

GC1690型气相色谱仪常见故障排除

朱建华

(盐城卫生职业技术学院, 盐城, 224005)

摘要 我院药学系两年前从杭州科晓公司购买了两台GC1690型气相色谱仪, 主要用于学生的实验实习。仪器主要包括两个系统, 即气路系统和电路系统。气路系统主要有进样器、载气发生器、氢气与空气发生器、气体过滤器、色谱柱、压力表、TCD 检测器和FID检测器; 电路系统包括各部件的稳压电源、温控装置、外部事件控制继电器、数据处理工作站等。判断气相色谱仪的故障特征, 就要熟悉色谱仪的工作原理, 以及气路和电路这两大系统, 色谱故障的排除既要做到局部又要考虑到整体, 逐步排除产生故障的原因, 把故障范围缩小。

关键词 气相色谱仪; 常见故障; 故障排除

GC1690型气相色谱仪既可以安装填充柱, 又可以安装毛细管柱, 同时自带了两个FID检测器和一个TCD检测器, 具有运行平稳, 测量灵敏度高, 经济实惠的特点, 方便学生操作, 但应用中也常会遇到各种问题, 若解决不当, 则分析难尽如人意。为此, 根据多年的工作经验对该系列色谱仪在使用中常见故障进行分析及处理, 供参考。

1 在启动仪器前开通载气时发现气路不通气

先检查气阻管是否闭塞。如果是就更换气阻管。如果不是, 再检查接头处的密封圈是否把通路堵塞, 然后重新装好。

启动色谱仪主机前, 开通载气时发现两路气体气流量很小, 或一路气体气流量很小, 首先检查载气源压力是否充足。如压力 $\leq 3.0\text{ MPa}$, 请更换气瓶。其次仔细检查管道各接头处, 尤其是柱子接头处或更换进样口的注射器密封垫。然后检查压力调节器, 并检查泄漏, 检查柱前压和柱内流速, 将柱子与检测器的接头暂时松开, 柱子出口端插入丙酮中, 若有气泡冒出, 证明柱子是通的。然后适当调流速。

2 色谱仪器主机启动运行中常见故障可能原因与排除方法

2.1 热导池桥流突然下降或桥流加不上去

原因分析1: 漏气。排除方法: 重新检漏。注意, 用Snoop 气体检漏液不要用肥皂水, 防止腐蚀金属接头。

原因分析2: 电源失灵。排除方法: 修复电源。

原因分析3: 热导池引线断路。排除方法: 重新接好。

原因分析4: 热丝 一臂或二臂断路。排除方法:

更换。

2.2 热导池调零不起作用

原因分析1: 热导池两路气体流速不同或一路漏气。排除方法: 重新调节或检漏。

原因分析2: 热导池污染。排除方法: 清洗。

原因分析3: 热丝与池体短路。排除方法: 修理。

3 保留时间重现性差

两次进样分析保留时间重现性差, 很可能是进样技术不佳; 载气气路微漏; 色谱柱未老化好; 载气流量控制不稳; 柱温未达到平衡或程序升温重复性欠佳。解决这个问题要尽可能的提高进样技术; 进样口密封垫要经常换, 检查载气气路各接头有无微漏; 重新老化色谱柱; 提高供气压力, 检修稳压(流)阀等控制部件; 柱温平衡时允许再平衡一段时间或每次升温时, 应有足够的时间使起始温度保持一样, 特别是从较低温度下开始升温。

4 峰型异常问题的原因分析和排除方法

4.1 进样后不出色谱峰

进样后检测器没有信号输出, 不出峰。遇到这种情况, 应按样品、注射器、气化室、检测器的顺序逐一排查。首先检查注射器是否堵塞, 如果没有问题, 再检查气化室硅胶垫是否老化需要更换; 再检查气化室、检测器与色谱柱各连接点的密封圈是否紧固不漏气; 然后检查色谱柱是否有断裂漏气情况, 最后观察检测器出口是否畅通。如果以上各因素都排除在外, 问题可能在色谱柱。首先考虑将色谱柱再老化。经老化后的色谱柱若还不能出峰, 可更换新柱。值得注意的是, 如果仪器放置在潮湿环境中长时

