间。降低色谱柱的初始温度. 或者使用低挥发溶剂, 使初始柱温低于溶剂的沸点。

**可能的原因八:**检测器与样品不匹配。

**建议采取措施:**选择对样品有充分响应的检测器。

**可能的原因九:**输出信号幅度不足。

**建议采取措施:**检测信号输出的衰减设定或信号连接的输出端是否正确。

**可能的原因十:**样品的挥发。

**建议采取措施:**调整样品的浓度或者选择合适的溶剂。

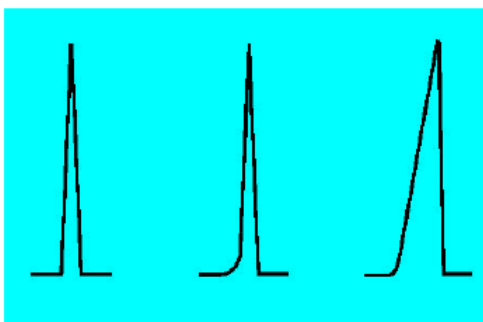
### 4.2.2 平头峰

**可能的原因一:**检测器过载, 形成馒头峰, 甚至平头峰。

**建议采取措施:**减少样品或者稀释样品。

**可能的原因二:**检测器输出信号溢出。

**建议采取措施:**减少进样量或者对检测器的输出信号进行衰减。



对称

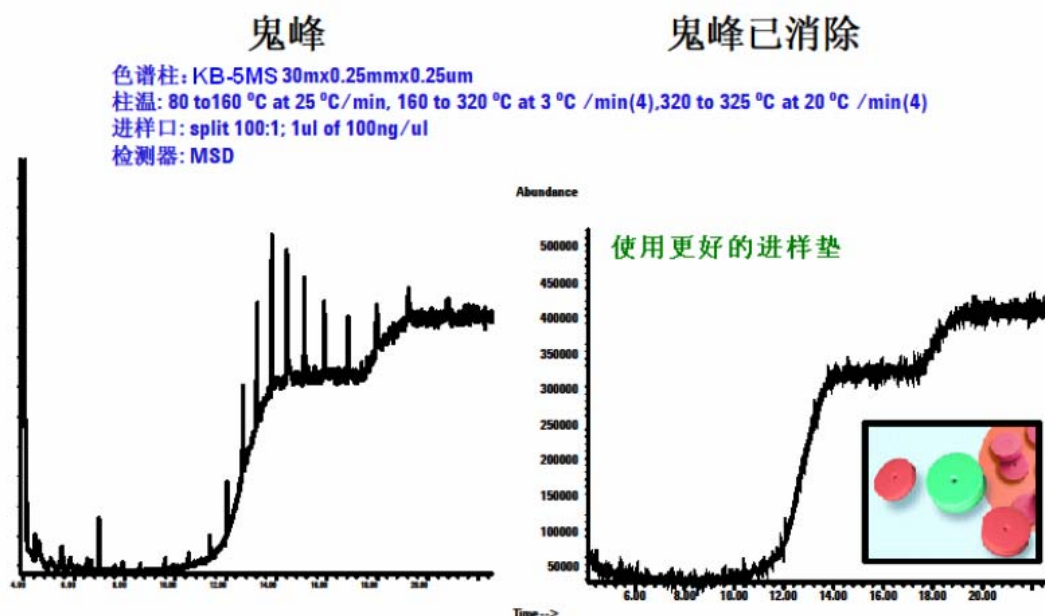
前伸

过载(鱼鳍)

### 4.2.3 峰伸舌

峰伸舌多数是因为色谱柱过载。这种情况下,可以减少样品的进样体积(有时需要响应地提高仪器的灵敏度),也可以选用大容量的色谱柱进行分析(大内径的厚膜柱有较大的样品容量,但是分离能力相反地会下降)

