

GC维护与故障分析

主讲人 庞增义

北京北分天普仪器技术有限公司

GC维护与故障的关系

1. 什么是日常维护与保养？
2. 什么是故障？
3. GC的特点（结构、原理、组成、附件、应用范围）
4. 故障60%出自于未能正确的维护保养或误操作
5. 仔细阅读“安装使用说明书”
6. 基础学习的必要性
7. 必备的各种备件、工具和设备

GC故障现象、分析、排除

有关故障分析的思路、程序方法虽然不尽相同，我们把它归结为以下几点（供参考）：

1. 故障分析一般过程

一问、二比、三看、四查、五排除

2. 西医看病方式——头痛治头、脚痛治脚（替换法）

3. 西医看病方式——从前到后逐一检查（排除法）

4. 逻辑推理，中医方法——依据基线、噪声、漂移、出峰异常情况判断可能故障原因

5. 故障原因三大类:

- a) 维护保养不到位
- b) 错误操作
- c) 仪器硬件故障

6. 要求一般操作者

- a) 仅能判断故障类别
- b) 解决故障原因的前两项

7. 建议及时咨询制造厂和有关专家，尽早排除故障恢复工作

8. 附有“GC分析常见峰形异变的可能原因”（供参考）

GC维护与保养的几个实例

一、环境对GC正常工作的影响

1. 供电条件—稳压器的使用
2. 地线的作用
3. 腐蚀气体的影响
4. 空气流动
5. 阳光

二、气源、气体种类和气体纯度的选择

1. 依据——分析样品、色谱柱、检测器选择不当对分析和仪器寿命的影响
2. 推荐用He气
3. 建议尽可能使用不低于99.99%气体纯度
4. 各种气源发生器
5. 详细内容请参考咨询材料
 - a) 气相色谱仪使用气体的纯度和选择原则
 - b) GC用载气纯度对分析的影响一例

三、单、双级减压阀、氧表、氢表、氮表的区别与选用

1. 工作原理一样
2. 设计目的, 应用范围, 使用材料, 调节性能有很大区别
3. 选择依据, 使用目的, 分析对象, 检测器, 仪器类型
4. 推荐使用专用设计用于分析仪的减压阀
5. 特别注意订购标气要求配瓶螺母
6. 详情请参考咨询材料“单、双级减压阀, 氧表、氢表、氮表等存在区别吗?”

四、GC进样系统（汽化室）重要性

1. 在GC中它仅次于色谱柱、检测器，是引起定性、定量、重现性差、仪器噪声、漂移的主要祸首之一
2. 原理、结构、使用材料、操作繁简有很大影响，用户需对自己所使用的仪器有详细了解
3. 用户咨询统计 $\frac{1}{3}$ ，操作故障出自于进样系统和进样

五、毛细管分析进样单元对定性、定量的影响因素

1. 进样系统设计结构的合理性
2. 样品种类
3. 样品前处理方法
4. 进样方法的选择
5. 内衬管的种类
6. 石墨垫的干净程度
7. 分流比的大小
8. 内衬管内填充物的选择
9. 进样器的温度

10. 分流点的设定
11. 毛细管进口端的处理方法
12. 微量注射器的种类与品质
13. 进样量
14. 注射针插入深度
15. 进样速度与拉出针的时间
16. 注射进样的技术与技巧
17. 注射垫的选用与处理方法
18. 进样器特别是内衬管的处理清洗频率
19. 是否漏气
20. 载气的种类纯度控制方法

六、注射垫选用与处理

1. 影响大小
2. 现象
3. 注射垫的品质, 尽量选用流失小的垫
4. 使用次数
5. 处理方法
 - (1) 在碱液和水中各煮沸1小时放在柱箱中烘干待用
 - (2) 浸于己烷中, 10-15小时在干净处自然干燥, 然后在130-150℃的柱箱中烘烤2小时待用

6. 使用注意:

- (1) 开启隔垫清洗气路
- (2) 选用防污染贴膜的垫
- (3) 尽可能在低温下使用
- (4) 不要压的太紧
- (5) 气体进样时选细针头
- (6) 放置时仅防再污染

七、石墨垫对分析的影响 选用及处理方法

1. 影响: 程序升温时基线漂移, 检出鬼峰, 定性、定量、重现性 (漏气)
2. 原因: (1) 生产材料难免有杂质
(2) 长期放置吸附杂质
3. 处理方法: (1) 放入恒温400℃的色谱柱箱中处理2-3小时
(2) 放入具有蓝色火焰中, 使之赤红1-2秒钟
4. 通过实验选择材质比较优的石墨垫
5. 注意存放地点与环境

八、微量注射器的选用，进样技术与技巧

1. 建议首先了解微量注射器的工作原理和结构
2. 理解微量注射器进样分析与定性定量结果的关系
3. 依据于分析方法,先用注射器的规格
4. 调整分析方法后,注射器规格及进样的相关技术也应进行调整
5. 更详细内容请参考咨询材料 “GC微量注射器进样技术与技巧”

九、切换阀

1. 进样是误差主要来源之一,除全自动进样技术外,阀进样的分析误差最小($<0.5\%$)
2. 切换阀进样适应范围
3. 定量管为什么一般不易大于5毫升
4. 进样后延迟几秒钟后,为什么把阀转回取样位置
5. 有关详细内容请参考“GC六通阀气体进样技术与技巧”

