

气相色谱仪维护手册

杭州科晓化工仪器设备有限公司

地址：杭州市文三路 199 号创业大厦 1108
邮编：310012
电话：0571-56803999 88085415
传真：0571-8086641
技术中心：0571-56803999-810、811 88830094

开户行：建行杭州高新支行
帐号：3306 1673 5010 0263 60761
税号：320502739576892
电子邮件：hz@kexiao.com
网址：www.kexiao.com

目 录

1、科晓公司主营产品	2
2、气路系统	4
2.1、气路	4
2.2、气源	4
2.3、气体的净化	4
2.3、注意事项	5
3、进样系统	6
3.1、进样垫的维护与检修	6
3.2、玻璃衬管的维护和检修	6
3.3、注射器的维护	7
4、分离系统	8
4.1、色谱填充柱的应用	8
4.2、色谱柱的制备	9
4.3、选择毛细管柱的几个指标	10
4.4、使用毛细柱分析的注意事项	12
4.5、毛细管分析常见问题的解决	14
4.6、柱的良好用法	16
4.7、毛细管柱的维护	16
5、检测系统	16
5.1、FID 的维护	16
5.2、TCD 的维护	17
5.3、ECD 的维护	17
5.4、FPD 的维护	19
5.5、NPD 的维护	19
6、气相色谱仪如何安装调试	20
7、气相色谱常见问题的问答	22
8、常用分析用书	25
9、科晓公司主要联络方式	26

科晓仪器
金牌服务

★专业经营：色谱仪及配件和其它实验室设备

- ★ GC1690 型高性能气相谱仪全国范围 2006 年销量突破 500 台
- ★ 科晓公司引进先进技术开发成功 LC-1090 型智能型高效液相色谱仪已经面市
- ★ 上海伍丰 LC-100 系列高效液相色谱仪一级经销商及售后服务点
- ★ 上海精科色谱、光谱、物理光学、电化学和天平等产品华东总代理及服务中心
- ★ 天津拓普红外光谱仪浙江地区特约经销
- ★ 兰化所毛细管柱浙江地区总代理
- ★ 大连依利特液相色谱柱浙江地区一级代理
- ★ 上海海欣、上海科创、温岭福立、山东鲁南等色谱仪的经销及维修
- ★ 上海安亭、博迅、恒平、亚荣、昌吉等厂家特约经销及维修
- ★ 上海超精全自动卡氏水份仪浙江地区特约经销
- ★ 岛津、安捷伦气液相色谱仪、普析通用光谱仪特约经销及维修点
- ★ 国内外数十种实验室分析仪器销售及售后服务点
- ★ 气、液相色谱仪配件及耗材供应站（批发和零售）

新型的 GC1690 系列气相色谱仪

1690 型气相色谱仪是科晓仪器公司采用国际先进技术，整合国内气相色谱仪的优点，而研发出的最新一代气相色谱，具有优异的性能和极高的性价比，标志着国产仪器已经达到一个新的水平。



智能型 LC-1090 高效液相色谱仪

LC-1090 型液相色谱仪是科晓仪器公司引进先进技术开发成功的一款性价比较高的液相色谱仪。

- 1.具有并联双泵头，与日本岛津 LC-10AD 相仿；
- 2.泵和检测器可通过 NS-1090 软件实行反控；
- 3.最小检测浓度及稳定性指标达到国外同类仪器水平



上海精密科学仪器有限公司分析仪器(总代理)

作为国产分析行业龙头老大，以“市场导向、规范管理、品质领先、追求卓越”为企业追高目标，为市场和新老客户 提供值得信赖的优异产品。



上海伍丰 LC-100 系统高效液相色谱仪(总代理)

科晓公司作为上海伍丰 LC-100 系列 S-HPLC 智能全控制液相色谱仪总代理，为了将这款优异的新型产品介绍给更多的新老客户，特举行增值派送活动回报用户！



★气路系统

一、气路

图1 是气相色谱仪的气路系统示意图。气相色谱是利用组分在柱内固定相与气体流动相间反复多次分配将组分分离的。因此载气不仅是携带组份进入检测器的动力，而且参与组份分离过程，也直接影响到信号检测。

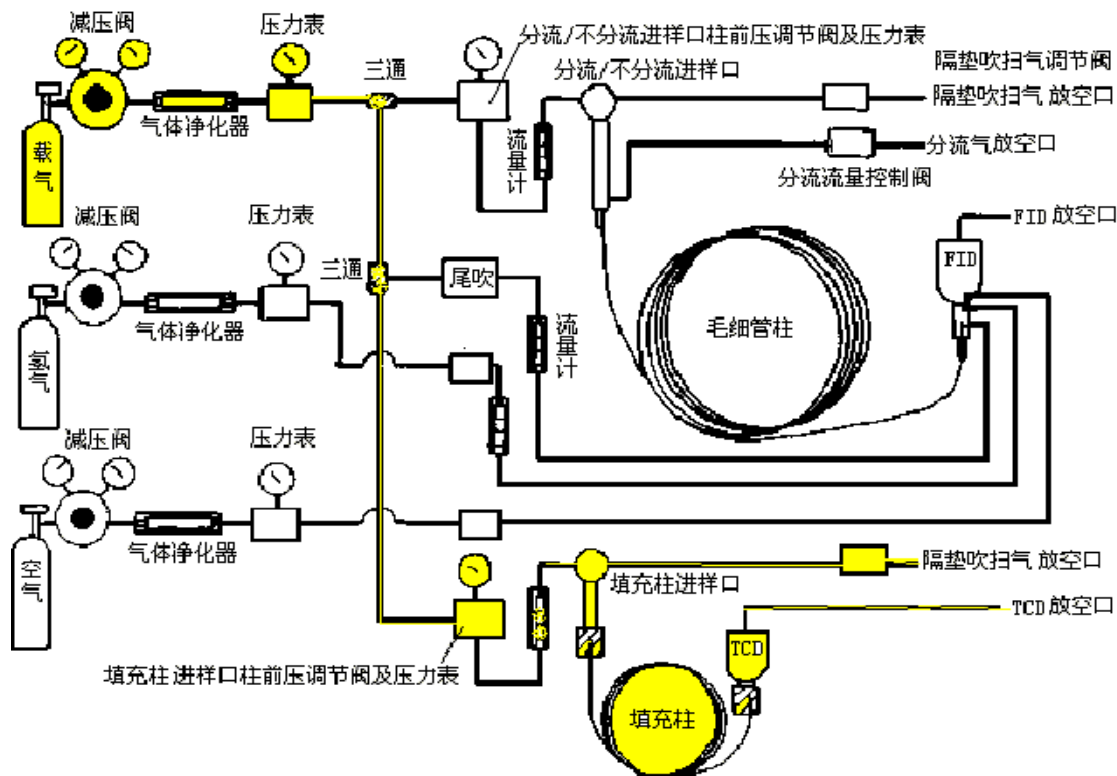


图1 气相色谱仪的气路系统

二、气源

通常使用钢瓶、空气泵、气体发生器来提供有足够压力的气源。载气种类可用 H_2 、 N_2 、也可用 CO_2 、Ne、Ar。纯度要求大于 99.99 %。要求气体的流量： H_2 与 O_2 为 $0\sim 300\text{ml}/\text{min}$ ；空气为 $0\sim 3000\text{ml}/\text{min}$ ；工作压力为 $0\sim 0.4\text{ M.Pa}$ 。目前可用氢气发生器来代替氢气钢瓶、氮气发生器来代替氮气钢瓶，较为安全。