间不用,应将色谱柱卸下,放入干燥器内存放,下次使用即可避免发生此种情况。

4.2 出现拖尾峰或前延峰

主要通过降低进样量、排除气化室污染及提高柱温来解决。

4.3 出现平顶峰或锯齿峰

主要是由于进样量超出检测器线性范围,应通过减少进样量、提高柱温和载气流速来解决;另外当放大器输入饱和时也会形成平顶峰。

4.4 峰丢失

原因有两种,一种是气路系统有污染,另一种可能是峰没有分开。第一种情况可以通过净化气源,提高气体质量,多次空运行和清洗气化室、检测器等来解决。防止气路的污染可采用以下措施:定期对气体净化器中的分子筛、硅胶等物质进行更换或干燥处理;注入气化室的样品应当清洁;适当提高气化室、检测器及柱箱温度。

峰丢失的第二种情况是峰没有分开,注射器可能有问题,导致进样量不够。用新注射器试试。也有可能是因为系统污染或者柱子老化导致柱效下降造成的。柱子老化所造成的峰丢失是渐进的、缓慢的,可以通过对色谱柱活化处理或更换加以解决。如果是因为检测器灵敏度太低,含量少的组分检测不出来,可以通过加大进样量来解决。

4.5 怪峰

主要是由于前次进样的残留物造成的,应适当延长进样间隔,待前次的样品完全流出后再进样;有时色谱柱污染也会出现怪峰,应更换或重新老化色谱柱。

4.6 气相色谱基线波动较大

先检查仪器条件是否有改变,是否更换过气源及仪器配件,判断基线波动、漂移是否是由以上原因造成的。一般来说,接地不良,屏蔽不良会引起基线不稳;载气控制不稳时,会造成不规则基线漂移或波状基线漂移;载气纯度不够时,基线逐渐上升;氢气纯度不够时,基线严重不稳。如氢气管路中进了空气,开机半个小时后,氢气管路中的空气被氢气排出,基线可走平稳。其次,应当检查进样垫、衬管中石英棉

是否需要更换,衬管是否清洁。值得注意的是,清洗衬管时可先用试验最后定容的溶剂充分浸泡,再用超声波清洗几分钟,然后放入高温炉中加热到比工作温度略高的温度,最后再重新安装。

若在实验条件全部稳定后,基线长时间(40min以上)不能稳定,可能是检测器潮湿造成的,可将检测器温度设置在200℃加热去潮一段时间。此外,检测器污染也能造成基线不稳,可以通过清洗或热清洗的方法来解决。

5 电路常见故障

一般较容易判断,如电源不启动,检测器、气化室不加热,恒温箱不能恒温等。若基线出现周期性正弦波,则是由于放大电路故障引起的,处理方法一般是更换损坏的电子元件。出现倒峰可能是方法程序设定的极性接反了或注样时双柱系统中进样位置错,遇到这种情况,可先检查方法设定程序;待仪器稳定后再重新进样。在具体工作中常出现几种故障并存的复杂情况,这就需要根据故障现象认真分析和判断,然后逐一排除。避免故障最主要的是正确操作仪器,符合仪器说明书中的技术要求。

6 结束语

总之,GC1690型气相色谱仪在使用过程中会遇到许多问题,但最常见的还是以上所述内容。当色谱仪出现问题时要对症下药,先分析故障现象,找出故障原因,加以处理。同时,为避免上述故障发生,可以考虑给色谱仪加装稳压电源,避免电压波动烧毁温控加热部件。经常检查及更换硅胶,防止水分进入气路系统进而造成污染。经常观察色谱图的基线及出峰情况,如有异常及早处理。气相色谱仪是极其精密的分析仪器,维修时动作规范、小心细致是非常重要的。核心部件,如TCD检测器、色谱柱等,要减少震动和碰撞,保证绝缘,并避免各种因素对仪器的污染和干扰。遇有不太有把握解决的问题应及时与厂家维修人员进行沟通。只有这样,才能减少故障发生的可能性,使仪器始终处于良好状态。