

## 气相色谱仪的使用

### 一、色谱仪的安装

#### 1. 对色谱仪分析室的要求

(1) 分析室周围不得有强磁场，易燃及强腐蚀性气体。

(2) 室内环境温度应在5~35度范围内，湿度小于等于85%（相对湿度），且室内应保持空气流通。有条件的厂最好安装空调。

(3) 准备好能承受整套仪器，宽高适中，便于操作的工作平台。一般工厂以水泥平台较佳（高0.6~0.8米），平台不能紧靠墙，应离墙0.5~1.0米，便于接线及检修用。

(4) 供仪器使用的动力线路容量应在10KW左右，而且仪器使用电源应尽可能不与大功率耗电量设备或经常大幅度变化的用电设备公用一条线。电源必须接地良好，一般在潮湿地面（或食盐溶液灌注）钉入长约0.5~1.0米的铁棒（丝），然后将电源接地点与之相连，总之要求接地电阻小于1欧姆即可。（注：建议电源和外壳都接地，这样效果更好）。

#### 2. 气源准备及净化

##### (1) 气源准备

事先准备好需用气体的高压钢瓶（一般大中城市均可购到），装某一种气体的钢瓶只能装这种气体，每个钢瓶的颜色代表一种气体，不能互换。一般用氮气，氢气，空气这三种气体，每种气体最好准备两个钢瓶，以备用。有的厂使用氢气发生器和空气压缩机也可，但空压机必须无油。凡钢瓶气压下降到1~2Mpa时，应更换气瓶。一般厂家使用使用以上气体99.99%即可，电子捕获检测器必须使用高纯气源99.999%以上。

##### (2) 气源净化

为了出去各种气体中可能含有的水分，灰分和有机气体成分，在气体进入仪器之前应先经过严格净化处理。若全部使用钢瓶气体，有的色谱仪附有净化器，且内已填有5A分子筛，活性炭，硅胶，基本可满足要求。若使用一般氢气发生器，则必须加强对水分的净化处理，故应增大干燥管面积（体积在450立方厘米以上为好，填料用5A分子筛为佳），并在发生器后接容积较大的储器桶，以减少或克

服气源压力波动时对仪器基线的影响。若使用空压机作空气来源，空压机进气口应加强空气过滤，加大净化管体积，在干燥管内应填充一半5A分子筛，一半活性炭。

### 3. 色谱仪成套性检查及安放

仪器开箱后，按资料袋内附件清单，进行逐项清点，并将易损零件的备件予以妥善保存。然后按照仪器的使用说明书上要求，将其放置于工作平台上，并对着接线图和各插头，插座将仪器各部分连接起来，最后连接记录仪和数据处理机。注意各接头不要接错。

### 4. 外气路的连接

#### (1) 减压阀的安装

有的仪器随机带有减压阀，若没有的则要购买。所用的是2只氧气，1只氢气减压阀。将2只氧气减压阀，1只氢气减压阀分别装到氮气，空气和氢气钢瓶上（注意氢气减压阀螺纹是反向的，并在接口处加上所附的O形塑料垫圈，以便密封），旋紧螺帽后，关闭减压阀调节手柄（即旋松），打开钢瓶高压阀，此时减压阀高压表应有指示，关闭高压阀后，其指示压力不应下降，否则有漏，应及时排除（用垫圈或生料带密封），有时高压阀也会漏，要注意。然后旋动调节手柄将余气排掉。

#### (2) 外气路连接法

把钢瓶中的气体引入色谱仪中，有的采用不锈钢（ $\phi 2 \times 0.5 \text{mm}$ ），有的采用耐压塑料管（ $\phi 3 \times 0.5 \text{mm}$ ）。采用塑料管容易操作，所以一般采用塑料管。若用塑料管，在接头处就要有不锈钢衬管（ $\phi 2 \times 20 \text{mm}$ ）和一些密封用的塑料等材料。从钢瓶到仪器的塑料管的长度视需要而定，不宜过长，然后用塑料管把气源和仪器（气体进口）连接起来。

#### (3) 外气路的检漏

把主机气路面板上载气，氢气，空气的阀旋钮关闭，然后开启各路钢瓶的高压阀，调节减压阀上低压表输出压力，使载气，空气压力为 $0.35 \sim 0.6 \text{Mpa}$ （约 $3.5 \sim 6.0 \text{kg/cm}^3$ ），氢气压力为 $0.2 \sim 0.35 \text{Mpa}$ 。然后关闭高压阀，此时减压阀上低压表指示值不应下降，如下降，则说明连接气路中有漏，应予排除。

## 5. 色谱仪气路气密性检查

气密性检查是一项十分重要的工作，若气路有漏，不仅直接导致仪器工作不稳定或灵敏度下降，而且还有发生爆炸的危险，故在操作使用前必须进行这项工作（气密检查一般是检查载气流路，氢气和空气流路若未拆动过，可不检查）。方法是，打开色谱柱箱盖，把柱子从检测器上拆下，将柱口堵死，然后开启载气流路，调低压输出压力为0.35~0.6Mpa，打开主机面板上的载气旋钮，此时压力表应有指示。最后将载气旋钮关闭，半小时内其柱前压力指示值不应有下降，若有下降则有漏，应予排除。若是主机内气路有漏，则拆下主机有关侧板，用肥皂水（最好是十二烷基磺酸钠溶液）逐个接头检漏（氢，空气也可如此检漏），最后将肥皂水擦干。

## 二、仪器的调试把气路，仪器等按上述接好，安置好后，便可进行下面检查和调试工作

色谱仪电路各部件检查仪器启动前应首先接通载气流路，调节主机面板上的载气旋钮（即：载气稳流阀），使载气流量为20~30ml/min。

### 1. 启动主机

开启主机总电源开关，色谱柱箱内马达开始工作，并检查是否有异样声响，若有，立即切断电源，并进一步检查排除。有的色谱仪启动时自诊断，显示仪器运转情况：正常或不正常，不正常显示包括哪一部分有问题，接线错误等等。

### 2. 各路温控检查

按照说明书，逐个对柱温（包括程序升温），进样器温度，检测器温度进行恒温检查，是否能在高，中，低温度下保持恒定。

## 三. 仪器的维护与保养

1. 每次开机以前，需要检查气路系统的密封性能，以防止漏气事故产生；
2. 仪器点火前，应将放大器稳定半小时，并调整好记录仪的零点；
3. 点火时要将放大器的灵敏度调得低一点；
4. 仪器工作时，应将检测器机箱盖板盖好，防止温度波动，降低仪器稳定性；
5. 仪器检测器输出信号端不准接地，否则将烧毁元器件；
6. 仪器电源要有良好的接地线，禁止将地线接在自来水管上；