三、气体的净化

为保证分析结果准确性，延长柱寿命和减少噪声要对气体进行净化。净化气体目的是除去气体中的水分、烃、氧。因为氧会使固定相氧化、氧化物会引起噪声和漂移，还会直接烧坏 TCD 和 GC/MS 的热丝和灯丝。水分会使固定相降解，缩短柱的寿命。

为提高气体净化效果，净化要从净化器的上部进入，底部流出。

表 1 气体的净化指标

系统	气体	净化对象
填充柱+TCD 或 FID	载气纯度 > 99.99%	水份、烃、氧
填充柱+ECD、FPD、NPD、MSD	99.999%	水份、烃、氧（严格脱氧）
毛细管柱+任何检测器	99.999%	水份、烃、氧（严格脱氧）
吹扫气	ECD 吹扫气	水份、氧（严格脱氧）
	FID 氢气、空气	烃

表 2 各种净化管性能及吸附剂的再生

型号	净化气体	净化原理	净化对象	颜色变化	吸附剂的活化处理方法
变色脱氧管	H ₂ 、N ₂ 、Ar、Ne、C ₂ H ₄	化学反应	氧及卤素	绿色变深褐色	
分子筛脱水管	H ₂ 、N ₂ 、Ar、Ne	吸附	H ₂ O、HCl、SO ₂ 、NO ₂ 、H ₂ S、CO ₂		分子筛在 550℃烘烤 3 小时，冷却至 220℃左右装入干燥器冷至室温快速装管
变色硅胶脱水管	H ₂ 、N ₂ 、Ar	吸附		天蓝色变粉红色	硅胶在 120℃烘烤至 2 小时变天蓝色
活性炭脱烃管	H ₂ 、N ₂ 、	吸附			活性炭在 160℃烘烤 2 小时
CH 型变色脱氢管	H ₂ 、O ₂ 、Ar、Ne	吸附		金黄色变棕色	
CH 型变色脱氢管	H ₂ 、O ₂ 、Ar、Ne	吸附		金黄色变棕色	

四、须特别注意的事项：

- 气体净化管的定期检查 - 去除来自空气压缩机的空气中水份的硅胶和去除有机物的分子筛或活性炭等，由于用一段时间后去除能力减弱，须定期检查进行再生。
- 除氧 - ECD 检测器和强极性的毛细管柱耐氧性差，容易因氧化等而变坏，因此，应尽量装配脱氧管除去载气中的微量氧气。脱氧管须定期用氢还原进行再生。
- 来自空气压缩机的空气不是经常流量一定，流量变动会影响基线，因此，在流路途增加硅胶管和用于控制流量的波纹管阀，使流量更稳定。

- 用 NPD（氮磷检测器）时，必须使用气瓶高压空气。
- 最常用的载气是氮气和氢气，有时也用氦气和氩气。由于载气要携带样品进入色谱柱进行分离，然后进入检测器对各组份进行定量，所以载气的纯度是至关重要的。
- 用 FID（氢火焰离子化检测器）需把载气（以及燃气，助燃气）中的烃类化合物出去。
- 气体的流量可用皂沫流量计测定。

★进样系统

一、进样垫的维护和检修

警告! 试样气化室温度降至 50℃ 以下后, 进行试样汽化室的维修。
试样气化室处于高温时维修, 容易烫伤。

- **维护、检修的时期** 在下列情况下，进行进样垫的检修和维护：
 - 注入次数大致达 100 次（看进样垫的质量）时，进行定期更换
 - 保留时间、面积的重复性变差时
 - 检测出鬼峰时
 - 仪器的基线波动，噪声干扰
- **检修点**
 - 漏气
（载气泄漏是产生重复性变差的原因）
 - 进样垫污染
（进样垫污染是产生鬼峰的原因）
- **硅橡胶进样垫的调整**

在进行高灵敏度分析时，有时会因为来自硅橡胶进样垫的杂质作为鬼峰检测出来。产生这种情况时，请按以下所示的顺序调整硅橡胶进样垫。而且，硅橡胶进样垫的调整尽量在使用前进行，调整后放置时间太久，有可能再次附着杂质。

 - (1) 进样垫浸于己烷中，放置 10-15 小时。进样垫吸收己烷，膨胀近 2 倍，准备口大的带盖的容器。
 - (2) 进样垫取出放置到干净的容器内。因吸收己烷膨胀的进样垫容易损坏，操作时要小心。
 - (3) 在干净的大气中进行自然干燥。
 - (4) 干燥后，在 130-150℃ 的柱温箱中热烘 2 小时。

二、玻璃衬管的维护和检修

警告! 试样气化室温度降至 50℃ 以下后, 进行试样汽化室的维修。
试样气化室处于高温时维修, 容易烫伤。

■ 维护、检修的时期 在下列情况下, 进行玻璃衬管的检修和维护:

- 在一系列分析开始前
- 保留时间、面积的重复性变差时
- 检测出鬼峰时
- 仪器的基线波动, 噪声干扰

■ 检修点

- 玻璃衬管的形状
(形状异常时, 无法进行正确的分析)
- 玻璃衬管的内壁污染, 或有进样垫碎渣
(进些污染是产生重复性差或产生鬼峰的原因)
- 玻璃衬管的破损
(破损是产生重复性差原因)
- 玻璃衬管内的石英棉
(石英棉填装不当是产生重复性差原因)

■ 玻璃衬管的清洗方法

备注: 石墨压环上附着溶剂是产生鬼峰的原因。玻璃衬管用溶剂清洗时, 请将石墨压环卸下。

1. 去除石英棉上附着的进样垫渣
将石英棉用细棒捅出, 装入新的石英棉。
2. 清除附着在玻璃衬管内壁上的污垢
除去石英棉后, 用蘸溶剂的(丙酮等)的纱布等擦洗内壁。
3. 玻璃衬管内壁上的污垢严重时
将玻璃衬管污垢严重部分浸于溶剂(丙酮等)中放置数小时。然后, 用蘸溶剂的纱布等擦洗内壁。