十、色谱柱的活化，老化与再生是一回事吗？

1. 为什么说色谱柱是GC的心脏
2. 色谱柱的活化，老化与再生，因作用目的不同，不是一码事
3. 走出色谱柱活化，老化与再生的几个误区
 - (1) 不是处理温度越高越好
 - (2) 不是处理时间越长越好
 - (3) 在程序升温时，再优的色谱柱也要引起基线漂移
 - (4) 不同类色谱柱，活化或老化与再生方法不同

- (5) 样品种类, 前处理方法不同, 分析目的与要求不同, 柱处理方法也不同
- (6) 不同仪器结构, 选用检测器也不同
- (7) 考虑柱处理以外的因素
- (8) 有时允许在高流失下工作
- (9) 不是所有色谱柱都能再生使用

十一、以故障分析角度选用色谱柱原则:

在即满足分离,又能满足快速定性、定量分析前提下

1. 固体固定相比液体固定相好
2. 非极性优于极性固定相
3. 同类固定相耐高温好
4. 涂渍量越小越好
5. 首选填充柱,后选毛细管柱
6. 首选大口径,后选常规小口径

7. 键合或特殊涂渍处理柱好
8. 抗污染能力强, 处理不频繁且时间短的好
9. 柱长度越短越好
10. 恒温比程序升温工作方式好
11. 适合He (或H₂) 作载气比N₂作载气好
12. 对检测器污染小
13. 色谱柱寿命长

十二、采用预柱的优点

1. 增加了进样次数,提高了工作效率
2. 减少了活化,再生周期
3. 避免产生色谱峰分裂
4. 改善了样品的浸润性
5. 防止出现鬼峰,不对称峰
6. 延长柱寿命
7. 提高了仪器稳定性

十三、使用毛细管色谱柱应特别注意以下几点：

1. 正确安装
2. 尽可能使用较低温度(注意固定液最高使用温度)
3. 载气进入后数分钟后再开柱温
4. 在运行中不准更换注射垫或停换载气
5. 气路系统密封性应严于填充柱系统

6. 充分作好样品的前处理
7. 进样衬管最好填石英棉或增设预柱
8. 切掉柱入口处30-50cm是减少柱污染影响一种有效方法
9. 使用专用毛细管切割工具
10. 由于毛细管键合率通常不到90%，采用溶剂清洗，再生后，保留时间和分离情况有可能变化

十四、TCD检测器

1. 推荐使用He (H_2) 作载气, 避免用 N_2 作载气
2. 在满足分析要求情况下, 热丝温度越低越好
3. 分析带有腐蚀性气体应考虑预切或反吹技术
4. 在用载气置换气路中空气前不要开热丝电源
5. 交替使用工作臂与参考臂是延长热丝寿命和保证调零范围的方法
6. 属浓度型检测器对温度、压力、流量波动特别敏感
7. 基线波动80%来源于温度变化
8. 一般不适于作微量以下分析

十五、FID检测器

1. 近似理想的检测器,可适应80%的分析样品
2. 是化学电离,不是热电离
3. 唯一能直接进水样的检测器
4. 必须测量设置最佳气流比
5. 通常气流比: N_2 : H_2 : 空气=1: 1: 10
6. 毛细管分析, N_2 补充气的作用
7. 严防杂质或尘埃落入检测器内

8. 严禁不明情况下拆洗检测器
9. 使用不当的溶剂清洗, 反而污染了检测器
10. 怀疑检测器被污染, 可通过加大3倍的火焰30分钟-1小时吹洗
11. FID基线异常, 通常是气路中的问题
12. FID灵敏度低, 主要检查放大器有无极化电压, 进样是否有误
13. 如何防止和去除FID喷咀, 收集极上的积垢, 请参考咨询资料
14. 有关点火问题请参见“FID点火技术与技巧”

十六、ECD检测器

1. 选择性、浓度型、灵敏度最高的检测器
2. 最容易引起误会的一个检测器
3. 对载气、汽化室、注射垫，石墨垫、色谱柱干净度要求最高
4. 用于ECD的色谱柱最高温度比一般检测器低30-50℃
5. 一般情况下，检测器温度在尽可能高(如250℃以上)状况下工作，在无样品进入时完成自清洗过程
6. 由于有些样品组分对检测器温度敏感，使用中要注意
7. 为降低启动时间一定要先升ECD温度后升柱和汽化室温度

8. 不明情况或处理不干净的样品, 不能分析, 否则恢复正常工作需要几天时间
9. 强亲电子化合物如: 四氯化碳、三氯甲烷作溶剂和试样, 否则出峰时间可达数小时
10. 实践证明最好不用丙酮作溶剂
11. 注意经常活化(接近最高使用温度)
12. 严禁长期放在仪器上不通气干烧
13. 注意国产注射器出鬼峰现象
14. 用于ECD的器皿务必专用
15. 进大样反而出相反的一个小正峰

十七、操作GC几个小窍门

1. 如何实现一台仪器作两台用
2. 仅用 H_2 和空气操作FID
3. 最简单CO、 CO_2 甲烷化装置
4. 总烃分析中简易除烃装置
5. 压力平衡式简易反吹预切装置