7. 仪器放置不用时，应将稳压阀调节到松弛状态，以防止弹性元件失效；
8. 仪器长期放置不用时，要保持仪器定期给予通电；
9. 没有必要的情况下，请不要打开仪器侧盖板、后盖板等以防止触电。

## 气相色谱柱的安装

气相色谱柱的安装比较重要，但常为人们所忽视，这导致刚使用气相色谱柱时，分析样品的色谱图效果较差。一根好的色谱柱和设计得很好的色谱系统，必须使柱子在系统中安装得合理，才能做出好的结果，才能保证发挥色谱柱最佳的性能和延长使用寿命。

### 一. 安装前的准备工作

在安装色谱柱之前，必需对一下几个方面进行检查，以确保您的色谱柱得到精确的分析结果，并延长使用寿命。

**1. 载气净化** 对于气相分析，使用纯净、无氧的载气是非常重要的。一方面在较高温度下，气相柱易于氧化，特别是具有极性的；另一方面会导致分析结果的偏差和不确定性。一般建议最好在分析中使用脱水脱氧净化器。同样，对所有火焰离子化检测器（FID）中的空气及尾吹气管路，建议最好采用净化器，电子捕获检测器（ECD）的尾吹气管路要设置水份捕集器，上述气体的污染都会引起基线噪声。

**2. 进样口检查** 进样口通常是易受污染的部位，衬套的洁净和良好惰性对于色谱柱性能有着十分重要的作用。在安装色谱柱之前，请仔细检查上述衬套是否有样品残留物及隔垫和密封圈的颗粒物。另外，衬套还必须进行脱活处理，以减少对敏感化合物的吸附与分解。隔垫处可能是另一个污染和泄漏源，用久的隔垫往往会“去心”或在中心处可能出现孔洞而造成泄漏，请注意经常更换隔垫，最好选用耐高温和低流失的隔垫，对于国产进样垫，建议在使用前置于色谱仪炉膛中300度老化一晚后再使用，这可以避免色谱柱使用过程中因为进样的流失而导致鬼峰。

**3. 检测器的检查** 必须确认检测器处于良好的工作状态，尤其是FID，请经常清洗火焰喷嘴。检查检测器的气体流速，不适当的载气流速都会降低灵敏度和柱效。

## 二. 色谱柱的安装

1. 填充柱的安装 填充柱的进样器一端应留出足够的一段空柱（至少50mm），以防插入的进样器触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物；在检测器一端，也应留出足够的一段空柱（至少40mm），

以防喷嘴底端触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物，另外，由于玻璃的刚性，玻璃填充柱两边必须同时在进样器和检测器两端安装，如右图：

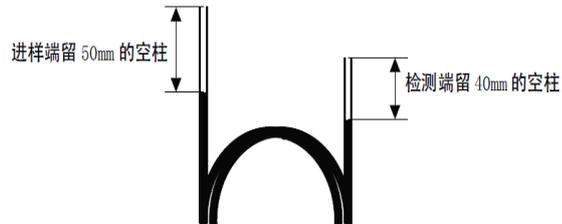


图. 填充柱两端留空管部分示意图

### 2. 毛细管柱的安装

熔融毛细管柱很规整，不需要加以整理，但柱端应新切，无毛口，边缘齐整，除掉来自柱、固定相、密封垫圈的微粒物质，这些很重要。为此，柱端要新切，用一适宜的玻璃切割工具，在欲切断的部位划痕。通常先装上柱螺母和垫圈以后再进行切割。

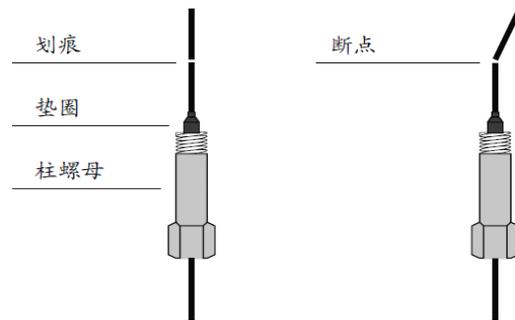


图. 准备熔融硅毛细管柱

**注意：**戴上防护眼镜以防在处理切割玻璃或熔融毛细管柱时产生的飞扬的颗粒物对眼镜的可能伤害。在处理毛细管柱时也应小心防止皮肤被扎伤。

## 三. 安装过程中的连接问题

### 1. 色谱柱与进样口的连接

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。通常来说，色谱柱的入口应保持在进样口的中下部，当进样针穿过隔垫完全插入进样口后如果针尖与色谱柱入口相差1-2cm，这就是较为理想的状态。

将螺母和卡套装在柱上，并将色谱柱两端口小心切平在色谱柱的一端装上相应的螺母和卡套，此时色谱柱端口无前后之分，色谱柱支架的支撑部分应总是朝着柱箱门。将色谱柱正确地嵌入进样口后，用手把连接螺母拧上，用手拧紧后

用扳手再拧1/4-1/2圈，保证安装的密封程度，如安装不紧密，不仅会引起装置的泄露，而且有可能对色谱柱造成永久损坏。

当色谱柱与进样口连接好后，接通载气，调节柱前压力以得到合适的载气流速。将色谱柱的另一端（空端），插入装有1：1的异丙醇/水的混合溶液进行检查的样品瓶中，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安装完全或设置正确，并检测一下整个气路有无泄漏。等所有问题解决后，将色谱柱端口从瓶中取出，擦拭干净，保证柱端口无溶剂残留，再进行下一步安装。

表. 毛细管柱前压参考设置 (Mpa)

柱内 径 柱长度	0.2mm	0.25mm	0.32mm	0.53
15m	0.06	0.039	0.024	0.009
25m	0.1	0.065	0.04	0.016
30m	0.13	0.08	0.048	0.019
50m	0.22	0.14	0.08	0.032

上表所使用的载气为氮气，线速度为20cm/秒。或氢气，线速度为40cm/秒。

## 2. 色谱柱与检测器的连接

将色谱柱连接到检测器之前，先检查系统中是否漏气或柱子堵塞（方法见色谱柱与进样口的连接），然后将柱子的末端尽可能的伸到检测器（FID）的喷嘴以下的1-2厘米处（不超过喷嘴，并能使柱子的出口处于气流的最高流速区域，即氢气引入口以上），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。安装时要注意色谱柱末端要高于尾吹点。

## 气相色谱柱使用注意事项

### 一. 使用填充色谱柱时的注意事项

感谢您购买我中心生产的色谱柱

我公司市场的每一根色谱柱均经过了老化, 为保证您获得最佳的分析分离效果, 请在使用前再老化1—2小时。老化时, 应先通载气10min左右, 待柱内空气置换干净后, 再用程序升温升至最高使用温度老化。