### 4.2.4 鬼峰



### 鬼峰

即使无样品进样也出现峰, 并且有样品进样时出现在真峰当中

色谱图中出现样品峰以外的峰

#### 鬼峰

- 柱头有污染物沉积  
烘烤柱子然后空运行(无样品)
- 进样垫流失  
选用优质进样垫  
整夜用将要运行的方法的最高温度烘烤炉箱
- 进样口污染--前次进样在进样口或衬管的残留
- 载气不纯
- 固定相和载气中的污染物发生反应  
选用优质气体.使用气体过滤器--定期更换
- 如果用分流/不分流进样  
进样口底部密封垫可能会与样品反应  
选用镀金的进样口密封垫

#### 进纯样品时出现多余的峰

- 进样口过热使样品组分降解  
每次降低进样口温度20度观察峰是否消失
- 衬管和样品反应  
选用去活衬管
- 衬管填充物有活性  
去除填充物或选用无填充物的衬管
- 样品保留在进样口太久  
增加柱流速
- 样品组分不稳定



## 4.2.5 峰高峰面积不重复

**可能的原因一:**平行进样不重复, 偏差大。

**建议采取措施:**加强手动进样练习。使用自动进样器。

**可能的原因二:**其它峰型变化引起的峰错位、峰干扰。

**建议采取措施:**参见其它有关‘峰型扭曲’的内容。

**可能的原因三:**来自基线的干扰。

**建议采取措施:**参见‘基线问题’部分。

**可能的原因四:**仪器系统参数设定的改变。

**建议采取措施:**将参数设定标准化、规范化。

## 4.2.6 负峰

**可能的原因一:**检测器与数据处理系统的信号连接极性相反, 呈现几乎全部负峰。

**建议采取措施:**将信号连接倒置。

**可能的原因二:**如果样品组分的导热系数高于载气的导热系数, 使用TCD检测器时, 出现负峰应属正常现象。

**建议采取措施:**选择数据处理系统中的‘负峰处理’。

**可能的原因三:**ECD检测器在被污染后, 可能在正峰的出现后跟随一个负峰。

**建议采取措施:**参见P16, 清洗或者更换ECD检测器。

## 4.2.7 无峰

**可能的原因一:**注射器损坏造成进样失败。

**建议采取措施:**使用新的或者无损坏的进样器。

**可能的原因二:**进样后样品在进样口处发生渗漏。

**建议采取措施:**清洗进样, 拧紧松动的部分。

**可能的原因三:**载气流速出现异常。

**建议采取措施:**重新调整载气的流速。

**可能的原因四:**色谱柱连接在错误的检测器上或者进样口上。甚至色谱柱发生断裂。

**建议采取措施:**重新安装色谱柱或者更换色谱柱。参见P10。

**可能的原因五:**检测器没有工作。或者检测器没有与数据处理系统连接。

**建议采取措施:**观察检测器是否正常工作(例如判断FID的火焰是否点燃); 检查检测器与数据处理系统之间的通讯连接。

## 4.2.8 对样品的检测灵敏度下降

**可能的原因一:**色谱柱、衬管被污染, 造成对于乙醇、胺类和羧酸等活性物质的选择性和灵敏度的下降。

**建议采取措施:**A、清洗衬管。B、使用溶剂清洗色谱柱。对样品的选择性下降严重时, 更换色谱柱。

**可能的原因二:**进样时的样品渗漏使样品中组分峰减小。对于易挥发的样品, 相应造成的灵敏度下降尤其明显。

**建议采取措施:**查找渗漏点, 并按照仪器‘操作维修手册’进行维修。

**可能的原因三:**使用分流气化进样模式, 色谱柱初始温度过高, 致使样品气化后扩散加剧, 对于低沸点样品, 可能引起分析灵敏度的下降。

**建议采取措施:**使用低于样品溶剂沸点的初始柱温。使用高沸点的溶剂。

## 4.2.9 裂分峰

### 所有峰裂分峰

**可能的原因:** 色谱柱安装、进样技术、样品在进样针中仍有部分保留、混合溶剂、溶剂聚焦问题。

### 部分峰裂分峰

**可能的原因:** 样品在进样器中降解、混合溶剂、进样技术裂分程度、随保留增加而递减。

**其他原因:** 检测器过载严重、柱温波动严重

**建议采取措施:**

降低柱温20-30 °C、增加进样口温度、检查并确认样品和溶剂匹配（极性样品用极性溶剂）。

