

GC 故障排除指南

指导您解决常见问题，保持工作效率

检查显而易见的部分

大量的意外问题往往出现在十分简单并经常被忽视的有关 GC 系统或分析的部分。这些问题中的许多问题都是在 GC 日常操作中显而易见却又通常被认为是理所当然的（“视而不见”）。需检查的部位和内容包括：

- 气体：压力、载气的平均线速度和流速（检测器、分流出口、隔垫吹扫）
- 温度：色谱柱、进样器、检测器和传输管线
- 系统参数：吹扫开始时间、检测器衰减和量程、质量范围等
- 气路管线和捕集阱：清洁程度、泄漏和失效
- 进样器消耗品：隔垫、衬管、O 形圈和密封圈
- 样品的完整性：浓度、降解、溶剂和存储
- 进样针：处理技术、泄漏、针的尖锐度和清洁程度
- 数据系统：设定值和连接

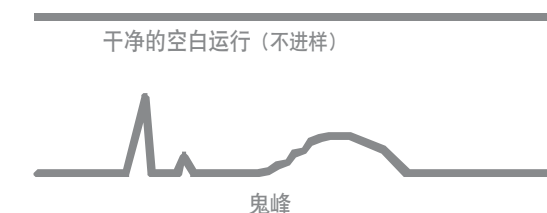
冷凝测试

如果怀疑存在进样器或载气被污染的问题（例如鬼峰或基线不稳定），可使用这一测试方法。

1. 将 GC 在 40-50 °C 下运行 8 小时或更长时间。
2. 在正常的温度条件和仪器设定条件下进行空白分析（即启动 GC，但不进样）。
3. 采集这一空白运行的色谱图。
4. 在第一次运行完成后，立即重复进行一次空白运行。开始第二次空白运行的时间不能超过 5 分钟。
5. 收集第二次空白运行的色谱图，并将其与第一次的色谱图进行比较。
6. 如果第二次运行的色谱图明显有大量的峰出现并且基线也不稳定，则表明载气管线或载气已被污染。
7. 如果第二次运行的色谱图上只有很少的峰出现并且基线也没有明显的漂移，则表明进入的载气和载气管线比较干净。

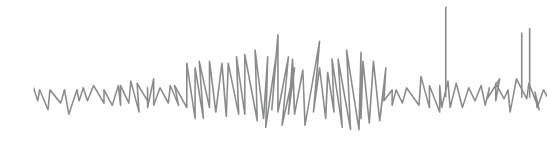
鬼峰或交叉污染

可能的原因	解决方案	注释
样品带入的污染 进样口污染	净化样品或溶剂 清洗进样器；更换衬管、分流平板和隔垫	样品处理过程中引入污染物或溶剂的污染 尝试一次冷凝测试；气路管线可能也需要清洁。采取措施防止样品反冲（减少进样量，降低进样口温度、使用较大体积的衬管）。
隔垫漏气	更换隔垫	使用适合于进样口温度的高质量隔垫
进入 GC 之前样品的污染	检查样品处理步骤是否有潜在的污染源：样品净化、处理、转移和储存 烘烤色谱柱。用溶剂清洗色谱柱。检查进样口、载气或载气管线有无污染。	通常是在更换气瓶之后出现问题 烘烤时间限制在 1-2 小时。仅用于键合和交联固定相。



基线噪音过大

可能的原因	解决方案	注释
进样器污染 色谱柱被污染	清洗进样器；更换衬管和分流平板 烘烤色谱柱 用溶剂清洗色谱柱	尝试冷凝测试；气路管线也可能需要清洗 将烘烤时间限制在 1-2 小时 仅用于键合和交联固定相 检查进样口污染
检测器被污染	清洗检测器	通常噪音随时间增大，而不是突然增大
被污染或气体纯度低	使用高纯度气体；也要检查气体净化捕集阱是否过期或漏气	通常是在更换气瓶之后出现问题
色谱柱插入检测器中过长	重新安装色谱柱	参考 GC 手册，确定适当的插入距离
进入检测器的气体流速不正确	将流速调整为推荐值	参考 GC 手册，确定适当的流速
使用 MS、ECD 或 TCD 时有泄漏	检查并排除泄漏	通常位于柱接头或进样器处
检测器灯丝、灯或电子倍增管老化	更换适用的部件	
隔垫降解	更换隔垫	在高温分析时要使用合适的隔垫



