

# GC 色谱柱介绍安装, 维护, 故障排除

气相 (GC) 色谱柱总概括:

第一章: 色谱柱的内容介绍

第二章: 色谱柱的选择方法

第三章: 色谱柱的安装方法

第四章: 色谱柱的进样方法

第五章: 色谱柱的老化方法

第六章: 色谱柱的常见问题和维护

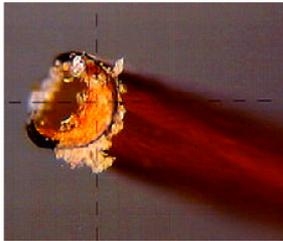
第七章: 色谱仪的保养及维修



# 安装色谱柱

## 毛细管色谱柱的切割

在气相毛细柱上轻轻地划出一道划痕，不要尝试割开石英毛细管。



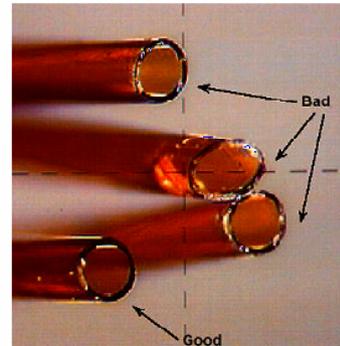
切割欠佳

### 推荐工具：

陶瓷片  
钻石或人造钻石割刀  
蓝宝石切割工具  
目镜

### 不可使用：

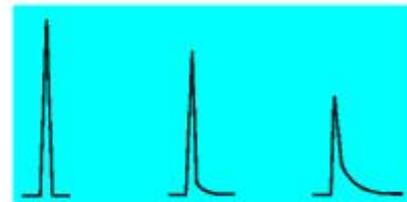
剪刀，锉刀



### 当切割色谱柱不平整

1. 会造成色谱柱内有固体碎屑，堵塞毛细管使惰性载气不能正常通过毛细管，引起样品峰绝对保留时间甚至相对保留时间发生改变；在柱温高的情况下导致色谱柱的固定相没有高纯载气保护而遭到破坏。
2. 引起样品峰拖尾，使样品的定量分析不准确，严重的会导致原本能分离的物质不能分离（当含量高的组分在前，微量组分随后的情况表现的尤其明显）。

### 样品峰拖尾（如图）



正常 拖尾 严重拖尾



# 第一章：气相色谱柱内容介绍

通常来说，一根毛细管色谱柱由两部分组成—管身和固定相。管身一般使用熔融二氧化硅或不锈钢作为基本材质；而固定相种类就有许多了。大部分的固定相是液体或胶状的高分子量，具有高热稳定性的聚合物，最常用的是聚硅氧烷（有时误称为硅氧烷）和聚乙二醇，另外还有一类是小的多孔粒子组成的聚合物或沸石（例如氧化铝、分子筛等）。

## 色谱柱管

熔融二氧化硅即高纯度合成石英（以下通称熔融石英），通常在其表面涂上一层聚酰亚胺做为保护层。涂层后的熔融石英毛细管呈褐色；但是涂层后的毛细管之间的颜色却不尽相同。色谱柱的颜色对于其色谱性能没有什么影响。经过持续的较高温度的处理后，聚酰亚胺涂层的温度会变得比以前更深；标准的聚酰亚胺涂层管熔融石英管的温度上限为 360℃，高温聚酰亚胺涂层的温度上限为 400℃。

## 固定相：聚硅氧烷；聚乙二醇

### 聚硅氧烷

聚硅氧烷在其用途的多用性、性质的稳定性上都有优良的表现也是目前最为常用的固定相。标准的聚硅氧烷是由许多单个的硅氧烷重复联接构成：每个硅原子与两个功能基团相连，功能基团的类型和数量决定了固定相总体类型和性质常见的四种功能基团为甲基、氰丙基、三氟丙基和苯基。

最基本的聚硅氧烷是由 100% 甲基取代的。当有其他种类的取代基出现时，该集团的数量将由一个百分数来表示。例如：5% 二苯基—95% 二甲基聚硅氧烷表示其包含有 5% 的苯基基团和 95% 的甲基基团。“二”是表示每个硅原子包含有两个特定基团，但当两个特定基团完全相同时，我们有时也会省略这种叫法。如果甲基的百分数没有表征，则表示它的含量可能是 100%（如 50% 苯基—甲基聚硅氧烷表示甲基的含量为 50%）。有时我们可能对氰丙基苯基的百分含量产生错误的理解，如 14% 氰丙基苯基—二甲基聚硅氧烷表示的是其含有 7% 氰丙基和 7% 苯基（另有 86% 的甲基），因为一个氰丙基和一个苯基连接于同一个硅原子上，所以 14% 是一种加和的表征方式。

我们有时会用低流失或“ms”来表征一类固定相。这一类固定相是在硅氧烷聚合物中链接一定数量的苯基或苯基类的集团，通常我们称之为“亚芳基”。由于它们的加入，聚合物的链接变得更加坚固稳定，保证了在较高温度时，固定相不会产生降解。也就是说，进一步降低了色谱柱的柱流失，提高了色谱柱的使用温度。与原始的非亚芳基类型的固定相相比，亚芳基

固定相不仅拥有相同的分离指数，而且在色谱柱的维护等方面也有许多的调整（例如 KB-5 和 KB-5ms）。尽管同类普通型和低流失型固定相的分离性能相同或极为相似，但是在某些方面还有微小的区别。另外，我们也使用一些没有相应“普通型”的独特低流失固定相。

## 聚乙二醇

聚乙二醇是另外一类广泛应用的固定相。有些我们称之为“WAX”。聚乙二醇不象聚硅氧烷那样有多种取代集团，它是 100%固定基质的聚合物。相对于聚硅氧烷，聚乙二醇固定相色谱柱的寿命较短，而且容易受温度和环境（有氧环境等）的影响。另外，聚乙二醇固定相在相应的 GC 实验条件下需保持液态。但由于其独特的分离性能，聚乙二醇仍是我们常用的固定相之一。

常用的聚乙二醇 GC 固定相有两种，一种是能在较高温度下使用的，但是它的活性相对较高一些（也就是说有些化合物的色谱峰会有拖尾现象）。另一种的使用温度上限较低，温度下限也较低，但使用中所表现出的再现性和惰性比上一种要好。在分离指数上，上述两种固定相有轻微的差异。还有一种是 pH 阳离子改性聚乙二醇固定相。FFAP 柱就是一类用对苯二甲酸改性的聚乙二醇作为固定相的。这种色谱柱常用于分析分离酸性化合物。另外，我们也用碱性化合物对聚乙二醇固定相改性用来分析分离碱性化合物（CAM）。普通分析色谱柱分离强酸或强碱化合物时会出现色谱峰拖尾现象，使用 pH 改性固定相后，这种现象会明显地减小。

## 气-固固定相

气-固固定相就是在管壁表面粘合很薄一层的小颗粒物质，通常叫做多孔层开口管（PLOT）柱。样品是通过在气-固固定相上产生吸附/脱附作用来分离的。因为所用颗粒是多孔的，所以在分离过程中，既有尺寸排阻作用，也有分子择形过程。最为常用的 PLOT 柱固定相有苯乙烯衍生物、氧化铝和分子筛等。PLOT 柱的保留性能非常突出，用它可以进行那些常规固定相做不到的分析分离。对于那些要求在低于室温的条件下，使用聚硅氧烷或聚乙二醇固定相进行的分析分离，PLOT 柱在室温或高于室温的状态下就可以轻易完成。烃类和硫化物气体、惰性和永久性气体以及低沸点溶剂等都是常用 PLOT 柱进行分析分离的化合物。

有些 PLOT 柱的固定相有时会有粒子的流失，由于这个原因，可能会对那些依靠检测颗粒物质的检测器产生负面的影响。例如质谱检测器由于在色谱柱的出口是一个高真空的空间，所以极易受色谱柱离子流失的影响。

