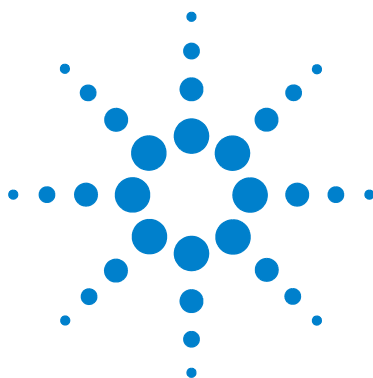




Agilent 6820 气相色谱仪

维护与故障排除



Agilent Technologies

注意

安捷伦科技有限公司 ©，2003

根据美国和国际版权法，事先未经安捷伦科技公司书面许可，本书的任何部分不得以任何形式复制（包括存储为电子版、修改和翻译成外文）。

手册部件号

G1176-97007（中文）

G1176-90007（英文）

版本

2003 年 6 月第一版

中国印刷

安捷伦科技公司

中国上海市外高桥保税区英伦路 412 号

邮编：200131

致谢

Swagelok® 是 Swagelok 公司的注册商标。

Microsoft® 和 Windows® 是美国微软公司的注册商标。

声明

本书内容，在将来的版本中如有变动，恕不另行通知。安捷伦科技公司对本材料，及由此引出的任何商务和特殊用途不承担责任。安捷伦科技公司对本手册中可能有的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。如果安捷伦科技公司和用户对本书中的警告术语有不同的书面协议，这些术语与本书中的警告术语冲突，则以协议中的警告术语为准。

安全注意事项

小心

小心提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将影响产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示，直到完全理解和符合小心事项所列的条件。

警告

警告提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将导致人身伤害或死亡。不要忽视警告提示，直到完全理解和符合警告事项所列的条件。

6820 用户的信息材料

参考资料

参考资料安捷伦科技公司 6820 气相色谱仪（GC）的参考资料，包括四本手册和一份挂图。在安装新仪器时可以用挂图作为指导。在气相色谱仪附带的光盘（部件号 G1176-90005）中，这五本操作手册以可打印的格式提供。

阅读光盘中的手册最简便的方法，是将光盘插入计算机的光驱中，浏览 CD-ROM 并执行安装程序 **setup.exe**。该安装程序在计算机开始菜单上生成快捷键，直接链接到手册上（也可以把它拷贝到计算机的硬盘上，或是在光盘上）。在 Microsoft® Windows® 2000 和 XP 系统，这些快捷键安装到下列路径：

Start/All Programs/Agilent/6820	(XP)
Start/Programs/Agilent/6820	(2000)

也可以浏览 CD-ROM 直接打开文件。

场地准备和安装

下列文件可以指导您快速、简便地安装并验证 6820 GC 的全过程。

安装挂图

从这里开始，挂图提供安装步骤概要，并总结了仪器的重要的安全信息，在“入门手册”中，对每一个安装步骤都有详细说明。

入门手册

在安装和设置过程中阅读此书。该指南逐步说明了场地准备，您需要：

- 1 准备您的工作场地
- 2 提供适当的 GC 备件
- 3 安装 GC 硬件

4 安装 GC 软件（如果使用 Certy Chemical）

5 配置 GC

6 检验 GC 工作正常

按照这些步骤您还可以学会一些您经常使用的简单而又重要的操作方法。

日常使用与操作

下列文件提供了运行 GC 所需要的信息。

用石化行业 QA/QC Certy 网络化数据系统（Certy NDS for Chemical QA/QC）运行 6820 气相色谱仪操作手册

如果使用 Certy NDS for Chemical QA/QC (Certy Chemical) 软件，Certy Chemical 将控制仪器的许多实验设定值。阅读本手册以学会如何用 Certy Chemical 来控制 6820 的运行。学习如何使用 Certy Chemical 程序，请参考它详细的在线帮助系统和指南。

本指南为使用石化行业 QA/QC Certy 网络化数据系统 (Certy Chemical) 运行日常 GC 操作的用户提供所有的补充说明和步骤，它介绍了如下内容：

- GC 的控制器在何处及其作用
- GC 的重要特点
- GC 如何为您提供性能反馈
- 如何对样品分析进行控制
- 在不使用 GC 时如何安全关机

操作手册

如果使用积分仪或类似设施，6820 则控制所有的实验设定值。阅读操作手册以熟悉如下内容：

- 如何使用不带 Certy Chemical 的 6820 系统
- 如何设定分析设定值
- 如何设定 6820 自动运行
- GC 各部件（进样口、检测器、柱箱等）如何影响分析结果

- 在变更和修改硬件时如何配置 GC
- 在使用电子捕获检测器时，如何按照强烈推荐的安全防范措施进行安全工作

如需其它信息

当您要了解有关仪器的详细信息，或当仪器需要维修时，请阅读下列所需要的手册。其中材料的安排适合于您自己的进度，您只需阅读所需的内容。

维护与故障排除（本手册）

该手册说明了故障排除的方法和步骤，并逐步说明维护步骤，它说明了一下内容：

- 错误提示信息含义，如何去处理它们
- 色谱仪故障排除技术
- 如何更换消耗性备件，如进样口、衬管和隔垫
- 如何简单地进行性能提高的工作，如检测器热净化
- 如何诊断和解决一些与硬件有关的性能和操作中的故障

内容提要

本手册讲述如何维护 Agilent 6820 气相色谱仪（GC），包括维护操作规程、时间安排、备件目录和故障排除信息。

1 前言

本章提供常见部件的维护时间安排和包括毛细管色谱柱在内的常用备件目录。有关维护的详细操作规程请阅读“[进样口的维护](#)”，“[检测器的维护](#)”和“[色谱柱和捕集阱的维护](#)”。

2 提示信息

6820 GC 显示各种警告和错误信息。它自动监测其检测器、柱箱、线路板和其他组件的运行状态。如果出现问题，GC 会根据错误的性质显示一则信息、发出提示音或者激活一个指示灯、以及将仪器置于其“安全状态”。

本章包括简要的信息列表、它们的作用以及可能采取的纠正措施。

3 色谱故障排除

本章内容涉及诊断：从 GC 意外的行为（征兆）到出问题的可能部位（原因）的诊断过程。

4 故障排除指南

这一组表格列出了将观察到的征兆与可能的原因关联起来的快速途径，并包括一些括采取纠正措施的信息。

5 故障排除操作规程

本章讲述如何确定常见故障（如泄漏）的原因和如何排除故障。对于如何更换失效或报废部件的详细介绍，请参阅维护部分。

6 色谱柱和捕集阱的维护

本章讲述如何在每个进样口和检测器安装各种类型的色谱柱和捕集阱，还介绍如何老化色谱柱和重新老化捕集阱。

7 进样口的维护

本章讲述如何拆卸和更换进样口的消耗品部件，以及如何清洗进样口和解决漏气的问题。

8 检测器的维护

本章讲述如何拆卸和更换检测器的消耗品部件，如何清洗各种类型的检测器、以及如何解决检测器的漏气问题。本章还提供各种类型检测器的重要安全信息，包括安全操作指导，以及当您使用电子捕获检测器时，法规所要求的日常维护规程。

目录

1 前言

重要的安全警告	16
GC 内部的许多部件带有危险的电压	16
静电放电对 GC 的电子部件有危险	16
许多部件有高温危险	17
氢气	18
电子捕获检测器 (ECD)	18
安全和法规标准	23
联邦德国噪声标准	24
安全符号	25
电磁兼容性	26
其他	27
保险丝和电池	27
清洗	27
产品回收	27
维护时间安排	28
维护方法	30
消耗品和备件	31
毛细管色谱柱	35

2 提示信息

方法不匹配	38
未就绪	39
警告	40

热关机	42
故障	43

3 色谱故障排除

基线征兆	48
位置	48
波动和漂移	48
噪声	49
毛刺	51
保留时间征兆	52
保留时间漂移	52
保留时间波动（重现性）	52
色谱峰征兆	54
无峰	54
倒峰	54
多余的峰	54
变形的峰	56

4 故障排除指南

开始之前 ...	60
分离度问题	61
分离度降低	61
保留时间问题	63
保留时间偏移	63
基线问题	65
过量的柱流失	65
不正常的基线（波动和漂移）	66
基线噪声大	68
色谱峰问题	69
前伸峰	69

拖尾峰	70
鬼峰	72
分裂峰	74
峰高或峰面积变化	75

5 故障排除操作规程

测试谱图	78
通讯问题	79
毛细管进样口	80
不能获得正确的分流放空口流量	80
不能获得正确的柱流量和柱头压	80
峰面积随时间增加	81
分流比随时间降低	82
分流模式时重现性差	82
分流流路堵塞造成的性能问题	82
填充柱进样口	88
进样口压力太低	88
色谱柱流量波动	89
污染物和鬼峰	90
问题	90
初步判断	91
检查气路系统	91
评价溶剂	92
排除溶剂	93
重复系统空白运行	94
评价载气和进样口	94
清洗进样口	94
更换注射器	94
检查玻璃部件	94
排除进样口与色谱柱	95
再次清洗进样口	96

更换色谱柱	96
FID 的噪声和高背景信号	97
FID 点火问题	102
TCD 信号振荡	106
TCD 基线为 0	107
TCD 基线漂移	107
TCD 灵敏度	107
电子捕获检测器	108
显示信号评价	109
灵敏度	111
污染或高基线信号	111
阀	112

6 色谱柱和捕集阱的维护

毛细管柱	118
色谱柱支架	118
毛细管色谱柱的垫圈	119
准备毛细管柱	120
在毛细管进样口安装毛细管柱	122
在填充柱进样口安装毛细管柱	125
在 FID 入口安装毛细管柱	129
在 TCD 入口用柱接头安装毛细管柱	132
在 TCD 入口用螺帽和成套垫圈安装毛细管柱	134
在 ECD 入口安装毛细管柱	136
金属填充柱	139
概述：安装金属填充柱	139
金属填充柱的垫圈	140
准备金属填充柱	141
用聚四氟乙烯管制备间隔管	142
在金属柱上安装垫圈	145

在检测器接头上安装转换接头	146
安装金属填充柱	148
玻璃填充柱	150
概述：安装玻璃填充柱	151
用于玻璃填充柱的垫圈和 O 形圈	152
安装玻璃填充柱	153
老化色谱柱	155
色谱柱老化基本步骤	155
老化毛细管柱	157
老化填充柱	158
老化化学捕集阱	159
取出和更换内部捕集阱	160
进样口捕集阱	161
ECD 捕集阱	161
分流放空口捕集阱	162

7 进样口的维护

毛细管进样口	164
更换隔垫	164
衬管的维护	165
清洗进样口	166
更换进样口衬管	167
更换进样口密封件	169
进样口检漏	171
更换分流放空管	174
填充柱进样口	181
更换隔垫	181
更换隔垫吹扫接口的 O 形圈	183
衬管维护	183
更换载气流路的限流器	184
进样口检漏	185

清洗进样口	186
进样口柱接头和衬管	187
在柱接头中安装衬管	188
在进样口安装色谱柱接头	188
衬管和接头的维护	190
玻璃和熔融石英衬管	190
金属接头	191

8 检测器的维护

火焰离子化检测器 (FID)	194
拆下和检查喷嘴	195
清洗喷嘴	197
安装喷嘴	198
拆下和清洗收集器	200
更换 FID 点火器	205
镍催化管	207
操作条件	207
重新装填催化剂	208
性能验证	211
热导检测器 (TCD)	214
热清洗	214
电子捕获检测器 (ECD)	216
更换 ECD 毛细管柱接头衬管	217
检查气体泄漏	217
热清洗	219
放射性泄漏检测	220

1 前言

重要的安全警告	16
GC 内部的许多部件带有危险的电压	16
静电放电对 GC 的电子部件有危险	16
许多部件有高温危险	17
氢气	18
电子捕获检测器 (ECD)	18
安全和法规标准	23
联邦德国噪声标准	24
安全符号	25
电磁兼容性	26
其他	27
保险丝和电池	27
清洗	27
产品回收	27
维护时间安排	28
维护方法	30
消耗品和备件	31
毛细管色谱柱	35

本章介绍的信息对于保持 GC 在良好工作状态非常重要。主要内容有：

- 安全和认证信息
- 推荐的维护时间安排
- 常用消耗品和备件目录
- 常用毛细管柱列表



重要的安全警告

在继续下面的内容之前，一些重要的安全注意事项在使用 6820 时要时刻铭记在心。

GC 内部的许多部件带有危险的电压

如果把 GC 连接到电源上，即使电源开关是在关的位置上，在下列地方仍然有潜在的危险电压：

- GC 和交流电源之间的电源线、交流电源本身，以及从交流电源到电源开关之间的电线。

当电源通电时下列地方也有潜在的危险电压：

- 仪器中所有电路板
- 与这些电路板连接的内部电线和电缆
- 任何加热器（柱箱、检测器、进样口、或阀箱）的电线

警告

所有这些部件都有机壳屏蔽。在有机壳护罩时，难以意外接触到危险电压。如果没有专门的操作指导，千万不要取下机壳。除非把检测器、进样口或柱箱的电源关闭。

警告

如果电源线绝缘层磨损或破旧，必须把它更换。请与安捷伦服务代表联系。

静电放电对 GC 的电子部件有危险

静电危害 GC 的印刷电路（PC）板。除非绝对必要时，否则不要接触印刷电路板。如果您必须处理它们，就要带上接地的防静电腕带，或采取其他防静电措施。如果必须要卸下 GC 右面的侧板，必须带上接地的防静电腕带。

许多部件有高温危险

GC 的许多部件是在高温下操作，这种温度足以引起严重烧伤。这些包括下列部件（但还不只这些）：

- 进样口
- 柱箱及其内部的部件
- 检测器
- 将色谱柱连接到进样口或检测器上的柱螺帽
- 阀箱

您在处理这些部件以前一定要把这些部位的温度降低到室温。如果您先把加热区的温度设定到室温，它们的温度会很快降下来。待温度到达设定值时，把加热区的电源关闭。如果必须在热的部件上操作，要用扳手并戴上手套。无论何时，在开始维修这类部件以前要使仪器的这些部件冷却下来。

警告

在仪器后面工作要特别小心。在仪器冷却的过程中，GC 排放出来的灼热气体会引起烧伤。

警告

在进样口、检测器、阀箱和保温套周围的保温材料是由高温陶瓷纤维制成。为避免吸入纤维颗粒，建议采取下列安全措施：在工作区安装通风装置；带长的套袖、手套、安全防护镜和一次性的防尘 / 防雾面罩；废弃的保温材料要置于密封的塑料袋中；处理完保温材料后，用中性肥皂和凉水洗手。

氢气

氢气可以用作载气，以及 FID 燃气，当与空气混合时氢气可以形成爆炸性混合物。

警告

当使用氢气 (H₂) 作为载气或燃气时，要注意氢气可能会流入柱箱引起爆炸危险。所以在把管线连接好以前一定要把气源关闭，并且在把氢气连接到仪器上以前，一定要把进样口和检测器的接头连接到色谱柱上，或全部戴上堵头。

氢气是可燃性气体。泄漏气体如果封闭在一个密闭空间，就有引起燃烧和爆炸的危险。在任何需要使用氢气的场合，在使用仪器以前，要对所有的连接处、管线和阀进行检漏。在使用仪器以前，要使氢气气源一直保持关闭。

警告

GC 不能在进样口以及检测器口有泄漏。因此，进样口或检测器的色谱柱接口应一直保持与色谱柱连接，或加上堵头。

根据当地环境健康与安全 (EHS) 的规定，当使用氢气时，要进行检漏，以防可能造成的火险或爆炸的危险。在更换气瓶和维修管线之后一定要进行检漏。一定要确保排气管通入通风橱中。

电子捕获检测器 (ECD)

这一节讲述有关电子捕获检测器 (ECD) 的许可证说明、处理预防和安全的要求。

ECD 包括一个装有 ⁶³Ni 的池体，⁶³Ni 是放射性同位素。⁶³Ni 释放出的 β 射线与载气分子碰撞，产生出低能量的电子— 每一个 β 射线粒子产生出大约 100 个电子。这些自由电子形成很小的电流— 称为参考电流或稳定电流— 被收集和测定。

⁶³Ni 同位素

在池体中所使用的放射性同位素是 ⁶³Ni，把它镀到池体内壁上，在所用的色谱分析温度下是固体，其他性能见[表 1](#)。

表 1 ⁶³Ni 的性能

半衰期:	101.1 年
放射性:	65.87 keV 最大, β 射线
熔点:	1453 °C
ECD 活动部分的尺寸:	内径: 6 mm, 高: 4.2 mm
总活性 (ECD 池体)	最大 555 MBq (15 毫居里)