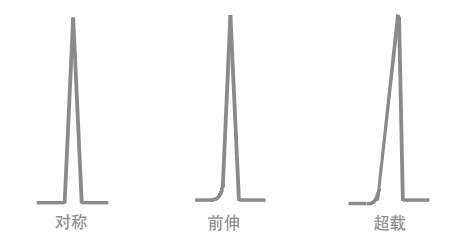
基线不稳定或有干扰

可能的原因	解决方案	注释
进样器污染 色谱柱被污染 检测器未达到平衡	清洗进样器 烘烤色谱柱 使检测器稳定	尝试冷凝测试；气路管线也可能需要清洗 将烘烤时间限制在 1-2 小时 某些检测器可能需要长达 24 小时才能完全稳定
色谱柱未完全老化	充分老化色谱柱	对痕量分析要更加严格
在程序升温过程中载气流速的改变	在很多情况下是正常的	MS、TCD 和 ECD 会对载气流速的变化有所响应



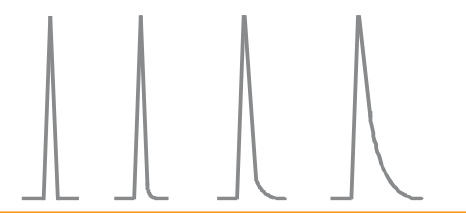
前伸峰

可能的原因	解决方案	注释
色谱柱过载	减少进入色谱柱的样品量。减少进样量、稀释样品、增大分流比。	前伸峰最常见的原因
色谱柱安装不合适	在进样口端重新安装色谱柱	参考 GC 手册，确定适当的安装距离
进样技术	改变进样技术	通常与进样针活塞抽取不当有关，或进样针中有样品。使用自动进样器。
在进样溶剂中溶解性很好的化合物	更换溶剂。使用保留间隙柱可能有帮助。	对痕量分析要更加严格
混合样品溶剂	更换样品溶剂	使用极性和沸点差别大的溶剂会更糟糕



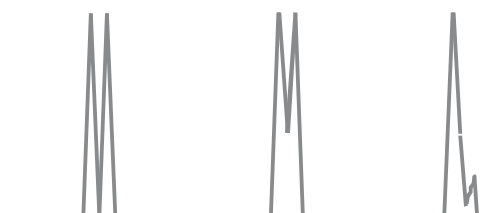
拖尾峰

可能的原因	解决方案	注释
色谱柱被污染	切除色谱柱 用溶剂冲洗色谱柱	把色谱柱前端切去 0.5-1 米 仅用于键合和交联固定相 检查进样口是否被污染
色谱柱活性	不可逆。更换色谱柱	仅影响活性化合物
溶剂极性不匹配	将样品溶剂更改为单一溶剂	早流出峰或靠近溶剂前流的峰更容易发生峰拖尾
对不分流和柱上进样时，溶剂效应严重	使用保留间隙柱	3-5 米保留间隙柱就够用了
分流比过低	降低初始色谱柱温度 增加分流比	随着保留值增加，峰拖尾会减弱 分流放空处的流速应为 ≥ 20 ml/min
色谱柱安装不合适	重新安装色谱柱	较早流出的峰更容易拖尾
某些活性化合物总是有拖尾	无	对胺类和羧酸最为常见



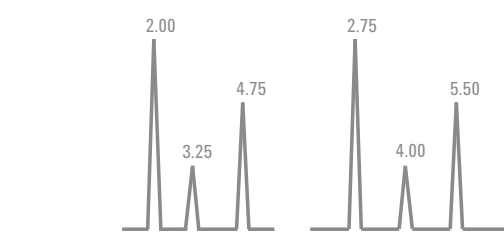
分裂峰

可能的原因	解决方案	注释
进样技术	改变进样技术	通常与进样针活塞抽取不当有关，或进样针中有样品。使用自动进样器。
混合样品溶剂	将样品溶剂更改为单一溶剂	使用极性和沸点差别大的溶剂会更糟糕
色谱柱安装不合适	重新安装色谱柱	通常是插入距离不正确
样品在进样器中分解	降低进样器温度 改为柱上进样	温度过低会使色谱峰变宽或拖尾 需要一个柱上进样器
样品聚焦不好	使用保留间隙柱	对于不分流和柱上进样