## 键合和交联固定相

交联是将多个聚合物链单体通过共价键进行连接，键合是将其再通过共价键与管壁表面相连。这样处理的结果使得固定相的热稳定性和溶剂稳定性都有较大的提高。所以，键合交联固定相色谱柱可以通过某种溶剂的浸洗，从而去除柱内的污染物。大多数的聚硅氧烷和聚乙二醇固定相都是经过键合交联处理的。另有少数固定相是不用键合或键合交联进行处理的。但如有可能，能够进行键合交联的，

都会对固定相做出相应的处理。国产色谱柱是非交联色谱柱。

## 柱流失

所有的色谱柱都有柱流失的现象。这是由于固定相的正常降解而产生的被洗脱物质。柱流失会随着温度的升高加剧。我们可以通过流失曲线或图清楚地看到这种变化。一般我们会在程序升温的条件下做一次空白试验，温度要升至色谱柱的温度上限，并持续该温度 **10—15** 分钟，这样就可以得到该色谱柱的正常流失曲线图。

从流失图中我们可以得到几个重要的指标。空白试验的基线在较低温度区域相对平坦，到离温度上限 **30—40**℃时开始急速地上升，直至达到温度上限。在上限温度持续期间，基线又变得平稳许多。几分钟后基线会又变得完全平坦。如出现明显或严重的偏差，其并不是由于色谱柱流失引起的。色谱柱的流失是一种持续的过程--并不会偶然地开始，也不会突然地停止。如果在空白试验中得到了色谱峰，这并不是由于柱流失而引起的，它极有可能是 GC 系统中的污染物质。使用质谱检测器进行检测并与谱库对照，您会发现它们是一些含硅的化合物。它们的来源极有可能是进样垫。

一般来说，极性固定相的流失率较高，较低温度下，它们的流失就很明显。如果您使用的检测器对固定相中任何原子或功能团都有特别灵敏的响应，那么柱流失就非常明显了。就算柱流失不是很严重，但由于检测器对柱内降解产物有较灵敏的响应，会导致很强的基线噪声。在氰丙基取代聚硅氧烷固定相与 NPD 系统或聚乙二醇柱与 ECD 系统中，这种现象就很突出。由流失图中我们可以看到，在高温区域柱流失会迅速升高。当流失率增高时，我们无法用一种绝对的方法去测量指示。柱流失最佳的测量方法是测量在两种温度下背景信号的不同或改变。通常我们会选择色谱柱的温度上限和 **100**℃这两个点，绝对的背景信号通常是整个 GC 系统背景的组合，我们不可能测量出柱流失对这个信号有多大的贡献。而测量柱流失的相对数量，其它对背景信号有贡献的因素也就被减去了。大多数的色谱柱是通过 FID 进行检测的。FID 的输出信号为微微安培(pA)。流失水平就是在两种温度下 FID 信号值的差( $\Delta pA$ )。由于这些数值随检测器响应的变化而变化，所以只有在相同的实验条件下使用同一个检测器，或者，在标准的流量条件下使用相同标准的检测器，并且流失数值以 **pg C / 克固定相** 来表示，这样做的数据才真实有效。

随着色谱柱的使用，柱流失会不断地升高。色谱柱暴露于有氧环境(空气)中和 / 或者持续在等于或接近色谱柱的上限温度条件下被使用，都会加速色谱柱的流失。柱流失突然或快速的升高则可能是色谱柱有损坏或 GC 系统有问题出现。而持续在高于色谱柱上限温度下操作使用，持续使色谱柱暴露于有氧环境中(通常由于泄漏)，或者不断分析的样品中有破坏性物质，这些都可能是问题的原因。

## 色谱柱温度极限

一根色谱柱通常有两个温度极限，温度下限和温度上限。如果在低于温度下限的条件下实验，得到的色谱峰又圆又宽(柱效降低)。但是色谱柱并不会受到什么损坏。这样并不能发挥色谱柱的正常功能。在达到下限温度或者高于下限温度时，得到的色谱峰会有明显的好转。温度上限一般有两个固定的数值。较低的是恒温极限，在该温度下色谱柱可以正常地使用，柱流失的寿命不会受到影响。较高的数值是程升极限，在此温度下色谱柱使用时间如果在 **10—15** 分钟内，色谱柱的流失和寿命不会受到太大的影响。但如果持续时间过长，则会增

加色谱柱的流失，缩短色谱柱的寿命，固定相和熔融石英管的惰性都有可能被破坏。

## 色谱柱容量

色谱柱容量是指色谱柱对一种溶质可容纳的最大量值，一旦超过此数值，该溶质的色谱峰就会发生畸变，也就是说该溶质超载。超载的色谱峰并不均衡而且沿固定方向变化。一般我们称之为“鲨鳍”峰。PLOT 柱超载表现为色谱峰的拖尾。不过以上种种情况对色谱柱本身没有什么影响。柱容量与固定相的极性、膜的厚度、柱内径和溶质保留度等有关。如果色谱柱对一种溶质的容量很高，则表明该溶质与固定相的极性很相似(相似相溶)。例如，一根极性柱对极性化合物的容量一定大于对非极性化合物的容量；厚膜和大口径的色谱柱，其相对柱容量也会较高；而溶质的保留度增加会使柱容量降低；如果两种溶质极性类似，后出峰的化合物更容易发生超载现象。



## 第二章：气相色谱柱的选择方法

### 样品分析时：

#### 毛细管色谱柱是首选

相比于填充柱，毛细管柱具有更高的理论及有效塔板数。对于几乎所有的样品，毛细管柱效更高，从而大大改善了峰的分度，分离能力大幅提高使许多分析能够在非常短的时间内用非常短的色谱柱来完成。

0.53mm 大口径毛细管柱大大减少了填充柱与毛细管柱在样品容量上的差别，而且近年来检测器敏感度的提高也降低了大样品量的需求。0.53mm 大口径毛细管柱已广泛应用，正在越来越多地替代填充柱。

我们鼓励用户尽量用代表现代新技术的毛细管柱。但填充柱依然比毛细管柱有更大的样品容量，有些过程控指仪器和一些老的标准方法仍然采用填充柱。

#### 毛细管色谱柱类型的选择：

当面对一个未知物时，先试用现有 GC 柱，如果该柱分离不理想，根据你对样

品的了解，基本原则是分析物与固定相有相似化学性质时才会相互作用。这说明对样品越了解，越容易找到合适的固定相。

非极性分子——通常仅由 C 和 H 组成并且无偶极矩，直联（正烷）是常见的非极性化合物的例子。

极性分子——主要由 C 和 H 组成同时也有其他原子，如：N、O、P、S 或卤素。样品包括有醇类、胺类、硫醇类、酮类、有机卤化物等。

可极化物质——主要由 C 和 H 组成同时包含不饱和键。通常有：炔和芳香族化合物。

我公司提供的色谱柱品种齐全，能够完全满足你分析的需要。

如果你的样品是具有相似的化学性质的非极性组分的混合物，比如大多数石油馏分中的烃，你可以试用 **KB-1** 毛细管色谱柱，它按沸点顺序分离。如果你怀疑有芳族化合物，试着用有苯基的 **KB-5** 或 **KB-35** 柱。

极性或可极化组分样品能够在中极性和/或可极化固定相色谱柱上进行分析，如有苯基或类似基团固定相，比如 **KB-50** 或 **KB-225** 柱。如果需要更高极性，可以选用聚乙二醇（PEG）固定相，即通常所说的 **WAX** 固定相。

## 毛细管色谱柱规格的选择

### 膜厚

薄膜比厚膜洗脱组分快、峰分离好、温度低。

一般而言，色谱柱的膜厚为 0.25 到 0.5  $\mu\text{m}$ 。对于流出达 300°C 的大多数样品（包括蜡、甘油三脂、甾族化合物等）能够很好的分析。对于更高的洗脱温度，可以用 0.1  $\mu\text{m}$  的液膜。而厚液膜对于低沸点化合物有利，对于流出温度在 100°C~200°C 之间的物质，用 1~1.5  $\mu\text{m}$  的液膜效果较好。超厚膜（3~5  $\mu\text{m}$ ）用于分析气体、溶剂和可吹扫出来的物质，以增加样品组分与固定相的相互作用。另一个选择厚膜的原因是当用大口径柱时保持分离度和保留时间。由于这个原因，大口径柱都只有厚膜。厚膜的流失较大，温度极限必须随膜厚度增加而下降。

