

气相色谱仪检测中常见问题探讨

贾彦军 呼和 许春彬

内蒙古自治区计量测试研究院, 中国·内蒙古 呼和浩特 010050

摘要: 气相色谱仪作为一种重要的分析仪器, 在许多领域应用十分广泛。论文深入探讨了气相色谱仪检测过程中常见的问题, 包括进样问题、分离问题、检测器问题以及基线问题等, 分析产生这些问题的原因, 并为更好地操作气相色谱仪, 提高检测结果的准确性和可靠性, 提出了相应的解决措施。

关键词: 气相色谱仪; 检测; 色谱柱; 检测器

Discussion on Common Problems in Gas Chromatography Detection

Yanjun Jia He Hu Chunbin Xu

Inner Mongolia Autonomous Region Institute of Metrology and Testing, Hohhot, Inner Mongolia, 010050, China

Abstract: Gas chromatography, as an important analytical instrument, has a wide range of applications in many fields. The paper deeply explores common problems in the detection process of gas chromatography, including injection problems, separation problems, detector problems, and baseline problems. It analyzes the causes of these problems and proposes corresponding solutions to better operate gas chromatography, improve the accuracy and reliability of detection results.

Keywords: gas chromatograph; testing; chromatographic column; detector

0 前言

气相色谱仪广泛应用于石油化工、环境监测、食品检测、药物分析等多个领域, 分离效率高, 分析速度快, 灵敏度高。但在实际操作过程中, 气相色谱仪会出现各种问题, 如果不能及时有效地解决, 就会对检测结果的准确性和可靠性造成影响, 严重的还会造成实验的失败。因此, 深入了解气相色谱仪检测中常见问题并掌握其解决方法具有重要意义。

1 进样过程产生的问题及解决方案

1.1 进样量不准确

产生的原因: 一是使用手动进样器时, 操作人员的进样手法不熟练, 如进样速度不一致、进样深度不同等, 导致每次进样量存在差异。二是进样器的精度问题, 如微量注射器的刻度不准确或进样阀的定量环有磨损等, 影响进样量的准确性。

解决的措施: 一是加强操作人员的培训, 规范进样操作, 确保进样速度、进样深度等保持一致。例如, 采用快速进样方式, 将进样针迅速插入进样口, 并在规定时间内完成进样和拔针动作。二是定期对进样器进行校准和维护, 检查微量注射器的刻度准确性, 如有必要及时更换; 对于进样阀, 检查定量环的磨损情况, 若有磨损需更换定量环。

1.2 进样口污染

产生的原因: 样品中含有高沸点杂质、不挥发物或固体颗粒等, 在进样过程中逐渐积累在进样口, 导致进样口污染。

进样垫使用次数过多, 老化后碎屑掉入进样口, 也会

造成污染。

解决的措施: 对样品进行前处理, 如过滤、萃取等, 去除其中的高沸点杂质、不挥发物和固体颗粒。例如, 对于含有固体颗粒的样品, 可采用 $0.45\mu\text{m}$ 或 $0.22\mu\text{m}$ 的滤膜进行过滤。

进样垫要定期更换, 一般建议进样 50~100 次, 根据进样频率和进样垫质量不同, 更换一次。同时, 定期对进样口进行清洗, 可使用专用的进样口清洗工具, 用有机溶剂(如丙酮、正己烷等)冲洗进样口, 去除污染物。

1.3 进样歧视

产生的原因: 一是进样方式选择不当, 如在分流进样时, 样品中不同组分的挥发性差异较大, 导致挥发性强的组分在分流过程中更多地进入色谱柱, 而挥发性弱的组分则更多地留在分流放空部分, 从而产生进样歧视。二是进样口的温度设置不合理, 温度过高或过低都会影响样品的汽化效果, 从而造成进样歧视。

解决的措施: 根据样品的性质选择合适的进样方式, 对于挥发性差异较大的样品, 可考虑采用不分流进样或程序升温进样方式, 减少进样歧视。对进入进样口的温度进行优化, 保证样品快速、充分汽化。通过实验摸索不同样品的最佳进样口温度, 一般可在样品沸点基础上提高 20°C ~ 50°C 。同时, 应注意进样口温度的稳定, 以免出现剧烈的温度波动。