为了避免柱后被冲开和柱内担体塌陷, 通气时缓慢升至所需柱前压。

为避免检测器污染, 老化时请不要将色谱柱和检测器相连。

当柱箱温度高于室温时, 载气中少量氧会损坏色谱柱内的固定相, 载气必须采用脱氧管进一步脱氧 (建议所用载气中氧气含量不要超过1ppm)

安装色谱柱时, 产品牌号应面向操作者, 左侧为色谱柱的进样口。

拆卸色谱柱时, 应先将柱温降至室温, 然后再关载气。

### 二. 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:

1. 载气必须采用脱氧管进行进一步脱氧 (建议所用载气中氧气含量不要超过PPM);
2. 拆卸色谱柱时先要将柱温降至室温, 然后再关载气;
3. 安装完色谱柱后, 要先通载气将柱内的空气置换干净后再升柱温;
4. 仪器载气管路最好使用金属管, 使用前一定要进行检漏;
5. 请在不做分析时最好将柱温降到 100 度一下, 可延长色谱柱使用寿命;
6. 请保存好产品的标牌、检测报告及原包装, 如需调换或退货时, 上述标识应保持完整并加外包装后寄回我公司。

## 色谱柱性能下降的原因

### 一. 色谱柱破裂

熔融石英毛细管柱的聚酰亚胺涂层如有少许破裂它就会断裂，聚酰亚胺涂层保护着脆弱的熔融石英毛细管，柱箱连续地加热和冷却，柱箱风扇的震动，把色谱柱绕在圆形柱架上都会对毛细管造成应力，最后在很小的弱点处会破裂，聚酰亚胺涂层形成的划痕或磨损处会造成弱点，当利刃或薄片触及毛细管时常会造成划痕，色谱柱挂钩和标签、柱箱中的金属边缘、色谱柱切割器和实验室实验台上各种类似的东西都是利刃或薄片的来源。

色谱柱自身破裂的情况很少，色谱柱制造业注意剔除任何有弱点的柱子，以免使色谱柱的完美性受到影响，大内径柱更容易破裂。

### 二. 热损坏

超过色谱柱的温度上限会造成色谱柱固定相和管表面的加速损坏，这样会造成色谱柱的过量流失，活性组分形成拖尾，柱效降低。因此，在色谱柱明显的损坏以前于温度极限以上运行需较长时间，当有氧存在时会大大加速热损坏，在有泄漏或过加热加温色谱柱会加速损坏并永久性损坏色谱柱。

设定 GC 的最高柱温在色谱柱高温极限或稍高于这一极限是最好避免热损坏的方法，这样可避免色谱柱意外的过热，如果色谱柱受到热损失，它仍然还会有一定的功能。把色谱柱从检测器上卸下来，在极限的恒温温度下加热 8-16 小时，把色谱柱接到检测器的一端截去 10-15cm，按正常情况安装色谱柱并进行老化。但是这一色谱柱不能恢复到原来的性能，可是常常仍具有一定的功能，在热损坏之后色谱柱的寿命会缩短。

### 三. 氧损坏

在近于室温下不会对色谱柱有损害，柱温升高时会严重损坏色谱柱。通常对于极性固定相，发生严重损坏时的温度和氧浓度都很低。长时间暴露在氧气中是有问题的。短时间地暴露在氧气中如注射空气或拿掉隔垫螺帽时不会有什么问题。

在载气通道上有泄漏的地方（如气路、接头、进样器）往往是进入氧气的源头。当色谱柱加热时，就会很快损坏固定相，这就会过早地引起色谱柱的过度流

失、活性化合物有拖尾、降低柱效。在不太严重的情况下色谱柱还会有一定的分离功能，但是性能已经下降了。在严重的情况下这支色谱柱就完全不能使用了。

让系统避免和氧接触和避免泄漏是不受到氧损坏最有效的方法，对 GC 系统的良好维护包括定期对管线和压力调节器进行检漏、定期更换隔垫，使用高纯度载气、安装氧捕集以及不要等载气钢瓶用空了再进行更换。

#### 四. 化学损坏

有相当少数化合物会使固定相遭到破坏，不挥发性化合物（高分子量或高沸点）进入色谱柱常常会降低色谱柱的性能，但是不会破坏固定相。这些沉积的残留物可以用溶剂冲洗色谱柱而除去以恢复色谱柱的性能。

要避免进入色谱柱的主要化合物是无机或矿物碱和酸，这类酸包括盐酸、硫酸、硝酸和磷酸。碱包括氢氧化钾、氢氧化钠、氢氧化铵。这些酸和碱不挥发，积累在色谱柱前端。如果使其停留在那里就会破坏固定相，使色谱柱过早地大量流失、使活性化合物拖尾、柱效降低。其征兆和热损失及氧损坏类似。

由于化学损失发生在色谱柱的前端，所以处理或把色谱柱前端切掉 0,5—1m 可消除任何色谱方面的故障，在比较严重的情况下，可以截去 5m 或更长的一段。如果使用保护柱就会减小色谱柱被损坏的长度，但是需要处理保护柱，酸或碱常常会破坏熔融石英管的去活表面，因而会引起活性化合物的峰型变坏。

#### 五. 色谱柱被污染

有两种基本类型的污染物：不挥发性污染和半挥发性污染物，不挥发性污染物或残留物不能从色谱柱里洗脱出来，而是累积在色谱柱里，这样它就成为涂渍了残留物的色谱柱，因而影响溶质的分配，即溶质溶入和蒸发出固定相的正常分配，而且残留物还会和活性化合物相互作用，引起峰的吸附问题（甚至造成拖尾或减少峰面积）。活性溶质是指那些含有羟基或氨基和一些硫醇基及醛的物质，半挥发性污染物或积累在色谱柱中的残留物，最终会洗脱出去。但需要几个小时或几天才完全洗脱出来，和不挥发性残留物一样，它们也会引起峰形变坏和峰面积减小的问题，此外，常常引起很多基线的问题（不稳定、漂移、噪音、鬼峰等）。

污染物的来源有许多，其中进样是最主要的来源。萃取自最差基体的样品，生物液体和组织、土壤、废水等类似的含有大量半挥发和不挥发物质的基体，甚

至使用仔细及彻底的萃取方法，样品也会含有少许这些物质并带到注射样品中。几次到几百次进样会造成残留物的积累故障，进样技术如柱上进样、不分流进样和大口径柱直接进大量样品到色谱柱中，这些进样方法常常会造成色谱柱的污染。

最大限度地减少半挥发性和不挥发性样品残留物是减少污染问题的最好方法，然而污染物的存在常常是不知道的。严格和彻底的净化样品是防止污染问题的最好办法，使用保护柱可以减轻或推迟色谱柱受到污染的损害。如果色谱柱被污染了，最好的办法是用溶剂进行清洗除去污染物。建议不要使用长时间加热的方法来处理受到污染的色谱柱。