### 长度

一般情况，15m 柱用于快速筛选简单混合物或分子量极高的化合物。30m 柱是最普遍的柱长。超长柱（50、60 或 100m、150m）用于非常复杂的样品。

柱长度在柱性能上不是一个重要参数，例如：加倍柱长，恒温分析时间则加倍但峰分辨率仅增大约 40%。如果分析只是比较好但不是特别好时，有比增加柱长度更好的办法来改进分析结果，如考虑更薄的膜，优化载气流量或用程序升温等。

分析活性极强的组分是一种特殊情况。如果样品与柱材质接触，那么峰会严重拖尾。较厚的膜、相对短的柱可以由于较少的柱材和较厚的固定液体掩盖其表面以屏蔽

活性表面从而减少相互作用的机会。

## 内径

增加直径意味着需要更多的固定相，即使厚度不增加，也有较大的样品容量。同时也意味着降低了分离能力且流失较大。小口径柱为复杂样品提供了所需的分离，但通常因为柱容量低需要分流进样。如果分离度的降低能够接受的话，大口径柱可以避免这一点。当样品容量是主要的考虑因素时，如：气体、强挥发性样品、吹扫和捕集或顶空进样，大内径甚至 PLOT 柱可能比较合适。

同时色谱柱内径的选择中要考虑仪器的限制和要求。填充柱的进样口可以使用大口径毛细管柱（0.53mm 内径），而小口径柱就不一定能够被连接在仪器上使用。毛细管柱的进样口一般可以用于所有内径范围的毛细管柱。（0.1mm、0.25mm、0.32mm、0.53mm）直接联用的 GC/MSD 和 MSD 需要小口径柱，因为真空泵不能处理大口径柱的大流量。查明你的整个系统看看你适合那些柱内径的色谱柱。

无论上述我们对于色谱柱的选择描述怎样详细，用户可能还拿不定主意，打一个电话会省去您的许多麻烦，我们随时为您提供免费的技术支持。

## GC 柱选择指南

应用 1：胺类，激用药，乙醇，气体，烃类，天然气香料，氢化物和汽油有机成分，农药，溶剂混合物，含硫化合物。

固定相：KB-1, PC-1

组成：100% 二甲基硅氧烷

温度范围℃：-60℃ 到 325/350

极性：非极性

应用 2：麻醉药，芳香类，多氯联苯物，卤代烃，酚类，杀虫药，除草药，溶剂残渣

固定相：KB-5

组成：5% 苯和 95% 二甲基硅氧烷

温度范围℃：-60 到 325/350

极性：非极性

应用 3：生物碱，麻醉药，芳香类，多氯联苯物，卤代烃，酚类，杀虫药，除草药

固定相：KB-5MS

组成：5% 苯和 95% 二甲基硅氧烷

温度范围℃：-60 到 325/350

极性：非极性

应用 4: 胺类, 卤代烃, 酚类, 杀虫药, 氢挥发物

固定相: KB-35

组成: 35% 苯和 65% 二甲基硅氧烷

温度范围°C: -40 到 325/350

极性: 弱极性

应用 5: 乙二醇, 兹类化合物, 抗抑郁剂

固定相: KB-50

组成: 50% 苯和 50% 二甲基硅氧烷

温度范围°C: -40 到 280/300

极性: 中等极性

应用 6: 挥发性碳化合物

固定相: KB-624

组成: 6% 氰丙基—94% 甲基聚硅氧烷

温度范围°C: -20 到 260

极性: 中等极性

应用 7: 芳香烃, 有机酸, 苯类镇定剂

固定相: KB-1701

组成: 14% 氰丙基—86% 二甲基硅氧烷

温度范围°C: -20 到 280/300

极性: 极性

应用 8: 芳香烃, 醇类, 醛类、乙二醇、苯乙烯、对二甲苯

固定相: KB-Wax

组成: 聚乙二醇

温度范围°C: 20 到 260/270

极性: 极性

应用 9: 丙烯酸酯、酮类、醇类、有机酸、挥发性酸

固定相: KB-Awax

组成: 聚乙二醇改进的硝基对苯二酸

温度范围°C: 20 到 250/260

极性: 极性

# 第三章：毛细管色谱柱的安装方法

为了挥发 GC 系统的最佳性能，色谱柱的安装一定要准确、合适。安装时，要仔细阅读正在使用的《GC 系统操作手册》，按照其上的指示准确地完成色谱柱与进样口、检测器间的连接。以下参考内容涵盖了毛细管安装中的一般常见事项，如果在实际操作中遇到特殊的问题，可及时联系我公司服务部门。

## A、注意事项

1、石英毛细管柱的聚酰亚胺保护层如果被破坏，破损处变得很脆，易在此处发生断裂，引起柱效和谱峰效果的明显下降。所以：

A、避免色谱柱使用在 370°C 或更高的温度条件下；

B、防止色谱柱被磨损和擦伤（例如：安装中注意柱体不应与柱温箱的内壁锐边过分接触，以免轻微震动引起的擦伤）；

C、避免过分的弯曲、扭曲柱体。

2、注意对色谱柱中涂覆固定相的保护。色谱柱切开封口后，应当立即安装在设备上，并保持干燥。无氧的纯净载气通过柱体直至色谱柱被卸除封存。使用中要阻止来在隔垫、卡套磨损等外来杂质进入色谱柱。

3、保证石英毛细管柱切割后切口觉得洁净和平滑，所以柱口要仔细地切割和检查。切割过程中，首先使用宝石头笔或陶瓷切片在柱上轻轻地刻划，划破表面的保护层；然后捏住划痕处的两端，轻轻地弯曲折断柱体。检查断口时建议使用 20× 以上的放大镜，如果断口不洁净、不平滑，重新切割。在安装卡套和螺母时，将端口朝向下，防止切割碎片被带入柱中。

## B、安装毛细管柱

1. 完成仪器维护，将所有的加热区冷却降温。

2. 安装载气净化装置去除载气中的水、氧气等以延长柱子寿命；并定期更换。

3. 进样垫和衬管要定期更换，以免漏气及污染物沉积，导致老化时基线不稳并影响分析工作。

4. 检查毛细管柱有否断裂或损伤。从柱子两端割掉 1-2cm，通常使用毛细管切割器或其他切割器（切割后用放大镜检查切口平整，否则从新切割）。

5. 保持柱端向下，以免碎屑进入毛细管柱内，套上一个螺帽和一个新的卡套，套入距离按所用气相色谱仪要求的插入距离为准。

6. 套管安装好后，检查是否在套入螺帽和卡套时因用力不当折断毛细管端口；如是，按步骤 4 要求切割柱进样端口，并将螺帽和卡套位置相应后移。

7. 插入柱子进样端到进样口，并确保插入位置适当。

8. 用手拧紧螺帽，直到柱子刚好不上下滑动。通常再用扳手多拧紧四分之一圈。

9. 接通载气并调节载气压力以得到合适的流速。

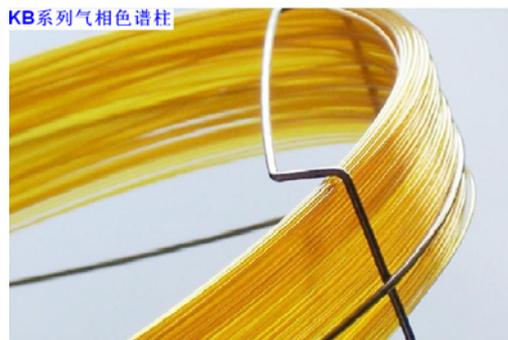
10. 将柱子另一端浸入无毒溶剂中观察冒泡以检查是否有载气通过（以免漏气状况导致柱内无载气通过而受热损伤柱子）。检查过后将毛细管端口擦拭干净，保证柱端无溶剂残留，再进行下一步安装。

