气相色谱仪常见故障分析

张亚秋　郭　琳

（辽宁医学院药学院，锦州，121000）

摘　要　根据实际工作经验，介绍了气相色谱仪使用中常见的故障现象及其排除方法。

关键词　气相色谱仪　故障分析

气相色谱仪结构复杂，条件设置多，恢复准备时间长，在使用过程中会出现各种故障，影响正常分析检测。本文介绍气相色谱仪使用中常见的故障现象及处理方法，供气相色谱工作者参考。

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，进一步检查氢火焰检测器是否火焰熄灭。如果重新点火后火焰正常，问题可能在色谱柱。首先考虑将色谱柱再老化，通常三个月未用的色谱柱，再老化 6 h 左右（此时载气要保持低流速）。

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。

2　峰形不规则

峰拖尾或前伸：主要通过降低进样量、排除气化室污染、采用强极性固定液、消除担体活性以及提高柱温来解决。

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。

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；样品分解也可能形成怪峰，应适当改变分析条件，防止样品分解；有时色谱柱污染也会出现怪峰，应更换或重新老化色谱柱。

3　峰丢失、假峰

造成峰丢失的原因有两种，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；程序升温的最后阶段应有一个高温清洗过程；注入气化室的样品应当清洁；减少高沸点油类物质的使用；适当提高气化室、检测器及柱箱温度。

作者简介：张亚秋，女，1963 年出生，汉族，辽宁省锦州市人，辽宁医学院药学院中心实验室主任，高级实验师，主要从事药物分析工作。

E-mail：zyqzyq168@163.com

峰丢失的第二种情况是峰没有分开，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。假峰一般是由于系统污染和漏气造成的，解决方法是检查漏气和去除污染。

4　点火困难或者反复熄灭

首先检查连接导线并打开离子室顶盖，低压点火可直接观察点火线圈是否发红，接地是否接触不良。高压点火可从检测器中取出在外面打火，调节打火距离并检查充电电容是否漏电而使放电电压不够。如果点火装置正常，检查是否气路有问题，例如氢气漏气、氢气流量不足、氢气载气流量比不正确、喷嘴堵塞或部分堵塞等。值得注意的是环境温度、湿度对点火会产生严重影响，尤其在北方秋冬季，如果仪器长时间放置不用，由于色谱柱、检测器系统湿度较大，检测器温度太低，火焰喷嘴产生水蒸气冷凝现象，也可造成点火困难或检测过程中反复熄火，使检测无法进行。此时应在实验条件（如柱温、检测器温度及载气流量）下开机恒温运行数小时，或者提高柱温和检测器温度，降低载气流量，缩短运行时间，驱除色谱柱、检测器系统中的水蒸气，同时保证室内温度、湿度达到仪器工作要求。

5　基线波动和漂移

气相色谱基线波动、漂移会使测量误差增大，甚至导致仪器无法正常使用。遇此问题时应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，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（含甲烷等可燃性气体），基线严重不稳。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。

6　灵敏度降低

有很多因素可以造成灵敏度的降低，如接触不良，氢气流量不是最佳数值，空气流量太低，气路有泄漏等，这些都应当重新检查和调整。注射器、气化室、色谱柱接头、喷嘴等都有可能发生泄漏。电极被污染也能导致灵敏度下降，需要逐一进行排查。

7　环境条件影响

气相色谱仪对环境要求并不苛刻，一般在 5～35℃的室温与 20%～85%湿度情况下即可正常操作，室温过低或湿度太大，对氢火焰离子化检测器有较大影响，可导致放大器绝缘性能下降，也会造成点火困难，应适当延长仪器预热时间，或进行程序升温操作。

8　气源的影响

（1）气体纯度：气相色谱仪要求气源纯度在 99.99%以上[1]，气源纯度不高会导致检测器性能下降且基线不稳；如果载气纯度不高又含有微量氧时，还会影响毛细管柱的使用寿命。

（2）气流比例[2]：氢火焰离子化检测器需要富氧焰，空气应过量，以保证氢气完全燃烧，调整比例为 $N_2:H_2=1:(0.85\sim1)$。空气：$H_2=(6\sim8):1$，或空气量更大（不同厂家的仪器气流比不同），在此条件下，检测器灵敏度高、稳定性好，做出的定量校正因子可靠。

9　其　他

电路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。出现倒峰可能是主机或处理机的极性接反了，遇到这种情况，可先检查仪器的极性。出现进样量与积分面积不符的情况，则很可能是输出信号线连接错了。

10　结　语

以上是气相色谱分析中常见的几种故障及其排除方法。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。总之，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。核心部件，如离子室、微电流放大器等，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。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。

参考文献

1 李浩春，卢佩章. 气相色谱法. 北京：科学出版社，1993：21

2 倪桂才，姜素霞，韩中枢. 分析仪器，2005，(1)：60

收稿日期：2007-04-20