ECD 许可证

在中国的用户可以用普通许可证或放射性工作许可证来购买ECD，其它国家的用户应与当地的安捷伦公司分公司联系，得到有关部门的相关信息。

下面关于许可证的详细说明反映的是中国的规定。

特殊许可证 需要特殊许可证的 ECD 要求用户要从卫生部门或当地政府的代理机构的材料许可，允许您拥有使用这种检测器需要的放射性同位素种类和数量。您可以把 ECD 运输、出售或转移给其它特殊许可证持有者。如果许可证允许，您也可以打开 ECD 进行清洗。

普通许可证 ECD 的普通许可证不需要材料许可证。只要您直接从安捷伦公司购买 ECD，您就自动地成为普通许可证的持有者。有些国家可能要求您在政府机构登记使用 ECD。

普通许可证有一定的限制：

- 1 持有者不能打开 ECD 的池体。
- 2 持有者不能以任何方式改造池体。
- 3 持有者不能使用任何溶剂（包括水）清洗池体内部。
- 4 持有者不能干扰或试图破坏 ECD 可能提供的过热电路。
- 5 持有者不能把 ECD 转让给其他人和其他场所，除非是符合有关规定。
- 6 持有者必须至少每六个月进行一次放射性泄漏检查，或按照当地机构的要求进行处理。
- 7 持有者必须按照当地机构（如，卫生部门或某些国家的政府机构）的要求保留记录。
- 8 持有者必须把事故或可能导致危害的故障，通报给管理机构。

其它信息请参考出版物 “Information for General Licenses”（普通许可证的说明）部件号 5961-5664。

ECD 警告

尽管 6820 ECD 所使用的 β 粒子的能级有很小的穿透力——皮肤表层或几层纸就可以挡住大部分 β 射线粒子——但是如果摄入或吸入这些同位素就可能有害的。所以要很小心地处理检测器池体：在规定时间内，一定要检测放射性的泄漏；当检测器不使用时，一定要把进口和出口接头堵住；不要把有腐蚀性的化学物质导入检测器；而且从检测器排除的废物一定要排放到实验室环境外面。

警告

必须避免使用可以和 ^{63}Ni 源反应的物质，无论是生成挥发性产物还是引起镀膜物理性降解的物质，这类物质包括氧化性化合物、酸、卤素的水溶液、硝酸溶液、氨水，硫化氢，多氯联苯和一氧化碳。这些清单并不很详尽，只是说明可能导致 ^{63}Ni 检测器损坏的几类化合物。

在极不可能的情况下，如柱箱和检测器两个加热区同时进入加热失控状态（最大值，温度超过 400°C 时不可控），同时检测器一直处于这一状态下超过 12 小时，就要采取下列的措施：

- 戴上一次性塑料手套，关闭总电源使仪器冷却后，把检测器入口堵住，而使检测器排气口打开。并观察正常的实验室安全预警。
- 请与当地的销售分公司联系更换或处理事宜。
- 附上一封说明损毁情况的信件。

即使在这样很少见的情况下，放射性物质也不太可能从检测池中泄漏。但是可能永久性损坏 ^{63}Ni 镀膜，所以检测池必须返回厂家进行更换。

警告

不要使用溶剂清洗 ECD。

除非您得到当地原子能管理机构授权，否则不可以打开检测器池体。不要弄乱四个埋头螺钉。它们把检测器池的两半固定在一起，卸下或弄乱它们将违反普通许可证款项，并会造成安全隐患。

处理 ECD 的安全措施

无论何时都要遵循下列预防措施：

- 当处理 ECD 时一定不要饮食或吸烟。
- 处理或接近打开的 ECD 处工作时一定要带上安全防护眼镜
- 穿上防护服如实验服、安全防护镜和手套，并遵守优良实验室规范。在处理 ECD 后一定要用柔性、无磨擦的清洁剂彻底洗手。
- 当不使用 ECD 时把它的进出口安上堵头。
- 把 ECD 排放出来的气体通到通风橱或排放到室外。

安捷伦科技公司建议排气管的内径等于或大于 6 mm（1/4 英寸）。如果用该内径的管线，长度不限。

安全和法规标准

6820GC 符合以下安全标准：

- 加拿大标准协会（CSA）：C22.2 No. 1010.1
- CSA/ 国家认可测试实验室（NRTL）：UL60101A-1
- 国际电工技术委员会（IEC）：61010-1
- 欧洲标准（EN）：61010 — 1

6820 GC 符合下面有关电磁兼容性（EMC）和无线电频率干扰（RFI）法规：

- CISPR 11/EN 55011: Group 1, Class A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ 

这一 ISM 设备符合加拿大 ICES — 001 的要求。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada...



6820 GC 是按照 ISO 9001 质量认证体系标准进行设计和生产。

安捷伦科技有限公司 6820 GC 符合国际电子技术委员会（IEC）的下列分级：安全等级 I，过压级别 II 级，污染等级 2。

该仪器从设计到测试都是依据公认的安全标准进行的，仪器设计为室内使用。如果仪器的使用方式违反了厂方的规定，可能破坏仪器的保护系统。一旦 6820 GC 的安全保护系统损坏，应立即断开所有电源，使仪器避免不正常的运行。

维护时，请征询专业维护人员进行维护。替代备件或未经授权对仪器作任何改动，都可能会造成安全事故。

联邦德国噪声标准

声压

根据 DIN-EN 27779, 声压 $L_p < 65 \text{ dB(A)}$ 。

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $LP < 65 \text{ dB(A)}$ nach DIN-EN 27779.

安全符号

在对仪器进行操作、维护、修理的任何阶段，都要遵守手册中或仪器上注明的警告提示。如果不遵守这些注意事项，将违反设计和使用的安全标准。安捷伦科技公司对客户不遵守这些要求造成的故障不予负责。

详细信息请参见附加说明



表示灼热的表面。



表示有危险电压。



表示保护接地端。



表示有爆炸危险。



表示有放射性危险。



表示防止静电放电。



电磁兼容性

本仪器符合 CISPR 11 的规定，仪器操作时符合下列两个条件：

- 1 本仪器不会造成有害的干扰。
- 2 本仪器可承受任何干扰，包括可能引起不良操作的干扰。

如果本仪器对收音机和电视机的接收造成有害的干扰，可以把仪器通电或断电来进行测试，用户可以用下面的一种或几种方法进行试验：

- 1 重新摆放收音机或天线。
- 2 把仪器从收音机或电视机旁移开。
- 3 把仪器插头插到另外的电源插座上，使仪器和收音机或电视机的电路分开。
- 4 保证周围所有外围设备都合格。
- 5 确保仪器与外围设备连接的电缆正确。
- 6 与经销商、安捷伦科技公司或有经验的技术人员联系寻求帮助。
- 7 未经安捷伦科技公司明确同意，如果对仪器进行更换或改造，用户不得操作此仪器。

其他

保险丝和电池

表 2 和 表 3 列出了仪器正常操作所需的保险丝和电池。这些部件只有安捷伦的技术人员才可以接触。

表 2 交流（AC）线路板保险丝

保险丝名称	电源电压	保险丝级别和类型
F1, F2	所有	20 A, 250 VAC, IEC 127 f 型（无时间延迟），陶瓷外壳
F3, F4	所有	8 A, 250 VAC, IEC 127 f 型（无时间延迟），玻璃外壳

表 3 主板保险丝

保险丝名称	保险丝级别和类型	说明
F3	5 A, 250 VAC, IEC 127 f 型（无时间延迟），陶瓷外壳	未使用
F4, F5	8 A, 250 VAC, IEC 127 f 型（无时间延迟），玻璃外壳	

主板上的电池是 BT1, 3 伏特锂电池，松下 BR3032。

清洗

清洗时，断开电源，用湿的软布来擦净。

产品回收

如果要回收产品，请与当地的安捷伦科技公司销售分公司联系。

维护时间安排

表 4 为许多常规维护操作提供了一个时间安排。维护的频度取决于：

- GC 的使用程度
- 所分析的样品类型
- 是通过手动注射还是进样阀进样
- 仪器是用于多项分析任务还是专项任务
- 其他环境因素，如洁净程度、室温等等

表 4 维护时间安排

频度	项目	参见 ...
每天	更换隔垫	第 7 章，“进样口的维护”
	运行校准样品	6820 GC 用户信息光盘上的入门手册
	检查接头螺母的密封情况*	第 190 页上的“衬管和接头的维护”
	检查色谱柱接头螺母的密封情况	第 6 章，“色谱柱和捕集阱的维护”
	检查载气和检测器气源	
每周	需要时更换玻璃衬管	第 190 页上的“衬管和接头的维护”
	需要时更换 O 形圈	第 152 页上的“用于玻璃填充柱的垫圈和 O 形圈”
每月	清洗分流 / 不分流进样口放空管线及更换捕集阱	第 160 页上的“取出和更换内部捕集阱”

表 4 维护时间安排 （续）

频度	项目	参见 ...
	进行氢气检漏	第 185 页上的 “ 进样口检漏 ”
	检查所有的气源连接接头	6820 GC 用户信息光盘上的入门手册
	进样口、色谱柱与进样口和检测器的连接接头检漏	第 185 页上的 “ 进样口检漏 ”
每季度	更换新的气体钢瓶	
半年	清洗检测器	第 8 章 ，“检测器的维护”
	进行 ECD 的放射性泄漏检测	第 220 页上的 “ 放射性泄漏检测 ”
每年	重新老化或更换内部和外部的捕集阱	第 160 页上的 “ 取出和更换内部捕集阱 ”
	重新老化或更换化学过滤器	6820GC 用户信息光盘上的入门手册

* 对于使用 Vespel 或 Vespel 石墨密封垫的程序温控操作是非常重要的。

† 对于一般的使用情况，一个大号（A 号）钢瓶可以为两台双通道色谱仪供气 3 个月左右。当钢瓶气体压力低于 3.5 MPa (500 psig) 时，就要更换钢瓶。

维护方法

在开始 GC 维护之前，您需要确认仪器经正确准备。对于在仪器上进行日常维护的用户来说，创建一个将 GC 参数自动设置为维护友好状态的方法是很有帮助的。

1 创建一个方法：

- 设置柱箱温度，进样口和检测器温度为室温 (25 °C)
- 关闭 TCD 热丝电源

有关更详细的信息，请参阅安捷伦 Cerity 化学工作站帮助文件，或者 6820 用户信息光盘上的操作手册。

2 确认仪器不再分析样品，然后调用上述方法。

3 关闭氢气和所有其他危险气体的气源。

4 当 GC 准备好后，加热区域将冷却下来，就可以安全工作了。

消耗品和备件

表 5 和第 35 页上的表 6 列出了安捷伦的化学家推荐的 6820 精选的消耗品和配件。对于消耗品和色谱柱的完整目录，请向安捷伦销售代表或授权的代理商索取，或者访问安捷伦的网站 www.agilent.com/chem/supplies。

表 5 列出了推荐用于 Agilent 6820 气相色谱仪的消耗品。

表 5 消耗品和备件

说明	部件号	数量
通用备件		
手动注射器， 10 µL， 26 号	5184-3519	1
石墨垫圈，用于 0.45 或 0.53 mm 毛细管色谱柱	5080-8773	10
石墨垫圈，用于 0.1 到 0.32 mm 毛细管色谱柱	5080-8853	10
毛细管柱连接螺帽	5181-8830	2
毛细管柱切割器	5181-8836	4
进样口载气捕集阱	G1176-20597	1
毛细管柱进样口备件		
隔垫， 11 mm，高档，绿色	5183-4759	50
衬管，不分流进样用，装玻璃毛，脱活处理	5062-3587	1
衬管，不分流进样用，单锥形，无玻璃毛，脱活处理	5181-3316	1
衬管，分流进样用，直通型，玻璃毛，未脱活	19251-60540	1
O 形圈， 1/4 英寸 Viton，用于衬管	5180-4182	12
进样口用镀金密封垫	18740-20885	1
进样口用不锈钢密封垫	18740-20880	1

表 5 消耗品和备件 （续）

说明	部件号	数量
隔垫固定螺帽	18740-60835	1
分流放空口捕集阱	G1176-60541	1
填充柱进样口配件		
O 形圈, Viton	5080-8898	12
1/8 英寸柱接头, 用于玻璃衬管	19243-80530	1
1/4 英寸柱接头, 用于玻璃衬管	19243-80540	1
0.53 mm 毛细管柱接头, 用于玻璃衬管	19244-80540	1
玻璃衬管	5080-8732	1
玻璃衬管, 脱活处理	5181-3382	1
火焰离子化检测器备件		
收集极螺帽	19231-20940	1
喷嘴, 0.53 mm, 0.011 英寸 /0.29 mm 内径喷头	G1531-80560	1
喷嘴, 毛细管柱用, 0.29 mm 内径喷头	19244-80560	1
喷嘴, 填充柱用, 0.46 mm 内径喷头	18710-20119	1
喷嘴, 填充柱用, 大口径柱, 用于高流失的应用	18789-80070	1
流量测定接头	19301-60660	1
清洗工具包, 包含铰刀、毛刷和把手	9301-0985	1
热导检测器备件		
更换组件	19232-60676	1
毛细管柱接头密封件	18740-20950	1
玻璃柱到毛细管柱的转换接头	18740-20960	1

表 5 消耗品和备件（续）

说明	部件号	数量
电子捕获检测器备件		
放射性泄漏检测说明材料	18713-60050	1
熔融石英内衬，锯齿状	G2397-20540	1
ECD 毛细管柱接头	G2397-80520	1
ECD 用捕集阱	G1176-20598	1
样品瓶与附件		
样品瓶，钳口盖，广口，透明，2 mL	5181-3375	100
瓶盖（钳口盖，铝）及 FEP 隔垫 11mm	5181-1210	100
螺纹盖和透明瓶套件	5182-0553	100
样品瓶，螺纹盖	5182-0715	100
螺纹盖，蓝色	5182-0717	100
螺纹盖的垫隔垫	5182-0731	100
气体管理		
流量计，100 mL	0101-0113	1
检漏液，Snoop，8 盎司	9300-0311	1
捕集阱，氧气 / 水，1/8 英寸接头	OT3-2	1
干燥管，玻璃，70 cc，1/8 英寸接头	GMT-2GC-HP	1
干燥管，玻璃，100 cc，1/8 英寸接头	GMT-2-HP	1
脱氧管，1/8 英寸接头	OT1-2	1
脱氧管，带指示，1/8 英寸接头	IOT-2-HP	1
通用捕集阱 大号，氦气，1/8 英寸接头	RMSH-2	1

表 5 消耗品和备件 （续）

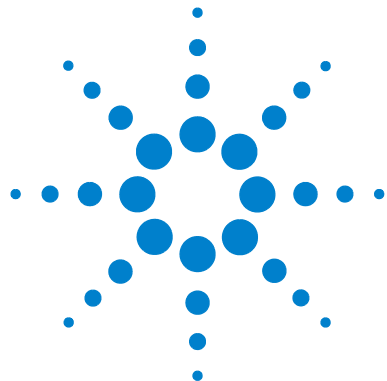
说明	部件号	数量
工具包和工具		
GC 安装工具包，不含气体净化器	19199M	1
GC 安装工具包，包含气体净化器	19199N	1
铜管， 1/8 英寸外径， 15 m （50 英尺）	5180-4196	1
色谱柱安装工具包，带宝石刀尖的切割器	430-2000	1
毛细管柱垫圈工具	RFT-2500	1
大口径柱垫圈工具	RFT-5300	1
色谱柱垫圈安装工具	19251-80680	1

毛细管色谱柱

表 6 列出了最常用的毛细管色谱柱。

表 6 毛细管色谱柱

类型	长度, m	内径, mm	膜厚, μm	部件号
DB-1	15	0.53	0.5	125-1017
DB-1	30	0.45	2.55	124-1034
DB-5	30	0.45	0.42	124-5037
DB-5	30	0.45	1.27	124-5032
DB-5MS	30	0.25	0.25	122-5532
DB-624	30	0.45	2.55	124-1334
DB-624	30	0.53	3.0	125-1334
DB-1701	30	0.32	0.25	123-0732
DB-Wax	30	0.45	0.85	124-7032
GS-Alumina (氧化铝)	50	0.53		115-3552
HP-1	30	0.25	0.25	19091Z-433
HP-5	30	0.32	0.25	19091J-413
HP-5MS	30	0.25	0.25	19091S-433
HP-5MS	30	0.32	0.25	19091S-413
HP-FFAP	30	0.53	1.0	19095F-123
HP-INNOWax	30	0.25	0.25	19091N-123
HP-INNOWax	30	0.32	0.25	19091N-113
HP-INNOWax	30	0.32	0.5	19091N-213
HP-INNOWax	30	0.53	1.0	19095N-123
HP-PONA	50	0.2	0.5	19091S-001
HP-PLOT-Q	30	0.53	40	19095P-Q04
HP-PLOT Al ₂ O ₃ “S”	50	0.53	15	19095P-S25
HP-PLOT Mol Sieve	30	0.53	50	19095P-MS0