11. 安装柱子检测端到检测器位置，方法同进样端安装（参考 5-9 步骤）

12. 根据分析方法和测试报告调整分流和隔膜吹扫隔垫流量。

13. 对进样口和检测器进行检漏。

14. 进常规标准样品或特定混标检测峰形是否正常。如果所有峰形有托尾，再次检查进样端是否旋紧吻合。如果出峰慢，检查检测器设备和流速。每一根新柱都有柱性能测试图，在相同实验条件和测试样品的条件下，我们应该得到与标准测试相同或相似的图谱。如果实验重复差，请检查并解决问题。
15. 效对仪器并进行样品分析。



## 第四章：毛细管色谱柱的进样方法

在定量分析中的许多问题都与进样方式有关。对于各种各样的样品和各种规格的毛细管色谱柱，在气相色谱分析中可能接触到的进样方式不是简单唯一的。作为一个气相色谱分析者，可以通过对下述的阅读，对各种需要的进样方式进行概念性的了解。

选择进样方式时必须遵守的原则：

1、在样品进入色谱柱的过程中，必须保持其原有的组成，样品不能发生任何程度的降解或者致使分离效率下降的活化反应。

2、在样品进入色谱柱的初始过程中，要能够使样品聚焦在尽可能窄的色谱带中，以获得尖锐的色谱峰。合理的进样方式，能够提高对样品的分析灵敏度和获得更好的样品分离度。

### 常用的进样方式：

A、气化分流进样 B、不分流进样 C、冷柱头进样 D、直接进样 E、程序升温汽化进样

#### A、气化分流进样

气化分流进样在毛细管气相色谱中使最常见的进样方式。样品进入气化室瞬间气化，并完成与载气的混合；在气化室后的分流点，大部分的气体被分流放空，仅有极小部分的气体及样品进入色谱柱（被分流放空的气流与进入色谱柱的气流比称作‘分流比’。气化后的样品被高速四载气吹扫进色谱柱中，分离后得到了稳定尖锐的色谱峰。然后，样品中含有低挥发的组分时，组分还未完全气化就可能被分流出了系统，所以对于沸程宽的样品，这种快速进样方式容易造成样品的非线性流失和失真。

## 进样口气化温度

气化温度既要使样品中的所有组分快速完全气化，又不能是样品发生高温分解，这就需要在实验中不断的总结经验。在不少的样品分析中，气化温度的定义还要考虑如何减少‘反闪’和低挥发组分的‘排异’和非线形流失。根据实验经验，气化温度的设定和调整可以从250℃开始

## 排异

进样后，样品中的低挥发的组分不能瞬间气化，在样品蒸气中，低沸点组分的浓度要高于在未气化前的原始样品的浓度。这种部分组分被浓缩的现象称做‘排异’（样品中高沸点的组分被从样品中剔除）。延长进样后样品的气化和时间可以明显的抑制‘排异’作用，但是谱图中的组分峰同步地被拉宽。

## 反闪

‘反闪’是指这样的现象：样品气化后体积迅速膨胀，当样品蒸气体积溢出衬管，与隔垫、进样口、载气进口等低温区接触，高沸点的组分在其上冷凝。冷凝的组分会在下一次的进样中，与新的样品一起气化并被带入色谱柱中，在谱图中表现出鬼峰。

溢出衬管的样品蒸气与系统中金属表面的‘催化中心’接触，活性组分被破坏。

消除‘反闪’可以采用：吹扫进样口、降低进样体积、更换大体积衬管、优化进样气化温度等有效措施。

## 吹扫

向进样口中通入载气，吹扫隔垫上沉积的污染物，并且将污染物冲出清洗排口。过流速的吹扫气体同样会将部分低沸点组分的蒸气冲出系统。常用的吹扫气体流速是0.5-5ml/min.

## 样品量和浓度

气化分流进样方法非常使用于高浓度的样品分析，典型的样品浓度从0.1 $\mu\text{m}/\text{uL}$ 到10 $\mu\text{g}/\text{uL}$ 进样体积可以达到5 $\mu\text{L}$ ，正常使用的进样体积多为1 $\mu\text{L}$ 至2 $\mu\text{L}$ 。

## B、不分流进样

气化分流进样一般不适合痕量分析，所以提出了全部样品进入色谱柱的不分流进样方法。不分流技术是建立在“样品浓集（样品聚焦）”的基础上，进样时间长，从19—90秒钟不等。如果样品溶剂、进样口温度和初始柱温使用不当，发生样品弥散，就会拉宽组分峰，是灵敏度、分离度降低。

### 样品浓集（溶剂效应、低温冷阱富集）

为了避免长时间的进样过程对出峰峰宽的影响，希望样品在分离前被浓集在一条很窄的谱带中。色谱柱的初始温度比样品溶剂沸点低10℃或者更多时，样品蒸气在与“低温”的色谱柱头相遇时，其中的溶剂或低沸点组分首先沿气流方向在柱头形成临时液膜，迫使溶质或高沸点的组分在这层液膜上移动，因为其在液膜后部的扩散速度快于在前部的扩散速度，所以高沸点的组分在液膜中被挤压成很窄的谱带。上述这个现象称做“溶剂效应”。

选择低沸点的溶剂能够加强进样过程中的“溶剂效应”。但是选择的溶剂在进入色谱柱后，如果不能充分地润滑固定相（例如非极性色谱柱分析甲醇溶解的样品），就会在柱内形成几厘米长、厚度不均匀的溶剂区，样品因而不可能在进入色谱柱时形成很窄速谱带。表现出更宽的、扭曲的组分峰。这种情况下，应当在色谱柱前连接一段未涂覆固定液的去活毛细管。

当样品组分的沸点高于 150℃ 时，样品会自行在柱头浓焦成窄的谱带而不需要“溶剂效应”，这种现象称做“冷阱富集”。

## 进样量

注射样品体积限制在 2 $\mu$ L 的范围内，以避免样品对衬管和色谱柱的过载。

### C、冷柱头进样

冷柱头进样消除了宽沸点样品的失真和活性组分的吸附和分解，柱效和分离精度都很高。像不分流进样一样，如果样品溶剂不能充分润湿色谱柱的固定相，就需要在柱前连续一段未涂覆固定液的去活毛细管。

样品被“冷”注射到色谱柱头（此事色谱柱的温度低于溶剂的沸点），溶剂充分润湿固定相，同时样品在色谱柱的柱头形成样品带，样品中的高沸点组分被分配到固定相中；在载气的作用下，溶剂挥发，样品带前端的低沸点组分也被浓集。

很明显，样品中的各组分在样品中的浓度分布不再是平均的，谱图表现为谱峰加宽。但是在一般的应用中，这部分的谱峰变化是完全可以被忽略的。应用中，样品与溶剂的沸点差别很大，可以选择抛物线型的升温曲线；样品与溶剂的沸点接近，升温程序可以忽略溶剂的影响。

大口径毛细管色谱柱非常适合直接柱头进样。在需要更高分离度的情况下，选择使用小口径毛细管柱并在其前面连接一段大口径未涂覆固定液的去活毛细管。

## 样品量

样品量在 0.5 $\mu$ L 至 2 $\mu$ L 之间时，可以被直接注射到温度低于溶剂沸点的色谱柱中。如果希望得到很短的样品带，一次注射的样品量应该限制在 1 $\mu$ L 之内。

### D、直接进样

直接进样与冷柱头进样有明显的区别。直接进样的样品是在独立加热的进样气化室中完成闪蒸过程，而冷柱头进样装置无垫片，样品没有闪蒸气化过程，样品是被直接“冷”注射到色谱柱中。

### E、程序升温气化进样

在程序升温气化过程中，首先液体样品被“冷”注射到低温的玻璃衬管中，然后抽出进样针头，由程序定义的温度控制器加热进样区。这种进样方法可以根据样品的热稳定性、进样量、分析的灵敏度等要求，选择“冷不分流进样（全部样品进入色谱柱中）”、“冷溶剂分流进样（将溶剂分离掉）”、“热或冷气化分流进样”等程序模式。