## 气相色谱分析常见故障的排除

大量出现的故障往往是十分简单并常常被忽视的 GC 系统或分析的部分，这些部位和项目有：

1. 气体——压力，载气的平均线速度和流速（检测器、分流排放口、隔垫吹扫）
2. 温度——色谱柱、进样器、检测器和传输管线
3. 系统参数——吹扫开始时间，检测器衰减和量程，质量范围
4. 气体管线和过滤捕集阱——清洁程度、泄漏和饱和
5. 进样器消耗品——隔垫、衬管和密封圈
6. 样品的完整性——浓度、降解、溶剂和储存
7. 注射器——操作技术、泄漏、针的尖锐程度和洁净程度
8. 数据处理——设定值和连接。

### 常见故障可能的原因及应采用的排除方法

#### 一、峰丢失

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，验证柱进品流速；
6. 柱断裂，如果柱断裂是在柱进口端或检测器末端，可切去柱断裂部分，重新安装。

#### 二、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。

### 三、拖尾峰

1. 进样器衬套或柱吸附活性样品：更换衬套，或将柱进气端去掉 1~2 圈使用；
2. 柱或进样器温度太低：升温（不超过最高温度）。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；
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。

### 四、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。
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。

### 五、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。

### 六、鬼（假）峰

1. 柱吸附样品，随后解吸：更换衬管，或从柱进样口端去掉 1~2 圈，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，冲洗注射器；
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

### 七、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。

### 八、基线不规则或不稳定

1. 色谱柱流失污染：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 $\leq 500\text{psi}$ ，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。

### 九、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，压力是否足够。如压力 $\leq 500\text{psi}$ ，请更换气瓶。

## 用热导和氢焰离子化检测器时的故障分析和排除方法

故障及图形	可能原因	排除方法
电源不通	(1) 插头接触不好或开关不好 (2) 电源保险丝烧断 (3) 仪器有短路，仪器的保险丝烧断	(1) 检查各插头是否插紧，重复开闭开关 (2) 更换保险丝 (3) 检查仪器线路并修理好
色谱柱恒温箱不升温	(1) 电热丝烧断 (2) 温度控制器或一次元件损坏	(1) 检修电热丝 (2) 检查接头是否接触良好
汽化室和检测器恒温箱不升温	(1) 电热丝烧断 (2) 电源不通或接头松脱 (3) 控制电路发生故障	(1) 检修电热丝 (2) 检修电源，拧紧接头 (3) 检修控制线路
点不着火	(1) 氢、空、氮气配比不当 (2) 氢气管路漏气 (3) 喷嘴堵塞 (4) 低压点火线圈断 (5) 高压点火电极位置不当	(1) 调整气体配比 (2) 排除漏气现象 (3) 排除堵塞现象 (4) 更换点火线圈 (5) 调整电极位置，消除漏电
基线不能调零	(1) 记录器零位调节器位置定的不对 (2) 记录器连接不正确 (3) 记录器故障 (4) 基流补偿电位器失调或坏 (5) 补偿电压不够 (6) 氢焰放大器故障 (7) 氢气流量过大 (8) 火焰烧到电极 (9) 固定液流失过大 (10) 氢焰用三种气体之一不纯 氢焰检测器内积有冷凝水热导检测器热导丝失去平衡，可能是由于热丝烧断，测量与参比池热丝阻值相差太大或测量池钨丝沾污；柱前后漏气，热丝不全在氢气流中 (11) 钨丝与池壁相碰	(1) 把记录器信号输入端短路然后调零，可参看记录器说明 (2) 按记录器或仪器说明连接 (3) 看记录器说明 (4) 不要把基流补偿的粗细调电位器中的任一个调到头，以免调节失灵。调节氢气流量 (5) 调整电极位置 (6) 更换其它固定液柱或降低柱温 (7) 更换不纯气体或更换气体净化装置 (8) 升高检测器温度把水赶出清洗检测器 (9) 调正钨丝弓架位置 (10) 用万能表检查热丝阻值是否烧断，根据情况调节阻值或更换热丝。查出系统漏气处并排除之
基线不稳定的主要原因	(1) 柱流失或污染 (2) 检测器或进样器污染 (3) 载气泄漏 (4) 载气控制不协调 (5) 载气有杂质或气路污染 (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）	(1) 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) 清洗检测器和进样器 (3) 更换隔垫，检查柱泄漏 (4) 检查载所源压力是否充足 (5) 更换气瓶，使用载气净化装置 (6) 测量流速，并根据使用手册技术指标予以验证

故障及图形	可能原因	排除方法
基线不稳噪声大	(7) 检测器出毛病 (8) 进样器隔垫流失  (1) 记录器滑线有污垢 (2) 记录器银滚珠磨损 (3) 记录器故障 (4) 柱子沾污或过量流失 (5) 载气流速过高或漏气 (6) 载气沾污 (7) 热导检测器放空管有冷凝液 (8) 进样器有污染 (9) 色谱柱与检测器连接管有污垢 (10) 钨丝松或接触不良 (11) 电源不稳或桥流过大 (12) 电桥有虚焊处或多圈电位器接触不良 (13) 氢焰检测器的氢气流量过高或波动 (14) 氢焰检测器的空气太高 (15) 氢焰检测器的空气，氢气有杂质 (16) 氢焰检测器内有冷凝水 (17) 离子头潮湿 (18) 火焰烧到电极 (19) 电极处积有灰尘 (20) 离子检测器信号线故障 (21) 离子检测器及其绝缘材料沾污 (22) 氢焰离子头四周漏气 (23) 气路接头或电插头松脱 (24) 接地不良 屏蔽不良 (25) 波段开关有污垢	(7) 参照仪器使用手册进行检查 (8) 老化或更换隔垫  (1) 用绸子或尼龙布沾酒精擦洗滑线电阻 (2) 用砂纸磨光或换新的滚珠 (3) 把记录器的信号输入导线短路，若噪声仍出现，则需检查记录器 (4) 重新老化 (5) 降低载气流速排除漏气 (6) 更换或将过滤载气的吸附剂再生 (7) 排除冷凝液，并设法排除冷凝液产生的可能性 (8) 清洗进样器管，并更换胶垫 (9) 清洗连接管 (10) 更换钨丝 (11) 排除电源故障或调小桥电流 (12) 排除虚焊，清洗电位器触点 (13) 调好氢气流量 (14) 调好空气流量 (15) 更换或再生空气和氢气和氢气的过滤器 (16) 升高检测器温度至 100℃，排除冷凝水 (17) 干燥离子头 (18) 调正电极位置 (19) 排除灰尘 (20) 排除故障或更换信号线 (21) 用无残渣溶剂清洗绝缘材料和检测器，洗清后不要用手指直接拿取 (22) 拧紧螺帽或更换垫圈 (23) 检查排除 (24) 检查地线是否接好，地线质量是否良好，有无外来电场干扰 (25) 找到有污垢的触点，清除污垢后往复旋转波段开关数次
基线出现正弦波	(1) 炉温控制器定位不当 (2) 检测器炉温控制失灵 (3) 色谱柱炉温控制失灵 (4) 检测器炉子绝缘不好 (5) 载气流量调节故障	(1) 把炉温控制旋钮调至适当位置使炉温恒定在所需温度时，炉子加热电流波动不大 (2) 更换检修炉温控制器或测温元件 (3) 同上 (4) 把绝缘材料装填妥当或更换载气流