■ 玻璃衬管的 DMCS (二甲基氯硅烷化) 处理

现象: 有些农药样品的峰重现性差, 有偏差。吸附, 分解, 峰变小, 含量不准。

原因: 进样口的玻璃衬管或石英棉活性过高。产生吸附和分解。

处理: (1) 玻璃衬管、石英棉用丙酮等有机溶剂清洗, 凉干后在 5%DMCS/n-正己烷溶液中浸泡一夜。

(2) 取出浸泡一夜的玻璃衬管、石英棉, 立即用甲醇清洗 2、3 次, 然后再

在甲醇中浸一小时左右。

(3) 从甲醇中取出，凉干后，与硅烷等一起在干燥条件下保存。

三、注射器的维护

在 GC 上最常使用进样容量约为 10ul 的微量注射器，用这种注射器注入容量为 0.5~3ul 的液体试样。但是用一般的进样法是吸入液体试样后，向注射器内吸入少量空气，然后，注入气化室。也常看到有人不吸入空气，吸入试样后直接注入气相色谱仪，但是，通常在针头的部分也有零点数 ul 左右的容量，在针头内进入试样的状态下注入高温的气化室时，针头部分的试样首先气化导入柱后，再推注射器柱塞把其余的试样导入，从这个意义来说，是近乎于两次的进样。因此，最好不用这种注入法。另外，成分的沸点范围宽的试料或要求注入量更准确的分析时也可用闪蒸法（夹心面包法）。

初学者最好用带有柱塞导向的注射器。握住针的根部附件，注入时不要让柱塞脱出，边推边将针插入进样垫。通常试样打完后敏捷地拔出注射器。尽快地掌握住自己的打法。这样可以使每次注入重复一致。

注射器内未进试样时，尽量避免推动柱塞。有时会损伤注射器的内壁。另外，在采样时应事先用溶剂等清洗注射器。须特别注意不要使试样污染。通常的分析时注射器要清洗 3~5 次，需注意污染的试样时清洗 10 次左右。在一天分析的最后，注射器一定要用适当的溶剂清洗。对此疏忽，试样中的污垢等会残留在注射器内，使柱塞不能动，会导致注射器不能使用。若柱塞的活动不畅时，请采取如下措施：

- 用溶剂（准备性质不同的数种）清洗注射器内部。若不能从针头吸入试样时，拔出柱塞，用另一个注射器从针头的另一侧送入溶剂。
- 用柔软的干净布擦洗注射器除掉污垢。
- 用专用的注射器清洗剂。

★分离系统

一、色谱填充柱的应用

色谱柱是气相色谱仪的心脏，由柱管和固定相组成。

1、柱管

不锈钢、玻璃、铜、铝、塑料等材料制成。

长 1~3m 不等，内径多为 2~6mm。

成 U 型、螺旋型。

一般认为，管径越细，管长越长，分离效果越好。但过细过长会影响载气的流速，增加分析时间，又会造成填充的困难。

对易分离的组份可用短柱，反之则用长柱。

2、固定相

气-液色谱的固定相，是由载体（担体）和涂渍在载体表面的固定液组成。

(1)、担体

它是一种化学惰性，具有不定期粒度和多孔性固体颗粒。它为固定液提供一个大的惰性表面。

● 它必须满足以下条件：

- A、化学惰性；
- B、多孔性；
- C、热稳定性并有一定的机械强度；
- D、粒度均匀细小，一般用 60~100 目。

● 担体有硅藻土类和非硅藻土类两大类型。

A、硅藻土型

红色硅藻土：6201、201、C22 保温砖、Chromosorb P、Gas Chro R 等。

白色硅藻土：101、102、Gelite 545、Gas Chrom(A. P. Q. S. Z)、Chromosorb(W. A. G)

硅藻土载体并非完全惰性，表面仍有吸附活性中心，分析样品时常会出现色谱峰拖尾，延长保留时间，降低柱效能。因此，常需进行处理。处理方法有：

酸洗 (AW) ——用 6mol/LHCl 加热浸泡载体 20~30min，用水洗至中性，140℃下烘干备用。

碱洗 (BW) ——用 5~10%的 NaOH 水溶液煮沸或用 5~10%NaOH 甲醇溶液浸泡，用甲醇洗至中性，于 140℃下烘干。

硅烷化——消除载体表面硅醇、硅醚活性中心。硅烷化处理试剂有二甲基二氯硅烷 (DMCS)，六甲基二硅氮烷 (HMDS)，三甲基氯硅烷 (TMCS)。硅烷化处理是用硅烷化试剂的苯溶液浸泡，倾出后用甲醇洗到中性，于一定的温度下烘干。

B、非硅藻土型

氟树脂、玻璃微球、高分子多孔微球等。

(2)、固定液

它是一类高沸点的有机化合物。混合物能否有效分离，主要取决于固定液的性质。

要求：操作温度下呈液态，且粘度越小越好；操作温度下有较低的蒸气压；化学稳定性好；选择性高，溶解性好。

常用固定液：

DC-200 (甲基硅酮)、SE-30 (二甲基硅酮)、DC-11 (硅润滑脂)、QF-1 (氟代烷基硅氧烷聚合物)、OV-17 (50%苯基甲基硅酮)、PEGA (聚乙二醇己二酸酯)

当分析含有不同官能团的复杂混合物时，一种固定液很难将这些难分离的组分分离开来，此时常将性质不同的两种固定液以适当比例混合，使其对复杂混合物有较满意的分离效果。

二、 色谱柱的制备

1、柱的试漏和清洗

(1) 试漏 柱管全部浸入水中，将出口堵死，通气，在稍高于操作压力下不应有气泡冒出。

(2) 清洗 玻璃柱用洗液浸泡洗涤 2 次，用自来水冲至中性，再用蒸馏水、丙酮冲洗。内壁应不挂水珠，烘干。

不锈钢柱用 10%HCl 浸泡抽洗至洗液无金属或其它悬浮物，用自来水冲洗至中性；再

用 10%热碱液抽洗 4~5 次，除去柱管内壁油腻性污物，自来水冲至中性，再用蒸馏水、丙酮洗，烘干。

2、固定液的涂渍

(1) 计算载体体积与称取载体重量

计算柱体积：柱体积= $\pi r^2 L$

用量筒量取比计算所得柱体积多 20~30%的载体。注意摇实。然后称量载体重量。

(2) 根据液载比和载体重量计算并称取固定液

固定液量=载体重量×液载比

在分析天平上称，准确至小数点后第三位。

3、涂渍——静态法

称好固定液，倒入一定量的溶剂（每克红色、白色硅藻土分别约需溶剂 1.5、2.0ml）中，置热水浴上（温度低于该溶剂沸点），溶解后，倒入载体，所用溶剂的量应恰好淹没载体，轻摇使载体和固定液混合均匀。于红外灯下赶下溶剂或自然挥干。80~100℃下烘干。