# 第五章：毛细管色谱柱的老化方法

1. 色谱柱在安装前请确认使用的载气为高纯载气（99.999%）。  
建议使用钢瓶气，加载脱氧管。
2. 请确保气路系统的密封性良好，尽可能防止空气中的氧气渗透进入系统，以延长色谱柱的使用寿命。
3. 色谱柱在安装时，在载气已经打开的情况下，请先安装进样口一端，然后检查确认色谱柱有气体通过；老化升温前，在室温下吹扫色谱柱 10-20 分钟。
4. 对毛细管柱进行老化：一般来说，使柱温箱温度由室温程序升温，终点温度为待测样品操作条件温度以上 20°C，或该柱的最高使用温度以下 20°C。达终点温度后恒温 3-4 小时或更长。

# 第六章：气相色谱的常见问题和维护

## 一， 基线

### 1, 基线向下漂移

**可能的原因一:**新色谱柱刚安装在设备上，基线可能连续向下漂移几钟. 这是正常现象。

**建议采取措施:**提高柱温箱温度至色谱柱的最高使用温度附近，维持该温度到基线走势平稳。如果 新色谱柱在初次使用中，以基线连续 10 分钟没有下降的趋势，应立刻冷却色谱柱并检查气路有无泄漏

**可能的原因二:**检测器未达到平衡。

**建议采取措施:**延长检测器的平衡时间。

**可能的原因三:**检测器或系统中的其它中的沉淀污染被高温‘烘烤’出，形成对基线的干扰

**建议采取措施:**参见 P16—18，清理系统中的污染物。

### 2 基线向上漂移

**可能的原因一:**色谱柱固定相的破坏。

**建议采取措施:**不洁净的载气和过高的使用温度是破坏固定相的主要原因，调整相应的条件。



如果固定相破坏,流失严重,必须更换新的色谱柱。

**可能的原因二:**载气流速下降。

**建议采取措施:**①调整载气压力 ②清洗或更换气路中的压力和流量调节阀。参见 16-18。

### 3 噪音

**可能的原因一:**毛细管色谱柱末端插入 FID, NPD 或者 FPD 检测器的火焰区过深。

**建议采取措施:**查看色谱柱的安装部分,连接色谱柱和检测器。

**可能的原因二:**使用 ECD 或 TCD 检测器时,气体泄漏

**建议采取措施:**检查,维修气路。引发基线噪声。

**可能的原因三:**使用 FID, NPD 或者 FPD 检测器时,燃气流速或者燃气选择不当,引起基线噪音。

**建议采取措施:**使用干燥,洁净的高等级燃气。调整燃气流速。

**可能的原因四:**进样口被污染。

**建议采取措施:**①参 P18, 清洁进样口。 ②更换进样衬垫。 ③更换衬管中的玻璃纤维或硅烷化玻璃柱。

**可能的原因五:**毛细管色谱柱被污染。

**建议采取措施:**①切除色谱柱首端 10 厘米。 ②使用溶剂清洗色谱柱。 ③色谱柱污染严重时,必须更换新的色谱柱。

**可能的原因六:**检测器发生故障。

**建议采取措施:**参见 16-18, 维修更换检测器。

**可能的原因七:**检测器电路发生故障。

**建议采取措施:**及时联系 GC 设备生产商或者专业维修机构。

### 4 Offset (基线位置突然变化)

**可能的原因一:**电源电压波动。

**建议采取措施:**观察线路电压与基之间的变化关系。建议安装电源稳压器。

**可能的原因二:**电路接口处连接不好。

**建议采取措施:**检查电路接口连接处,清理接口处的污染物和锈斑,重新将松动的接口拧紧。

**可能的原因三:**进样口被污染。

**建议采取措施:**①清洁进样口。 ②更换进样隔垫。 ③ 更换衬管中的玻璃纤维或硅烷化玻璃柱。

**可能的原因四:**毛细管柱被污染。

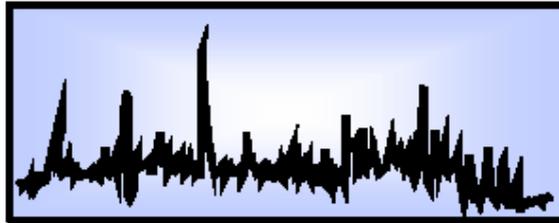
**建议采取措施:**①切除色谱柱首端 10 厘米。 ②使用溶剂清洗色谱柱。 ③色谱柱污染严重时,必须更换新的色谱柱。

**可能的原因五:**毛细管色谱柱末端插入 FID, NPD 或者 FPD 检测器的火焰区过深。

**建议采取措施:**查看色谱柱的安装部分 P10 重新连接色谱柱和检测器。

**可能的原因六:** 检测器被污染。

**建议采取措施:** 参见 P16—18, 清理检测器。



## 5 毛刺

**可能的原因一:** 电磁干扰通过电源或仪器壳形成对基线的影响。

**建议采取措施:** 一般干扰有很强的周期性, 很多情况下来自附近其它的电子设备. 关闭或移动这些设备。在必要的情况下增加温压电源, 可以消除电源变化引起的干扰。

**可能的原因二:** 颗粒污染进入检测器中。

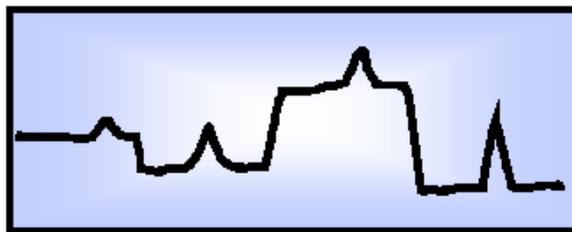
**建议采取措施:** 参见P16-18, 清洁检测器, 清除颗粒杂质来源。注意: 清洁的 $H_2$ 燃烧时, 火焰无色; 有有机污染时,  $H_2$  燃烧的火焰颜色为黄色。

**可能的原因三:** 气路密封松动, 气压升高, 气体从松动处泄漏, 压力开始下降到密封可以再次密封。如此压力周期变化, 引起基线规律性的毛刺出峰。

**建议采取措施:** 拧紧松动的密封。

**可能的原因四:** 检测器内部电路接口或输出, 输入信号接口松动, 积尘或者被腐蚀。

**建议采取措施:** 检查接口, 清洁接口并拧紧松动的部分。更换腐蚀严重的火焰检测器。



## 6 Wander

**可能的原因一:** 例如温度, 电压等环境条件的波动, 引起基线的 Wander。

**建议采取措施:** 找到环境因素变化与基线 Wander 间的关系, 然后稳定该因素。

**可能的原因二:** 温度控制偏移。

**建议采取措施:** 测量检测器的温度。如果正在使用 TCD 检测器, 检测一遍检测器。

**可能的原因三:** 基线 Wander, 而温度恒定, 那么载气中可能有杂质。

**建议采取措施:** 更换载气气源或者气体净化器。

**可能的原因四:** 进样口被污染

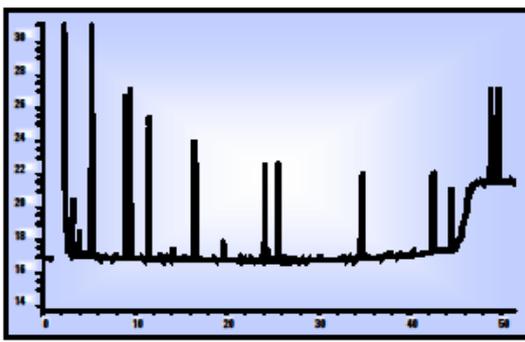
**建议采取措施:** a、参见 P18, 清洁进样口。b、更换进样垫。c、更换衬管中的玻璃纤维或者硅烷化玻璃珠。

