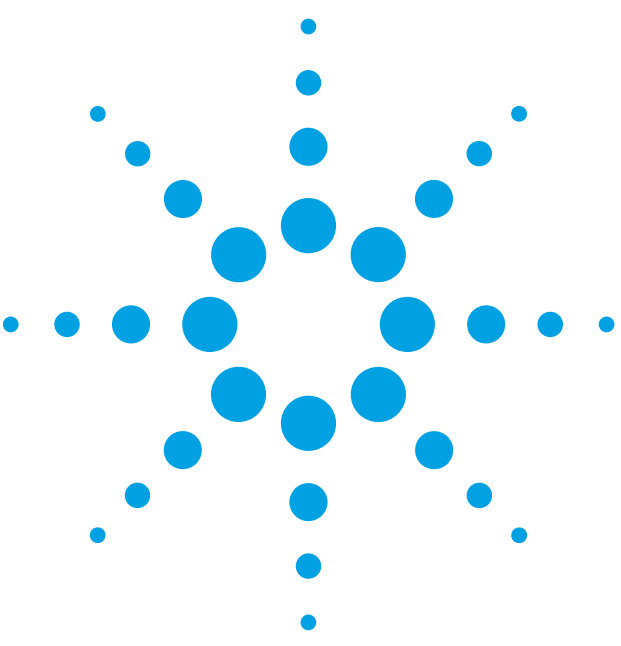


Краткое руководство по устранению неисправностей при работе с газовой хроматографией

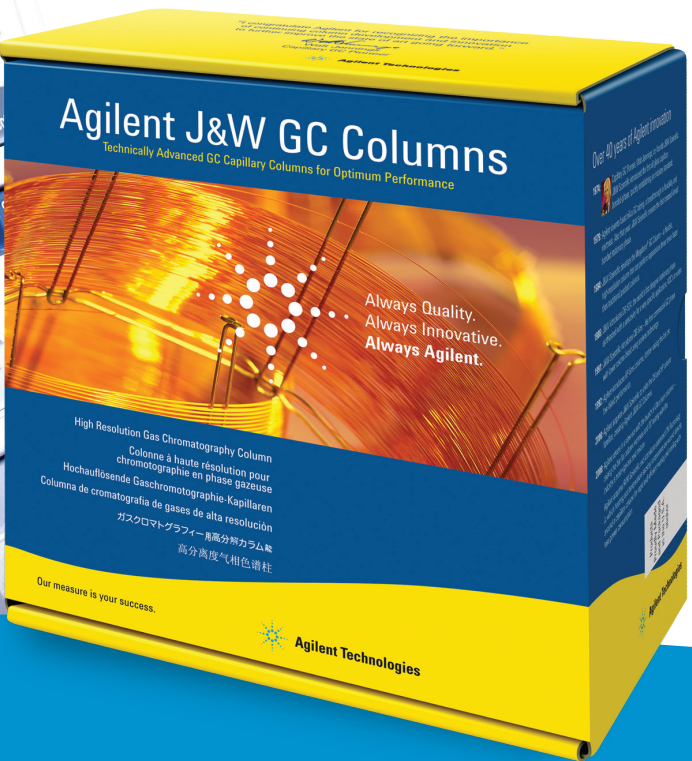
Поможет решить проблемы и сохранить производительность



ЗНАЧИТЕЛЬНО
ЛУЧШАЯ
ГХ

Решения компании Agilent для ГХ обеспечивают высочайший уровень аналитической эффективности и производительности. С ними вам гарантирована легендарная надежность и квалифицированная техническая поддержка Agilent.