涂渍过程中切不可图快，在高温下烘烤，溶剂挥发过快，造成涂渍不均匀；也不宜用玻棒猛烈搅拌，这样会使载体破碎。

4、装柱——泵抽装柱法

装柱过程的正确与否很大程度上影响柱效能。

柱的尾端塞少许玻璃棉，接真空泵；柱的另一端接一小漏斗，在抽吸下倒入固定相，并不断轻击柱子，使均匀填充。要避免形成细小的沟道。填充好的柱子两端要塞上玻璃棉。

5、色谱柱的老化

目的是将残余溶剂和低沸点杂质赶走。并使固定液在载体表面分布得更均匀。

填充好的柱子要在高于操作温度 10~25℃，但低于固定液最高使用温度下加热几小时，同时还要通入载气，流速约 5~10ml/min。为防污染检测器，柱出口要与之脱开。

以下是一些分析常用的色谱填充柱，你可以参考使用。

名称	规格	价格	通常用途
无水乙醇柱	2m/SUS	680.00	乙醇含量的测定
乙酸乙酯柱	2m/SUS	680.00	乙酸乙酯含量的测定
水份柱	2m/SUS	880.00	溶剂中水份含量的测定
三苯分析柱	3m/SUS	880.00	苯/甲苯/二甲苯含量的测定
TDI 分析柱	2m/SUS	780.00	油漆中 TDI 分析
液化气分析柱	6m/SUS	1200.00	液化气成份的分析
农残柱	2m/Glass	950.00	有机磷/氯的分析
白酒分析柱	2m/SUS	680.00	白酒中成份的分析

如果以上常用柱不能满足你的需要，科晓公司可以根据你的要求为你定做不同类型的填充柱。

三、选择毛细管柱的几个指标

1、固定液使用

固定相：AT SE-30, AT OV-1

组成 100%甲基聚硅氧烷

极性 非极性
应用 碳氢化合物
同类型号 DB(HP) -1、AC1、SPB-1、CPSIL5、DM-1、RT-1
使用温度 50—300

固定相: AT OV-101
组成 100%甲基聚硅氧烷 (胶体)
极性 非极性
应用 氨基酸、基油
同类型号 HP-101、AC1 、SP-2100
使用温度 0—350

固定相: AT SE-52AT SE-54
组成 5%苯基甲基聚硅氧烷, 1%乙烯基 5%苯基甲基聚硅氧烷
极性 非极性
应用 多核芳烃、酚、酯、碳氢化合物、药物、醇
同类型号 DB(HP)-5、AC5、SPB-5、DM-5、CPSiL8、Rtx-5
使用温度 50—350

固定相: AT OV-1701
组成 7%氰丙基 7%苯基甲基聚硅氧烷
极性 非极性
应用 药物、醇、酯、硝基化合物
同类型号 DB(HP)-1701、AC10、DB-1701、SPB-1701、RT-1701
使用温度 0—280

固定相: AT XE-60
组成 25%氰乙基甲基聚硅氧烷
极性 中极性
应用 酯、硝基化合物
同类型号 DB (HP) -225、AC225
使用温度 0—280

固定相: AT OV-17
组成 50%苯基甲基聚硅氧烷
极性 中极性
应用 药物、农药
同类型号 DB(HP)-17、AC10
使用温度 0—250

固定相: AT FFAP
组成 聚乙二醇—TPA 改性

极性 极性

应用 酸、醇、醛、酯、腈、酮、基油

同类型号 DB (HP) - FFAP、SP-1000、Supecl-NUKOL、AC20

使用温度 50—250

固定相: AT PEG-20M

组成 聚乙二醇—20M

极性 极性

应用

同类型号 HP- Wax、DB-Wax、AC20

使用温度 50—200

固定相: AT 农残 I 号 AT 农残 II 号

极性

应用 六六六、DDT 等八种含氯农药拟除虫菊酯类、含磷类农药

同类型号 SPB-608、HP-608

使用温度 25—300

2、毛细管柱内径

0.53mm 具有近似填充柱的负荷量,总柱效则远远超过填充柱。达到同样的分离度时,0.53mm 大口径柱的分析时间显著快于填充柱。可方便的采用柱上进样或直接进样技术,适合于分析不太复杂的样品,是填充柱理想的替代柱。

0.32mm 柱效稍低于 0.25mm 常规柱,负荷量大于常规柱的 60%,用特制注射针可做柱上进样。

0.25mm 最常用的内径规格。有较高的柱效,负荷量较低,必须分流进样或无分流进样。用于复杂多组份样品分析。

0.20mm 柱效高,负荷量低,流失较小,适合与质谱等灵敏检测器联用。

3、毛细管柱长度

5—12m 短柱: 分离少于 10 个组份(不包含难分离物质对)的简单样品。

25—30m 中长柱: 分离 10—50 个组份的样品。

50m 长柱: 分离大于 50 个组份或包含有难分离物质对的复杂样品。

4、膜厚

0.1—0.2 μ m 薄液膜

低负荷量,高温下流失较小,适合于高沸点化合物的分析,适于配高灵敏检测器。

0.25—0.33 μ m 标准液厚

一般商品柱的标准液膜。

0.5—5.0 μ m 厚液膜

较高的样品负荷量，在高温下流失较大，适于分析低沸点样品。

四、使用毛细柱分析的注意事项

1、无载气通过时，柱的固定液热分解较迅速。所以科晓仪器技术部的安装调试人员和培训工程师定会对操作人员强调：在柱箱（炉）升温前一定要先通上载气（这与 TCD 操作要求相似），在柱箱冷却后方能关载气。

2、载气中若夹带灰尘或其它颗粒状物体就可能导致色谱柱迅速损坏，同时还应注意不能让微粒或灰尘进入汽化室，因此在载气进入仪器管路前必需净化器；

3、载气中的水分通过固定液的液膜吸附在体内表面上，将会取代或破坏固定液液膜，所以，固定液极性越强，越需要采用干燥的载气，例如：象 OV-1、SE-30、SE-54、OV-101 对载气干燥要求不高，而 PEG20M、FFAP 和 SP1000 对载气要求就很高。

但在涂布于碳酸钡沉积层上的柱子情况就恰恰相反，涂极性固定液的柱子能经受含水样品的直接进样，而涂非极性固定液的柱反而不能经受含水样品。但无论如何，载气进入管路前最好都应进行脱水处理；

4、对于那些能被氧化的固定液（如 PEG-20M、Carbowax、FFAP 等），对载气除氧也很重要，由于 N₂ 和 He 中含 O₂ 较高，而 H₂ 中含 O₂ 少，所以，ECD、FID 常用高纯 N₂ 作载气，TCD 用 H₂ 作载气。同时，停机使用时，应将排空端密封住，以防止空气中的氧气对色谱柱固定液的氧化作用。