**可能的原因五:** 毛细管色谱柱被污染、

**建议采取措施:** a、切除色谱柱首端 10 厘米; b、使用溶剂清洗色谱柱; c、色谱柱污染严重时, 必须更换新的色谱柱、

**可能的原因六:** 气体流速控制失灵、

**建议采取措施:** 清洗或者更换气体流速调节阀。



## 二 峰行扭曲

- |            |               |
|------------|---------------|
| A: 所有组分峰变小 | B. 平头峰        |
| C. 峰伸舌     | D. 鬼峰         |
| E、峰高峰面积不重复 | F、负峰          |
| G、无峰       | H、对样品的检测灵敏度下降 |
| I 分裂峰      | J、峰拖尾         |
| K、保留时间漂移   | L、分离度下降       |
| M、溶剂峰拉宽    | N、柱效快速下降      |

### A: 所有组分峰变小

**可能的原因一:**进样针缺陷

**建议采取措施:**使用新的或者无缺陷的进样针

**可能的原因二:**进样后样品渗漏,例如隔垫失效引起渗漏、

**建议采取措施:**判断样品渗漏点,并且进行维修

**可能的原因三:**吹扫气体流速过高或者进样分流比过大

**建议采取措施:**调整气体流速和分流比。

**可能的原因四:**分析大分子量或者低挥发样品时,样品的汽化温度或者柱温低

**建议采取措施:**提高样品气化温度或柱温,使用升温程序时特别要注意色谱柱标示的最高温度。

**可能的原因五:**NPD 检测器中 $\text{C}$ 盐表面被二氧化硅覆盖。这层涂覆物一般来源于色谱柱中硅树脂的流失,或者色谱柱衍生过程中硅烷化试剂的残留。

**建议采取措施:**更换 $\text{C}$ 盐。尽量避免硅化物进入检测器中。 $\text{C}$ 盐表面的硅化物熔球一般只有六个月的寿命。

**可能的原因六:**NPD 检测器的使用温度过高,气体不纯,或者关闭检测器时环境温度过高,都会造成 $\text{C}$ 盐的流失,直接影响检测器对样品的分析。

**建议采取措施:**a. 更换 $\text{C}$ 盐。b,当气体受阻或者被切时,立即关闭 NPD 检测器。c,避免过高的使用温度。d,暂时停止使用 NPD 检测器时,可以在 150 度的温度下保持对检测器的加热状态。e,仪器长期停止使用时,使用干燥剂保存。

**可能的原因七:**采用不分流进样模式时,分流阀截至时间过程.或者色谱柱初始温度过高,都会阻碍样品的聚焦,而影响检测效果。

**建议采取措施:**增加进样过程中分流的截止时间.降低色谱柱的初始温度.或者使用低挥发溶剂,使初始柱温低于溶剂的沸点。

**可能的原因八:**检测器与样品不匹配。

**建议采取措施:**选择对样品有充分响应的检测器。

**可能的原因九:**输出信号幅度不足。

**建议采取措施:**检测信号输出的衰减设定或信号连接的输出端是否正确。

**可能的原因十:**样品的挥发。

**建议采取措施:**调整样品的浓度或者选择合适的溶剂。

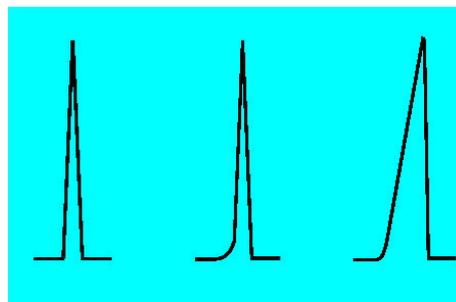
## B. 平头峰

**可能的原因一:**检测器过载,形成馒头峰,甚至平头峰。

**建议采取措施:**减少样品或者稀释样品。

**可能的原因二:**检测器输出信号溢出。

**建议采取措施:**减少进样量或者对检测器的输出信号进行衰减。



对称

前伸

过载(鱼鳍)

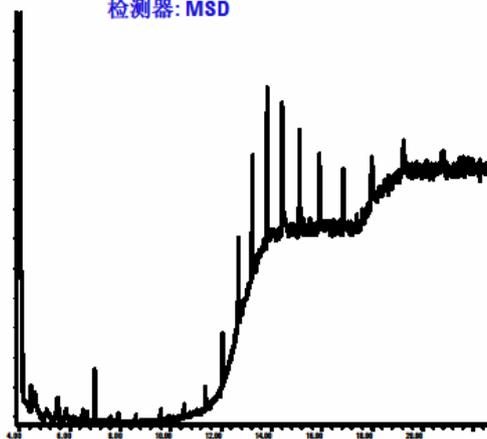
## C. 峰伸舌

峰伸舌多数是因为色谱柱过载。这种情况下,可以减少样品的进样体积(有时需要响应地提高仪器的灵敏度),也可以选用大容量的色谱柱进行分析(大内径的厚膜柱有较大的样品容量,但是分离能力相反地会下降)

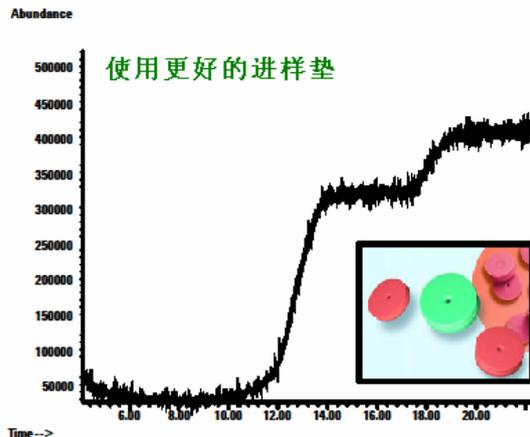
# D 鬼峰

## 鬼峰

色谱柱: KB-5MS 30mx0.25mmx0.25um  
柱温: 80 to 160 °C at 25 °C/min, 160 to 320 °C at 3 °C/min(4), 320 to 325 °C at 20 °C/min(4)  
进样口: split 100:1; 1ul of 100ng/ul  
检测器: MSD



## 鬼峰已消除



## 鬼峰

即使无样品进样也出现峰, 并且有样品进样时出现在真峰当中

色谱图中出现样品峰以外的峰

### 鬼峰

- 柱头有污染物沉积  
烘烤柱子然后空运行(无样品)
- 进样垫流失  
选用优质进样垫  
整夜用将要运行的方法的最高温度烘烤炉箱
- 进样口污染--前次进样在进样口或衬管的残留
- 载气不纯
- 固定相和载气中的污染物发生反应  
选用优质气体,使用气体过滤器--定期更换
- 如果用分流/不分流进样  
进样口底部密封垫可能会与样品反应  
选用镀金的进样口密封垫

### 进纯样品时出现多余的峰

- 进样口过热使样品组分降解  
每次降低进样口温度20度观察峰是否消失
- 衬管和样品反应  
选用去活衬管
- 衬管填充物有活性  
去除填充物或选用无填充物的衬管
- 样品保留在进样口太久  
增加柱流速
- 样品组分不稳定