2 提示信息

方法不匹配	38
未就绪	39
警告	40
热关机	42
故障	43

6820 GC 显示各种警告和错误信息。它自动监测其检测器、柱箱、线路板和其他组件的运行状态。如果出现问题，GC 会根据错误的性质显示一则信息、发出提示音或者激活一个指示灯、以及将仪器置于其“安全状态”。

小 心

这一部分包含所有可以由用户来改正的错误信息。如果发现一个没有在这里列出的错误信息，或者建议的措施不管用时，请与安捷伦科技公司电话联系。



方法不匹配

当调用一个含有与 GC 当前配置不匹配的参数的方法时，则出现方法不匹配的提示信息。可能出现以下两种情况之一：

- 如果不匹配的参数是从键盘输入设置的，那么方法会覆盖当前参数并且发送一则信息告诉你当前值已经被取代了。例如：如果当前的载气类型与方法中所设置的不相符，则当前载气类型会被方法中的设置值所覆盖。
- 如果不匹配的参数是与硬件有关，则方法设置值会被忽略并保留当前设置值。这时会出现信息告诉你方法的参数被忽略。例如：如果方法设置的前检测器是 TCD，但是你实际上已经换成了 FID 检测器，那么方法的 TCD 信息会被忽略，而当前的 FID 参数被保留。

未就绪

6820 GC 的有些组件还没有达到它们的设定值，此时设备还没有准备好开始分析运行。未准备好（Not Ready）指示灯会亮，但是不会在显示器上出现信息。按下 **【状态】** 键可以查看 GC 还没有准备好的原因所在。

警告

一个问题出现并不会停止 GC 运行。GC 会发出蜂鸣声并显示出一则信息。此时 GC 还可以开始运行；在开始运行的时候警告会消失。

通过按下 **【状态】** 键可以查看警告状态的附加信息。表 7 列出了这些信息。

表 7 警告信息

编号	显示信息	状态	影响 / 措施
100	缺少柱箱传感器	缺少柱箱传感器	关闭柱箱电源
101	前检测器，进样口及辅助区 1 加热器电源无效	加热器电源错误	区域被设置为“未安装”
102	后检测器，进样口及辅助区 2 加热器电源无效	加热器电源错误	区域被设置为“未安装”
103	信号 1 缓冲器满	信号 1 缓冲器满	附加的数据丢失
104	信号 2 缓冲器满	信号 2 缓冲器满	附加的数据丢失
105	模拟输出数据丢失	模拟输出数据丢失	模拟数据丢失；数字数据正常
106	不可恢复数据丢失，数据崩溃	信号数据丢失	模拟数据和数字数据都丢失
107	前检测器：配置更改，使用缺省方法	前检测器配置更改	如果安装了新的检测器，请输入缺省值
108	后检测器：配置更改，使用缺省方法	后检测器配置更改	如果安装了新的检测器，请输入缺省值
109	前进样口：配置更改，使用缺省方法	前进样口配置更改	如果安装了新的进样口，请输入缺省值

表 7 警告信息 （续）

编号	显示信息	状态	影响 / 措施
110	后进样口：配置更改，使用缺省方法	后进样口配置更改	如果安装了新的进样口，请输入缺省值
122	主机通信：数据超限	通信数据超限	减小波特率或者开启握手协议
123	主机通信：数据错误	通信数据错误	检查数据位或者奇偶校验
124	主机通信：异常中断	通信异常中断	检查电缆的连接
145	伪中断：	伪中断	检查电源线路的噪音

热关机

当某个硬件出现的问题会危及用户或者破坏设备时，就会发生热关机。一段特定的时间后，出现问题的组件会被关闭，GC 发出一次蜂鸣声和一条错误提示信息。GC 将处于未就绪状态。这个错误不记录到运行日志。

故障

故障信息（在表 8 中列出的）显示需要用户干涉解决的硬件问题。根据故障的类型，GC 发出单个的蜂鸣声或者不发出声音。因为 GC 此时不能开始运行，同时会出现一条出错信息，故未就绪指示灯会亮，。按下 **[状态]** 键可查看更多信息。

表 8 故障信息

编号	显示信息	状态	影响 / 措施
203	DSP 信号错误	DSP 信号错误	至少重启一次电源开关（关闭后再打开）
204	DSP ROM 信号断路	DSP ROM 信号断路	至少重启一次电源开关
205	DSP RAM 信号断路	DSP RAM 信号断路	至少重启一次电源开关
206	DSP 信号寄存器	DSP 信号寄存器	至少重启一次电源开关
207	DSP 信号数据错误	DSP 信号数据错误	至少重启一次电源开关
208	信号路径测试失败	0-1 mV 输出 #1	至少重启一次电源开关
209	信号路径测试失败	0-1 mV 输出 #2	至少重启一次电源开关
210	信号路径测试失败	模拟输出 #1	至少重启一次电源开关
211	信号路径测试失败	模拟输出 #2	至少重启一次电源开关
212	前检测器电位计超出指标	前检测器电位计	检查信号电缆
213	后检测器电位计超出指标	后检测器电位计	检查信号电缆

表 8 故障信息（续）

编号	显示信息	状态	影响 / 措施
216	前 TCD 热丝开路	前 TCD 热丝开路	检查检测池到线路板的连线
217	后 TCD 热丝开路	后 TCD 热丝开路	检查检测池到线路板的连线
218	前 TCD 热丝短路	前 TCD 热丝短路	检查检测池到线路板的连线
219	后 TCD 热丝短路	后 TCD 热丝短路	检查检测池到线路板的连线
220	加热器过电流, 加热区关闭	加热器过电流	关闭加热区; 然后重启电源
222	柱箱加热区关闭	柱箱温度过高	给 Agilent 打电话
223	柱箱加热区关闭	柱箱温度过低	关闭加热区; 然后重启电源
224	柱箱加热区关闭	柱箱温度传感器	所有加热区关闭; 给 Agilent 打电话
225	前检测器加热区关闭	前检测器温度过高	所有加热区关闭; 重启电源来清除
226	前检测器加热区关闭	前检测温度传感器	检测器关闭; 重启电源来清除
227	后检测器加热区关闭	后检测器温度过高	所有加热区关闭; 重启电源来清除
228	后检测器加热区关闭	后检测温度传感器	检测器关闭; 重启电源来清除
229	前进样口加热区关闭	前进样口温度过高	所有加热区关闭; 重启电源来清除
230	前进样口加热区关闭	前进样温度传感器	进样口关闭; 重启电源来清除
231	后进样口加热区关闭	后进样口温度过高	所有加热区关闭; 重启电源来清除

表 8 故障信息 （续）

编号	显示信息	状态	影响 / 措施
232	后进样口 加热区关闭	后进样温度传感器	进样口关闭；重启 电源来清除
233	辅助区 1 加热关闭	辅助区 1 温度过高	所有加热区关闭； 重启电源来清除
234	辅助区 1 加热关闭	辅助 1 温度传感器	辅助加热区1关闭； 重启电源来清除
235	辅助区 2 加热关闭	辅助区 2 温度过高	所有加热区关闭； 重启电源来清除
236	辅助区 2 加热关闭	辅助 2 温度传感器	辅助加热区2关闭； 重启电源来清除
238	电源中断错误， 加热区关闭	电源中断	所有加热区关闭； 重启电源来清除
241	电源传感值读取， 加热区关闭	无效电源检测	所有加热区关闭
262	主机通信： RS232 有缺陷	RS232 有缺陷	所有设备的通信中 断
285	前检测器 偏移量调整失败	前检测器调整失败	把偏移量调整 (Adjust Offset) 打开 或者关闭
286	后检测器 偏移量调整失败	后检测器调整失败	把偏移量调整 (Adjust Offset) 打开 或者关闭
290	加热区没有更新	加热区没有更新	所有加热区关闭； 重启电源来清除
293	加热器驱动器	加热器驱动器	所有加热区关闭； 重启电源来清除
294	加热区关闭，无效 柱箱配置	无效柱箱配置	所有加热区关闭； 插入正确的电压配 置环，并重启电源 来清除

3 色谱故障排除

基线征兆	48
位置	48
波动和漂移	48
噪声	49
毛刺	51
保留时间征兆	52
保留时间漂移	52
保留时间波动（重现性）	52
色谱峰征兆	54
无峰	54
倒峰	54
多余的峰	54
变形的峰	56

这是有关故障排除的三章内容的第一章。它们都与诊断有关：从发现 GC 的意外行为（征兆）到找出可能的出错位置（原因）的过程。

- 这一章讨论明显影响色谱图的问题。
- 第 4 章是一系列的表格，引导用户从征兆找出可能的原因，并给出解决问题的建议。
- 第 5 章将讨论一些特殊的硬件问题。



基线征兆

位置

- 1 基线不在记录纸的左下方：
 - 检查记录设备的零点设置。也许和运行过程中的衰减或量程变化有关。
 - 检查 TCD 的信号极性。
- 2 运行过程中基线位置突然改变：
 - 这常常是由于衰减或者量程的变化导致的结果。
 - 这也可能是阀动作的结果。如果在运行过程中切换了阀，那么查看阀的时间编程，看基线位置的改变是否与阀动作在同一时间发生。
 - 这个问题还有可能因为隔垫的突然泄漏而发生。为避免这个问题，应该定期更换隔垫。
 - 偏移（补偿）问题。参见所用检测器的故障排除操作规程。

波动和漂移

当流量和温度设置值改变时，可能会发生基线的波动或者漂移。如果新的条件下运行之前系统还没有稳定，那么发生基线的波动是正常的。下面例子假设自从上次改变工作条件以后已经经过了足够长的稳定时间。

波动和漂移经常会伴随噪声，这个问题我们会在后面讨论。

- 1 运行期间基线有规律的向上漂移或者向下漂移：
 - 这在程序升温过程中最常见。使用单柱（没有补偿柱）在中档到低档衰减条件下会出现上述问题。如果使用的是双柱系统，请核对信号模式是否设定为正确的柱补偿；或者使用电子柱补偿的单柱系统。

- 柱补偿太小（上漂移）或者太大（下漂移）也是可能的。

这种漂移可以通过色谱柱的彻底老化来降到最小。在低温下工作会减小漂移但是会延长分析时间。使用温度上限较高的色谱等效柱也是可以的。

2 基线不稳定；上下波动：

可能是系统某处有泄漏。检查隔垫的状况，必要的话就更换它。检查柱子的连接。

如果是在连接检测器的色谱柱端发生泄漏，则两次运行之间的保留时间是不变的，但是灵敏度降低了。如果是在进样口端发生泄漏，则灵敏度会降低，而保留时间会变长。

噪声

噪声就是快速的基线起伏，会加宽基线，使基线出现毛刺状的外观。噪声和毛刺是不同的；毛刺是孤立的事件，不像噪声基本是连续的，后面将讨论有关毛刺的问题。

有些噪声是任何检测器都不可避免的。在高衰减值的情况下噪声是看不到的，但是当衰减减小的时候就会显现出来。噪声会减小检测器的灵敏度，所以它应当尽可能的最小化。

1 在原来很平整的基线上突然出现了噪声：

- 考虑最近对系统所做的所有改变。比如减小了衰减，即使绝对的噪声水平没有改变，也会使噪声看起来更大。
- 新的隔垫会因为释放出低分子量物质而产生噪声。如果随着进样口温度降低噪声会减小，那么很有可能就是因为这个原因。使用高质量的隔垫并保存在不会使其受到污染的地方。
- 载气受到污染：如果最近载气瓶更换过，但是旧的瓶子仍然可用并且还余下部分气体，则可以试着使用旧的瓶子看噪声是否会减小。

如果新的载气被严重污染并使捕集阱达到了饱和，那么在更换或再生捕集阱之前，使用旧的气瓶基线可能只是改善一点。当使用氮气作为载气时这个问题是很常见的。解决方法是从可靠的供应商那里购买气体。

- 检测器气体被污染（氢气和空气）。
- 风扇或者空调吹过 GC 的气流可能会影响检测器出口的气体。

这是可能的，尽管这不是噪声最可能的原因，因为检测器保护得很好。关掉气源或者屏蔽好检测器出口就可确定是否是这个问题。

- 检测器的连接松动或者它的信号线松动就会产生噪声。
- 检测器被污染也产生噪声。

2 噪声逐渐增强到不可接受的水平：

这个征兆表明存在逐渐累积的噪声源，而不是如上面所讨论的突然变化。

火焰离子化检测器中容易逐渐积累沉积物。在极端的情况下，随着噪声水平的增加，还会产生毛刺。

不完全燃烧的溶剂（主要是含氯物质和芳香族化合物）可能形成炭（黑色）沉积物。因此应尽量避免使用这样的溶剂。如果必须使用，则要做好经常清洗检测器的准备。

当来自色谱柱硅酮固定相的流失物在火焰中燃烧时就会形成二氧化硅（白色）。为了最大限度地避免这个问题，就要使用固定相载量低的色谱柱、选择使用温度上限高的固定相、使用前彻底老化色谱柱、分析的时候使用尽可能低的柱箱温度。

拆开检测器使用一个小刷子来清除这两种沉积物。使用一种溶剂（基本上所有的溶剂都可以）会帮助冲洗掉颗粒状物。

毛刺

毛刺是孤立的基线抖动，通常是突然的（并且大的）向上波动。如果伴随着噪声，就要首先处理噪声问题，因为在噪声消失的同时毛刺也可能消失。

1 只要记录仪工作就会出现毛刺：

- 原因几乎都是由电子源引起的，很有可能是因为接线松动。检查检测器和线路板端的信号电缆连接。
- 条形纸记录仪上的滑动电阻脏了也可导致这个问题。请参阅记录仪手册的维护部分。

2 色谱图上出现了毛刺，但当隔离开记录仪（断开信号输入电缆）时就没有毛刺：

- 这很有可能是检测器的问题。在一个非常脏的火焰离子化检测器中，碳和二氧化硅的微粒会崩裂而落入检测区域。
- 第二个常见的原因是由于柱填料颗粒被吹入检测器。在填充柱出口端的玻璃毛柱塞失效或脱落将会导致这个问题。对于任何检测器都有可能发生这个问题，但火焰离子化检测器由于它的喷嘴孔很窄尤其容易产生这个问题。

喷嘴的底部或传输管线的末端伸进了色谱柱的出口端，如果它们与玻璃毛柱塞直接接触，就会产生毛刺。

保留时间症兆

保留时间漂移

保留时间漂移是指在连续的运行中保留时间持续地增加或者减少。无规律的基线漂移（两个方向上的）将在后面作为保留时间波动来讨论。

- 1 在一系列分析运行中，保留时间突然增加：
 - 原因可能是载气流速或柱箱温度的问题；检查设定值是否正确。
 - 多次进样穿刺后隔垫漏气也是一个可能的原因。如果发生这样的情况，就要在运行分析之前更换隔垫。
 - 载气瓶可能已经接近空了。
- 2 在一系列运行分析中，保留时间突然减小：
 - 这很有可能是柱箱温度或者载气流速设定值改变引起的，检查二者的设定值。

保留时间波动（重现性）

- 1 在运行过程中保留时间的重现性差：

如果使用手动进样，那么进样技术不熟练可能是一个原因。在进样和按下〔开始〕键之间的时间变化可能导致保留时间的偏差。

柱箱温度的变化也可能导致这个问题。在运行期间监测柱箱温度变化以确定是否存在这一问题。
- 2 在运行初期重现性很好，但是随着分析的进行越来越差：
 - 当对一个填充密度很大的填充柱采用程序升温时可能发生这种情况。因为随着温度升高，柱填料会膨胀，对气流的阻力就会变大，大到一定的时候就会使质量流量控制器无法维持稳定的流量。
 - 尝试增加载气源的压力。如果这是原因所在，那么问题可能会突然消失或者出现在运行更晚的后期。

- 这可能表明起始温度太低。许多固定相有一个最低的操作温度，通常是材料的熔点。在这个温度以下，您做的是气 / 固色谱；在这个温度以上，您做的是气 / 液色谱。如果柱箱程序升温过程穿过这个温度范围，结果就会造成基线的波动。