Узнайте, почему компания Agilent является мировым лидером в области газовой хроматографии, посетив сайт www.agilent.com/chem/genuinelybetter



Посмотрите видеоролики Agilent об устранении неисправностей в системе ГХ: www.agilent.com/chem/gctroubleshooting

Загрузите приложение Agilent для iPhone для расчета давления и потока в ГХ: www.agilent.com/chem/GCapp

Чтобы получить техническую поддержку Agilent, посетите сайт www.agilent.com/chem/techsupport

Чтобы узнать больше о колонках Agilent для ГХ J&W, посетите страницу www.agilent.com/chem/mygccolumns

Проверка основных параметров

Удивительно, какое количество проблем может быть вызвано недостаточным вниманием к параметрам и составляющим компонентам системы ГХ или этапам анализа. Многие из них воспринимаются как нечто неизбежное — достаточно настроить один раз и можно забыть. Однако необходимо регулярно проверять перечисленные ниже параметры.

- Газы: давление, средняя линейная скорость газа-носителя и скорость потока (очистка детектора, разделительного клапана, септы)
- Температура: колонка, инжектор, детектор и соединительные трубки
- Параметры системы: продолжительность продувки, контроль пламени детектора, массовый диапазон и др.
- Газовые трубки и ловушки: чистота, протечки и выдыхание
- Расходные материалы инжектора: септы, лайнеры, уплотнительные кольца
- Целостность пробы: концентрация, распад, растворитель
- Шприцы: методы обработки, протечки, острота иглы и чистота
- Система сбора и обработки данных: настройки и подключения

Контроль остаточных загрязнений испарителя

Проведите этот тест, если предполагаете, что возникло загрязнение испарителя или газа-носителя (например, при появлении артефактов на хроматограмме или нестабильности базовой линии).

- Оставьте ГХ на 8 часов или более при температуре 40–50 °С.
- Проведите холостой анализ (т. е. запустите ГХ, но не вводите пробу) при нормальных температурных условиях и настройках прибора.
- Получите хроматограмму холостого анализа.
- Повторите холостой анализ сразу же после завершения первого (не позже, чем через 5 минут после завершения первого анализа).
- Получите хроматограмму второго холостого анализа и сравните ее с первой.
- Если вторая хроматограмма содержит значительно больше пиков, а базовая линия менее устойчива, значит загрязнена входная трубка газа-носителя или сам газ-носитель.
- Если вторая хроматограмма содержит небольшое количество пиков, а колебание базовой линии невелико, значит газ-носитель и входящая трубка газа-носителя относительно чистые.

Артефакты на хроматограмме

Возможная причина	Решение	Примечания
Загрязняющие вещества в пробе	Очистите пробу или растворитель	Загрязнитель, попавший в пробу в процессе отбора или присутствовавший в растворителе
Загрязнение испарителя	Очистите инжектор, замените лайнер, уплотнения и септу	Попробуйте провести тест на загрязнение испарителя, возможно, потребуются очистка газовых трубок. Примите меры, чтобы предотвратить обратную продувку пробы (уменьшите объем ввода, снизьте температуру испарителя, используйте лайнер большего объема)
Износ септы	Замените септу	Используйте высококачественные септы, соответствующие температуре испарителя
Загрязнение пробы перед вводом в ГХ	Проверьте этапы обработки пробы (очистка, обработка, передача или хранение)	Обычно возникает после замены газового баллона
Загрязнение низколетучими веществами	Прогрейте колонку. Проверьте на возможность загрязнения испаритель, газ-носитель и трубки для газа-носителя	Ограничьте прогревание 1–2 часами. Только для притягив и поперечно-сшитых фаз

Чрезмерный шум базовой линии

Возможная причина	Решение	Примечания
Загрязнение испарителя	Очистите инжектор, замените лайнер, уплотнения	Попробуйте провести тест на загрязнение испарителя, возможно, потребуются очистка газовых трубок
Загрязнение колонки	Прогрейте колонку Промойте колонку растворителем	Ограничьте прогревание 1–2 часами Только для притягив и поперечно-сшитых фаз Проверьте испаритель на загрязнение
Загрязнение детектора	Очистите детектор	Обычно шум увеличивается со временем, а не внезапно
Загрязненный или некачественный газ	Используйте газы более высокого качества, проверьте на наличие утечки газа	Обычно возникает после замены газового баллона
Колонка вставлена слишком глубоко в детектор	Повторно установите колонку	Обратитесь к руководству по ГХ, чтобы узнать верное расстояние ввода
Неверная скорость потока газа в детекторе	Установите рекомендуемые значения скорости потока	Обратитесь к руководству по ГХ, чтобы узнать верное значение скорости потока
Протечка при использовании МС, ЗЗД или ДТП	Найдите и устраните протечку	Обычно на фитингах колонки или в инжекторе
Старая нить накаливания детектора, лампа или фотоэлектронный умножитель	Замените соответствующую деталь	
Износ септы	Замените септу	Используйте подходящую септу в случае высокотемпературных анализов