2 色谱柱分离产生的问题及解决方案

2.1 色谱峰分离度不佳

产生的原因: 一是色谱柱选择不当, 不同种类的色谱

柱对不同化合物的分离效果不同,选择固定相、长度、内径、膜厚等参数不适合的色谱柱进行样品分离,则会造成分离度不佳。二是柱温设置不合理,过高的柱温会缩短各组分的保留时间,降低分离度;过低的柱温会延长分析的时间,峰形变宽,甚至拖尾。三是载气流速不合适,过快的流速会使各组分在色谱柱中的停留时间过短,分离效果变差;过慢的流速则会使峰形变宽,延长分析时间。

解决的措施:一是根据样品的性质、分析目的等情况,选择合适的色谱柱进行。非极性化合物,可选择聚二甲基硅氧烷非极性色谱柱;对于极性化合物,应选择聚乙二醇极性色谱柱。同时,要考虑色谱柱的长度、内径和膜厚等参数对分离效果的影响,一般来说,增加色谱柱长度、减小内径和膜厚可以提高分离度,但会增加分析时间和柱压。二是优化柱温程序,采用程序升温方式,根据样品中各组分的沸点范围,设置合适的初始温度、升温速率和终止温度。例如,对于沸点范围较宽的样品,可先在较低温度下保持一段时间,使低沸点组分分离,然后以适当的升温速率升高柱温,使高沸点组分依次流出。三是通过实验,调整载气流速,确定一个最佳流速。一般可采用恒定流速或程序流速方式,尽可能缩短分析时间,以保证分离度。同时,要注意载气的纯度,避免因载气中的杂质影响分离效果。

2.2 色谱峰拖尾

产生的原因:一是色谱柱性能下降,如固定相流失、柱效降低等,会导致色谱峰拖尾。这可能是由于色谱柱使用时间过长、高温老化、受到化学物质侵蚀等原因造成的。二是样品过载,进样量超过了色谱柱的承载能力,造成色谱峰拖尾。三是进样口温度过低,样品汽化不完全,部分样品以液态形式进入色谱柱,导致峰拖尾。

解决的措施:一是对性能下降的色谱柱进行老化处理,在高于正常使用温度 20℃~30℃的条件下,通载气老化数小时,以恢复色谱柱的性能。若老化后仍无法改善,可考虑更换色谱柱。二是减少进样量,或采用分流进样方式,降低进入色谱柱的样品量,避免样品过载。同时,可对样品进行稀释,使其浓度在合适范围内。三是适当提高进样口温度,确保样品进入色谱柱前能够充分汽化。但要注意避免温度过高导致样品分解。

3 检测器检测产生的问题及解决方案

3.1 检测器灵敏度降低

产生的原因:一是检测器受到污染,如在使用氢火焰离子化检测器(FID)时,检测器喷嘴或收集极上积累样品中的高沸点杂质、积碳,从而影响离子化效率和信号采集,导致灵敏度降低。二是检测器的气体流量比例失调,由于FID中氢气、空气和载气的流量比例不适当,从而影响火焰的稳定和离子化率,进而降低灵敏度。三是由于检测器的部件老化,从而造成电子捕获检测器(ECD)中的放射源活性

降低,检测器的灵敏度下降。

解决的措施:一是定期清洗检测器,对于FID,可拆卸检测器喷嘴和收集极,用有机溶剂(如丙酮、乙醇等)超声清洗,烘干后重新安装,注意调整检测器的位置和角度,确保其在清洗后正常工作。二是优化检测器的气体流量比例,根据检测器的类型和使用说明书,精确调整氢气、空气和载气的流量比例。例如,FID中氢气与空气的流量比一般为1:10左右,可通过实验进一步优化该比例,以获得最佳灵敏度。三是对于因部件老化导致灵敏度下降的检测器,如ECD,若放射源活性降低严重,需及时更换新的检测器部件。同时,注意对检测器性能进行定期检测和校准,保证其灵敏度符合要求,做到心中有数。

3.2 检测器噪声过大

产生的原因:一是检测器的电气连接不良,如信号线松动、接地不良等,会引入外界干扰,导致噪声过大。二是载气或检测器气体中含有杂质,如水分、氧气等,会在检测器中产生噪声。例如,载气中的水分会影响热导检测器(TCD)稳定性,产生噪声。三是温度波动会导致检测器信号不稳定,产生噪声。