3 重现性在运行后期很好，但是对前面几个峰不好：

- 当早期峰的洗脱很快的时候，它们可能没有时间与固定相达到色谱平衡。它们看上去像是溶剂峰被直接吹出色谱柱。

一个有用的规则是所感兴趣的峰的保留时间至少是不保留溶剂峰或空气峰流出时间的四倍。如果怀疑是这样的问题，尝试降低柱箱温度 30 °C，保留时间大约要加倍。

4 保留时间随着样品量的改变而改变：

- 样品使色谱柱超载。当样品量大于色谱柱的容量时，峰就会变形，而且保留时间会漂移。

在气 / 液色谱中，超载峰的保留时间会变长，并会产生峰拖尾。在气 / 固色谱中，影响是相反的。解决方法是稀释样品或者减少进样量。

色谱峰症兆

无峰

这常常是由于操作者的错误。可能的原因包括样品进到另一个色谱柱中、错误的信号设置，或者衰减设置太高（峰存在但是看不见它们）。继续进样，看此症兆是否重复出现。

倒峰

可能的原因有三个：

- 信号定义不恰当（例如：设置为 B-A，但样品注入 A）。
- 热导检测器极性设定错误。
- 使用 TCD 时，所用的载气不是氢气和氦气。

多余的峰

这类峰可分为两种情况：样品中应该出现的峰之外的**多余峰**；即使在没有进样的时候也会出现的**鬼峰**（在运行样品的时候也会出现）。

1 在空白运行时出现的峰：

这些被称为鬼峰，通常在程序升温过程中出现。它们是由于在相对较低的起始温度下，柱头聚集的污染物而造成的。随着柱温的升高它们被释放出来并在谱图上出峰。

在某段时间内色谱柱都处于初始温度下时，常常会观察到鬼峰。例如，早晨（尤其是星期一早晨）的最初几次运行常常会出现鬼峰。

- 鬼峰可能来自隔垫的流失、载气的杂质以及被油类、油脂或者其它物质污染的气路管线。其次可能来自载气中的微量氧气、水或者其它物质与固定相的反应物。
- 污染的进样口也可能导致鬼峰出现。进样口的残留可能因为挥发或者热解以后被吹扫入色谱柱头。可以尝试降低进样口的温度。如果这样会消除或者减弱鬼峰，则是进样口被污染的问题，请清洗进样口。

2 当纯样品进样时出现多余的峰：

- 这些可能是如上面所述的鬼峰。做一次空白（只注射溶剂）运行，如果仍然有峰出现，那么它们是与样品无关的。
- 假设样品是纯净的，引起多余峰的一个常见原因是过热的进样口造成一种或多种组分被降解。这个问题可以通过降低进样口的温度来确定。

在减慢气化速度而不会引起峰展宽的前提下，应当使用尽可能低的进样口温度来操作。或者应当使用一种挥发性更强的溶剂。在极端的情况下，分析之前对样品先进行衍生化。

- 金属柱也可能导致样品降解。在这样的情况下，多余的峰往往比它们附近的峰要宽，因为它们是在通过整个柱长的过程中产生的。如果这是产生鬼峰的原因，就有必要换成玻璃柱（最便宜的）或者熔融石英柱（最好的）系统。

变形的峰

理想的色谱峰，在实际谱图中是很少见的，应该是标准的高斯峰。实际上，经常会出现不对称的情况，特别是在接近基线的部分。

- 1 峰前面升起的部分正常，后半部分基本垂直的落向基线（图 1）。

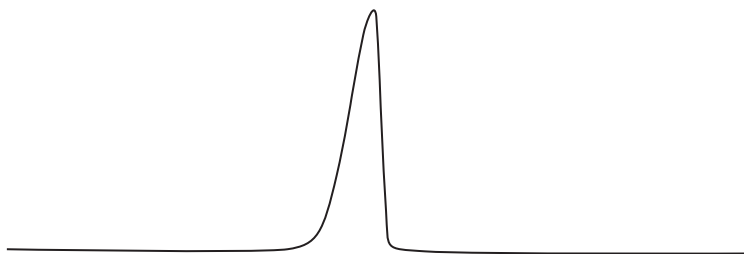


图 1 快速下落

- 最有可能的原因是色谱柱超载。稀释样品 10 倍后再试分析（或者进样量变为原来的 1/10）。
 - 这也可能是两个（或多个）很接近（未分开）的峰。降低温度 30 °C 并重复分析过程。如果峰的分离度增加，说明是未分开的峰。
- 2 峰前半部分上升得很快，后面落向基线的部分很正常（图 2）。

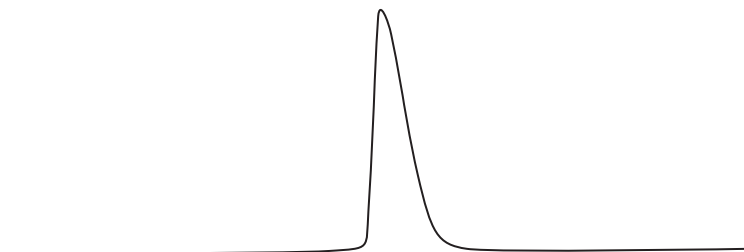


图 2 快速上升

常见的原因是样品与柱材料的相互作用。对柱材料进行硅烷化可能会有效，或者更换成玻璃柱（最便宜的）或熔融石英（最好的）柱。

进气体样品的时候柱超载常常发生这样的情况。尝试进少量样品。

这也有可能是没分开的峰。在较低温度下运行来增加分离度，或许会将很接近的峰分开。

进样口温度低会导致这种峰，正如进样技术差的结果那样。

3 峰顶端（顶点）变形（图 3）。

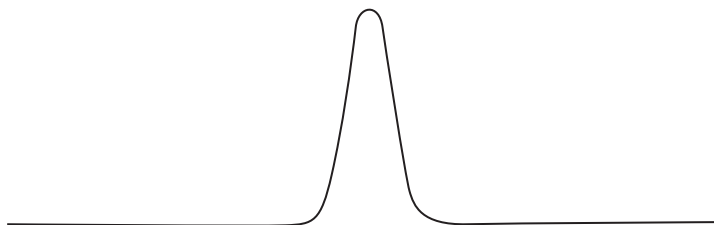


图 3 峰顶端变形

常见的原因是检测器超载。在严重的情况下，进样量加倍只引起很小的峰面积增加或者根本没有增加。

进少量样品或者稀释样品，哪个更方便就采取哪个措施。因为检测器可能达到它的响应上限，所以需要大量稀释样品（100 倍或者更多）才能使其落在检测器的正常工作范围之内。

4 峰顶端（顶点）分裂：（图 4）。

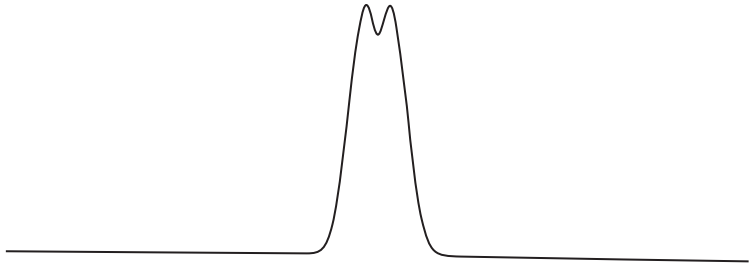
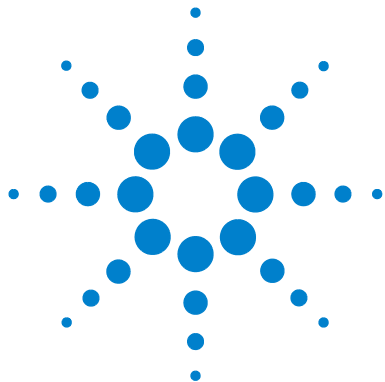


图 4 顶端分裂

- 5 在较低的温度下运行来检查是否是两个未分开的峰。
- 6 火焰离子化检测器的总量超载可能会导致峰顶端倒置，看上去像是分裂的峰。检查气体流速；当流速太低时超载更容易发生。

稀释样品至少十倍（或者只注射 1/10 的样品量）并重复运行。如果分裂峰消失，那么问题就在于检测器超载。建议稀释更多倍，比如稀释 100 倍或者 1000 倍，使其远离超载的范围，这常常也会改善线性关系。

使用热导检测器和氦气作为载气的时候，氢气峰常常表现为顶端分裂的峰。减少进样量直到分叉消失为止。



4 故障排除指南

开始之前 ...	60
分离度问题	61
分离度降低	61
保留时间问题	63
保留时间偏移	63
基线问题	65
过量的柱流失	65
不正常的基线（波动和漂移）	66
基线噪声大	68
色谱峰问题	69
前伸峰	69
拖尾峰	70
鬼峰	72
分裂峰	74
峰高或峰面积变化	75



开始之前...

通过采用规范的故障排除方法，您将能更快地发现并且解决问题。我们向您推荐以下的基本步骤：

- **按照逻辑结构拆开仪器** — 千万不要马上拿起工具就开始修理。
- **观察故障征兆：**
 - 考虑征兆是什么时候开始的以及是怎样开始的（是逐渐发生的还是突然出现的）。
 - 注意系统有没有任何更改。
 - 观察征兆的模式。
- **考虑各种可能性** — 使用本章的故障排除表来判断潜在的原因。
- **隔离问题** — 每次假定一个最有可能的原因，并且通过操作排除该原因。这样逐步逼近就可以最终发现真正的故障原因，并且可以采取一些预防性的措施。
- **不要忽视那些很显而易见的东西** — 气体、泄漏、温度等等。

分离度问题

分离度降低

分离度是分离（峰之间的保留时间差）和峰宽的函数。图 5 所示的是分离度降低的一个示例。参考表 9 和表 10 列出的可能原因和解决方法。

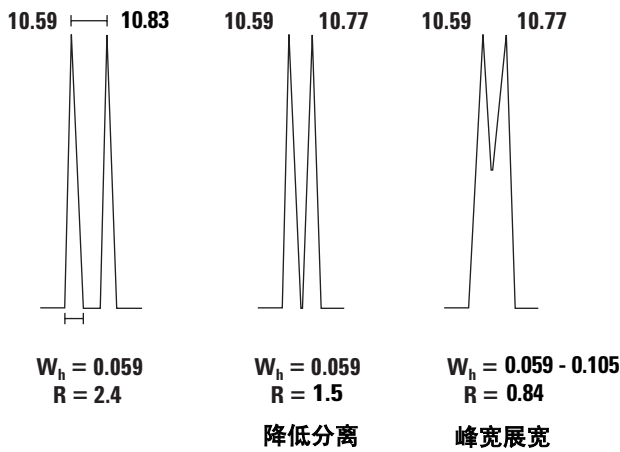


图 5 分离度降低

表 9 分离度降低

可能的原因	解决方法	说明
色谱柱的温度不同	检查色谱柱的温度。	对于其它峰也可以看到差别。
色谱柱的规格或固定相不一样	检查色谱柱是否一致。	对于其它峰也可以看到差别。
与另一个峰共流出	改变色谱柱的温度。	降低色谱柱的温度，检查是否出现肩峰和拖尾。
色谱柱受到污染，导致色谱柱的选择性变化	毛细管柱。修整色谱柱。	从柱前端截去 1/2 到 1 米长毛细管柱。
	用溶剂清洗柱子。	只适用于键合且交联的固定相。

表 10 峰宽增加

可能的原因	解决方法	说明
载气流速发生了变化	检查载气流速。	保留时间也发生变化。
柱子受到污染	毛细管柱。修整色谱柱。	从柱前端截去 1/2 到 1 米长毛细管柱。
	用溶剂清洗色谱柱。	只适用于键合且交联的固定相。
进样口接头被污染	清洗或更换接头。	
进样技术发生了改变	同一个操作员进行进样，对比结果。	快速地注入。
样品浓度或溶剂改变	尝试使用不同的样品浓度。	高浓度时峰宽增加。
不合适的溶剂效应，没有聚焦作用	降低柱箱温度。 使用不同的溶剂，以使溶剂 / 样品 / 固定相的极性能更好地匹配。 使用一个保留间隙柱。	对于毛细管不分流进样。

保留时间问题

保留时间偏移

图 6 所示是保留时间偏移的一个示例，参见表 11 列出的可能原因和解决方法。

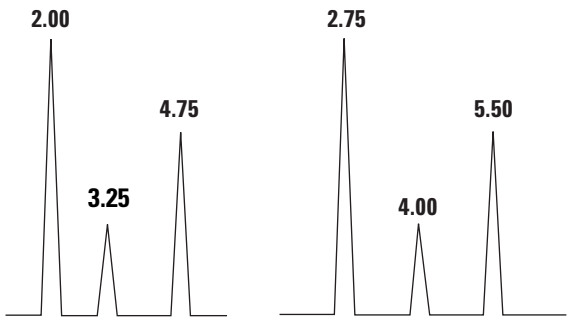


图 6 保留时间偏移

表 11 保留时间偏移

可能的原因	解决方法	说明
载气流速发生变化	检查载气流速。	所有的峰会往同一方向偏移，并且偏移量大致相同。
色谱柱的温度发生变化	检查色谱柱的温度。	并不是所有峰的偏移量都一样。
色谱柱规格变化	检查色谱柱是否一致。	
化合物的浓度发生了很大的变化。	使用不同的样品浓度。	很可能会影响相邻的峰。可以通过提高分流比、稀释样品或减少进样量等方法解决样品超载问题。
在色谱柱连接的地方发生了泄漏。	检查色谱柱的安装，查看是否有泄漏。	通常伴随着峰面积的改变。

表 11 保留时间偏移 （续）

可能的原因	解决方法	说明
气体管路堵塞	清洗或更换堵塞的管路。	分流管路堵塞更常见；同时检查流量控制阀和电磁阀。
隔垫泄漏	更换隔垫	检查注射针尖是否有弯钩。
样品溶剂不匹配	更换溶剂。	使用保留间隙柱。
受到污染	毛细管柱。修整色谱柱。	从柱前端截去 1/2 到 1 米长毛细管柱。
	用溶剂清洗色谱柱。	只适用于键合且交联的固定相。

基线问题

过量的柱流失

柱流失的定义为：当色谱柱逐渐接近它的上限温度时，基线的升高。如果基线升高是发生在柱箱温度较低的情况下，那就不是柱流失。有一些可能的原因，例如污染问题，而不是色谱柱的降解。[图 7](#) 所示是过量柱流失的一个示例，参见[表 12](#) 列出的可能原因和解决方法。

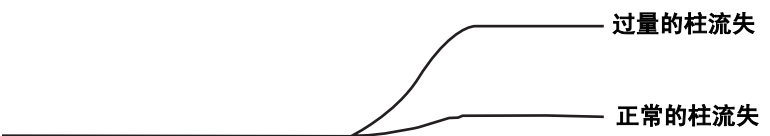


图 7 过量的柱流失

表 12 过量的柱流失

可能的原因	解决方法	说明
色谱柱受到高温损坏	从检测器上拆下色谱柱，烘烤一整夜，重新安装并按照正常情况进行老化。	使用 GC 的最高温度功能。
色谱柱受到氧气破坏	可以尝试整夜烘烤色谱柱，不过受到氧气损坏的色谱柱大多必须更换。	定期进行泄漏检查。定期更换隔垫。使用高质量的载气。安装并维护脱氧管。
色谱柱受到化学相破坏	用毛细管柱。从柱前端截去 1/2 到 1 米长毛细管柱。	进行样品预处理，以去除其中的无机酸或碱。安装保护柱并且经常修整色谱柱。如果必须使用酸或碱，使用 HCl 或 NH4OH，或者其它有机酸碱的来代替。

不正常的基线（波动和漂移）

图 8 所示的是不正常基线的一个示例，参见表 13 列出的可能原因和解决方法。



图 8 不正常（波动）的基线

表 13 不正常的基线（波动和漂移）

可能的原因	解决方法	说明
进样口受到污染	毛细管进样口。清洗进样口，更换接头、衬管、进样口密封件。	做一个冷凝测试；气路可能也需要清洗。采取措施防止样品回灌（减少进样量、降低进样口的温度、使用更大容积的衬管。
色谱柱被污染	填充进样口，清洗接头，更换衬管。	
	毛细管柱。烘烤色谱柱。	烘烤时间限制在 1 至 2 小时。
	用溶剂清洗色谱柱。	只适用于键合并交联的固定相。检查进样口是否被污染。
色谱柱老化不够	彻底老化色谱柱。	对痕量分析尤为重要。
检测器未平衡	让检测器稳定下来。	一些检测器可能需要多达 24 小时才能完全稳定下来。
在程序升温过程中载气流量发生了变化。	在许多情况下这是正常的。	TCD 和 ECD 对载气流量的变化有响应。
气体被污染	使用合适的净化器去除污染物。	常常是检测器气体的问题。
色谱柱和进样口接头没有对准	检测色谱柱和进样口接头的安装，如果需要，则进行调整。	在一个大峰之后导致基线改变。
在注射样品时和注射后的一瞬间，隔垫处有严重的泄漏。	更换隔垫。	在一个大峰之后导致基线改变。