科晓公司生产的 GPI—II 型三气路气体净化器即专门为以上几点原因开发，可以根据不同需要装填不同净化剂，进行过滤、脱水、除氧除有机物。

5、在大多数情况下，柱的寿命与它的使用温度成反比。采用稍低些的温度上限，可显著提高柱的寿命，程序升温到较高温所维持的时间越短对柱的寿命影响越小。（见本页附表）

6、水、醇（尤其是甲醇）、二硫化碳这类的溶剂，有着非常强的置换固定液的能力，因此用于有意将相当大量的溶剂聚集在柱上（溶剂效应）的不分流进样法以及柱上进样法的溶剂，应根据它们对柱壁的吸附亲和力（或固定液被置换的可能性）小心的加以选择。（例如：甲醇不宜用于 PEG20M, 丙酮往往会引起引起硅酮降解。）

7、毛细管柱最大特点是高柱效，但是柱效不仅反映了柱本身的质量，而且还包括进样过程的整个系统总效率，也就是说，自样品进入系统的一瞬间开始到出峰为止，每一个能影响峰宽或分离效果的因素，如进样器、柱的连接、辅助气引入位置、管路死体积、进样器内衬的毛病等等，都一定会影响柱效。

8、一根好的柱子，由于安装不当，可以造成理论塔板数降低，峰形增宽或拖尾、活性物质的吸附性拖尾或消失、灵敏度降低或组分分离不佳等等。

1)、进样器与毛细管色谱柱连接：

分流进样：分流点要求位于载气流速较高的区域。

不分流进样：色谱柱最好不伸进进样器内，避免造成气流扫不到的区域，通常直接连接到进样器的末端。

2)、检测器与色谱柱出口端连接：对 FID 不仅插入深度要超过尾吹和 H₂

气的进口，而且应尽可能将柱出口端插到 FID 的喷嘴下面 1mm 处为佳，对微型 TCD 应插到 TCD 气体入口处为佳。可以改善轻度拖尾。

※常见色谱柱固定相的使用温度

1、聚二甲基硅酮类固定相：OV-1，SE-30（弹性体，OV-101，SF96，DC2000 流体），使用温度上限为 300℃，但把温度上限改为 280℃，可使柱子寿命显著延长。一般来说，弹性体类固定液比流体类更稳定些，SF96，DC200 因含有较高水平的残留催化剂和不纯物，不宜作 GC/MS 分析。

2、聚苯基乙基硅酮：SE-52（弹性体，5% 苯基），SE-54（弹性体，5% 苯基，1% 乙烯基），DC10（液体，35% 苯基），OV-17（液体，50% 苯基）实际上限 250℃。SE-52、SE-54 在 280 时稳定性很好，常用于 GC/MS 分析，并能容纳超负荷的大进样量。苯基含量增加、稳定性要差点。

3、聚氰丙基硅酮是极性强的硅酮固定液：OV225（液体，25% 氰丙基，25% 苯基），Silav10c、SP2340（液体，75% 氰丙基），实际温度上限是 250℃。

4、聚乙二醇型（Carbowax or PEG）固定液是乙烯氧化物聚合体的混合物，其名称反映了他们分子量变化范围的平均值。Carbowax 20000（腊状固体），FFAP（两终端都是对苯二甲酸的 Carbowax 20000），实际温度上限是 220℃。

五、毛细管分析常见问题的解决

△ 峰丢失(进样后没峰出现)

可能的原因及采用的排除方法

1. 注射器有毛病，采用新注射器验证。
2. 未接入检测器，或检测器不起作用，检查设定值。
3. 进样温度太低，检查温度，并根据需要调整。
4. 柱温温度太低，检查温度，并根据需要调整。
5. 无载气流量，检查压力调节阀，并检查泄露，验证柱样品流速。
6. 柱断裂，如果柱断裂是在柱进样口端或检测器末端，是可以补救的，切去断裂部分，重新安装。

△ 前沿峰

1. 柱超载，减少进样量。
2. 两个化合物共洗脱，提高灵敏度和减少进样量，使温度降低 10~20 度，以使峰分开。
3. 样品冷凝，检查进样口和柱温，如有必要可升温。
4. 样品分解，采用失活化进样器衬管或调低进样器温度。

△ 脱尾峰

1. 进样器衬套或柱吸附活性样品：更换衬套。如解决不了就将柱进样端截去 1~2cm，再重新安装。
2. 柱或进样器温度太低：升温（不要超过柱最高温度）。进样器温度应比样品最高沸点高 25℃。
3. 两个化合物共洗脱：提高灵敏度和减少进样量，使温度降低 10~20 度，以使峰分开。

4. 柱已损坏：请更换柱。
5. 柱污染：将柱进样端截去 1~2cm，再重新安装。

△ 只有溶剂峰

1. 注射器有毛病：采用新注射器验证。
2. 不正确的载气流速（太低）：检查流速，如有必要，调整之。
3. 样品浓度太稀：请提高仪器灵敏度，或增加注入量。
4. 柱箱温度太高：检查温度，并根据需要调整。
5. 柱不能从溶剂中分离出组分：更换高膜厚的色谱柱或不同极性。
6. 载气泄漏：检查泄漏处（用肥皂水）。
7. 进样器衬套或柱吸附活性样品：更换衬套。如解决不了就将柱进样端截去 1~2cm，再重新安装。

△ 宽溶剂峰

1. 由于柱子安装不当，在进样口产生死体积：重新安装柱。
2. 进样技术差（进样太慢）：采用快速平稳进样技术。
3. 进样器温度太低：提高进样器温度。
4. 样品溶剂与检测相互影响（二氯甲烷/ECD）：更换样品溶剂。
5. 柱内残留样品溶剂：更换样品溶剂。
6. 隔垫清洗不当：调整或清洗。
7. 分流比不正确（分流排气流速不足）：调整流速。

△ 假峰

1. 柱吸附样品，随后解吸：更换衬管，如不能解决问题，就从柱进样口端去掉 1~2 圈，再重新安装。
2. 注射器污染：用新注射器及干净的溶剂试一试，如假峰消失，就将注射器冲洗几次。
3. 样品量太大：减少进样量。
4. 进样技术差（进样太慢）：采用快速平稳的进样技术

△ 过去工作良好的柱出现未分辨峰

1. 柱温不对：检查并调整温度。
2. 不正确的载气流速：检查并调整流速。
3. 样品进样量太大：减少样品进样量
4. 进样技术水平太差（进样太慢）：采用快速平稳进样技术。
5. 柱和衬套污染：更换衬套。如不能解决问题，就从柱进口端去掉 1~2 圈，并重新安装。

△ 基线不规则或不稳定

1. 柱流失或污染：更换衬套。如不能解决问题，就从柱进口端去掉 1~2 圈，并重新安装。
2. 检测器或进样器污染：清洗检测器和进样器。
3. 载气泄漏：更换隔垫，检查柱泄漏。
4. 载气控制不协调：检查载源压力是否充足。如压力 $\leq 500\text{psi}$ ，请更换气瓶。