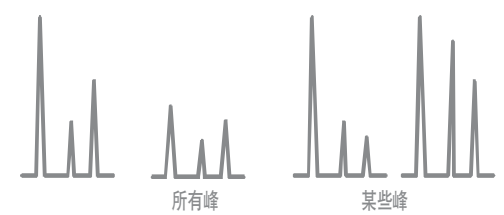
保留时间波动

可能的原因	解决方案	注释
载气流速发生变化	检查载气流速	所有峰的保留时间都以相同的方向发生不同程度的偏移
色谱柱温度发生变化	检查色谱柱温度	各个峰的保留时间偏移量各不相同
色谱柱尺寸发生变化	确认色谱柱规格相同	
化合物浓度发生较大变化的变化	尝试不同的样品浓度	还可能影响到邻近的峰。增加分流比或稀释样品可以纠正样品量的超载。
进样器泄漏	检查进样器是否泄漏	同时伴随有峰尺寸的改变
气路管线堵塞	清洗或更换堵塞的管线	分流管线常会堵塞；也要检查流量控制器和电磁阀
隔垫泄漏	更换隔垫	检查进样针是否有倒刺
样品溶剂不互溶	改变样品溶剂，使用保留间隙柱	适用于不分流进样



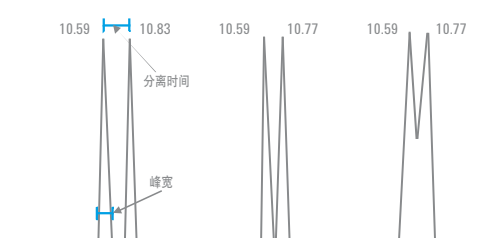
色谱峰尺寸改变

可能的原因	解决方案	注释
检测器响应改变	检查载气流速、温度和设定值 检查背景值或噪音	对所有的峰影响不一样 可能是系统被污染，而不是由检测器引起
分流比改变	检查分流比	对所有的峰影响不一样
吹扫开始时间改变	检查吹扫开始时间	适用于不分流进样
进样量改变	检查进样技术	进样量不是线性的
样品浓度改变	检查并验证样品浓度	这一改变也可能是由于降解、蒸发或样品温度改变，或 pH 改变所引起
进样器泄漏	使用不同的进样器	样品泄漏到活塞或针的周围，这样的泄漏不易被发现
色谱柱被污染	切去一段色谱柱 用溶剂冲洗色谱柱	把色谱柱前端切去 0.5-1 米 仅用于键合和交联固定相
色谱柱活性	不可逆	仅影响活性化合物
共流出	改变色谱柱温度或固定相	降低柱温并检查是否有肩峰或拖尾峰
进样器歧视情况改变	保持相同的进样器参数	对分流进样尤为严重
样品反冲	减少进样量，使用较大的衬管，降低进样口温度	减少溶剂并且提高流速最为有效
进样口污染物分解	清洗进样器；更换衬管和分流平板	只能在进样口使用去活的衬管和玻璃毛



分离度下降

可能的原因	解决方案	注释
分离度下降		
不同色谱柱温度	检查色谱柱温度	与其他峰的差别明显
色谱柱尺寸或固定相不同	确认色谱柱规格的相同	与其他峰的差别明显
与其他峰共流出	改变色谱柱温度	降低柱温并检查是否有肩峰或拖尾峰
峰宽增加		
载气流速变化	检查载气流速	保留时间也会发生改变
色谱柱被污染	切除色谱柱 用溶剂冲洗色谱柱	把色谱柱前端切去 0.5-1 米 仅用于键合和交联固定相
进样器改变	检查进样器的设置值	典型的变化：分流比、衬管、温度、进样量
样品浓度变化	尝试不同的样品浓度	在较高浓度下峰宽增加
溶剂效应不佳，聚焦不够	降低柱温箱的温度，选择较好的溶剂，使样品极性匹配，及使用保留间隙柱	只适用于不分流进样



安捷伦 GC 色谱柱技术支持 800-820-3278

www.agilent.com/chem/cn, 选择 “Technical Support (技术支持)”，然后选择 “Ask our Technical Support Specialist (咨询我们的技术支持专家)”。

© 安捷伦科技公司版权所有。2009
2009 年 4 月 16 日中国印刷
5888-6191CHN

Our measure is your success.