表 13 不正常的基线（波动和漂移）（续）

可能的原因	解决方法	说明
	使用直径更小的注射针头。	使用直径较大的针头常见的问题。
样品分解	取下进样口接头和衬管检查清洁程度。使用新的并经脱活处理的衬管，如果有的话更换衬管内的玻璃毛和填料。	导致基线在峰前或峰后升高。

基线噪声大

图 9 所示的是基线噪声大的一个示例，参见表 14 列出的可能原因和解决方法。

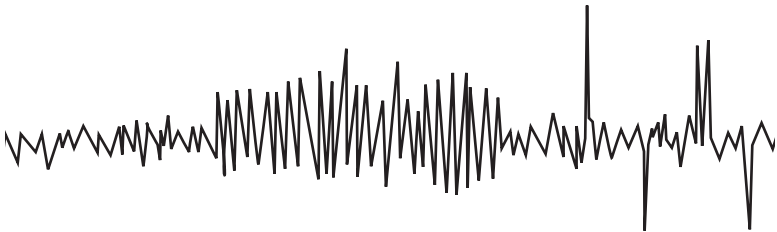


图 9 基线噪声大

表 14 基线噪声大

可能的原因	解决方法	说明
进样口被污染	清洗进样口，更换衬管、进样口密封件。	做一个冷凝测试；气路可能也需要清洗。
色谱柱被污染	烘烤色谱柱。	烘烤时间限制在 1-2 小时。
	用溶剂冲洗色谱柱。	只适用于键合且交联的固定相。 检查进样口是否被污染。
检测器被到污染	清洗检测器。	噪声常常随着时间而增大，并非是突然产生的噪声。
气体受到污染或者质量差	更换失效的气体净化器。 使用净化器清除污染物。 使用更高纯度的气体。	常常是检测器气体的问题。
色谱柱插入检测器太深	重新安装色谱柱	参见 GC 手册上的合适安装距离。
检测器气体流量设置错误	调整流量到推荐值。	参见 GC 手册上的正确流量。
使用 ECD 或者 TCD 检测器时发生泄漏	检漏并纠正	找出泄漏点并消除泄漏 常常在色谱柱接头处漏气。
老化的检测器灯丝	更换适当的部件	
隔垫降解	更换隔垫。	高温运行的时候使用合适的隔垫。

色谱峰问题

前伸峰

图 10 所示的是对称峰、前伸峰和超载峰的示例，参见表 15 列出的可能原因和解决方法。

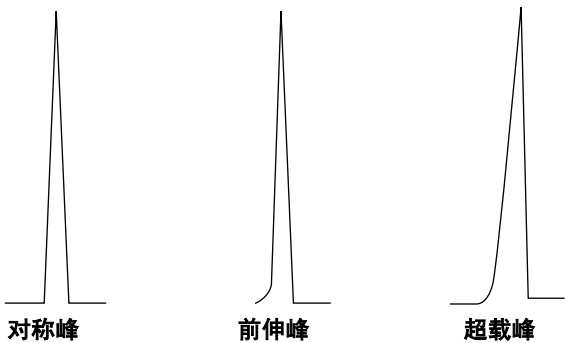


图 10 前伸峰

表 15 前伸峰

可能的原因	解决方法	说明
柱超载	减少进入色谱柱的分析物的质量。 减小进样量、稀释样品、增加分流比。	前伸峰最常见的原因。
色谱柱安装不正确	重新安装进样口端的色谱柱。	参见 GC 手册上的适当安装距离。
注射技术问题	改变注射技术。	通常和不稳定的针的推杆压力有关，或者是注射器针头残留有样品。
化合物在注射溶剂中溶解度很大	更换溶剂。使用一个保留间隙柱可能会有用。	毛细管柱不分流进样。
混合样品溶剂	更换样品溶剂。	极性和沸点相差很大的溶剂会更糟。

拖尾峰

图 11 所示的是一系列拖尾峰的示例。当排除拖尾峰的问题时，考虑以下几点：

- 哪些峰是拖尾的？
- 拖尾峰是活性化合物还是全部化合物的峰，有什么样的趋势（比如早流出峰或者晚流出峰）？

参见表 16 列出的可能原因和解决方法。

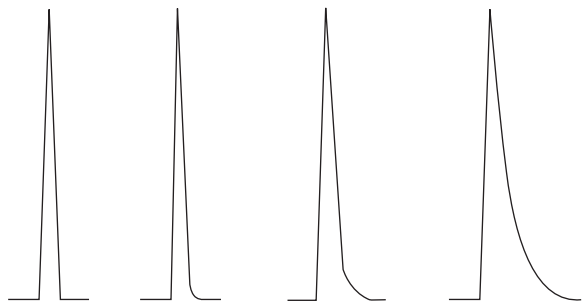


图 11 拖尾峰

表 16 拖尾峰

可能的原因	解决方法	说明
柱子被严重污染	毛细管柱。修整色谱柱。	从柱前端截去 1/2 到 1 米长毛细管柱。
	用溶剂冲洗柱子。	只适用于键合且交联的固定相。检查进样口是否被污染。拖尾有时会随着化合物保留的增加而增大。
色谱柱的活性	从柱前端截去 1 米长左右的色谱柱。更换色谱柱。	只影响活性化合物。通常拖尾随着保留时间的增长而增大。
色谱柱安装不正确、泄漏或者柱端切割不平整	重新切割并重新安装进样口端的色谱柱。更换密封垫。	用可靠的切割工具将柱端切割得干净而平整。

表 16 拖尾峰（续）

可能的原因	解决方法	说明
	确认色谱柱安装无泄漏。	参见 GC 手册上的适当安装距离。早流出的峰拖尾更严重
受到污染的或活性的色谱柱接头、衬管和进样口密封件	使用新的并经脱活处理的衬管。清洗或者更换进样口密封件。	只影响活性化合物。
在色谱柱接头或者衬管中的固体颗粒	清洗或更换柱接头或衬管。	
针尖碰到并破坏了衬管内的填充物	毛细管进样口。取出衬管的部分填充物，或者使用无填充物的衬管。	
溶剂 / 色谱柱不兼容	毛细管不分流进样，使用不同的溶剂。	早流出的峰或离溶剂前沿最近的峰拖尾更严重。
	毛细管不分流进样，使用保留间隙柱。	3 到 5 米的保留间隙柱就足够了。
分流比太低	毛细管分流进样，提高分流比	从分流口放出的气体流量至少需要 20 ml/min。
不分流进样的溶剂的反效应	降低柱初始温度至低于溶剂沸点 10 到 25 °C 左右。	峰拖尾随着保留的增加而减弱。
注射技术不佳	改变注射技术。	通常和不稳定的针推杆压力有关，或者是注射器针头残留有样品。
进样口温度太高	将进样口温度降低 50 °C。	早流出的峰一般拖尾更严重。
进样口温度太低	将进样口温度升高 50 °C。	峰拖尾一般随着保留的增加而增加。
系统的死体积	减小死体积。传送管线接头，熔融石英管接头等。	峰拖尾随着保留的增加而减弱。
冷点（冷凝）	清除冷点。通常在传送管线上。	峰拖尾常常随着保留的增加而增加。
POLT 柱超载	减小柱上的进样量。	

鬼峰

鬼峰（或者色谱图上“额外”的峰）不是来自柱流失。当评估鬼峰的时候，查看鬼峰的峰宽是很重要的。图 12 所示的是鬼峰的一个示例。参见表 17 列出的可能原因和解决方法。



图 12 鬼峰

表 17 鬼峰

可能的原因	解决方法	说明
与样品一起引入的污染物	纯化样品或溶剂。	样品处理带入的、或者溶剂中的污染物。
进样口被污染	毛细管进样口。清洗进样口、更换衬管、进样口密封件和隔垫。	尝试一个冷凝测试；气路管线或许需要清洗。采取措施防止样品回灌（减小进样量、降低进样口温度和使用大体积衬管）。
	填充进样口。清洗柱接头。如果有衬管就更换衬管。	
隔垫流失	更换隔垫。	使用适合于进样口温度的高质量隔垫。
注入 GC 之前的样品污染	检查样品处理过程中潜在的污染源：样品纯化、处理、转移和存储。	
半挥发性污染物（与同样保留的峰相比，峰要宽）	烘烤色谱柱。	烘烤限制在 1 到 2 小时。
	用溶剂清洗色谱柱。	只适用于键合且交联的固定相。

表 17 鬼峰 （续）

可能的原因	解决方法	说明
	检查进样口、载气或载气管路的污染物。	
重叠运行	增加运行时间	上次运行的样品中的某些化合物保留时间很长，可能在下一次运行开始的时候才流出。

分裂峰

图 13 所示的是一系列分裂峰的示例。参见表 18 列出的可能原因和解决方法。

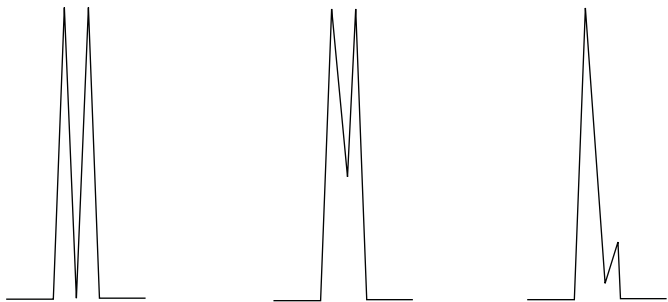


图 13 分裂峰

表 18 分裂峰

可能的原因	解决方法	说明
色谱柱的安装	重新安装进样口端的色谱柱。	参见 GC 手册上的合适安装距离。
注射技术	改变注射技术。	通常与不稳定的针推杆压力有关，或者是注射器针头残留有样品。
混合样品溶剂	毛细管不分流进样，更换样品溶剂。	极性和沸点相差很大的溶剂会更糟。
溶剂 / 色谱柱不兼容	毛细管不分流进样，使用不同的溶剂。使用一个保留间隙柱。	
样品聚焦不好	毛细管不分流进样，使用一个保留间隙柱。	适合于不分流进样口。
样品在进样口分解（仅有部分峰出现分裂）	降低进样口温度。 对样品进行衍生化使其获得好的热稳定性。	如果温度太低可能会出现峰展宽或者拖尾。
严重的检测器超载	减小色谱柱上的进样量。	可能只影响某些峰。

峰高或峰面积变化

图 14 所示的是峰高和峰面积变化的一个示例。参见表 19 列出的可能原因和解决方法。

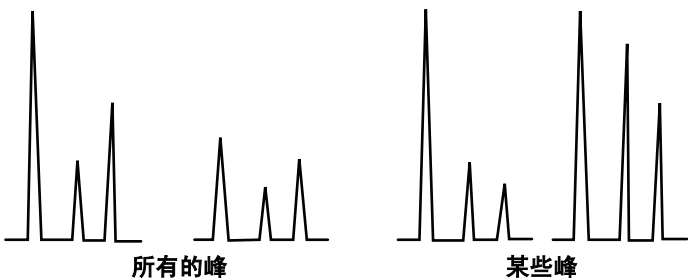


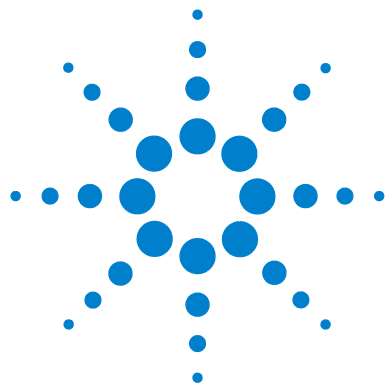
图 14 峰高或峰面积变化

表 19 峰高或峰面积变化

可能的原因	解决方法	说明
检测器响应的改变	检查气体流量、温度和其他设定值。	对各个峰的影响并不一定相同。
	检查背景或噪声水平。	可能是由于系统污染引起的，并不是检测器的问题。
分流比变化	毛细管分流进样。检查分流比。	各个峰受到的影响并不一定相等。
隔垫吹扫激活时间变化	毛细管不分流进样，检查激活吹扫的时间。	
进样量变化	检查注射技术。	注射量是非线性的
进样口歧视效应变化	保持相同的进样参数：流量、温度、衬管等。	对分流进样影响最严重。各个峰受到的影响并不一定相等。
样品浓度的改变	检查并核对样品的浓度。	可能是由于样品分解、蒸发作用或者样品温度、pH 值的改变引起的。
注射器的泄漏	使用另一个注射器。	样品通过针推杆或者在针尖周围泄漏；泄漏通常不是显而易见的。

表 19 峰高或峰面积变化（续）

可能的原因	解决方法	说明
色谱柱被污染	毛细管柱。修整色谱柱。	从柱前端截去 1/2 到 1 米长的毛细管柱。
	用溶剂冲洗柱子。	只适用于键合且交联的固定相。
色谱柱的活性	修整（毛细管柱）或者更换（填充柱或毛细管柱）柱子。	只影响活性化合物。
共流出	改变柱温或者固定相。	降低柱温并检查是否出现肩峰和拖尾。
样品回灌	减小进样量，使用大一些的衬管，或者降低进样口温度。	减少溶剂的量和提高流量是最有效的。
进样口污染物的分解	清洗进样口、更换衬管和进样口密封件。	在进样口只使用脱活的衬管和玻璃毛。
注入 GC 之前的样品损失	检查样品的处理过程：样品制备、转移和储存。	



5 故障排除操作规程

测试谱图	78
通讯问题	79
毛细管进样口	80
填充柱进样口	88
污染物和鬼峰	90
FID 的噪声和高背景信号	97
FID 点火问题	102
TCD 信号振荡	106
TCD 基线为 0	107
TCD 基线漂移	107
TCD 灵敏度	107
电子捕获检测器	108
阀	112

这一章详细介绍仪器特定部件的故障及其排除技术。



测试谱图

测试谱图是一内部生成的“色谱图”，可被指定给某一信号输出通道。测试谱图可以被用作以下一些操作的数据来源：

- 在不需要重复进行色谱运行的情况下，验证外部数据处理装置的操作。
- 对不同数据处理装置的结果进行比较。
- 确认信号输出工作正常。

测试谱图由三个基线分离的重复峰组成（表 15），最大峰的峰面积大约为 1 Volt-s，中间峰的面积为最大峰的 0.1 倍，最小的面积为最大峰的 0.01 倍。

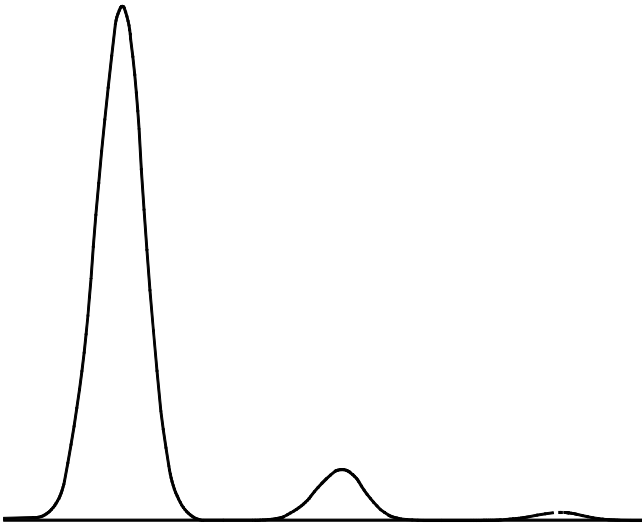


图 15 测试谱图

欲使用测试谱图，按下 [信号 1] 或者 [信号 2] 和 [模式] 键，然后选择“测试谱图”。开始运行，气相色谱仪会自动将测试谱图谱作为信号输出。

通讯问题

如果数据处理系统、积分仪或者其他数据处理装置不能正常接受数据，问题可能出在气相色谱仪或数据处理器上。

如果问题出在气相色谱仪，很可能会看到仪器给出现有关的错误信息，说明您遇到了某种通讯问题。如果是外部的的问题，则仪器不一定会给出这样的信息。

要区别这两种情况，只需要用一不同的数据处理器。如果该处理器可以正常工作，则问题不是在气相色谱仪上就是在电缆线连接上。

- 1 检查电缆，连接是否正确？
- 2 拔下所有电缆接线然后再重新接上。问题有可能是接线端锈蚀了。如果问题解决了（至少是暂时解决了），就断开所有的接线并清洁接口。
- 3 如果使用的是 Agilent Cerity Chemical 系统，请检查 RS-232 的设置是否正确（表 20）。