5. 载气有杂质或气路污染：更换气瓶，使用载气净化装置清洁金属管。
6. 载气流速不在仪器最大/最小限定范围之内（包括 FID 用氢气和空气）：测量流速，并根据使用手册技术指标，予以验证。
7. 检测器出毛病：参照仪器使用手册进行检查。
8. 进样器隔垫流失：老化或更换隔垫

△ 同一根柱保留时间长短不一

1. 柱温太低或太高，检查并调整柱温。
2. 载气流速太低或太高，在柱出口处用适当的，经标定气源测量流速。
3. 样品器隔垫或柱泄漏，如必要，请检查并修复。
4. 柱污染或损坏，重新老化或更换柱
5. 样品超载，减少样品进样量。
6. 记录仪出毛病，检查记录仪。
7. 载气控制不协调，检查载气源，看压力是否足够。如压力 $\leq 500\text{psi}$ ，请更换气瓶。

六、柱的良好用法

1. 柱的使用温度要尽量比柱的耐热温度低，这样可以延长柱的使用寿命，减低检测器的噪声级。
2. 除去载气中氧（特别是使用极性柱时）。
 - 使用高纯度的气体（99.999%以上）
 - 气瓶更换时特别注意不要混入空气
 - 氧气净化器装在 GC 的前面
3. 不要使难于挥发的成分进入柱内。
 - 充分做好试样的前处理
 - 使用柱衬管和石英棉
 - 安短的前置柱，一次性使用（只毛细管柱）

七、毛细管柱的维护（维护方法）--除去柱内残留的难于挥发的成分

1. 柱的老化

柱温度上升到柱的最高使用温度，使高沸点成分气化驱除。（进行 1~2 小时，柱的检测器一侧连接不变的情况下监视基线。）

2. 除去受污染的柱入口部分

因难于挥发的成分碳化，用上述方法不能除去时，在注入口侧切掉 30~50cm。（使用可将柱切口切成直角的专用毛细管切割刀具）

3. 用溶剂清洗

在柱内流动少量的有机溶剂，溶解高沸点成分后除去。（累计达数 ml 的己烷、氯仿、丙酮等，）

注：毛细管柱的化学结合率通常不到 90%，因此洗掉了未化学结合的液相部分，保留时间

或分离效果有可能发生变化。

★检测系统

一、FID 的维护

氢火焰离子化检测器 (FID) 的检修

虽然根据使用条件不同而异,但是,经过长时间使用后,由于试样或液相蒸汽燃烧的生成物对电极部分(收集极或喷嘴的污染,因绝缘电阻下降而产生噪声或基线不稳定。发生这种情况时,清洗检测器可恢复到良好状态。但是由于 FID 是非常高灵敏度的检测器,如果清洗的方法不当或受清洗用溶剂污染,反而会因清洗使检测器状态变坏,务必注意。

FID 喷嘴部的检修

FID 喷嘴部在石英制的喷嘴尖端部装有带内径为 $\phi 0.3$ 孔的金属喷嘴帽。这个内径为 $\phi 0.3$ 的孔如被液相蒸汽等堵塞,或因石英喷嘴冲击等造成损坏时无法点火,即使点火,注入试样时也会马上熄灭,因此要经常确认石英喷嘴是否损坏,喷嘴帽的孔是否堵塞。喷嘴帽的孔堵塞时,可用比 $\phi 0.3$ 细的金属丝进行清理。

另外,在池座下部掉入杂物或尘埃、保温材料的碎片等时,FID 的基线上出现针刺状的噪声,因此池座下部应经常保持清洁。

☆ FID 的简单维护

FID,因附着高沸点成分或污垢,检测器污染时,如前述需要清扫,但如只是轻度污染时可用下列方法恢复。

1. FID 点火。
2. 氢流量增到通常时的 3 倍。(通常压力为 50kpa 时设定为 150kpa。)
3. 同样,空气流量也增至通常时的 3 倍。
4. 在 3 的状态下放置 30 分~1 小时后,恢复到通常的设定。

这种方法简单可行,1 次试用这种方法后,如果 FID 未恢复正常时,建议进行清扫。另外,客户请不要自己更换喷嘴等做清扫以外的事。必要时,请与维修工程师联系。

补充一发现 FID 的基线异常时,大多数是流路上的问题,请检查一下漏气或流量控制器和压缩机等。

二、TCD 的维护

TCD 作为气相色谱仪的检测器很早就存在,广泛用于气体分析,水分测定等。TCD 是利用载气与成分的导热系数的差进行测定钨丝的电阻变化,因此,TCD 的维护是**不使钨丝损伤**。这是一点。

特别是检测器部分存在空气的状态下,钨丝通电流时,由于空气中的氧,会导致钨丝氧化。最新的装置为防止这点装有保护电路,但是为防万一,须确认检测器部分流动的气

体完全置换成载气后钨丝再通电流。在 TCD 上的电流值根据 TCD 的温度和载气的不同有不同的上限。通常在此以上的电流时会损伤钨丝，因此必须遵守。另外，TCD 的灵敏度虽然通的电流越大，灵敏度越高，但在电流值大的状态下持续分析时会缩短灯丝寿命。请注意不要升高到需要以上的电流值。

其他情况，检测器温度设定很低或分析氯等腐蚀性气体时也会缩短钨丝寿命。
若钨丝有损伤时，请与维修工程师及时联系！

三、ECD 的维护

ECD 是可以非常高灵敏度检测卤化物等亲电子性化合物的检测器，操作时须非常小心。

1. 使用的气体
2. 装置的准备

气化室或柱必须事先充分老化。装在柱上的石墨压环也需使用经老化过的。温度设定时请在最初时上升检测器温度。

【注意】 为避免 ECD 池污染，检测器温度需比柱箱温度高 20-50℃ 以上。

【注意】 1. 柱箱比检测器升温快，气相色谱仪启动时，柱温箱温度，试样气化室温度请设定在室温附近。

2. 与其它检测器不同，ECD 根据成分，检测灵敏度取决于检测器温度。定量分析时，每次设定应相同。

3. 分析时对试样的注意事项

(1) 来自生物的试样应尽量清洗干净后，导入气相色谱仪。

(2) 请不要使用四氯化碳或氯仿等强亲电子性化合物作溶剂。峰超过量程，需花费时间等待基线再稳定。

4. 装置的停止方法

在装置停止时，也要注意先降柱温，再降检测器的温度以保证来自柱的液相或杂质在停止后不附上检测器。

在使用液相量多的填充柱时，装置停止后让载气及尾吹气继续流动，使装置处于稳定状态下使用。

- 【注意】
1. 装置长期停止使用时, 务请关闭载气钢瓶总阀。
 2. ECD 不使用时, 也要把 ECD 池的柱接头堵死。利用尾吹气的气流, 可使池和流路保持清洁。

