

关于气相色谱仪的维护与保养:

- (1)、严格说明书要求, 进行规范操作, 这是正确使用和科学保养仪器的前提。
- (2)、气相色谱仪器应该有良好的接地, 使用稳压电源, 避免外部电器的干扰。
- (3)、使用高纯载气, 纯净的氢气和压缩空气, 尽量不用氧气代替空气。
- (4)、确保载气、氢气、空气的流量和比例适当、匹配, 一般指导流速以次为载气30ml/min, 氢气30ml/min, 空气300ml/min, 针对不同的仪器特点, 可在此基础上, 上下做适当调整。
- (5)、经常进行试漏检查(包括进样垫), 确保整个流路系统不漏气。
- (6)、气源压力过低(如不足10~15个大气压), 气体流量不稳, 应及时更换新钢瓶, 保持气源压力充足、稳定。
- (7)、对新填充的色谱柱, 一定要老化充分, 避免固定液流失, 产生噪音。以OV-101、OV-17、OV-225等试剂级固定液, 老化时间不应该少于24小时, 对SE-30, QF-1工业级的固定液因纯度低, 老化不应该少于48小时。
- (8)、注射器要经常用溶剂(如丙酮)清洗。试验结束后, 立即清洗干净, 以免被样品中的高沸点物质污染。
- (9)、要尽量用磨口玻璃瓶作试剂容器。避免使用橡皮塞, 因其可能造成样品污染。如果使用橡皮塞, 要包一层聚乙烯膜, 以保护橡皮塞不被溶剂溶解。
- (10)、避免超负荷进样(否则会造成多方面的不良后果)。对不经稀释直接进样的液态样品进样体积可先试0.1ul(约100ug), 然后再做适当调整。
- (11)、对于欠稳定的农药、中间体, 最好用溶剂稀释后再进行分析, 这样可以减少样品的分解。
- (12)、尽量采用惰性好的玻璃柱(如硼硅玻璃、熔融石英玻璃柱), 以减少或避免金属催化分解和吸附现象。
- (13)、气相色谱保持检测器的清洁、畅通。为此, 检测器温度可设得高一些, 并用乙醇、丙酮和专用金属丝经常清洗和疏通。
- (14)、保持气化室的惰性和清洁, 防止样品的吸附, 分解。每周应检查一次玻璃衬管, 如污染, 清洗烘干后再使用。
- (15)、定期检查柱头和填塞的玻璃棉是否污染。至少应每月拆下柱子检查一次。如污染应擦净柱内壁, 更换1~2cm 填料, 塞上新的经硅烷化处理的玻璃棉, 老化2小时, 再投入使用。
- (16)、做完试验, 用适量的溶剂(如丙酮)等冲一下柱子和检测器。

安装调试的注意事项及方法:

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10KVA左右，而且气相色谱仪使用电源应尽可能不与大功率耗电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)，庄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。一般国产无油气体压缩机(天津产)可满足需要。

3. 色谱仪成套性检查及安放

气相色谱仪器开箱后，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,有的采用不锈钢管($\phi 2 \times 0.5\text{mm}$),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. 气相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 $0.35 \sim 0.6\text{Mpa}$,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。

1. 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 $20 \sim 30\text{ml/min}$ 。

(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,并检查是否有异常声响,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,显示气相色谱仪器运转情况: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,特别是要求柱温温控精度达到 0.01 度。