表 20 RS-232 通讯参数和缺省值

参数	Cerity Chemical 使用的缺省值
波特率	19200
握手协议	HW(UART)
校验位	无校验
数据位数	8
停止位	1
结束标志	换行

毛细管进样口

不能获得正确的分流放空口流量

如果能获得正确的柱头压，但是在进样口的放空口不能获得正确的分流流量，说明在进样口和分流放空口之间可能有限流或阻塞发生。

- 检查 / 更换分流放空口捕集阱，捕集阱被污染或者有堵塞现象都会限制分流放空口的流量。见第 160 页上的“[取出和更换内部捕集阱](#)”。
- 检查进样口密封件和垫圈，以确认他们安装正确并干净。如果密封件安装不正确或者被污染了，就会限制分流放空口流量。必要时更换密封件，见第 169 页上的“[更换进样口密封件](#)”。
- 如果您近期对仪器的气路管线进行了维修，请检查并确定在进样口和分流放空口之间的管路是否通畅，将弯曲的管路顺直或者与安捷伦维修部门联系。

如果上述检查都没有解决问题，请和安捷伦维修部门联系。

不能获得正确的柱流量和柱头压

如果您不能获得所设定的柱流量，请检查以下可能的原因：

- 检查载气的气源压力，供应到气相色谱仪的气压应比所需的柱压力至少高 0.14 MPa (20 psi)。
- 检查所设定的流量 / 压力对于现在用的色谱柱来说是否过低。
- 检查隔垫，隔垫上的孔或者不正确的隔垫安装方式会导致严重漏气。
- 分流比过低。加大分流流量。
- 验证色谱柱在进样口和检测器上的安装情况。
- 检查衬管类型（分流 / 不分流）是否适合您的分析要求，检查衬管和 O 形圈的安装。

- 系统中某处出现了严重的泄漏现象。按照第 171 页上的“[进样口检漏](#)”的说明检查漏气状况。不要忽略检查色谱柱—色谱柱断裂会导致严重的气体泄漏。
- 检查色谱柱有无堵塞。
- 检查进样口捕集阱，必要时更换之。见第 160 页上的“[取出和更换内部捕集阱](#)”。

色谱柱流量波动

进样口压力波动会导致运行过程中流速和保留时间的变化，检查以下可能的原因：

- 载气源压力过低或者不稳定。供应给气相色谱仪的气压应比所需的柱压力至少高 0.14 MPa (20 psi)。
- 运行过程中室温剧烈变化。解决实验室温度问题或者将仪器移至更合适的地方。
- 进样量过大（如果使用阀进样就容易出现该问题），减小进样量。
- 流路系统内出现小的泄漏。使用电子泄漏检测器找到漏气位置，并修复它。还应当检查载气供应管道是否有泄漏现象。
- 分流 / 不分流进样口存在较大的堵塞现象，如衬管或者分流放空口捕集阱有堵塞。确保使用的是正确的衬管。用其它类型的衬管更换压降太大（由于填充紧密或结构设计引起的）的衬管。如果不是衬管的问题，就可能是分流放空口捕集阱堵塞，更换即可。

峰面积随时间增加

检查分流比。如果分流比随时间减小，检查是否有高沸点溶剂在分流放空口冷凝了。随着时间推移，溶剂在分流放空口管线和捕集阱的冷凝将占据管线的体积，这种逐步的堆积将会降低实际的分流比。

分流比随时间降低

检查溶剂是否在分流放空口管线处冷凝。随着时间推移，溶剂在分流放空口管线和捕集阱的冷凝将占据管线的体积，这种逐步的堆积将会降低实际的分流比。

分流模式时重现性差

如果在分流模式时重现性变差：

- 检查安装的衬管类型。有些衬管的底部一段靠近进样口密封件处有限流作用（如单锥形衬管），此类衬管可能不适合某些分析。换一不同类型的分流衬管就可能解决问题。
- 检查进样量，进样量过大会导致进样口超载
- 检查手动进样技术。不同次运行和不同操作者之间会因为手动进样技术不同而产生误差。参见 6820 用户信息光盘上的操作手册。
- 检查分析方法对样品类型是否合适（进样口温度，流量等）。
- 检查气相色谱仪的参数（进样口温度，柱箱温度等）。

若需要测试 GC，就在所需条件下运行检验样品。见 6820 用户信息光盘上的入门手册。

分流流路堵塞造成的性能问题

进样口密封件被污染、选择了不正确的衬管、或者样品在分流放空口管路和捕集阱内冷凝，都会导致分流气路的堵塞。在分流模式中，当需要使用短的 530 微米内径或者其他大口径毛细管色谱柱时，需要高的分流放空口流量和低的进样口压力，分流气路的堵塞问题对这样的应用有很严重的影响。

分流气路堵塞的原因可能有以下四种：

- 在进样口玻璃衬管和进样口底座密封件的接口部位可能没有充分的清洁，这可能是由进样口密封件被污染或是衬管设计问题引起的。
- 在玻璃衬管外部和进样口内壁之间没有充分的清洁。
- 进样口和分流放空口捕集阱之间的不锈钢分流放空口管可能有样品冷凝，高粘度样品反复进样后会累积起冷凝物。
- 分流放空口捕集阱被冷凝的样品污染或者填充太紧密。

检查分流气路堵塞的方法有两个。在色谱柱已经安装的情况下，参看第 83 页上的“[安装色谱柱情况下分流放空口气路堵塞的测试](#)”。如果未安装色谱柱，或者无法达到至少 0.1 MPa (15 psi) 的压力，参看第 85 页上的“[未安装色谱柱情况下分流放空口气路堵塞的测试](#)”。

安装色谱柱情况下分流放空口气路堵塞的测试

在不分流模式下测试分流放空口堵塞现象，必须保证进样口色谱柱的压力不低于 15 psi。在装有毛细管柱的情况下，该柱压一般是容易达到的。如果无法达到不低于 15 psi 的压力，请参看第 85 页上的“[未安装色谱柱情况下分流放空口气路堵塞的测试](#)”。

- 1 设定进样口为不分流模式。
- 2 根据分流放空口的实测流量，设定分流放空口流量为 200 mL/min。
- 3 设定进样口柱头压为 0.1 MPa (15 psi)。
- 4 如果需要，按两次 **[预运行]** 键，将气相色谱仪设定到预运行模式，压力一般会下降。

5 读取柱头压数值。参看表 21 至表 23 给出的在安装不分流衬管 (5062-3587) 和分流衬管 (19251-60540) 1 情况下的典型压力值。¹

表 21 氮气作载气

柱头压压力表读数		
氮气作载气	预运行前	预运行后
衬管 (不分流)	0.1 MPa (15 psi)	0.09 MPa (12.5 psi)
衬管 (分流)	15 psi 或 0.1 MPa	和预运行前基本相同

表 22 氢气作载气

柱头压压力表读数		
氢气作载气	预运行前	预运行后
衬管 (不分流)	0.1 MPa (15 psi)	0.09 MPa (12.5 psi)
衬管 (分流)	0.1 MPa (15 psi)	和预运行前基本相同

表 23 氦气作载气

柱头压压力表读数		
氦气作载气	预运行前	预运行后
衬管 (不分流)	0.1 MPa (15 psi)	0.09 MPa (12.5 psi)
衬管 (分流)	0.1 MPa (15 psi)	和预运行前基本相同

如果实际压力远低于上述数值，就按照第 86 页上的“[建议的解决方案](#)”的说明检查堵塞情况。

1 以氮气或氦气作载气，在不分流情况下控制分流失空口的流量为 60mL/min，衬管会导致压力下降 0.003 MPa (0.5 psi)，以氢气为载气时的压力降可以忽略。这种限流现象会影响某些分析。

未安装色谱柱情况下分流放空口气路堵塞的测试

- 1 设定进样口为分流模式。
- 2 取下色谱柱，堵上进样口色谱柱接头。
- 3 根据分流放空口的实测流量，设定分流放空口流量为 200mL/min。
- 4 将反压调节钮逆时针拧到头（进样口可能的最低压力）。
- 5 读取柱头压数值。参看表 24 至表 26 给出的在安装不分流衬管 (5062-3587) 和分流衬管 (19251-60540) 1 情况下一般可接受的压力值。¹

表 24 氮气作载气

氮气作载气	柱头压压力表读数
衬管（不分流）	< 0.03 MPa (4.5 psi)
衬管（分流）	< 0.01 MPa (1.5 psi)

表 25 氢气作载气

氢气作载气	柱头压压力表读数
衬管（不分流）	< 0.02 MPa (2.5 psi)
衬管（分流）	< 0.01 MPa (1.0 psi)

表 26 氦气作载气

氦气作载气	柱头压压力表读数
衬管（不分流）	< 0.025 MPa (3.5 psi)
衬管（分流）	< 0.01 MPa (1.0 psi)

1 在评价分流流量高的实际应用中，指标值稍有改变。采用分流衬管，控制分流放空口的流量为 400 mL/min 左右，以氮气为载气，压力表读数值应为 0.1 MPa (15 psi)，氢气作载气时为 0.01 MPa (1.5 psi)，氦气作载气时为 0.015 MPa (2 psi)。

如果实际压力远高于上述数值，就按照第 86 页上的“**建议的解决方案**”的说明检查堵塞情况。

建议的解决方案

- 1** 选择适合于所作分析的衬管。表 16 所示为 6820 GC 随机带的两种进样口衬管。部件号为 5062-3587 的衬管用于不分流分析，部件号为 19251-60540 的衬管用于分流分析。这两种玻璃衬管非常独特的设计差别使之最适合于各自的操作模式。

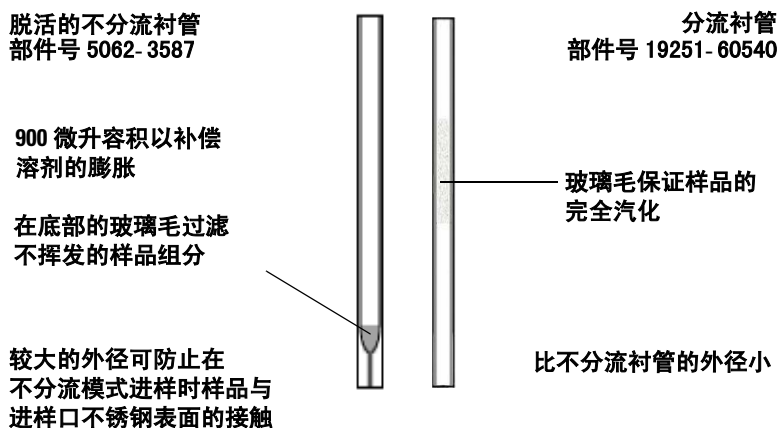


图 16 衬管的选择

注意

在分流进样分析中，衬管的选择不仅影响操作压力低时进样口的反压，而且影响分流的精确度、线性以及沸点歧视效应。任何在底部有锥形或者螺旋形限流设计的衬管，都有逆止阀的作用，都对分流模式的色谱性能有负面影响。

- 2** 检查和清洗进样口的分流放空口接头，并清洁或更换分流放空口接头与分流放空口捕集阱之间的不锈钢管。参见第 166 页上的“清洗进样口”。

- 3 更换分流放空口捕集阱组件。
- 4 如果不使用安捷伦推荐的玻璃分流进样口衬管，可以选用进样口高分流流量密封件（部件号 5182-9652），这一部件可以在不影响进样口反压的情况下，实现高分流流量。见表 17。

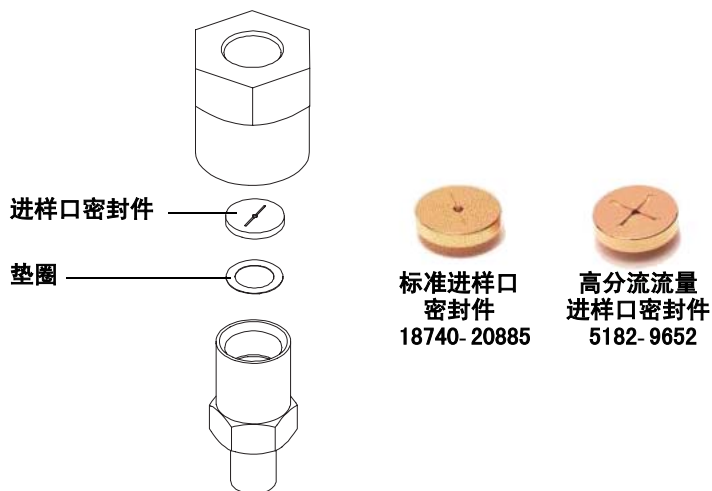


图 17 进样口密封件的选择

注意

在不分流模式下**不可**使用高分流流量密封件。

填充柱进样口

进样口压力太低

这个问题几乎肯定是由于在载气气源管线上的问题。

- 1 检查载气气源管线上所有的内部压力表。
- 2 检查气源压力表。一个几乎空的钢瓶将造成进样口压力太低的问题。
- 3 确认气源压力表设定的压力足够高。注意气路上所有的压力表和流量计，阀两侧压力降不得低于 0.07 MPa (10 psi) 才能保证正常工作。

气体净化器捕集阱也会引起压力下降，应考虑在内。

- 4 检查管路有无小角度弯曲。
- 5 气路可能有堵塞。拆下后面板上的气体供应管路，用流量计检验是否有流量。

单独用一根管分别使捕集阱、压力表等部件旁路，直到确定了堵塞部位。

- 6 检查隔垫。隔垫上有孔或不正确的安装会导致严重的漏气。
- 7 检查隔垫吹扫接口的 O 形圈，见第 183 页上的“[更换隔垫吹扫接口的 O 形圈](#)”。
- 8 检查色谱柱接头的安装。
- 9 验证色谱柱在进样口和检测器上正确安装。
- 10 检查进样口捕集阱，如果有必要就进行更换，见第 160 页上的“[取出和更换内部捕集阱](#)”。
- 11 系统内某处出现严重泄漏。按照第 185 页上的“[进样口检漏](#)”中所述检漏。

色谱柱流量波动

进样口压力波动会导致运行过程中载气流速和保留时间的变化。

- 流路系统存在小的泄漏。按照第 185 页上的“[进样口检漏](#)”所述检漏，同时检查供气管路。
- 如果近期对仪器的气路管线进行了维修，请确定进样口管路是否通畅，将所有扭曲的管路顺直。
- 考虑运行过程中室温是否剧烈波动。解决实验室的温度问题或者将仪器移至更合适的地方。
- 气源压力应当稳定。

污染物和鬼峰

精确的定量分析以及色谱峰鉴定需要运行一个干净的 GC 空白来保证没有色谱峰及基线的变化干扰实际样品的峰。这要求有干净的载气，尾吹气，干净的管路，以及干净的溶剂、注射器、进样口柱接头和衬管、隔垫、色谱柱、检测器管路和底座焊件。

问题

在这个例子里，采用 GC 毛细管进样口和电子捕获检测器在不分流模式下对含有 33 ppb (w/v) 林丹的异辛烷标准溶液进行了分析。不过，这个通用的方法适用于所有的分析应用。

我们预料在运行初始阶段异辛烷流出时会有基线波动（ECD 对烃类物质不是很灵敏），而且林丹会分离很好，不受其它色谱峰影响。表 18 给出了实际的色谱图。

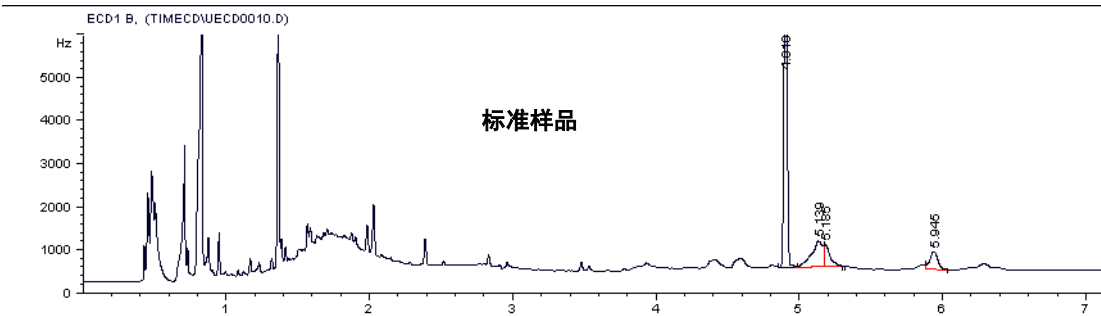


图 18 标准色谱图

在 0.5 到 2.5 min 这段溶剂出峰区域内有很多峰流出，包括宽峰和窄峰。有一些在 4.91 min 林丹峰位置附近出峰，可能对定量有干扰，特别是将该方法应用于本底更复杂的农药分析时，更会影响定量。