## 4.2.10 峰拖尾

**可能的原因一:** 衬管、色谱柱被污染，或者有活化中。

**建议采取措施:** 清洗、更换衬管。

**可能的原因二:** 衬管、色谱柱安装不当，存在死体积。

**建议采取措施:** a、注射惰性样品（如甲烷）如果出峰拖尾，表明色谱柱安装不当。B、重新安装色谱柱。

**可能的原因三:** 色谱柱柱头不平。

**建议采取措施:** 用宝石头笔或者陶瓷切片平滑地切开色谱柱保护层，然后在刻痕处段柱体。用20×放大镜仔细检查切口，如果切口不平，有裂痕或者有碎屑进入柱中，重新切割。切割后的柱头保持向下，安装卡套和螺母，防止切割碎屑进入色谱柱中。

**可能的原因四:** 固定相的极性指标与样品分析不匹配。

**建议采取措施:** 选择其它型号的固定相。一般非极性或干净的色谱柱分析极性样品时，经常发生峰拖尾。

**可能的原因五:** 在样品流经的路线中冷阱。

**建议采取措施:** 消除在样品流经的路线中的过低温度区。

**可能的原因六:** 衬管或者色谱柱中堆积切割碎屑。

**建议采取措施:** 清理更换衬管。切除柱头10厘米。

**可能的原因七:** 进样时间过长。

**建议采取措施:** 缩短进样时间。

**可能的原因八:** 分流比低。

**建议采取措施:** 增加分流比，至少大于20ml/min.

**可能的原因九:** 进样量过高。

**建议采取措施:** 减少进样体积或者稀释样品。

**可能的原因十:** 酸胺、伯胺、叔胺和羧酸类物质的分析易产生拖尾。

**建议采取措施:** a、选择更高极性指标的色谱柱。

B、对样品进行衍生处理。

## 4.2.11 保留时间漂移

**可能的原因一:** 柱温变化

**建议采取措施:** 检测柱温箱的温度。

**可能的原因二:** 气体流速变化。

**建议采取措施:** 注射不保留、可被检测的样品（例如甲烷）测定载气的线速度，调节载气压力。

**可能的原因三:** 进样口泄漏。

**建议采取措施:** A、检查进样隔垫，如果损坏，立即更换。B、判断其它泄漏处，维修泄漏处。

**可能的原因四:** 溶剂条件变化。

**建议采取措施:**样品与标准品使用同样条件的溶剂。

**可能的原因五:**色谱柱被污染。

**建议采取措施:**A、切除色谱柱柱头10厘米。B、高温烘焙色谱柱。C、溶剂清洗色谱柱，或者更换新的色谱柱。

## 4.2.12 分离度下降

**可能的原因一:**色谱柱被污染。

**建议采取措施:**A、切除色谱柱柱头10厘米。B、高温烘焙色谱柱。C、溶剂清洗色谱柱，或者更换新的色谱柱。

**可能的原因二:**固定相被破坏。这种情况多为固定相过渡流失。

**建议采取措施:**参见P10，更换色谱柱。

**可能的原因三:**进样失败。

**建议采取措施:**a、检查泄漏，维修泄漏。B、检查温度的适应性。C、检查吹扫时间。D、检查衬管是否积污。E、检查衬管中的玻璃纤维。

**可能的原因四:**样品浓度过高。

**建议采取措施:**a、稀释样品。B、减少进样量。C、采取高分流比。

## 4.2.13 溶剂峰拉宽

**可能的原因一:**色谱柱安装失败。

**建议采取措施:**参见P10，重新安装色谱柱。

**可能的原因二:**样品渗漏。

**建议采取措施:**判断其渗漏点，维修渗漏点。

**可能的原因三:**进样量高。

**建议采取措施:**提高气化室温度，保证进样后样品瞬间气化。高于色谱柱连续使用温度的气化温度，不破坏色谱柱的使用。

**可能的原因四:**分流比低。

**建议采取措施:**提高分流比。

**可能的原因五:**柱温低。

**建议采取措施:**提高柱温。

**可能的原因六:**不分流进样时，初始温度过高。

**建议采取措施:**降低初始温度，使用高沸点的溶剂。

**可能的原因七:**吹扫时间过长（不分流进样）。

**建议采取措施:**定义段时间安的吹扫程序。



## 4.2.14 柱效快速下降

**可能的原因一:**色谱柱断裂

**建议采取措施:**重新安装色谱柱。

注意：A、防止破坏聚酰亚胺涂层。