		<p>调节器（稳压或稳流阀）上的操作压力适当调高，如故障仍未排除，则需更换或检修阀</p> <p>(5) 更换钢瓶</p>
故障及图形	可能原因	排除方法
基线抖动	<p>(1) 记录器灵敏度过高</p> <p>(2) 热导池电源交流纹波电压过高</p> <p>(3) 放大器工作不稳</p> <p>(4) 气体管路中有悬浮物，造成气流脉冲</p> <p>(5) FID 氢气流量过大</p>	<p>(1) 调节记录器灵敏度调节器，使记录器笔灵活划出峰而不抖动</p> <p>(2) 采取相应措施，消除之</p> <p>(3) 检修放大器</p> <p>(4) 检查排除</p> <p>(5) 调整流量</p>
恒温操作时基线不规则漂移	<p>(1) 仪器安放位置不当</p> <p>(2) 仪器接地不当</p> <p>(3) 固定液流失</p> <p>(4) 柱出口到检测器的连接管被沾污</p> <p>(5) 载气漏</p> <p>(6) 载气调节器失灵</p> <p>(7) 热导检测器炉温无规则波动</p> <p>(8) 钨丝中间有异物</p> <p>(9) 桥电流过大</p> <p>(10) 热导池或钨丝沾污</p> <p>(11) 钨丝引出线接触不好</p> <p>(12) 桥路稳压电源失效</p> <p>(13) 离子室严重沾污</p> <p>(14) 氢焰检测器的氢气和空气调节失灵</p> <p>(15) 离子室输出信号线接触不好</p> <p>(16) 氢焰点燃后引燃开关未关闭</p> <p>(17) 氢焰放大器故障</p>	<p>(1) 便换仪器位置，仪器不要直接放在加热器下或空气调节器下，不要放在过量通风或环境温度变化处</p> <p>(2) 把仪器及记录器地线接好</p> <p>(3) 老化柱子，有些柱子不适合在所设定的温度下使用，特别是需用高灵敏挡操作时总有基线漂移</p> <p>(4) 清洗连接管</p> <p>(5) 找出漏气的地方并消除之</p> <p>(6) 检查载气调节器及流速控制器，以保证所需的操作条件，检查钢瓶是否压力过低</p> <p>(7) 检测器炉堂不能有空洞，以免冷空气进入炉内</p> <p>(8) 除去异物</p> <p>(9) 调小电流</p> <p>(10) 清洗热导池或钨丝</p> <p>(11) 接点重新焊接牢固</p> <p>(12) 更换电源</p> <p>(13) 清洗离子室</p> <p>(14) 检查氢气和空气的调节器找出故障加以修理</p> <p>(15) 使其接触好</p> <p>(16) 关闭引燃开关</p> <p>(17) 参看放大说明书中故障消除方法</p>
恒温时，基线向一个方向	<p>(1) 检测器温度不稳（仍在升温或降温）</p> <p>(2) 载气流速不稳、气路漏气</p> <p>(3) 钨丝故障</p> <p>(4) 热导检测器稳压电源故障</p>	<p>(1) 检测器温度改变后需要有足够的稳定时间，特别是热导检测器，金属块体大，温度平衡滞后于指示温度</p> <p>(2) 检查气路系统是否漏气，特别是进样口橡皮垫及柱入口处的接头；</p>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>(5) 氢焰离子化检测器的放大器有故障</li> <li>(6) 氢焰离子化检测器中, 氢气流速变化</li> <li>(7) 固定液受热流失</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(3) 更换钨丝</li> <li>(4) 更换电源或检修电源</li> <li>(5) 参看说明书进行检修</li> <li>(6) 检查氢气钢瓶压力和流速控制部件是否失灵, 必要时换钢瓶或拆修部件</li> <li>(7) 老化色谱柱, 调整柱温</li> </ul>
<b>故障及图形</b>	<b>可能原因</b>	<b>排除方法</b>
频率很快的小手刺	电源干扰或接地不良	使机壳良好接地, 排除附近有干扰有用电气设备
周期性短刺或峰	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 气体管路有冷凝液使载气鼓泡通过</li> <li>(2) 接在柱尾的皂泡流速计液面太高</li> <li>(3) 电源上有大功率设备周期性通断电造成</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 加热除过冷凝液或吹出</li> <li>(2) 断开柱尾的皂泡流速计</li> <li>(3) 不要与大功率设备使用同一电源</li> </ul>
基线出现较大单向毛刺	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 钨丝中有异物</li> <li>(2) 电源插头接触不良</li> <li>(3) 严重电源干扰或温度控制继电器火花干扰</li> <li>(4) 氢火焰烧到收集极或极化电压环</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 清洗热导池</li> <li>(2) 检查插头内有无异物并将插头拧紧</li> <li>(3) 排除干扰电源, 检修或更换温度控制继电器</li> <li>(4) 调整气流比或电极位置</li> </ul>
出现无规律毛刺	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 由于开关门或风扇引起的快速气流波动</li> <li>(2) 柱后有颗粒进入检测器</li> <li>(3) 记录器滑线电阻接触不良</li> <li>(4) 放大器高阻受潮接触不良</li> <li>(5) 喷口漏气</li> <li>(6) 空气流量太大, 使火焰发生漂移</li> <li>(7) 热导检测器稳压电源有故障</li> <li>(8) 离子检测器放大器故障</li> <li>(9) 输入电压的波动大</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 把仪器放在妥善的地方, 不要放在加热器或空调器的风扇下</li> <li>(2) 要防止玻璃棉、担体颗粒或净化剂颗粒进入检测器</li> <li>(3) 用绸布沾酒精擦洗干燥或更换</li> <li>(4) 拧紧, 加热或更换喷口</li> <li>(5) 把空气流量调至适当位置</li> <li>(6) 用清洁剂清洗绝缘材料和离子头</li> <li>(7) 检修电源</li> <li>(8) 参看说明书检修</li> <li>(9) 使用单独电源线或用稳压器</li> </ul>
不出峰	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 检测器、放大器或记录器电源开关未开或引线脱落</li> <li>(2) 记录器连接不正确</li> <li>(3) 记录器银球脱落或其它故障</li> <li>(4) 无载气</li> <li>(5) 注射器漏或堵</li> <li>(6) 进样垫漏</li> <li>(7) 柱子连接处严重漏气</li> <li>(8) 氢焰灭火</li> <li>(9) 屏蔽线的金属丝与导线相碰</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 打开电源开关或把脱落引线接好</li> <li>(2) 按说明书正确连接</li> <li>(3) 按好银球, 查找故障所在并排除</li> <li>(4) 打开载气阀, 并调至所需流速</li> <li>(5) 更换注射器或将堵塞物取出</li> <li>(6) 换垫</li> <li>(7) 将接头拧紧</li> <li>(8) 重新点着火</li> <li>(9) 将屏蔽线金属丝与导线分开</li> <li>(10) 检查断路位置, 排除或更换信号线</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>(10) 信号线断路</li> <li>(11) 没有极化电压</li> <li>(12) 钨丝引出线接错</li> <li>(13) 柱温太低, 样品冷凝</li> <li>(14) 柱子在样品上严重吸附</li> <li>(15) 汽化温度太低样品不汽化</li> <li>(16) 色谱柱断</li> <li>(17) 双柱系统中进样器用错</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(11) 加上极化电压</li> <li>(12) 把引出线正确接好</li> <li>(13) 升高柱温</li> <li>(14) 升高柱温或多次进样进行预饱和</li> <li>(15) 用煤气或挥发性样品来证实, 然后增加汽化温度</li> <li>(16) 检查排除</li> <li>(17) 改用相应的进样器</li> </ul>
<b>故障及图形</b>	<b>可能原因</b>	<b>排除方法</b>
保留时间正常峰面积变小	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 衰减量太大</li> <li>(2) 进样量不足</li> <li>(3) 进样针头太短, 样品没进汽化室, 或进样技术不好</li> <li>(4) 注射器或橡胶垫注样时漏气</li> <li>(5) 载气在柱尾处漏</li> <li>(6) 进样注射器针头堵塞或漏气</li> <li>(7) 热导池钨丝电流太低</li> <li>(8) 载气热导性能变化。如由氢气改为氮气</li> <li>(9) 氢焰检测器系统各气路气体流速失调</li> <li>(10) 氢焰检测器两个电极距离发生变化</li> <li>(11) 氢焰检测器捕集极上有一层氧化膜或由有机硅固定液流失而沉积在电极上的白色 SiO<sub>2</sub> 影响电极的导电性能</li> <li>(12) 载气用错 (把 CO<sub>2</sub> 钢瓶误认为 N<sub>2</sub>) 或 N<sub>2</sub> 中含氧量太高</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 改变衰减</li> <li>(2) 增加进样量</li> <li>(3) 改进进样技巧, 使用长针头</li> <li>(4) 更换注射器或进样垫</li> <li>(5) 检查排除</li> <li>(6) 更换注射器</li> <li>(7) 调解电压, 如调不上去则检查电源、电桥各臂的电阻和接地是否良好</li> <li>(8) 换用合适的载气</li> <li>(9) 检查各气路气体流速并调节, 检查漏气并排除</li> <li>(10) 调节电极距离</li> <li>(11) 清洗排除</li> <li>(12) 更换载气</li> </ul>
保留值增变化	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 柱温太低或太高</li> <li>(2) 载气流速太低或太高</li> <li>(3) 从进样器到检测器气路漏气</li> <li>(4) 样品器隔垫或柱泄漏</li> <li>(5) 柱污染或损坏</li> <li>(6) 样品超载</li> <li>(7) 载气控制不协调</li> <li>(8) 记录仪出毛病</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 检查并调整柱温</li> <li>(2) 调整载气流速, 并排除漏气处</li> <li>(3) 查找漏气处并排除</li> <li>(4) 更换进样垫</li> <li>(5) 重新老化或更换柱</li> <li>(6) 减少样品进样量</li> <li>(7) 检查载气源, 看压力是否足够</li> <li>(8) 检查记录仪</li> </ul>
基线出现阶梯; 基线不回零; 衰减档不正确; 出现“扁平”峰顶; 记录笔易被手指	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 记录器增益或阻尼控制调节的不好</li> <li>(2) 仪器或记录器接地不当</li> <li>(3) 有交流信号输入记录器</li> <li>(4) 样品中含有高纯度的卤素、</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 调节记录器增益或阻尼控制</li> <li>(2) 仪器及记录器正确接好地线</li> <li>(3) 按装滤波电容 (约 0.25μf, 150Vdc) 电容可接在记录器+或-输入线对地之间, 究竟接哪根记录线为好, 由实验</li> </ul>