## E、峰高峰面积不重复

可能的原因一: 平行进样不重复, 偏差大。

建议采取措施: 加强手动进样练习。使用自动进样器。

可能的原因二: 其它峰型变化引起的峰错位, 峰干扰。

**建议采取措施:** 参见其它有关‘峰型扭曲’的内容。

**可能的原因三:** 来自基线的干扰。

**建议采取措施:** 参见‘基线问题’部分。

**可能的原因四:** 仪器系统参数设定的改变。

**建议采取措施:** 将参数设定标准化, 规范化。

## F、负峰

**可能的原因一:** 检测器与数据处理系统的信号连接极性相反, 呈现几乎全部负峰。

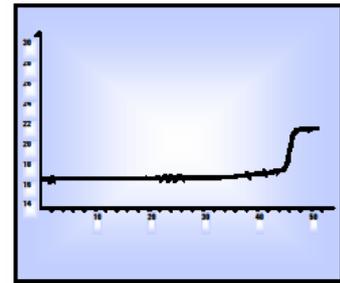
**建议采取措施:** 将信号连接倒置。

**可能的原因二:** 如果样品组分的导热系统高于载气的导热系数, 使用 TCD 检测器时, 出现负峰应属正常现象。

**建议采取措施:** 选择数据处理系统中的‘负峰处理’。

**可能的原因三:** ECD 检测器在被污染后, 可能在正峰的出现后跟随一个负峰。

**建议采取措施:** 参见 P16, 清洗或者更换 ECD 检测器。



## G、无峰

**可能的原因一:** 注射器损坏造成进样失败。

**建议采取措施:** 使用新的或者无损坏的进样器。

**可能的原因二:** 进样后样品在进样口处发生渗漏。

**建议采取措施:** 清洗进样, 拧紧松动的部分。

**可能的原因三:** 载气流速出现异常。

**建议采取措施:** 重新调整载气的流速。

**可能的原因四:** 色谱柱连接在错误的检测器上或者进样口上。甚至色谱柱发生断裂。

**建议采取措施:** 重新安装色谱柱或者更换色谱柱。参见 P10。

**可能的原因五:** 检测器没有工作, 或者检测器没有与数据处理系统连接。

**建议采取措施:** 观察检测器是否正常工作 (例如判断 FID 的火焰是否点燃); 检查检测器与数据处理系统之间的通讯连接。

## H、对样品的检测灵敏度下降

**可能的原因一:** 色谱柱, 衬管被污染, 造成对于乙醇, 胺类和羧酸等活性物质的选择性和灵敏度的下降。

**建议采取措施:** a、清洗衬管。B、使用溶剂清洗色谱柱。对样品的选择性下降严重时, 更换色谱柱。

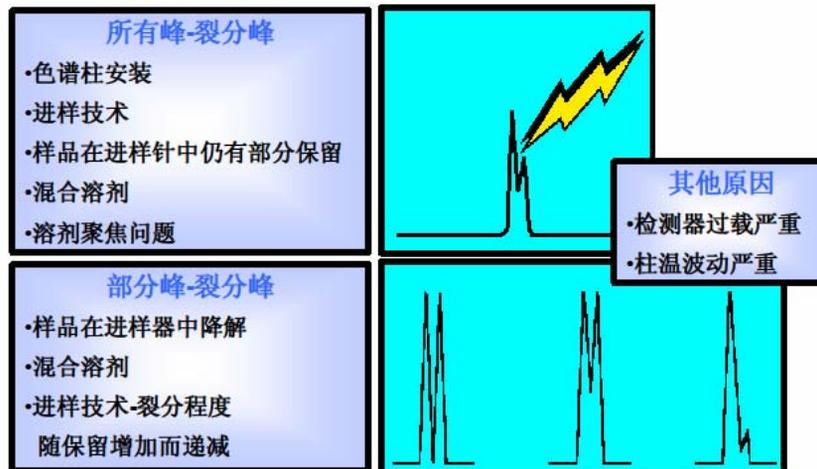
**可能的原因二:** 进样时的样品渗漏使样品中组分峰减小。对于易挥发的样品, 相应造成的灵敏度下降尤其明显。

**建议采取措施:** 查找渗漏点, 并按照仪器‘操作维修手册’进行维修。

**可能的原因三:**使用分流气化进样模式，色谱柱初始温度过高，致使样品气化后扩散加剧，对于低沸点样品，可能引起分析灵敏度的下降。

**建议采取措施:**使用低于样品溶剂沸点的初始柱温。使用高沸点的溶剂。

## 裂分峰



## 裂分峰

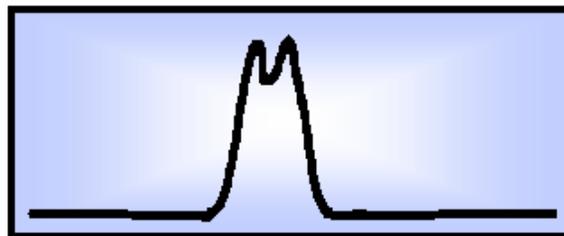
### 裂分峰

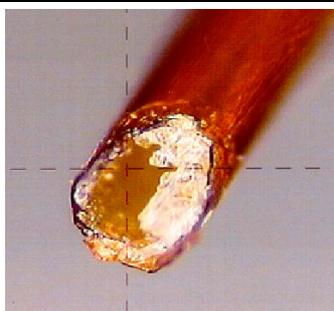
降低柱温**20~30°C**

增加进样口温度

### 检查并确认样品和溶剂匹配

极性样品用极性溶剂





## J、峰拖尾

**可能的原因一:**衬管. 色谱柱被污染, 或者有活化中。

**建议采取措施:**A、参见 P18, 清洗、更换衬管。

**可能的原因二:**衬管、色谱柱安装不当, 存在死体积。

**建议采取措施:**a、注射惰性样品(如甲烷)如果出峰拖尾, 表明色谱柱安装不当。B、参见 P10, 重新安装色谱柱。

**可能的原因三:**色谱柱柱头不平。

**建议采取措施:**用宝石头笔或者陶瓷切片平滑地切开色谱柱保护层, 然后在刻痕处段柱体。用 20×放大镜仔细检查切口, 如果切口不平. 有裂痕或有碎屑进入柱中, 重新切割。切割后的柱头保持向下, 安装卡套和螺母, 防止切割碎屑进入色谱柱中。