B、避免使用在高于370℃的温度下。

C、繁殖色谱柱的磨损擦伤（例如色谱柱安装不当，经常的震荡会使色谱柱与柱温箱内的锐边接触，擦伤保护层）。

D、不要过分弯曲或扭曲柱体。色谱柱的断裂不一定在保护层被破坏后立刻发生，但保护层的损伤却常常是致命的。

**可能的原因二:**色谱柱在过高的温度下长期使用。

**建议采取措施:**参见P10，更换色谱柱。降低使用温度至安全的范围内。

**可能的原因三:** 有氧进入色谱柱中, 特别在升温的过程中。

**建议采取措施:** A、使用纯净的载气。 B、查找气路中的泄漏点, 并及时维修。

**可能的原因四:** 无机酸、碱对色谱柱的毒害。

**建议采取措施:** 避免让无机酸、碱进入色谱柱中。

**可能的原因五:** 不挥发、难挥发物质对色谱柱的污染

**建议采取措施:** 防止不挥发、难挥发物质进入色谱柱中。建议使用保护柱。

## 4.3 毛细管分析常见问题的解决

### 4.3.1 峰丢失

可能的原因及应采用的排除方法

- (1) 注射器有毛病, 用新注射器验证。
- (2) 未接入检测器, 或检测器不起作用, 检查设定值
- (3) 进样温度太低, 检查温度, 并根据需要调整
- (4) 柱箱温度太低, 检查温度, 并根据需要调整
- (5) 无载气流, 检查压力调节器, 并检查泄漏, 验证柱进口流速
- (6) 柱断裂, 如果柱断裂是在柱进口端或检测器末端, 是可以补救的, 切去柱断裂部分, 重新安装;

### 4.3.2 前沿峰

- (1) 柱超载, 减少进样量
- (2) 两个化合物共洗脱, 提高灵敏度和减少进样量, 使温度降低 10~20 度, 以使峰分开
- (3) 样品冷凝, 检查进样口和柱温, 如有必要可升温
- (4) 样品分解, 采用失活化进样器衬管或调低进样器温度

### 4.3.3 拖尾峰

- (1) 进样器衬套或柱吸附活性样品: 更换衬套。如不能解决问题, 就将柱进气端去掉 1~2 圈, 再重新安装
- (2) 柱或进样器温度太低: 升温 (不要超过柱最高温度)。进样器温度应比样品最高沸点高 25 度
- (3) 两个化合物共洗脱: 提高灵敏度, 减少进样量, 使温度降低 10~20 度, 以使峰分开
- (4) 柱损坏: 更换柱
- (5) 柱污染: 从柱进口端去掉 1~2 圈, 再重新安装

### 4.3.4 只有溶剂峰

- (1) 注射器有毛病: 用新注射器验证。
- (2) 不正确的载气流速 (太低): 检查流速, 如有必要, 调整之
- (3) 样品太稀: 注入已知样品以得出良好结果。如果结果很好, 就提高灵敏度或加大注入量。
- (4) 柱箱温度过高: 检查温度, 并根据需要调整
- (5) 柱不能从溶剂峰中解析出组分: 将柱更换成较厚涂层或不同极性
- (6) 载气泄漏: 检查泄漏处 (用肥皂水)
- (7) 样品被柱或进样器衬套吸附: 更换衬套。如不能解决问题, 就从柱进口端去掉 1~2 圈, 并重新安装

### 4.3.5 宽溶剂峰

- (1) 由于柱安装不当, 在进样口产生死体积: 重新安装柱。

- (2) 进样技术差 (进样太慢): 采用快速平稳进样技术。
- (3) 进样器温度太低: 提高进样器温度。
- (4) 样品溶剂与检测相互影响 (二氯甲烷/ECD): 更换样品溶剂。
- (5) 柱内残留样品溶剂: 更换样品溶剂
- (6) 隔垫清洗不当: 调整或清洗
- (7) 分流比不正确 (分流排气流速不足): 调整流速