Нестабильность или помехи на базовой линии

Возможная причина	Решение	Примечания
Загрязнение испарителя	Очистите инжектор	Попробуйте провести тест на загрязнение испарителя, возможно, потребуются очистка газовых трубок
Загрязнение колонки	Прогрейте колонку	Ограничьте прогревание 1–2 часами
Нестабильность детектора	Обеспечьте стабилизацию детектора	Некоторые детекторы могут потребоваться до 24 часов для полной стабилизации
Недостаточно кондиционированная колонка	Откондиционируйте колонку	Более важно для анализа следовых количеств
Изменение скорости потока газа-носителя во время анализа	Во многих случаях это нормально	МС, ЗЗД и ДТП реагируют на изменение скорости потока газа-носителя

Пики с размытым фронтом

Возможная причина	Решение	Примечания
Перегрузка колонки	Сократите массовое количество анализа в колонку. Снижите объем ввода, разбавьте пробу, увеличьте коэффициент разделения	Наиболее частая причина пиков с размытым фронтом
Неверная установка колонки	Повторно установите колонку в инжектор	Обратиться к руководству по ГХ, чтобы узнать верные параметры установки
Метод ввода	Измените метод	Проблема обычно связана с неравномерным вдавливанием поршня или наличием пробы в игле шприца. Используйте автосамплер
Соединение сильно растворимо в растворителе	Выберите другой растворитель. Может помочь использование предколонки	Более важно для анализа следовых количеств
Смешанный растворитель пробы	Замените растворитель пробы	Хуже всего в случае растворителей с большой разницей полярности или точек кипения

Пики с размытым тылом

Возможная причина	Решение	Примечания
Загрязнение колонки	Обрежьте колонку Промойте колонку растворителем	Удалите 0,5–1 метр от передней части колонки Только для притягив и поперечно-сшитых фаз Проверьте испаритель на загрязнение
Активность колонки	Необратимо. Замените колонку	Влияет только на активные соединения
Неподходящая полярность фазы растворителя	Замените на простой растворитель пробы	Дополнительное размывание тыла пиков раннего элюирования или ближайших к фронту растворителя
Нарушение влияния растворителя для ввода без деления или прямого ввода в колонку	Используйте предколонку Снизьте исходную температуру колонки	Достаточно 3–5 метров предколонки Размытие тыла пиков снижается при удерживании
Слишком низкий коэффициент разделения	Увеличьте коэффициент разделения	Скорость потока от разделительного клапана должна быть 20 мл/мин или больше
Неверная установка колонки	Повторно установите колонку	Дополнительное размывание тыла пиков раннего элюирования
Некоторые активные соединения всегда дают размытые тыла пика	Отсутствует	Часто встречается в случае аминокислот и карбоновых кислот

Раздвоение пиков

Возможная причина	Решение	Примечания
Метод ввода	Измените метод	Проблема обычно связана с неравномерным вдавливанием поршня или наличием пробы в игле шприца. Используйте автосамплер
Смешанный растворитель пробы	Замените на простой растворитель пробы	Хуже всего в случае растворителей с большой разницей полярности или точек кипения
Неверная установка колонки	Повторно установите колонку	Чаще всего — значительная ошибка в расстоянии ввода
Распад пробы в инжекторе	Снизьте температуру инжектора Используйте прямой ввод в колонку	При слишком низкой температуре возможно расширение пика или удлинение среза Требуется инжектор для прямого ввода в колонку
Плохая фокусировка пробы	Используйте предколонку	Для ввода без деления и прямого ввода в колонку

