

探讨气相色谱仪的维护和保养

杨力

(南昌市检验检测中心 江西 南昌 330000)

摘要: 在工业生产中, 气相色谱仪属于较为关键的技术设备, 发挥着定性、定量分析的作用, 应用十分广泛。为了使其运行的稳定性和正常性得到保证, 必须高度重视其日常的管理和维护, 操作人员必须牢牢掌握故障的判断和维修技术, 以便第一时间找到仪器发生故障的位置, 采取相应措施给予维修。对此, 本文主要对气相色谱仪的维护和保养进行了探讨, 以供参考。

关键词: 气相色谱仪; 维护和保养; 重要意义

0 引言

气相色谱仪类型多种多样, 但无论何种类型的气相色谱仪, 其基本结构均相同, 主要由六大系统组成, 即数据处理系统、温控系统、监测系统、分离系统、进样系统和气路系统。气相色谱仪是一种精密仪器, 只有合理维护和保养, 才可以确保仪器始终保持正常运行状态, 保证测定结果准确、可靠。所以, 分析工作人员加深对气相色谱仪的日常维护和保养措施的了解, 是其必须做好的工作。

1 气相色谱仪常见故障原因和预防方法

1.1 常见故障原因

据相关统计调查可知, 在操作色谱仪过程中出现的故障, 有一半是因为异常操作、误操作、滥操作引发的。在最初接触色谱仪的时候, 很容易出现错误操作的问题, 但最主要的问题是**不能按照仪器保养、维护涉及到的相关要求进行操作, 比如无论何种样品均进样; ECD 永久性放置在仪器上, 不通气, 长时间干加热; 不将载气断开便更换注射垫; 不通载气便打开仪器。

1.2 预防方法

要在提高仪器工作效率的基础上减少使用成本, 需要秉承预防为主的基本原则, 不能待仪器发生故障后再去解决。仪器故障的预防可以从下述几个方面入手: 首先, 务必要按照仪器安装说明书要求展开操作, 在固定的时间将仪器维护和保养工作切实做好; 其次, 结合自身实际情况, 在操作规范中纳入注意事项以及能预防故障的方法, 尤其是易损件, 严禁报废时再更换; 再次, 充分了解分析方法与任务的要点和特点, 尤其要注意分离色谱柱、进样系统、进样要求、样品处理等问题, 如第一时间对色谱柱进行更换, 避免样品处理方式出现错误; 最后, 所有仪器都有其固有性能, 出厂的时候便已经确定, 如果使用时间过长, 就会导致主要性能指标出现下降的情况, 能否正确、合理使用仪器直接影响着其衰退速度。要延长仪器使用寿命, 应做好日常维护以及保养工作。

2 气相色谱仪的维护和保养方法

2.1 气路系统的维护和保养

气路系统的主要组成部分有捕集阱、连接头、气体管线、减压阀、钢瓶以及流量控制装置等。就气相色谱仪来说, 气

路系统的气体尤为重要。所以, 针对气路系统的维护和保养, 应切实做好下述几个方面:

①氧气等相关污染物会顺着塑料管渗出, 进而需要在连接过程中运用不锈钢等相关材质的管线, 还应保证管线干净。具体运用时, 需要运用甲醇将其冲洗干净, 然后通过载气吹干。

②保证气体的纯度超过 99.999%。通常状况下, 钢瓶内涉及到的气体包含一定的水分、烃类化合物以及氧气, 在水的作用下, 会对电子流量控制装置、检测器(电子捕获检测器)、色谱柱, 尤其是极性色谱柱造成损害, 对其使用寿命造成极大的影响; 氧气则会破坏色谱柱固定相, 降低电子捕获检测器性能; 烃会提高检测器本底输出, 提高噪声。安装以及在固定的时间换水、烃捕集阱, 定期检查接头的紧密性, 可使氧、烃、水造成的相关影响得到有效降低。

③确保气体使用压力的适宜性。长时间的高压会破坏电子流量控制装置。

2.2 进样系统的维护和保养

要确保气相色谱分析结果的准确性, 首先应在色谱系统中引入样品, 同时让样品有效气化, 之后借助载气迅速把样品“扫进”色谱柱。

2.2.1 气化室进样口的维护和保养

仪器使用时间较长之后, 会积累诸多硅橡胶微粒, 这些微粒会堵塞进样口, 或因为气源并未彻底净化进而污染进样口, 这时候应及时清理进样口。首先, 应从进样口将色谱柱和散热片拆下, 把管道和接头部件中的硅橡胶微粒清除干净。之后用蒸馏水以及丙酮一一清洗接头和管道部件, 同时将其吹干, 之后安装好拆下的部件, 最后对气密性进行检查。

2.2.2 微量注射器的维护和保养

运用微量注射器前, 需要利用丙酮对其予以全面的清洗, 使用后也应马上将其清洗干净, 避免样品内包含的高沸点物质对芯子造成污染, 导致出现堵塞的情况。同时, 需要杜绝通过重碱性溶液进行清洗, 防止不锈钢零件出现腐蚀后漏水、漏气, 亦或是玻璃被腐蚀之后出现失重的情况; 若注射器针尖属于固定的, 那么就无法吸取过多的悬浮物质, 当针尖产生堵塞的状况后, 可以使用 $\Phi 0.1\text{mm}$ 的不锈钢丝串通; 注射器内冷凝了部分高沸点样品, 不能强制性抽动拉杆,

防止磨损或卡住而导致损坏问题出现;若是发现注射器中有不锈钢氧化物进而不能正常使用的时候,可以将少许肥皂水蘸在不锈钢芯片上,之后塞进注射器中,反复抽拉几次便能去掉,之后清洗干净便可;注射器的针尖不适合在温度较高的环境中工作,更不能用火烧,否则会因为针尖退火导致其传戳能力丧失。