使 ECD 池保持更加清洁

为了保持 ECD 池更加清洁的注意事项如下所示：

1. 使用耐热温度高的柱 ECD 池主要是由于附着柱的液相而污染，建议使用耐热温度高的柱。另外，在比柱耐热温度低 20-30℃ 的温度下使用，可使 ECD 耐用。
2. 使用液相量少的柱 与 1 相同，为了防止 ECD 池附着液相，应尽量使用液相量少的柱。毛细管柱时问题不大，但填充柱时须注意。
3. 使用充分老化的柱 为了 ECD 池附着杂质，请把使用的柱进行充分老化，另外，老化时柱不要接 ECD，这样可使 ECD 池耐久使用。

-
- | | |
|-----------------|---|
| 4. 试样气化室充分老化 | 与 3 的柱相同, 检验试样气化室(玻璃衬管)的污染, 并请进行充分老化。 |
| 5. 减少载气和尾吹气的杂质 | ECD 的载气, 尾吹气请用高压气瓶装的高纯度气体。另外, 请使用干净的流路部件(配管部件, 流量控制器等)。载气过滤器, 氧气脱氧管也具有去杂质的效果。 |
| 6. ECD 池进行定期老化 | ECD 的最高使用温度在 350°C 左右, 在与柱连接的情况下进行老化时, 请将柱温设定以下值:
毛细管柱时: 最高使用温度
填充柱时: 最高使用温度以下 30°C |
| 7. 设定检测器温度要高 | 设定检测器温度比柱箱温度高 120-150°C 以上, ECD 的最高使用温度在 350°C。 |
| 8. 连续转动时, 温度要下降 | 使用 ECD 分析时, 常常进行连续分析, 这时如果柱温一直升高不降时, 特别是填充柱的液相大量飞溅, 附着 ECD 上。连续转动时, 应降低柱温, 气化室温度。但必须使尾吹气, 载气继续流动。 |

四、FPD 的维护

FPD(火焰光度检测器)是分析含 S, P 化合物的高灵敏度, 高选择性的检测器。广泛应用于环境, 食品中的 S, P 农药残留的测定。当含有 S, P 化合物在富焰(H₂与 O₂体积比 >3)中燃烧时, 伴有化学发光效应, 分别发射出(350~480) nm 和(480~600) nm 的一系列特征波长; 其中 394nm 和 526nm 分别为含 S 和含 P 化合物的特征波长。光信号经滤波, 放大便可得到相应的谱峰。以前一直将 FPD 作为 S 和 P 化合物的专用检测器, 后由于 NPD 检测器对 P 的灵敏度高于 FPD, 而且更可靠, 因此 FPD 现今多只作为 S 化合物的专用检测器。

FPD 与 FID 一样是燃烧试样型的检测器, FPD 长时间分析含高沸点成分或难于挥发成分的试样时, 这些成分会附着在检测器部分, 或附着污垢, 这是产生鬼峰和噪声的原因, 因此, 主要的维护是清洗。

注: 请仔细阅读您身边的说明书后再进行清洗, 若有不明白的地方请于您就近的售后服务点联系。

五、NPD 的维护

NPD 是对氮化合物, 磷化合物高灵敏度的检测器, 具有选择性强, 线性范围宽的优点, 它已成为目前测定含 N 有机物最理想的气相色谱检测器。对含 P 的有机物, 其灵敏度也高于 FPD, 而且结构简单, 使用方便。

操作条件的影响

1. 极化电压的影响

与 FID 相似, 电压增加, 输出信号也增加, 电压绝对值大于 -180V 时, 响应值基本不变。

2. 铷铯温度的影响

加热电流决定钨铼的表面，当温度 $<600^{\circ}\text{C}$ 时，输出信号很小。温度升高，输出信号相应增加，一般调至 $(700-900)^{\circ}\text{C}$ 为宜。温度过高，基流和噪声迅速增加，钨铼寿命也会锐减。

3. 空气流量的影响

空气流量的增加，钨铼表面温度降低，输出信号相应降低。

4. 氮气流量的影响

氮气流量过高，钨铼表面温度降低；氮气流量过低不利于组分参加反应，这会使响应值降低，所以须通过实验选定最佳值。

5. 氢气流量的影响

氢气流量增加可以增加冷焰反应的机率，钨铼温度也会提高，因此氢气流量稍有增加，输出信号会成倍增加。但必须小于最低着火流量。

注意事项：

- ★ 使用毛细管柱时，载气使用氦气时峰的分離良好。另外，使用填充柱时，载气用氦气可提高 NPD 灵敏度。
- ★ 使用毛细管柱时，尾吹气使用氦气时可提高 NPD 灵敏度。
- ★ 为了减小空气流量的变动，使用空气高压储气钢瓶为好。
- ★ 背景电流设定的值过大时，会缩短碱源的使用寿命。
- ★ 色谱柱的固定液绝对避免使用氰类（如 XE-60，OV-25）。
- ★ 色谱柱在安装前必须经过充分老化。
- ★ 装置长期搁置不用时，必须关闭空气钢瓶总阀。
- ★ 在灯丝通电的情况下连续运转，碱源的寿命相应缩短，不分析时尽量灯丝不要通电。
- ★ 为了防止检测器污染，检测器温度应比柱温箱温度高 30°C 左右，务请注意。

★气相色谱仪如何安装调试

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，而且仪器使用电源应尽可能不与大功率耗电量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 为了除去各种气体中可能含有的水份，灰份和有机气体成份，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

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. 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。

6. 把气路、仪器等按上述接好，便可进行下面检查和调试工作。

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，并检查是否有异样声响，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。

★气相色谱常见问题的问答

■ 气相色谱仪温度失控是什么原因造成的？

1. 仪器温控部件老化或本身质量就有问题。
2. 使用温度比较高，时间一长就容易造成加热丝和铂电阻坏。
3. 仪器使用的电压不稳，从而使温控部件工作不正常。
4. 仪器被雷击，电路损坏，所以仪器接地要良好。

■ 气相色谱仪在使用一段时间后，其灵敏度降低了，其原因？

1. 进样器是否漏气了。
2. 柱子连接端口是否有漏气，火焰太大。
3. 进样针是否坏了，特别是使用 1ul 的进样针，在粘度较大的样品时时常会出现。
4. FID 中喷嘴有漏气，火焰太大。
5. 在使用毛细管柱时，分流端漏气，尾吹堵或漏气也会使灵敏度降低。
6. TCD 中电流的下降。
7. FID 中极化线圈被氧化。
8. TCD 中钨丝氧化不平衡。