推向左或右	氧或硫使钨丝表面腐蚀	者来确定，不可将电容接在记录器输出线之间（即接在+、-线之间） (4) 更换热导池或钨丝
负峰	(1) 记录器信号输出导线接反或不正确 (2) 双柱系统中进样器用错 (3) 离子检测器的方式选择开关位置放错 (4) 热导检测器极性开关位置放错	(1) 按记录器或仪器说明连接 (2) 改用相应的进样器 (3) 检查方式选择开关是否放在所用分析柱的位置 (4) 切换极性开关位置
<b>故障及图形</b>	<b>可能原因</b>	<b>排除方法</b>
圆顶峰	(1) 超出检测器的线性动态范围 (2) 记录器增益太低	(1) 减小样量 (2) 参看记录器说明，把记录器增益调到合适的位置
平顶峰或怪峰	(1) 离子化检测器放大器输入管饱和 (2) 记录器滑线故障或机械运行系统有故障 (3) 色谱条件选择不当，组分没有分离	(1) 减少样量或把放大器输入高阻衰减档改换到低档 (2) 用毫伏发生器或电位差计检查记录器 (3) 更换色谱条件或色谱柱
额外的峰或假峰	(1) 上一次进样的高沸点组份峰馏出 (2) 载气中湿气或其它杂质冷凝于柱头程序升温时流出 (3) “鬼峰”注入溶剂后从柱上解吸下来的峰 (4) 样品分解 (5) 样品回返 (6) 样品与固定液或载体作用 (7) 样品被污染 (8) 由玻璃棉或进样器带入污物	(1) 间隔一定时间，再进下一次样或升高柱温赶出残留组分 (2) 重装、更换或再生载气过滤器 (3) 注入几次溶剂，并再老化 (4) 降低汽化温度 (5) 减少进样量，用大容量衬管，降低进样口温度，增加流速 (6) 更换其它固定液柱，若是由于担体催化作用而引起，则可更换其它担体柱 (7) 注样前适当净化或更换 (8) 使用清洁的玻璃棉或老化进样胶垫
鸭嘴峰即双峰	(1) 氢焰在出峰时火焰烧到电极 (2) 色谱条件选择不当	(1) 减少进样量，或调整电极位置 (2) 更换色谱条件或色谱柱
分叉峰	(1) 热导检测器用氮气为载气时，流速、柱温选择不当 (2) 载气不纯	(1) 选择适当的流速及柱温 (2) 更换纯载
氢焰出大峰时记录笔突然回到基线以下	(1) 火焰熄灭 (2) 样量太大 (3) 样品中含氧量比燃烧空气中含氧量大，使火焰熄灭氢气或空气量下降 (4) 喷口堵塞	(1) 重新点火 (2) 减少样量 (3) 用惰性气体稀释样品或用氧气代替空气助燃 (4) 调节空气或氢气至适当流速 (5) 清洗或更换喷口