解决的措施:一是检查检测器的连接情况,保证信号线连接牢,接地好。定期清洁紧固电气连接部位,避免因松动或氧化导致接触不良。二是对载气和检测器气体进行净化处理,使用合适的气体净化器去除其中的水分、氧气等杂质。例如,可在载气和氢气、空气的气路中安装分子筛、硅胶等干燥剂,以及脱氧管等除氧装置。三是确保检测器的温度控制稳定,检查温度控制系统是否正常工作,如有必要,对温度控制器进行校准和维护。同时,要避免检测器周围环境温度的剧烈变化,保持仪器室的温度和湿度相对稳定。

4 基线产生的问题及解决方案

4.1 基线漂移

产生的原因:一是柱温不稳定,色谱柱温度的缓慢变化,会造成基线漂移。这可能是由于柱温箱的温度控制精度不够、加热丝老化或温度传感器故障等原因引起的。二是载气流量不稳定,载气流量的波动会影响色谱柱内的气路平衡,导致基线漂移。例如,载气钢瓶压力不足、气路中有漏气现象或稳压阀工作不正常等都可能造成载气流量不稳定。三是检测器污染或老化,如FID检测器收集极污染、ECD检测器放射源老化等,会造成检测器的响应信号变化,引起基线漂移。

解决的措施:一是检查柱温箱的温度控制系统,对柱温箱进行校准和维护,确保柱温的稳定性。若加热丝老化或温度传感器故障,需及时更换相应部件。同时,在实验过程中尽量避免频繁开关柱温箱门,防止温度波动。二是对载气气路系统检查,做到气钢瓶压力充足,无漏气,检查、调试稳压阀、针形阀,保证稳定的载气流量。三是对检测器进行

清洗或更换老化部件,如清洗 FID 检测器的收集极,更换 ECD 检测器的放射源等。清洗或更换部件后,要对检测器进行充分的老化和校准,使其恢复正常工作状态。

4.2 基线波动

产生的原因:一是仪器电压不稳,造成基线波动。这可能是由于实验室供电系统故障、附近有大型用电设备启动等原因引起的。二是仪器周围存在电磁干扰,如附近有强磁场设备(如变压器、微波炉等),会对气相色谱仪的信号传输产生干扰,导致基线波动。三是气路中有气泡,载气或检测器气体中的气泡会影响气体的流量稳定性,从而导致基线波动。

解决的措施:一是使用稳压器对仪器进行供电,确保供电电压稳定在仪器要求的范围内。同时,定期对稳压器的工作状态进行检查,保证稳压器的正常运转。二是仪器要远离强磁场设备放置,避免电磁干扰。如果无法避免,可采取屏蔽措施,如使用金属屏蔽罩对仪器进行屏蔽。三是对气路进行排气处理,打开气路中的排气阀,让气体缓慢流动一段时间,排除气路中的气泡。同时,应检查气体管路有无破损、堵塞现象,一旦出现问题,应及时修复或更换。

5 结语

气相色谱仪检测过程中常见的进样问题、分离问题、

检测器问题和基线问题等,会对检测结果产生不同程度的影响。通过深入了解这些问题产生的原因,并采取相应的解决措施,能够有效提高气相色谱仪的检测性能,保证检测结果的准确性和可靠性。同时,操作员要严格按照仪器操作规程,定期对仪器进行保养和维护,发现潜在问题并及时解决,使气相色谱仪始终处于良好的工作状态。

参考文献:

- [1] 刘虎威.气相色谱方法及应用[M].北京:化学工业出版社,2007.
- [2] 付莉琼,刘飞飞,杨霞,等.气相色谱仪基线异常问题的原因剖析与解决策略[J].实验室检测,2024(5):119-121.
- [3] 孙建恒,魏金刚,刘昌盛.安捷伦GC7820型气相色谱仪两种常见故障分析与排除[J].化学分析计量,2024,33(8):111-117.
- [4] 王欣玮,赵欣,宋悦.基于GLS算法的气相色谱仪检测偏差原因分析[J].Journal of Beijing Institute of Petrochemical Technology,2022,30(3).
- [5] 李娜.气相色谱仪日常维护及故障处理探究[J].中国设备工程,2021(S2):90-91.
- [6] 孟雪,赵少雷,赵海波,等.气相色谱仪检定方法要点和注意事项[J].化学分析计量,2022(5):31.

作者简介:贾彦军(1983-),男,中国陕西人,硕士,高级工程师,从事化学计量研究。