初步判断

大多数系统污染情况都是 GC 外部的因素造成的。主要的一些污染原因包括不纯的气体、被污染的消耗品或者被污染的样品，通常进样口衬管会由于反复进样和脏的样品而超载。

- 不进样时，程序升温过程中出现的尖锐的、完全分离的峰是由载气 / 进样系统造成的。
- 很宽的峰（鬼峰）是由辅助系统或者前次分析中残留在柱上的样品引起的。
- 总体上高的背景信号是由被污染的载气源、辅助（尾吹）气源或者检测器引起的。

安捷伦的“压力 / 流量—溶剂蒸发体积计算器（Pressure/Flow-Solvent Vapor Volume Calculator）”是一个用于确定进样程序是否导致进样口衬管超载的应用软件，您可以从 www.agilent.com 网站上获得该软件。

检查气路系统

气体输送系统必须合乎以下要求：

- 用于气体钢瓶的不锈钢隔膜压力表能够调节足够的压力（有关压力的信息请参见 6820 用户信息光盘上的入门手册）。
- 所有金属管路均采用由 1/8 英寸洁净的铜管（部件号 5180-4196）或者不锈钢管和 Swagelok 接头组成。其它供货商的“洁净”的管路曾多次导致 ECD 的高背景信号。
- 气体输送管路无泄漏。
- 载气和尾吹气源要配置合适而有效的捕集阱。最基本的捕集阱配置是：靠近钢瓶处安装全金属的、老化过的干燥管（部件号 5060-9084）；靠近 GC 处安全装玻璃的、带指示剂的脱氧管（部件号 3150-0528）。一定不要使用塑料的捕集阱或者 O 形圈密封。

评价溶剂

分析其他来源的用于样品制备的相同溶剂，并比较所得色谱图（表 19）。

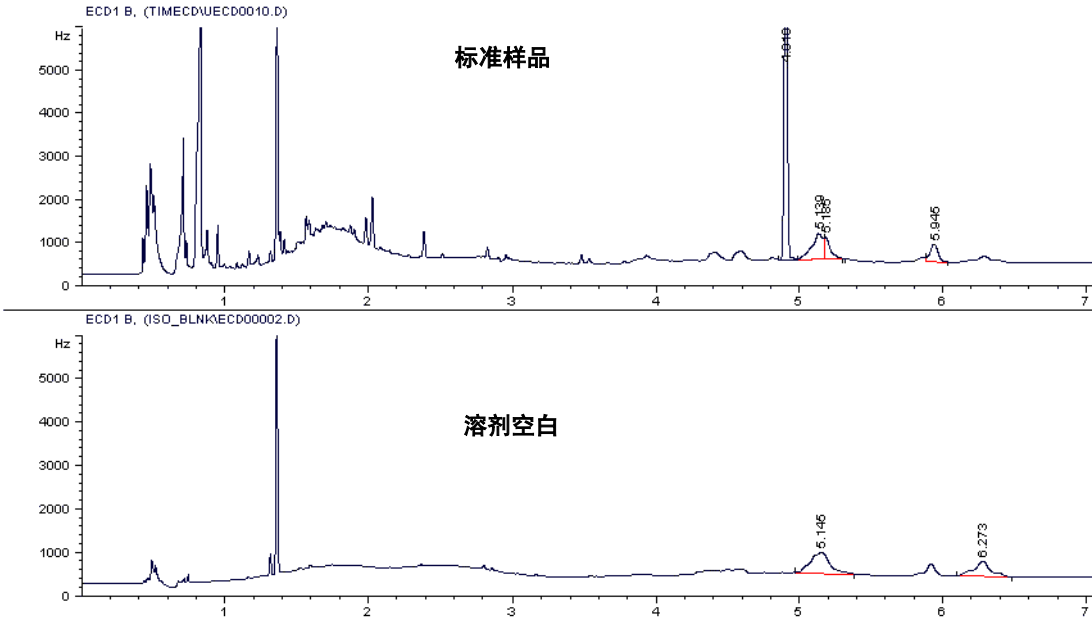


图 19 溶剂空白

从这些结果可以得出以下结论：

- 空白分析用的溶剂配置标准样品用的溶剂纯度高，0.5 至 2.5 min 内只有几个峰。
- 林丹色谱峰附近的干扰峰仍然存在，尽管峰的相对大小有变化。干扰峰可能源于载气、样品 / 溶剂、注射器、进样口和衬管、色谱柱或尾吹气接头。

如果溶剂空白图上在 5 至 7 min 内没有出现峰，则说明原始标准样品中含有杂质。

排除溶剂

在不进样的情况下运行方法。这一系统空白分析能够确定哪些干扰是来自于溶剂或注射器，哪些干扰是来自于进样口 / 衬管 / 色谱柱 / 尾吹气接头（使用 ECD）。表 20 显示了结果。

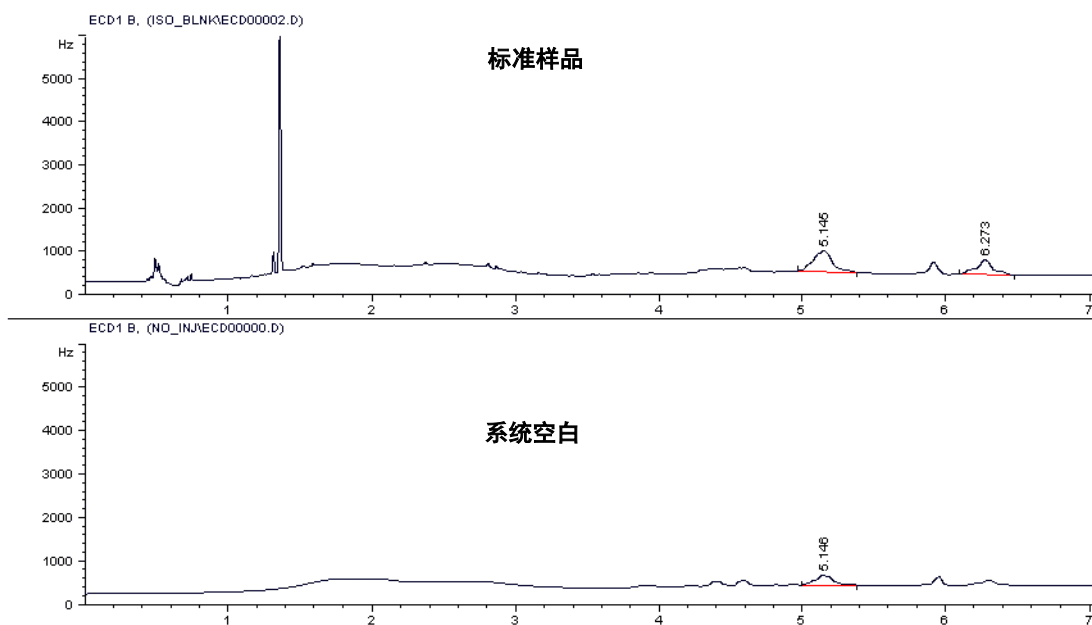


图 20 系统空白

系统空白中仍然存在干扰峰，但是减小了。干扰峰最有可能的来源是进样口柱接头、衬管或者被污染的色谱柱。

重复注射进样会导致隔垫的碎屑污染柱接头或衬管。在使用 ECD 时这种污染的影响尤为严重。

重复系统空白运行

重复系统运行空白（不进样）以确定杂质峰是否越来越小或者消失。如果减小或消失，则说明污染源来自于溶剂、注射器，亦可能是源于进样口柱接头或者衬管（每次溶剂进样可能将其清洗下来）。

评价载气和进样口

控制 GC 的柱箱在方法的初始温度或更低的温度下闲置半个小时至一小时，如果色谱峰在下次运行时显著增大，说明在柱箱处于低温时杂质进入了进样口并且在色谱柱前端聚积，污染源为载气或者进样口流量组件。

清洗进样口

填充柱进样口—采用烘烤方法对进样口进行热清洗。

毛细管柱进样口—用溶剂清洗进样口壳体焊接件。更换进样口密封件和不锈钢垫圈，安装新的、干净的、且脱活的进样口衬管（在做溶剂和系统空白运行之前用大分流流量热吹干）。

更换注射器

试用新的、干净的注射器做溶剂空白运行。

检查玻璃部件

不要忘记玻璃仪器、滴管、样品瓶等也有可能被污染。用新的玻璃器具配置新的标准样品并比较结果。

排除进样口与色谱柱

检测器底座（ECD 的尾吹气接头）会被质量差的气体、石墨碎屑或脏样品污染。相同的原因可以污染 ECD 的尾吹气接头及供气管路。当柱箱温度升高时这些杂质就会解吸进入检测器。

一般来说，尾吹气的污染在色谱图上表现为基线上一个宽的鼓包。

表 21 给出了不装色谱柱，封住检测器接口时的 GC 运行情况，此时只有尾吹气进入检测器。

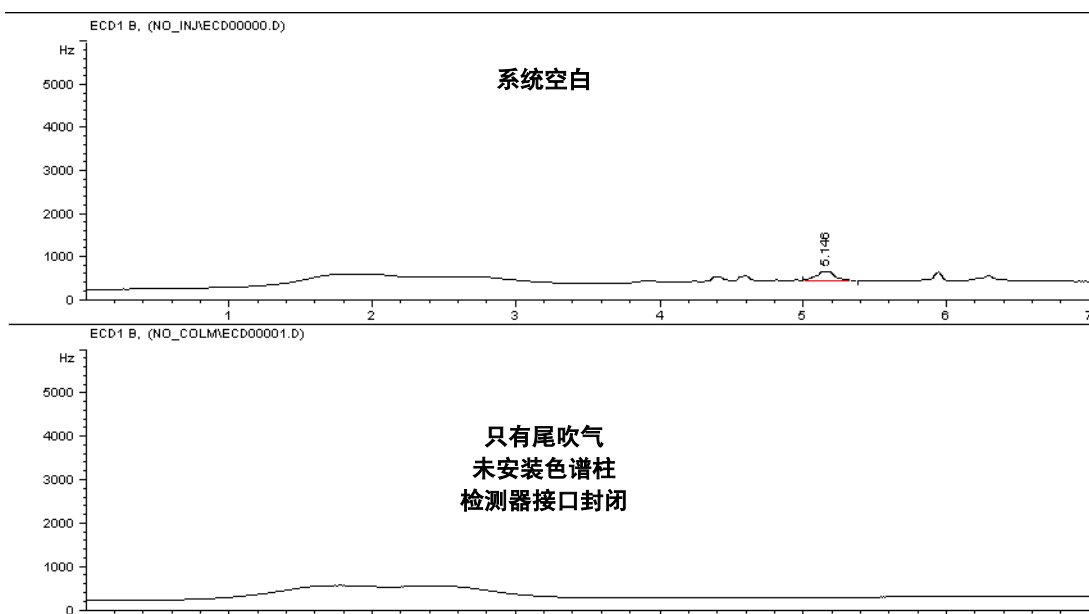


图 21 检测器底座和尾吹气接头

上图说明检测器底座和尾吹气不是污染源。如果在 4 到 6 min 之间的峰仍然存在，则尾吹气接头或尾吹气的纯度就值得怀疑。

再次清洗进样口

重新将色谱柱接到检测器上，重复所有的进样口维护步骤，包括从毛细管柱前端截去 5 至 10 cm 的长度。

更换色谱柱

色谱柱也可能是污染物的来源。

最后一步是安装一根已知是好的或者是新的且已经老化好的色谱柱。在进行完进样口维护工作以后老化色谱柱。采用分流模式，控制分流放空口流速为 200 至 300 mL/min，在 275 °C 烘烤进样口，以合适的柱温老化色谱柱。

另一个建议：在不使用 GC 时最好关闭**自动预运行**行功能以保持进样口一直被载气吹扫。按下 **[配置]** 键，进入**仪器**菜单，即可设置该参数。

FID 的噪声和高背景信号

在 FID 中，有机样品在氢火焰中燃烧，导致了离子化，产生 5 至 10^6 pA 的电流。在没有样品和柱箱低温（ $<100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）情况下，FID 的正常背景电流范围在 5 到 20 pA 之间。

FID 的背景电流大小取决于载气、尾吹气、FID 空气和氢气中存在的有机物质，以及色谱柱固定相的流失。

要使 GC 在使用 FID 时很好地工作，气体纯度必须满足 6820 入门手册中的要求。*最低的气体纯度*应不低于 99.9995%。

FID 的温度应当比柱箱的最高 GC 分析温度高 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上，且不能低于 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

引起 FID 噪声的因素很多，包括：

- 连接到 GC 的气源被污染。如果气体被污染，则背景会异常的偏高，大于 20 pA。
- FID 的连接件漏电或者隔离收集极和地线的特氟隆绝缘体漏电。
- 由污染的或部分堵塞的 FID 喷嘴造成的火焰不稳定。
- 由于 FID 组件：连接件 / 弹簧、收集极松动或振荡引起的机械噪声。
- FID 静电计或信号线路板的电子元件故障导致的电子噪声。

如果 FID 基线呈现周期性波动，有可能是室内空气压缩机系统的过滤和压力调节功能有问题，或者是气体钢瓶的压力表有问题。

确定原因

这一步骤将帮助您找出引起 FID 高噪声或高背景信号的原因。

气源

确定气源是否完整。检查气体的纯度，对管路检漏。气源的输出压力应如表 27 所示。

表 27 气源输出压力

气体	输出压力 , MPa (psi)
载气 , 尾吹气	0.55 (80) 到 0.68 (100)
空气	最小值 0.55 (80)
氢气	最小值 0.41 (60)

漏电电流

评价 FID 漏电电流的大小。这是在不点火状态下静电计测得的流过 FID 的电流。FID 应保持在操作温度（至少 300 °C）

要进行测试，首先在 GC 的前面板上关闭 FID。等 FID 背景信号稳定下来。信号应当迅速降至 2 到 3 pA，然后慢慢趋于 0 pA。此时显示的输出值也应当非常稳定，上下波动不超过± 0.1 pA。

如果背景信号高于 5 pA 或者很不稳定，则以下部件可能有问题。

- 连接件或弹簧被污染、松动或者磨损了。不要直接用裸露的手接触连接件和弹簧，因为这样会导致污染和漏电现象。
- 隔离收集极的特氟隆绝缘件或者绝缘件本身可能被污染，可以用溶剂清洗或者更换。
- FID 连接件的绝缘性能有问题。
- 下面两个检测器电子组件中的一个可能产生噪声：静电计或者 FID 电路板。

如果漏电检查没有问题，请继续以下测试。

色谱柱和载气

将色谱柱从 FID 上取下，堵住接头，以排除色谱柱和载气造成的背景噪声。如果安装的是毛细管柱，最简单的方法是在检测器接头下边将柱子截断，用隔垫封住从 FID 里伸出的色谱柱末端。点火，等火焰稳定后重新评价噪声 / 背景。

如果背景和噪声变得可以接受，则问题可能是载气被污染或者是色谱柱的过量流失。更换一根已知是好的且老化好的薄液膜色谱柱重新评价（未涂层的保留间隙柱是确定柱流失问题的有效故障排除工具）。

如果问题仍然存在，继续下一个步骤

检测器气体

用皂膜流量计和电子流量计测定 FID 的气体流量。使用 FID 流量测定内插管（部件号 19301-60660）。表 28 给出了 FID 流量的推荐值。

表 28 FID 气体流量

气体	流量， mL/min
色谱柱或者色谱柱 + 尾吹气	30
氢气	不低于色谱柱流量，或者色谱柱 + 尾吹气流量 当氢气和惰性气体比率为 1:1 时得到最佳信噪比。
空气	400

由于色谱柱未连接以及检测器接口被堵，所以没有载气流量。单独打开 FID 的氢气、空气和辅助气管路分别测量其流量。比较相应压力下氢气和空气的流量。如果在相同压力下流量显著降低，则有可能喷嘴部分堵塞，或者在 FID 气路系统某处有气体泄漏，或者 FID 气路的多路连接管中（氢气：部件号 19231-60770，空气：部件号 19231-60610）有阻塞现象。

记住皂沫流量计的测量值受环境压力的影响。

解决所有流量控制问题后再进行 FID 噪声测试。

根据 GC 操作手册进行 FID 的维护。

- 清洗或更换 FID 喷嘴（最好更换）。
- 清洗或更换 FID 收集极和特氟隆绝缘件（最好更换）。
- 检查滚花铜螺帽组件下面是否生锈或者被腐蚀，如果脏了则更换之。
- 重新组装 FID 后确认所有机械部件都拧紧，并且连接件和弹簧没有变形。将部件沿着 FID 收集极外沿装入通道内。
- 堵上 FID 柱接头继续下一个故障排除步骤。
- 点火，将检测器在 350 °C 烘烤一小时。
- 在正常的 FID 和柱箱温度下重新评价噪声和背景信号。