■ 气相色谱仪在样品时，平行性不好，可能是什么原因？

1. 进样垫不好，也就是说进去的样品量不准了和样品有流失。
2. 进样技术有关，进样速度必须快，注射器针尖要插到底，动作要熟练，每次动作要力求重复。
3. FID 检测端喷嘴有污染和损坏，以及火焰没有调整好时也会造成重复性不好。
4. 柱子污染，特别是毛细管柱比较容易污染。
5. 柱子选型没选好，或材质不对。
6. 柱子的寿命将近。
7. 柱子装的位置不对。
8. 载气的气流比没调好，毛细管的气流调节特别重要。
9. TCD 钨丝有污染，不平衡。
10. 峰的分离度不够，也会因峰切割的不同造成含量不重复。

■ 我在使用热导时应注意哪些问题呢？

1. 不能在无载气通过的情况下打开仪器，更不能升温加上电流，否则会烧坏钨丝。
2. 打样品时应时刻注意硅胶垫的松紧度，很松后马上把电流设为 0，然后换新的硅胶垫。
3. 在每次开机前都应检查热导池出口有无气出来，没有的话应排除故障而不能开机。
4. 定期的老化柱子。
5. 测试样品时热导池的温度应比柱温高，以免样品在热导池中凝固。
6. 设定电流时，要看热导池检测器的温度，一般温度高低与电流大小成反比。以载气流速及检测器的温度和电流曲线为准。电流的设定还与载气分子量的大小成反比。
7. 载气要做到先开后关。
8. 柱子连接端千万不能漏气，否则导致基线漂移。

■ 从哪些方面可以简单判别毛细柱子的热稳定性好坏？

1. 分配容量（或容量因子）K，好的柱子在高温运行后，分配因子不应明显下降。
2. 理论塔板数 N，好的柱子经受高温运行后，理论塔板数应基本保持不变。
3. 柱子的极性，热稳定性好的柱子在高温前后极性变化不大，表现在保留指数 I 变化不大。
4. 噪声，热稳定性好的柱子在高温前后噪声不能增加。
5. 柱子的去活层，毛细管柱子涂固定液前内部一般要用去活性试剂去活以增加惰性。质量好的毛细管柱子高温后，去活层不应有变化，表现在对强极性样品或强酸性样品的吸附性不能增加。

■ 为什么进样器内的玻璃衬管会对色谱行为造成影响？

进样器内的玻璃衬套主要作用有：

1. 提供一个温度均匀的汽化室，防止局部过热。
2. 玻璃的惰性比不锈钢好，减少了在汽化期间样品分解的可能性。
3. 易于拆换清洗，以保持清洁的汽化室表面，一些痕迹非挥发性组分会逐渐积累残存于汽化室，高温下会慢慢分解，使基流增加，噪声增大，通过清洗玻璃衬套可以消除这种影响。

■ 高温毛细管柱的使用寿命一般为多长？

毛细柱寿命除决定于柱子本身的性能外，在很大程度上取决于使用情况，比如使用温度、样品状态，进样量等，如果在其使用温度范围内，样品干净，色谱柱不被污染的情况下，柱子寿命一般在 2—3 年之间。

★常用分析用书目录

序号	图书名称	价格	序号	图书名称	价格
001	实用高效液相色谱方法的建立	98.00	024	毛细管电泳技术及应用(第二版)	39.00
002	离子色谱原理及应用	20.00	025	色谱在药物分析中的应用	39.00
003	农药质量快速鉴别手册	26.00	026	色谱柱技术(第二版)	38.00
004	药物分析与检验技术	29.00	027	离子色谱方法及应用(第二版)	39.00
005	化验员读本(上)第四版	26.00	028	平面色谱方法及应用(第二版)	39.00
006	化验员读本(下)第四版	34.00	029	制备色谱技术及应用	26.00
007	化验员习题集(第二版)	36.00	030	色谱在食品安全分析中的应用	38.00
008	化验员实用手册(第二版)	168.00	031	液相色谱检测方法(第二版)	35.00
009	常用中药材 HPLC 指纹图谱测定技术	48.00	032	气相色谱在石油化工中的应用	35.00
010	高效液相色谱仪器系统	32.00	033	色谱定性与定量	24.00
011	HPLC 系统的故障排除	10.00	034	平面色谱方法及应用	26.00
012	离子色谱方法及应用(第一版)	25.00	035	气相色谱方法及应用	22.00
013	毛细管电泳技术及应用(第一版)	18.00	036	离子色谱方法及应用	25.00
014	分析化学手册(1)基础化学与安全知识	90.00	037	色谱分析概论	20.00
015	分析化学手册(2)化学分析	90.00	038	高效液相色谱方法及应用	23.00
016	分析化学手册(3)光谱分析	170.00	039	气相色谱检测方法	27.00
017	分析化学手册(4) 电化学分析	86.00	040	液相色谱检测方法	25.00
018	分析化学手册(5) 气相色谱分析	160.00	041	色谱分析样品处理	24.00
019	分析化学手册(6)液相色谱分析	105.00	042	色谱柱技术	25.00
020	分析化学手册(7)核磁共振波谱分析	125.00	043	色谱仪器维护与故障排除	24.00
021	分析化学手册(8)热分析	78.00	044	毛细管电泳技术及应用	18.00
022	分析化学手册(9)质谱分析	160.00	055	色谱联用技术	22.00
023	分析化学手册(10)化学计量学	110.00	056	色谱分析概论(第二版)	38.00

★ 更多的问题解答请登入科晓网站，或致电科晓分析技术部！

我们永远是您最忠诚的朋友！

杭州科晓化工仪器设备有限公司（本部）

地址：杭州市文三路 199 号

电话：0571-56803999

传真：0571-88086641

杭州科晓化工仪器设备有限公司合肥分公司

地址：合肥市宿松路南园新村 23 幢 110 室

电话：0551-3633520

传真：0551-3639013

杭州科晓化工仪器设备有限公司苏州分公司

地址：苏州市学士街 25 号 胥门大厦 306 室

电话：0512-65193658

传真：0512-65194166

杭州科晓化工仪器设备有限公司济南分公司

地址：济南市华能路 19 号 446 室

电话：0531-88034128 88039532

传真：0531-88035501

杭州科晓化工仪器设备有限公司广州分公司

地址：广州市先烈中路 102 号华盛大厦南塔

电话：020-37664004 37664024

传真：020-37663473

杭州科晓化工仪器设备有限公司沈阳分公司

地址：沈阳市和平区南京北街 107 号

电话：024-22837877 22837577

传真：024-22833828

杭州科晓化工仪器设备有限公司青岛办事处

地址：青岛市辽宁路 228 号科技大厦 1019 号

电话：0531-88080370

传真：0532-88080375

杭州科晓化工仪器设备有限公司郑州办事处

地址：郑州市金水区经三路北 63 号

电话：0371-65737352

传真：0371-65737352

www.kexiao.com