**可能的原因四:**固定相的极性指标与样品分析不匹配。

**建议采取措施:**选择其它型号的固定相。一般非极性或不干净的色谱柱分析极性样品时, 经常发生峰拖尾。

**可能的原因五:**在样品流经的路线中冷阱。

**建议采取措施:**消除在样品流经的路线中的过低温度区。

**可能的原因六:**衬管或者色谱柱中堆积切割碎屑。

**建议采取措施:**清理更换衬管。切除柱头 10 厘米。

**可能的原因七:**进样时间过长。

**建议采取措施:**缩短进样时间。

**可能的原因八:**分流比低。

**建议采取措施:**增加分流比, 至少大于 20ml/min.

**可能的原因九:**进样量过高。

**建议采取措施:**减少进样体积或者稀释样品。

**可能的原因十:**酸胺. 伯胺. 叔胺和羟酸类物质的分析易产生拖尾。

**建议采取措施:**a、选择更高极性指标的色谱柱。

B、对样品进行衍生处理。

## K、保留时间漂移

**可能的原因一:**柱温变化

**建议采取措施:**检测柱温箱的温度。

**可能的原因二:**气体流速变化。

**建议采取措施:**注射不保留, 可被检测的样品(例如甲烷)测定载气的线速度, 调节载气压力。

**可能的原因三:**进样口泄漏。

**建议采取措施:**A、检查进样隔垫, 如果损坏, 立即更换。B、判断其它泄漏处, 维修泄漏处。

**可能的原因四:**溶剂条件变化。

**建议采取措施:** 样品与标准品使用同样条件的溶剂。

**可能的原因五:** 色谱柱被污染。

**建议采取措施:** A、切除色谱柱柱头 10 厘米。B、高温烘焙色谱柱。C、溶剂清洗色谱柱，或者更换新的色谱柱。

## L、分离度下降

**可能的原因一:** 色谱柱被污染。

**建议采取措施:** A、切除色谱柱柱头 10 厘米。B、高温烘焙色谱柱。C、溶剂清洗色谱柱，或者更换新的色谱柱。

**可能的原因二:** 固定相被破坏。这种情况多为固定相过渡流失。

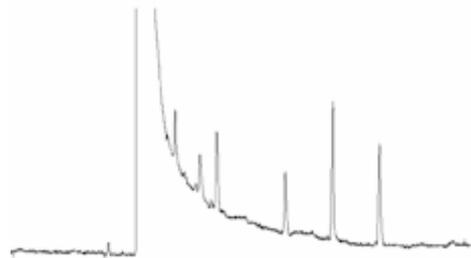
**建议采取措施:** 参见 P10，更换色谱柱。

**可能的原因三:** 进样失败。

**建议采取措施:** a、检查泄漏，维修泄漏。B、检查温度的适应性。C、检查吹扫时间。D、检查衬管是否积污。E、检查衬管中的玻璃纤维。

**可能的原因四:** 样品浓度过高。

**建议采取措施:** a、稀释样品。B、减少进样量。C、采取高分流比。



## M、溶剂峰拉宽

**可能的原因一:** 色谱柱安装失败。

**建议采取措施:** 参见 P10，重新安装色谱柱。

**可能的原因二:** 样品渗漏。

**建议采取措施:** 判断其渗漏点，维修渗漏点。

**可能的原因三:** 进样量高。

**建议采取措施:** 提高气化室温度，保证进样后样品瞬间气化。高于色谱柱连续使用温度的气化温度，不破坏色谱柱的使用。

**可能的原因四:** 分流比低。

**建议采取措施:** 提高分流比。

**可能的原因五:** 柱温低。

**建议采取措施:** 提高柱温。

**可能的原因六:** 不分流进样时，初始温度过高。

**建议采取措施:** 降低初始温度，使用高沸点的溶剂。

**可能的原因七:** 吹扫时间过长（不分流进样）。

**建议采取措施:** 定义段时间安的吹扫程序。

## N、柱效快速下降

**可能的原因一:** 色谱柱断裂

**建议采取措施:** 参见 P10, 重新安装色谱柱。

注意: A、防止破坏聚酰亚胺涂层。

B、避免使用在高于 370°C 的温度下。

C、繁殖色谱柱的磨损擦伤 (例如色谱柱安装不当, 经常的震荡会使色谱柱与柱温箱内的锐边接触, 擦伤保护层)。

D、不要过分弯曲或扭曲柱体。色谱柱的断裂不一定在保护层被破坏后立刻发生, 但保护层的损伤却常常是致命的。

**可能的原因二:** 色谱柱在过高的温度下长期使用。

**建议采取措施:** 参见 P10, 更换色谱柱。降低使用温度至安全的范围内。

**可能的原因三:** 有氧进入色谱柱中, 特别在升温的过程中。

**建议采取措施:** A、使用纯净的载气。 B、查找气路中的泄漏点, 并及时维修。

**可能的原因四:** 无机酸、碱对色谱柱的毒害。

**建议采取措施:** 避免让无机酸、碱进入色谱柱中。

**可能的原因五:** 不挥发、难挥发物质对色谱柱的污染

**建议采取措施:** 防止不挥发、难挥发物质进入色谱柱中。建议使用保护柱。

## 第七章：色谱仪的保养及维修

### A、清洁 ECD 检测器

因为 ECD 检测器使用放射性镍同位素, 所以在没有接受培训和保护的情况下不要进行检测器的拆卸。对其清洗工作仅限于 2hour 至 12hour 的 350°C 高温烘焙。注意在高温烘焙前, 必须检查载气的纯度和气路条件。

### B、清洁 FID 检测器

注意: 配戴防护眼镜!

FID 检测器长时间使用后, 在收集极和喷嘴上沉积大量的碳黑以及因为色谱柱固定相流失而形成的白色硅沉淀。这些污染物能够引起分析中的噪音和毛刺峰, 所以要定期地清洁 FID 检测器的上述部位。

清洁步骤:

- 1、停止加热, 关闭检测器。
- 2、关闭 FID 检测器的燃气。
- 3、冷却检测器。
- 4、拆开检测器, 用清洁工具 (毛刺、金属丝、压缩空气) 除去污染物。
- 5、用纯净水和有机溶剂清洗收集极。
- 6、用 70°C 的温度加热检测器 90min 或更长时间。

### C、清洁 FPD 检测器

注意：配戴防护眼镜！

- 1、关闭色谱仪电源，拔下电源插头。
- 2、拆下检测器外壳，待其自然冷却到安全温度。
- 3、关闭检测器气源。
- 4、仔细查阅随机 GC 系统“操作手册”，从仪器上拆除检测器。
- 5、取下喷嘴、检查喷嘴。仔细用工具（如金属丝）清洁掉上面的沉积污染物。如果喷嘴损坏或污染严重，更换喷嘴。
- 6、用压缩空气吹扫检测器中的小颗粒杂质。

## D、清洁 NPD 检测器

注意：使用氩气作为 NPD 燃气时，在从检测器上拆除色谱柱后，残留在检测器中的燃气有引起爆炸的危险。所以一定按照 GC “系统手册”中的规范关闭或者打开气源。

配戴防护眼镜！

NPD 检测器长时间使用后，在收集极和喷嘴上沉积大量的碳黑和因色谱柱固定相流失而形成的白色硅沉淀。因为这些污染物引起分析中的噪音和毛刺，所以要定期地清洁 NPD 检测器的上述部位。

清洁步骤：

- 1、停止加热关闭检测器。
- 2、关闭 NPD 检测器的燃气。
- 3、冷却检测器。
- 4、拆开检测器，用洁净的压缩空气吹扫收集极中的灰尘。
- 5、小心 **shenn** 盐离子源，不要用毛刷、金属丝等机械工具打扫 NPD 检测器。清洁喷嘴时，注意不要接触收集极的下表面（接近喷嘴的一面），避免接触后留下的指纹引起基线噪音和漂移。
- 6、用非极性溶剂（正己烷、或者正辛烷）清洁收集极。因为 **shenn** 盐溶与水等，所以不能使用极性溶剂，特别是水进行清洗。
- 7、用甲醇/丙酮混合液（50/50）清洗喷嘴的喷孔和外表面。用 70℃ 的温度加热检测器 90min 或更长时间，并通入纯净的载气把溶剂吹扫干净。
- 8、用有机溶剂的棉签擦洗检测器中其余的空间，并用洁净的压缩空气将溶剂吹干。
- 9、重新安装检测器。

## E、清洁 TCD 检测器

注意：配戴防护眼镜！

对 TCD 检测器的清洁工作仅限于高温烘焙。注意在高温烘焙前，检查载气的纯度和气路条件

清洁步骤：

- 1、关闭检测器。
- 2、从检测器上卸除色谱柱。
- 3、设定合适的检测器通过气流流速（25Ml/min）。

- 4、设定加热器温度 250℃左右。
- 5、在 400℃的温度下烘焙检测器几个小时。

## F、清洁注射器

清洗进样衬管可使用丙酮类的溶剂。清洗溶剂不一定不能选择例如硝酸、氢氟等强溶剂，因为衬管被这类溶剂清洗后，其表面“活性”增加。如果仍然不能去除污染，必须更换新的衬管。

## G、清洗进样口

注意：配戴防护眼镜！

清洁步骤：

- 1、停止加热进样口，待其冷却。
- 2、取出进样隔垫。
- 3、用干燥纯净空气或氦气吹扫入口处的灰尘和颗粒。
- 4、用有机溶剂的棉签洗进样口的内壁。
- 5、清洁分流阀及管路。
- 6、用干燥纯净的空气或氦气吹净进样口的溶剂，将隔垫重新装入进样口中。

## H、清洁衬管

清洗金属和玻璃衬管需要不同的程序。

金属衬管清洁程序：

- 1、使用有机溶剂清洗。
- 2、在 105℃下烘干溶剂。
- 3、用毛刷、金属丝等机械工具和洁净干燥的压缩空气出去衬管中固体污染物。

玻璃衬管清洁步骤：

使用丙酮等有机溶剂仔细清洗衬管，如果仍然不能去除污染物，更换新的衬管更为经济和节约。如果污染物不适合使用有机溶剂清洗，可使用下面的方法：

- 1、从衬管中取出填充物。
- 2、将衬管在浓我酸中浸泡 24hour。使用我酸时注意防毒和防腐蚀保护。
- 3、用蒸馏水冲净我酸溶液，，再使用甲醇或丙酮清洗衬管。
- 4、在 105℃下烘干溶剂。
- 5、用毛刷、金属丝等机械工具和洁净干燥的压缩空气出去衬管中固体污染物。
- 6、用干燥纯净空气或氦气吹净衬管中的小颗粒污染物。
- 7、去活玻璃衬管的内表面。
- 8、重新填入硅烷化玻璃珠或玻璃纤维。