	(5) 氢气发生器由于反压波动而跳闸, 使氢气中断	(6) 重开氢气发生器, 若仍出现跳闸现象, 检查氢气流路有无障碍物。
峰拖尾	(1) 进样器管有污染 (2) 载气流速不正确 (3) 柱或进样器温度太低 (4) 柱温太高, 组分没有分离 (5) 柱子使用不当, 样品与载体或固定液发生相互作用 (6) 色谱柱安装不正确 (7) 两个化合物共洗脱 (8) 柱损坏 (9) 柱污染	(1) 清洗进样器, 必要时可更换进样器管 (2) 提高载气流速 (3) 提高柱温, 但不要超过最大使用极限 (4) 降低柱温 (5) 提高固定液配比, 采用惰性载体或改用极性固定液 (6) 检查排除, 防止漏气 (7) 提高灵敏度, 减少进样量, 降低温度 (8) 更换柱 (9) 从柱进口端去掉 1~2 圈, 再重新安装
<b>故障及图形</b>	<b>可能原因</b>	<b>排除方法</b>
前延峰	(1) 柱子过负荷 (2) 样品在系统中冷凝 (3) 进样技巧不好 (4) 汽化温度太低 (5) 两个化合物共洗脱 (6) 样品分解	(1) 减少进样量或增大分流 (2) 检查柱温和检测器温度是否正确 (3) 掌握进样技巧 (4) 提高汽化温度 (5) 提高灵敏度和减少进样量, 使温度降低 (6) 采用失活进样器衬管或调低进样器温
宽峰	(1) 柱流速不正确 (2) 分流速太低 (3) 进样口吸附 (4) 柱子过负荷	(1) 调节流速 (2) 增加分流量 (3) 更换衬管, 移去填充物, 增加温度 (4) 减少进样量或增大分流
峰分不开	(1) 柱温太高 (2) 柱子太短 (3) 固定液全部流失固定液或担体选择不当 (4) 载气流速太高	(1) 降低柱温 (2) 加长柱子 (3) 换柱 (4) 换柱 (5) 降低载气流速
只出溶剂峰	(1) 注射器有毛病 (2) 不正确的载气流速 (太低) (3) 样品太稀 (4) 柱箱温度过高 (5) 柱不能从溶剂峰中解析 (6) 载气泄漏 (7) 样品被柱或进样器衬套吸附	(1) 用新注射器 (2) 检查流速, 如有必要, 调整之 (3) 注入已知样品以得出良好结果。 (4) 检查温度, 并根据需要调整 (5) 将柱更换成较厚涂层或不同极性 (6) 检查泄漏处 (用肥皂水) (7) 更换衬套。
宽溶剂峰	(1) 柱安装不当, 产生死体积 (2) 进样技术差 (进样太慢) (3) 进样器温度太低 (4) 样品溶剂与检测相互影响 (5) 柱内残留样品溶剂 (6) 隔垫清洗不当	(1) 重新安装柱 (2) 采用快速平稳进样技术 (3) 提高进样器温度 (4) 更换样品溶剂 (5) 更换样品溶剂 (6) 调整或清洗

	(7) 分流比不正确	(7) 调整流速
程序升温时基线上升	(1) 载气流速不平衡 (2) 柱子沾污 (3) 固定液流失	(1) 按说明书使流速平衡 (2) 重新老化柱子 (3) 老化柱子或选用合适固定液
程序升温时基线不规则漂移	(1) 柱子老化后仍有过量“流失” (2) 载气流速未在最佳条件平衡	(1) 降低固定液用量或降低柱温， (2) 按说明书平衡载气流速
面积不重现	(1) 进样技巧差，进样量不稳定 (2) 隔垫漏 (3) 样品回返 (4) 分流比波动 (5) 吹扫时间变化	(1) 采用自动进样或提高进样技巧 (2) 更换隔垫 (3) 减少进样量，用大容量衬管，降低进样口温度，增加流速 (4) 检查流速控制器并检漏 (5) 检查吹扫开关时间
保留时间部重现	(1) 隔垫漏	(1) 更换隔垫

### 用电子捕获检测器时的故障分析和排除方法

故障及图形	可能原因	排除方法
噪声大	(1) 电极绝缘不良 (2) 检测器污染 (3) 电极引线或电缆接头接触不良 (4) 接地线不良	(1) 清洗更换 (2) 清洗 (3) 拧紧接头 (4) 更换
灵敏度低	(1) 放射源玷污 (2) 放射源被腐蚀 (3) 电极绝缘不良 (4) 极化电压引线和电极接触不良或对地短路 (5) 放大器输入电缆绝缘性差 (6) 载气杂质过多	(1) 清洗 (2) 更换 (3)、(4) 使其接触良好，消除短路 (5) 更换 (6) 更换
出现反峰	(1) 放射源或电极被沾污 (2) 脉冲发生器不正常 (3) 收集极接触不良或短路 (4) 载气不纯	(1) 清洗 (2) 波形检查 (3) 使其接触良好，消除短路 (4) 净化、更换

基线显著漂移	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 检测器温度不稳</li> <li>(2) 放射源沾污</li> <li>(3) 进入检测器的杂质太多</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 检查排除</li> <li>(2) 清洗</li> <li>(3) 老化吹洗</li> </ul>
线性范围窄	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 载气不纯，如含氧量太高</li> <li>(2) 色谱柱中放出干扰物质过多</li> <li>(3) 负电性化合物注入过量</li> <li>(4) 由于放射源被污染基流太小</li> <li>(5) 放射源过热损伤</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 更换</li> <li>(2) 老化不能改善时更换</li> <li>(3) 提高柱温老化</li> <li>(4) 清洗</li> <li>(5) 更换</li> </ul>
零点失调	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 阴极引线绝缘性差或对地短路</li> <li>(2) 阳极引线绝缘不良或对地短路</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 更换引线消除短路</li> <li>(2) 同上</li> </ul>
“样品瓶帽盖”干扰	样品瓶帽、密封垫的杂质，部分溶于样品中	密封垫用金属箔衬里或用聚乙烯瓶塞磨口瓶