Изменение времени удерживания

Возможная причина	Решение	Примечания
Изменение скорости газа-носителя	Проверьте скорость газа-носителя	Все пики сместятся в одном направлении примерно одинаково
Изменение температуры колонки	Проверьте температуру колонки	Не все пики сместятся одинаково
Изменение размеров колонки	Проверьте идентичность колонок	
Значительное изменение концентрации соединения	Попробуйте использовать пробы с разной концентрацией	Может повлиять также на соседние пики. Перегрузку пробы можно скорректировать, увеличив коэффициент разделения или разбавив пробу
Протечка инжектора	Проверьте инжектор на протечку	Обычно сопровождается изменением размера пика
Загрязнение газовой трубки	Очистите или замените засорившуюся трубку	Чаще возникает в случае разделенных трубок; проверьте также регуляторы потока и соленоиды
Протечка септы	Замените септу	Проверьте иглу на наличие повреждений
Неподходящий растворитель пробы	Замените растворитель пробы Используйте предколонку	Для ввода без деления потока

Изменение размера пика

Возможная причина	Решение	Примечания
Изменение отклика детектора	Проверьте скорость потока газа, температуру и настройки Проверьте фоновый уровень или шум	Влияние на пики может быть неравномерным Может быть вызвано загрязнением системы, а не детектора
Изменение коэффициента разделения	Проверьте коэффициент разделения	Влияние на пики может быть неравномерным
Изменение времени продувки	Проверьте линию продувки	Для ввода без деления потока
Изменение объема ввода	Проверьте метод ввода	Объемы ввода непостоянны
Изменение концентрации пробы	Проверьте концентрацию пробы	Изменения могут быть вызваны также распадом, испарением или колебаниями температуры или pH пробы
Протечка шприца	Используйте другой шприц	Протечки проб за поршнем или вокруг иглы; протечки не всегда видны сразу
Загрязнение колонки	Обрежьте колонку Промойте колонку растворителем	Удалите 0,5–1 метр от передней части колонки Только для притягив и поперечно-сшитых фаз
Активность колонки Колонирование	Необратимо Измените температуру колонки или неподвижную фазу	Влияет только на активные соединения Снизьте температуру колонки и проверьте форму пика
Сбой режима деления потока	Поддерживайте одинаковые параметры инжектора	Хуже всего влияет на ввод с делением потока
Обратный ход пробы	Вводите меньший объем, используйте более крупный лайнер, снизьте температуру испарителя	Лучше всего помогает использование меньшего количества растворителя и увеличение скорости потока
Разложение из-за загрязнения испарителя	Очистите инжектор, замените лайнер, уплотнения	Для испарителя используйте только деактивированные лайнеры и стекловолноко

Потеря разрешения

Возможная причина	Решение	Примечания
Ухудшение разделения		
Разная температура колонок	Проверьте температуру колонки	Будут заметны отличия от других пиков
Разные размеры колонок или разные фазы	Проверьте идентичность колонок	Будут заметны отличия от других пиков
Колонирование с другим пиком	Измените температуру колонки	Снизьте температуру колонки и проверьте форму пика
Увеличение ширины пика		
Изменение скорости газа-носителя	Проверьте скорость газа-носителя	Также происходит изменение времени удерживания
Загрязнение колонки	Обрежьте колонку Промойте колонку растворителем	Удалите 0,5–1 метр от передней части колонки Только для притягив и поперечно-сшитых фаз
Изменения в инжекторе	Проверьте настройки инжектора	Типичные области: коэффициент разделения, лайнер, температура, объем ввода
Изменение концентрации пробы	Попробуйте использовать пробы с разной концентрацией	Увеличение ширины пика при повышении концентрации
Неверное влияние растворителя, недостаточная фокусировка	Снизьте температуру термостата, используйте растворитель лучшего качества, обеспечьте совпадение полярности фазы пробы, используйте предколонку	Для ввода без деления потока