2.2.3 六通阀的维护和保养

在使用六通阀的过程中,应防止进入带有小颗粒的固体杂质,不然在转动阀盖或抽拉阀杆的时候,固体颗粒会带给阀体伤害,导致漏气问题出现,使用一段时间之后,应以结构装拆要求为基础拆卸,并进行清洗。

2.3 分离系统的维护和保养

色谱柱是分离系统的重要组成部分,其主要作用是分离多组分的样品,将其转变为单一组分的样品。第一,在使用新装的色谱柱前必须进行老化。第二,新买的色谱柱务必要在对样品进行分析前,先对柱性能合格与否进行测试。随着时间的推移,色谱柱的柱性易发生改变,当分析结果存在问题时,应借助测试标样对色谱柱进行测试,同时对比此次结果和前一次的测试结果,这对确定色谱柱是否存在问题极为有利,以更好地运用有效措施解决故障。应保存好所有测试结果,将其当作色谱柱寿命的参考依据。第三,暂时不用色谱柱的时候,应在仪器上把其拆下,利用橡胶进行封堵,亦或是在柱的两端套上不锈钢帽,并放置到柱包装盒内,防止柱头出现污染的情况。第四,在关机前应降低柱温,使其不超过 50℃,之后再载气和电源关闭。第五,就毛细管色谱柱来说,若是运用一段时候之后柱效能减弱,此现象通常表示流失了太多的固定液,也可能是由于高沸点极性化合物的吸附,使得色谱柱具备的分离能力发挥不出效果,对此可在高温环境中,通过载气对污染物进行冲洗。如果无法恢复柱性能,便要从仪器上将柱子拆下,截去 10cm 或更长的柱头,去除容易被污染的柱头,再安装调试。若依然发挥不出良好的作用,那么可通过注射溶液反复进行清洗。一般来说,此方法可以获得良好效果。

2.4 检测系统的维护和保养

现阶段,运用最为广泛的气相色谱仪指的是氢火焰离子化检测器(FID)。检测器被污染了之后,若情况较轻只会导致噪声加大,亦或是灵敏度降低,严重会导致不能正常点火。氮气、空气和氢气直接影响着检测器的灵敏度,当上述三种气体的比例为 1:10:1 的时候灵敏度最佳,氢气燃烧生成水,对此点火的过程中检测器温度应高于 100℃,为了保险起见,通常超过 150℃才可以点火。

清洗可以有效消除污染,主要是对气路通道和喷嘴表面进行清洗。具体而言,清洗指的是拆下绝缘片、收集极、喷嘴,依次用乙醇、氯仿、丙酮浸泡,并进行 10min 超声

清洗。同时,还可通过不锈钢穿过喷嘴小孔,并对不锈钢丝进行反复拉动,亦或是利用酒精灯将喷嘴油状物烧掉,可以将污染清洗干净。有时使用一段时间后,喷嘴表面会累积一层黑色物,会对其灵敏度造成影响,可以使用细砂纸对表面轻轻打磨,以除去黑色物,清洗后再将其烘干,最后安装使用。

2.5 温控系统的维护和保养

温控系统是气相色谱仪极为重要的一部分,其常见故障有不能根据既定的温度加热或不能正常加热等,这时候必须检查仪器的外观以及仪器温度的设定值,若是发现保险丝快要熔断或已熔断,必须第一时间断电更换。同时,还要借助万用表等设备检查温度传感器是否正常和电阻丝中有无短路问题,只要发现问题,需要马上更换加热电阻丝,同时向维修工人发出通知,让其立即维修或更换温度传感器。

2.6 数据处理系统的维修和保养

在气相色谱分析中数据处理系统占据着极为重要的位置,尽管其在检测与分离中贡献不大,但数据处理系统收集的数据充分体现了检测器性能以及分离效果的好坏,因此,数据处理系统的基本功能是随着时间的变化曲线绘制检测器输出的模拟信号。现阶段,色谱工作站是常用的一种数据处理装置,由一台微型计算机对色谱仪进行控制,具有采集和处理数据的系统,主要组成部分有软件和硬件,两者均要满足定量和定性分析结果处理的要求。

3 结语

总而言之,在筛查污染物和农药残留等方面,气相色谱仪的检测效果十分显著,可检测物品内涉及到的有机磷、有机氯等,并且检测效率和可靠性强。但是,在实际运用方面,气相色谱仪涉及到的技术要求较高,只要出现故障需要花费诸多的维修费。所以,应重视对仪器故障预防方式的全面分析,落实好日常维护保养工作,确保仪器监测状态的良好性,确保检测结果的准确性。

参考文献:

- [1] 郭晓琰. 气相色谱仪在食品安全检测中的应用及其维护与维修[J]. 现代食品, 2020(07):126-127+133.
- [2] 李林桃. 在线气相色谱分析仪的故障分析与处理[J]. 仪器仪表标准化与计量, 2019(03):37-39.
- [3] 蔡俊泽. 气相色谱仪在使用过程中的故障分析与处理措施[J]. 当代化工研究, 2018(12):84-85.
- [4] 谢和益. 浅谈气相色谱的日常维护[J]. 广州化工, 2018,46(19):98-99+102.
- [5] 李瑞, 青青, 夏宝丁, 沈超. 气相色谱仪常见故障分析及日常维护[J]. 计量与测试技术, 2018,45(02):92-95.
- [6] 贺连香. 气相色谱仪的使用与日常维护技术[J]. 海峡科技与产业, 2018(02):66-68.