#### 4.3.6 假峰

- (1) 柱吸附样品, 随后解吸: 更换衬管, 如不能解决问题, 就从柱进样口端去掉 1~2 圈, 再重新安装。
- (2) 注射器污染: 用新注射器及干净的溶剂试一试, 如假峰消失, 就将注射器冲洗几次。
- (3) 样品量太大: 减少进样量。
- (4) 进样技术差, 进样太慢: 采用快速平稳的进样技术

#### 4.3.7 过去工作良好的柱出现未分辨峰

- (1) 柱温不对: 检查并调整温度
- (2) 不正确的载气流速: 检查并调整流速。
- (3) 样品进样量太大: 减少样品进样量
- (4) 进样技术水平太差(进样太慢): 采用快速平稳进样技术。
- (5) 柱和衬套污染: 更换衬套。如不能解决问题, 就从柱进口端去掉 1~2 圈, 并重新安装

#### 4.3.8 基线不规则或不稳定

- (1) 柱流失或污染: 更换衬套。如不能解决问题, 就从柱进口端去掉 1~2 圈, 并重新安装。
- (2) 检测器或进样器污染: 清洗检测器和进样器
- (3) 载气泄漏: 更换隔垫, 检查柱泄漏。
- (4) 载气控制不协调: 检查载气源压力是否充足。如压力 $\leq 500\text{psi}$ , 请更换气瓶。
- (5) 载气有杂质或气路污染: 更换气瓶, 使用载气净化装置清洁金属管。
- (6) 载气流速不在仪器最大/最小限定范围之内 (包括 FID 用氢气和空气): 测量流速, 并根据使用手册技术指标, 予以验证。
- (7) 检测器出毛病: 参照仪器使用手册进行检查。
- (8) 进样器隔垫流失: 老化或更换隔垫

#### 4.3.9 同一根柱保留时间长短不一。#

- (1) 柱温太低或太高, 检查并调整柱温。
- (2) 载气流速太低或太高, 在柱出口处用适当的, 经标定气源测量流速。
- (3) 样品器隔垫或柱泄漏, 如必要, 请检查并修复。
- (4) 柱污染或损坏, 重新老化或更换柱
- (5) 样品超载, 减少样品进样量。
- (6) 记录仪出毛病, 检查记录仪。
- (7) 载气控制不协调, 检查载气源, 看压力是否足够。如压力 $\leq 500\text{psi}$ , 请更换气瓶。

# 五 色谱仪的保养及维修

## 5.1 清洁 ECD 检测器

因为ECD检测器使用放射性镍同位素，所以在没有接受培训和保护的情况下不要进行检测器的拆卸。对其清洗工作仅限于2hour至12hour的350℃高温烘焙。注意在高温烘焙前，必须检查载气的纯度和气路条件。

## 5.2 清洁 FID 检测器

注意：配戴防护眼镜！

FID检测器长时间使用后，在收集极和喷嘴沉积大量的碳黑以及因为色谱柱固定相流失而形成的白色硅沉淀。这些污染物能够引起分析中的噪音和毛刺峰，所以要定期地清洁FID检测器的上述部位。

清洁步骤：

- (1) 停止加热，关闭检测器。
- (2) 关闭FID检测器的燃气。
- (3) 冷却检测器。
- (4) 拆开检测器，用清洁工具（毛刺、金属丝、压缩空气）除去污染物。
- (5) 用纯净水和有机溶剂清洗收集极。
- (6) 用70℃的温度加热检测器90min或更长时间。

## 5.3 清洁 FPD 检测器

注意：配戴防护眼镜！

- (1) 关闭色谱仪电源，拔下电源插头。
- (2) 拆下检测器外壳，待其自然冷却到安全温度。
- (3) 关闭检测器气源。
- (4) 仔细查阅随机GC系统“操作手册”，从仪器上拆除检测器。
- (5) 取下喷嘴、检查喷嘴。仔细用工具（如金属丝）清洁掉上面的沉积污染物。如果喷嘴损坏或污染严重，更换喷嘴。
- (6) 用压缩空气吹扫检测器中的小颗粒杂质。