## 气相色谱使用其他注意事项

### 一. 载气的选择、净化和流速的测定

项目	意义与要求	方法
	<p>载气种类选择的意义</p> <p>(1) 满足检测器对载气要求;</p> <p>(2) 满足分析方法对分析周期、柱效率以及灵敏度的要求</p>	<p>(1) 热导检测器可用 H<sub>2</sub>、He、N<sub>2</sub> 或 Ar、用 H<sub>2</sub>、He 作载气时灵敏度高, N<sub>2</sub> 则灵敏度低, 且易出现 W 峰</p> <p>(2) 氢焰检测器可用 H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub> 为载气, 空气助燃。气体密度秤检测器可用 N<sub>2</sub>、Ar、CO<sub>2</sub></p> <p>(3) 放射性检测器可用 H<sub>2</sub>、He、Ar、N<sub>2</sub>。H<sub>2</sub>、He 适于快速分析, 但 H<sub>2</sub> 易燃, 易漏 He 最理想</p>
载气的净	<p>载气中含有 O<sub>2</sub>、CO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O、CH<sub>4</sub> 等杂质可导致</p> <p>(1) 柱失效: CO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O 使分子筛失去活性, O<sub>2</sub> 使 PEG; 固定液断链等</p> <p>(2) 样品变化: 如载气含水会使氯硅烷类样品水解;</p> <p>(3) 氢焰检测器基流, 噪声增大</p> <p>(4) 热导检测器线性变劣, 校正因子不能使用。因此, 载气必需净化</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 有机杂质可用活性炭除去</li> <li>● 水份用干燥剂除去分析氯硅烷类易水解样品时, 载气依次经无水高氯酸镁分子筛、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 干燥, 可防止样品在系统中水解, 满意地分析低浓度氯硅烷样品</li> <li>● H<sub>2</sub> 气中的 O<sub>2</sub> 可用 105 型催化剂除去, N<sub>2</sub> 气中的 O<sub>2</sub> 可用活性铜催化剂除去</li> <li>● 载气中的 CO<sub>2</sub> 可用碱石棉除去</li> </ul>
流速的选择与测定	<p>(1) 在最佳流速下, 柱效率最高</p> <p>(2) 在柱中各点载气流速不同, 皂膜流速计测的是柱出口体积流速 F, 有进用线速度 u 表示.F、U 表示柱管中平均流速和线速</p> <p>载气流速一般应选择大于或等于最佳流速</p>	<p>(1) 出口载气线速度 u 等于柱长 L 被死时间 t<sub>M</sub> 除:</p> <p>(2) 平均流速等于出口流速乘以压力梯度校正因子 j</p> $U=ju; F=jf$ <p>(3) 轻载气最佳线速度比重载所大些, H<sub>2</sub> 和 He 一般 10cm/s, N<sub>2</sub> 为 5--7cm/s, 用轻载气可缩短分析时间</p> <p>(4) 载气流速</p> <p>热导检测器 30--150ml/min;</p> <p>氢焰检测器 H<sub>2</sub> 为 30--50ml/min</p>

## 二. 载气钢瓶的使用规程

1. 钢瓶必须分类保管，直立固定，远离热源，避免暴晒及强烈震动，氢气室内存放量不得超过两瓶；
2. 氧气瓶及专用工具严禁与油类接触
3. 钢瓶上的氧气表要专用，安装时螺扣要上紧；
4. 操作时严禁敲打，发现漏气须立即修好
5. 用后气瓶的剩余残压不应少于 980kPa；
6. 氢气压力表系反螺纹，安装拆卸时应注意防止损坏螺纹。

## 三. 减压阀的使用及注意事项

1. 在气相色谱分析中，钢瓶供气压力在 9.8—14.7MPa；
2. 减压阀与钢瓶配套使用，不同气体钢瓶所用的减压阀是不同的；氢气减压阀接头为反向螺纹，安装时需小心，使用时需缓慢调节手轮，使用完后必须旋松调节手轮和关闭钢瓶阀门。
3. 关闭气源时，先关闭减压阀，后关闭钢瓶阀门，再开启减压阀，排出减压阀内气体，最后松开调节螺杆。

## 四. 进样器的清洗

进样器比较容易污染，特别是气化管容易污染，为此清洗进样器就显得比较重要，进样器气化管可用溶剂棉球直接穿洗，穿洗后吹一下（主要吹掉棉球纤维并吹干溶剂），然后装好气化管衬垫和密封螺母。

## 五. 氢火焰检测器的使用及注意事项

1. 通氢气后，待管道中残余气体排出后，应及时点火，并保证火焰石点着的；
2. 使用 FID 时，离子室外罩须罩住，以保证良好的屏蔽盒防止空气侵入。工作状态下，取下检测器罩盖，不能触及极化极，以防触电；
3. 离子室温度应大于 100 度，待层析室温温度稳定后，在点火，否则离子室易积水，影响电极绝缘而使基线不稳；
4. 清洗 可拆下 FID 外罩，取下电极和绝缘垫圈，把外罩、电极和绝缘垫圈

用丙酮或酒精清洗然后烘干。如果污染严重，可以将待清洗零件放入超声波清洗液中，经超声后，用清水淋洗干净然后用酒精清洗并烘干。装配时注意点火线圈应居于喷口四周，不能与地相碰。高度不能超过喷嘴口，如超过喷嘴口时点火后点火极会发红会影响检测器的灵敏度，如果是色谱固定液玷污检测器，则选择能溶解固定液的溶剂予以溶解。

## 六. 热导池检测器的使用及注意事项

1. 开启热导电源前，必须先通载气，实验结束时，把桥电流调到最小值，再关闭热导电源，最后关闭载气；
2. 稳压阀，针形阀的调节须缓慢进行。稳压阀不工作时，必须放松调节手柄。针形阀不工作时，应将阀门处于“开”的状态；
3. 各室升温要缓慢，防止超温，桥电流不得超过容许值；
4. 初次老化柱子时，不要将柱后载气接入热导池，应直接放空在柱箱内；老化时不能用氢气!! 一般是用氮气；
5. 更换汽化室密封垫片时，应将热导电源关闭。若流量计浮子突然下落到底，也应首先关闭该电源；
6. 热导池检测器是个精密的部件，请勿自行拆装池体内钨丝，以免造成不必要的损失。