## 5.4 清洁 NPD 检测器

注意：使用氩气作为NPD燃气时，在从检测器上拆除色谱柱后，残留在检测器中的燃气有引起爆炸的危险。所以一定按照GC“系统手册”中的规范关闭或者打开气源。

配戴防护眼镜！

NPD检测器长时间使用后，在收集极和喷嘴沉积大量的碳黑和因色谱柱固定相流失而形成的白色硅沉淀。因为这些污染物引起分析中的噪音和毛刺，所以要定期地清洁NPD检测器的上述部位。

清洁步骤：

- (1) 停止加热关闭检测器。
- (2) 关闭NPD检测器的燃气。
- (3) 冷却检测器。
- (4) 拆开检测器，用洁净的压缩空气吹扫收集极中的灰尘。
- (5) 小心盐离子源，不要用毛刷、金属丝等机械工具打扫NPD检测器。清洁喷嘴时，注意不要接触收集极的下表面(接近喷嘴的一面)，避免接触后留下的指纹引起基线噪音和漂移。

(6) 用非极性溶剂(正己烷、或者正辛烷)清洁收集极。因为盐溶于水等极性溶剂, 所以不能使用极性溶剂, 特别是水进行清洗。

(7) 用甲醇/丙酮混合液(50/50)清洗喷嘴的喷孔和外表面。用70℃的温度加热检测器90min或更长时间, 并通入纯净的载气把溶剂吹扫干净。

(8) 用有机溶剂的棉签擦洗检测器中其余的空间, 并用洁净的压缩空气将溶剂吹干。

(9) 重新安装检测器。

## 5.5 清洁 TCD 检测器

注意: 配戴防护眼镜!

对TCD检测器的清洁工作仅限于高温烘焙。注意在高温烘焙前, 检查载气的纯度和气路条件

清洁步骤:

(1) 关闭检测器。

(2) 从检测器上卸除色谱柱。

(3) 设定合适的检测器通过气流流速(25Ml/min)。

(4) 设定加热器温度250℃左右。

(5) 在400℃的温度下烘焙检测器几个小时。

## 5.6 清洁注射器

清洗进样衬管可使用丙酮类的溶剂。清洗溶剂不一定不能选择例如硝酸、氢氟等强溶剂, 因为衬管被这类溶剂清洗后, 其表面“活性”增加。如果仍然不能去除污染, 必须更换新的衬管。

## 5.7 清洗进样口

注意: 配戴防护眼镜!

清洁步骤:

(1) 停止加热进样口, 待其冷却。

(2) 取出进样隔垫。

(3) 用干燥纯净空气或氦气吹扫入口处的灰尘和颗粒。

(4) 用有机溶剂的棉签洗进样口的内壁。

(5) 清洁分流阀及管路。

(6) 用干燥纯净的空气或氦气吹净进样口的溶剂, 将隔垫重新装入进样口中。

## 5.8 清洁衬管

清洗金属和玻璃衬管需要不同的程序。

金属衬管清洁程序:

(1) 使用有机溶剂清洗。

(2) 在105℃下烘干溶剂。

(3) 用毛刷、金属丝等机械工具和洁净干燥的压缩空气出去衬管中固体污染物。

玻璃衬管清洁步骤:

使用丙酮等有机溶剂仔细清洗衬管, 如果仍然不能去除污染物, 更换新的衬管更为经济和节约。如果污染物不适合使用有机溶剂清洗, 可使用下面的方法:

A、从衬管中取出填充物。

B、将衬管在浓我酸中浸泡24hour。使用我酸时注意防毒和防腐蚀保护。



- C、用蒸馏水冲净我酸溶液，，再使用甲醇或丙酮清洗衬管。
- D、在105℃下烘干溶剂。
- E、用毛刷、金属丝等机械工具和洁净干燥的压缩空气出去衬管中固体污染物。
- F、用干燥纯净空气或氦气吹净衬管中的小颗粒污染物。
- G、去活玻璃衬管的内表面。
- H、重新填入硅烷化玻璃珠或玻璃纤维。