如果噪声或背景仍然很高，则问题可能在氢气、空气和辅助气的纯度上。

FID 可以在只有氢气和空气的条件下操作。关掉辅助气，重新评估 FID 的噪声和背景信号。如果噪声或信号显著下降（背景下降大于 5 pA），则说明辅助气的纯度有问题，更换或安装辅助气捕集阱。如果问题仍然没有解决，就安装或更换氢气和空气的干燥管，或者更换氢气和空气气源。

如果排除了气体纯度问题以后故障仍未排除，则 FID 静电计或者 FID 电子线路板可能仍有问题，更换以后重新进行评价。

FID 点火问题

在 FID 中，有机样品在氢火焰中燃烧，导致离子化增强，产生可以高达 10^6 pA 的测量电流。

FID 的温度应当比柱箱的最高分析温度高 20 °C 以上，且不能低于 300 °C。应用于最高使用温度低于 300 °C 的色谱柱时，该温度也不会损坏色谱柱。

柱流量可能过高。请降低流量。使用气阻相对高的色谱柱（长一些的或者内径小一些的）。如果必须使用内径较大的色谱柱，就关掉载气一段时间以保证 FID 可以点燃。

注射大量芳香溶剂或卤代溶剂时会导致火焰熄灭。如果可能，换用其他溶剂。

- 1 确认气源的一致性，检查气体纯度，对气路中的多路连接管检漏。
- 2 根据表 29 设定气源输出压力。

表 29 FID 气源压力

气体	气源输出压力， MPa (psi)
载气，尾吹气	0.41 (80) 至 0.68 (100)
空气	0.54 (80)
氢气	0.41 (60)

- 3 按下流路组件上的 **[点火]** 按钮时确定 FID 的点火器是发光的（小心的俯视 FID）。如果不亮，就检查点火器的电路连接，确认点火器和 FID 螺口部件都拧紧。如果点火线圈断路或者被腐蚀性物质污染，则必须更换。
- 4 用独立的测量设备，如皂膜流量计或电子流量计，测量 FID 的气体流量。使用 FID 流量转换接头（部件号 19301-60660）。皂膜流量计的测量值会受到大气压力的影响，如果需要精确测量，可使用真实质量流量计如 Agilent 1000 流量检测器。见表 22。

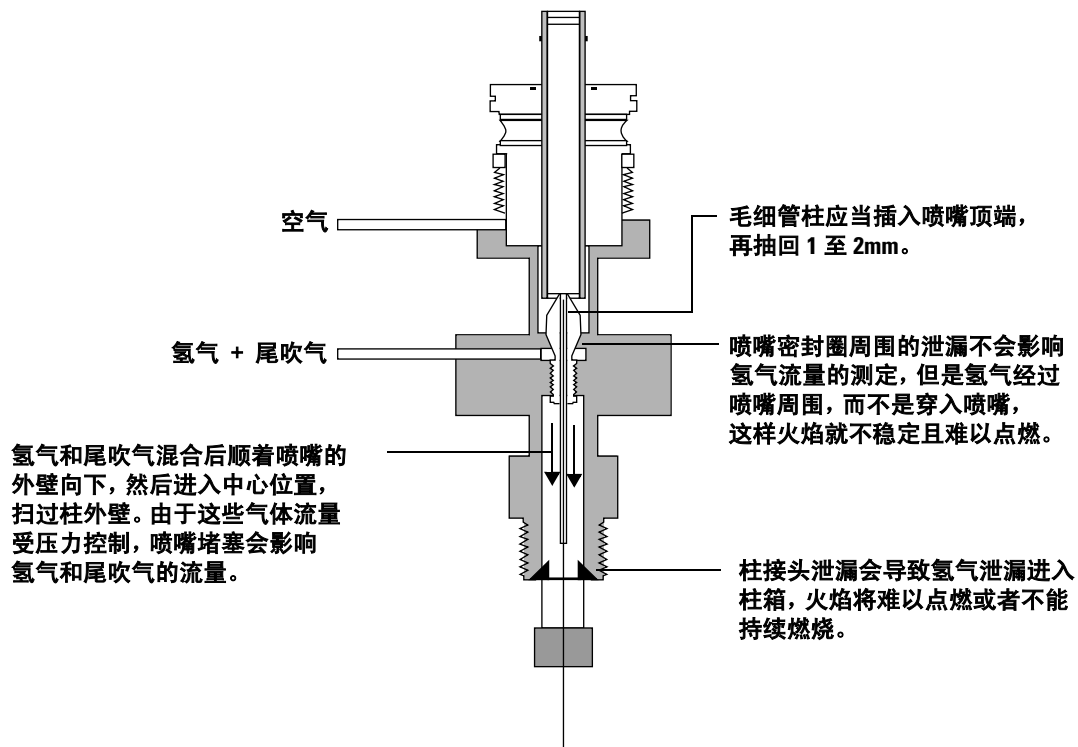


图 22 FID 的气体泄漏点

表 30 给出了推荐的 FID 气体流量。

表 30 推荐的气体流量

气体	流量, mL/min
载气, 填充柱	30 (1/8 英寸色谱柱) 60 (1/4 英寸色谱柱)
载气 + 尾吹气, 毛细管柱	30
氢气	不小于载气 / 尾吹气流量之和
空气	400

5 单独测量每种气体的流速:

- a** 冷却柱箱，在关闭所有气体的气源。如果怀疑色谱柱漏气或者使用的是大口径色谱柱，就断开色谱柱堵住 FID 柱接头。
- b** 只打开氢气开关阀测量其流量。
- c** 关上氢气，打开尾吹气阀测量其流量。
- d** 打开氢气，测量两种气体的总流量。结果应当是前面两次测量值之和。如果总值偏低，表明检测器底座的柱接头漏气或者是喷嘴有阻塞现象。
- e** 关掉氢气和尾吹气，打开空气测量其流量。

FID 流量测量值偏低的原因如下:

- 柱接口漏气。更换柱接头和密封垫。
- 喷嘴被部分或完全堵塞。清洗或更换。用细的清洁丝清洗喷嘴，用适合用户应用的溶剂超声洗涤。
- FID 底部的垫圈松动或丢失。更换之。

如果柱接口漏气，使用电子检漏器进行检查相当有效。若怀疑泄漏，就更换色谱柱垫圈和毛细管柱接头垫圈（如果安装了）。重新安装毛细管柱时记得将柱子从喷嘴顶端往回抽 1 到 2mm 以免堵住氢气和尾吹气的气路。

如果所有的流量测量都正确，则 FID 喷嘴密封处有可能泄漏（表 23）。

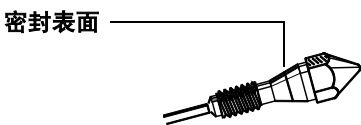


图 23 喷嘴密封表面

如果密封件有划痕，氢气会在喷嘴周围泄漏，而不是穿过喷嘴，这样会导致火焰难以点燃或者很不稳定；当溶剂流过检测器时可能导致火焰熄灭。取下喷嘴，仔细检查密封表面。在喷嘴锥形部分表面应当有一连续的小环。必要时更换。

6 保证喷嘴安装正确（表 31）。

表 31 FID 喷嘴

喷嘴类型	部件号	喷嘴口内径，mm (英寸)
毛细管柱	19244-80560	0.29 (0.011)
填充柱	18710-20119	0.47 (0.018)
大口径填充柱 (快速分离用)	18789-80070	0.76 (0.030)
高温 (用于模拟蒸馏)	19244-80620	0.47 (0.018)

TCD 信号振荡

6820 采用的是单丝 TCD。色谱柱流出物和参比载气以 5 Hz 的速率切换经过 TCD 的热丝。因此，TCD 可以准确和重复定量的高斯峰的最窄峰宽应为 0.02 min。峰宽等于或大于该值需要数据系统的采集频率为 5 Hz。

当流速改变时，数据采集速率大于切换频率使得测量次数增多。这样的数据在峰拖尾上显示像“振荡”，这是没有意义的（表 24）。

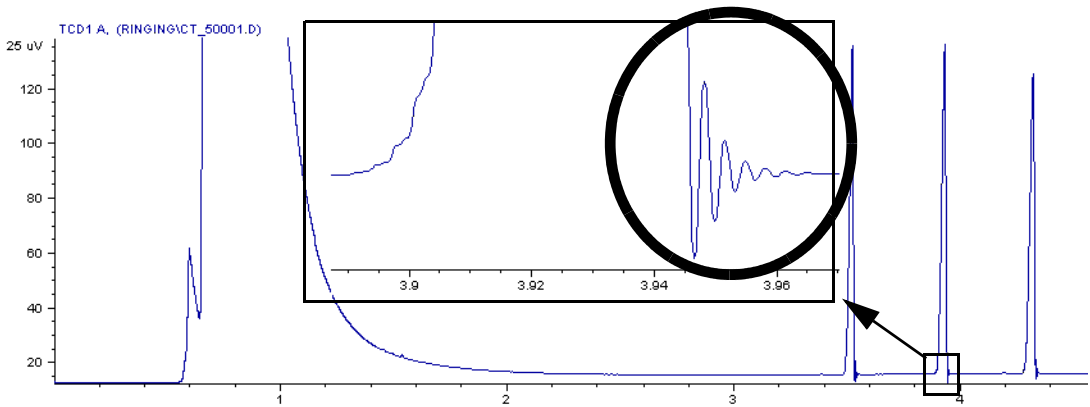


图 24 TCD 在采集速率快时的信号振荡

要消除这种表观震荡，数据系统应采用 5 Hz 的数据采集频率。

TCD 基线为 0

如果 TCD 基线为零，按如下步骤检查：

- TCD 关闭了。
- 热丝断裂。如果是热丝断裂，会有出现错误信息显示。
- 连接检测器和电路板的接线松动。

TCD 基线漂移

检查检测器是否被污染：

- 1 从检测器上取下色谱柱（见第 6 章，“色谱柱和捕集阱的维护”）。
- 2 堵住检测器柱接头。
- 3 开始空白运行。如果确定是污染问题，进行热清洗，见第 214 页上的“热清洗”。

TCD 灵敏度

如果 TCD 灵敏度低：

- 1 检查所用气体类型。除了对氢气作定量分析之外，建议使用氢气和氦气作载气。
- 2 检查检测器气体流量。见 6820 用户信息光盘上的操作手册。

电子捕获检测器

小 心

除了热清洗以外的步骤，如拆卸和清洗步骤，只有经过培训并且有处理放射性物质许可证的人员才可以进行。在其他操作过程中，可能会有痕量放射性的 ^{63}Ni 泄漏，有可能会产生有害的辐射。

警 告

为了防止可能的放射性物质有害污染，检测器排气口必须与通风橱相连，或按照当地法规来排放。

与电子捕获检测器有关的性能问题包括（不仅仅限于）灵敏度降低（实际的或感觉到的）、背景信号高，基线噪声大，以及出现不符合所注射样品特征的色谱峰和鼓包峰。

如果问题不伴随有信号输出值增高现象（从 GC 前面板可以读数），则只有在排除色谱系统其它部件的问题之后，才可怀疑问题出在检测器上。

在开始系统的故障排除前，首先要考虑问题的性质：

- 1 如果您最近对系统进行了调整，如更换载气或检测器气源、进行进样口和色谱柱的维护，或更换色谱柱，就要先检查是否由这些操作引起的污染和泄漏问题。
- 2 如果问题持续时间很长，且严重影响分析，则可能是污染问题，色谱柱性能下降，最后才怀疑 ECD 的检测池坏了。

显示信号评价

首先要考虑的是在 GC 不分析样品情况下的信号值。此时信号值大小取决于载气和检测器气体类型与质量。以及流量和应用情况。情况不同，信号大小可能不同。但作为一个一般规则，可以对比下面的值（表 32）。表 25 所示为典型的 ECD 使用周期阶段图。

表 32 ECD 信号评价

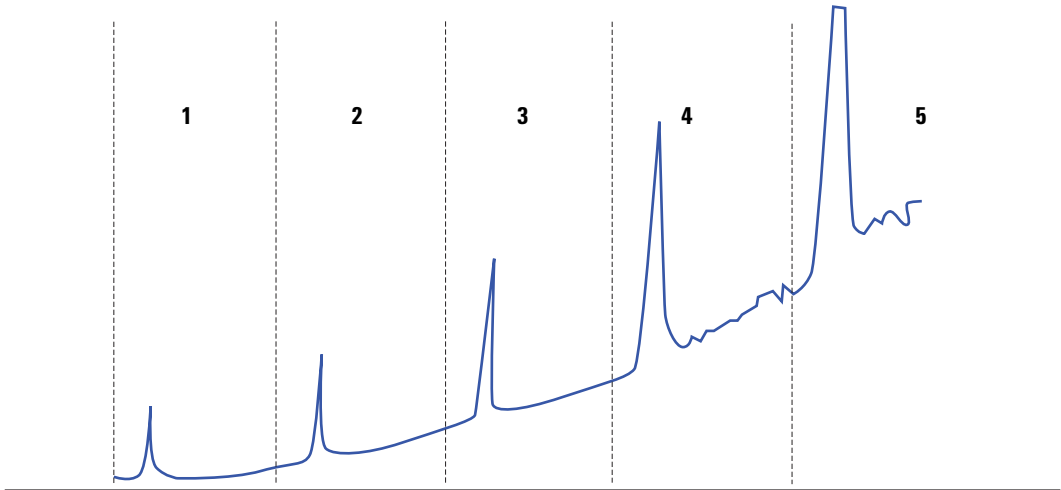
ECD 信号	说明
<200	ECD 是“健康”的。
200 到 400	略微升高，此时无需注意，信号仍旧在“良好”范围。
400 到 1000	系统显示有来自气体、色谱柱、样品污染的迹象。如果随着柱箱温度升高信号响应升高，则可能是色谱柱的问题。
1000 到 2000	怀疑有更严重的污染，按照故障排除指南进行检查。
>2000	如果以下步骤不起作用，就怀疑是 ECD 池体的问题。

注 意

ECD 基线完全稳定可能需要 24 小时，特别是当您开始使用冷的系统且希望在高灵敏度状态工作时，稳定时间会更长。要得到最准确的结果，在运行频率测试前，应在正常操作条件下保持检测器运行时间尽可能长（至少 2 小时，可长达 24 小时）。

如果使用新的进样口进样，则必须使用低流失隔垫。使用前要确保新的隔垫在进样口内以 1 到 5 mL/min 的载气流量老化数小时。

典型的 ECD 使用周期阶段：



- 阶段一： 新检测池**
背景 = 100 Hz。检测池符合安捷伦信噪比（S/N）标准。
- 阶段二： 六个月—一年**
背景 = 180 Hz。响应增加。
- 阶段三： 一年—两年**
背景 = 350 Hz。响应增大，噪声增加，信噪比降低。
- 阶段四： 二年—四年**
背景 >500 Hz。基线噪声大，有负峰。需要热清洗。
- 阶段五： 四年—十年**
背景 >1000 Hz。响应特别大，噪声很大，检测池被污染。需要更换检测池。

图 25 典型的 ECD 使用周期阶段图

灵敏度

如果 ECD 信号在“良好”范围内，灵敏度可能会有问题，问题很有可能是出在进样口和色谱柱上。应当考虑以下的问题：

- 1 如果使用分流 / 不分流进样口，要检查模式设置没有改变，且阀件工作正常。检查的方法是：保持其它所有方法参数不变，分别进行分流进样和不分流进样，响应值应当相应地变化。如果使用分流模式，要用流量计检验分流流量。
- 2 检查所有流量。参见 6820 用户信息光盘中的操作手册。
- 3 确保进样口已进行了彻底的维护。包括修整和重新安装色谱柱。
- 4 检查进样装置是否工作正常。如果分析方法要使用进样阀，就使用注射器将与阀进样浓度相近的样品直接注射进样，以排除进样阀的故障。
- 5 检查尾吹气接头内的混合衬管。石墨碎屑或者样品污染都会降低灵敏度。

污染或高基线信号

如果您怀疑是污染问题，参见第 90 页上的“污染物和鬼峰”。

阀

多数与进样阀有关的问题与以下原因有关：进样口和传输管线引起的峰展宽，阀和传输管线对样品的吸附，漏气和基线起伏。

色谱症兆

阀和相连管路的故障排除基本是一个对所有活动部件的系统检查和验证无损机械操作的问题。这就需要了解阀内部如何运作和管线如何配置。管路连接图是进行有效故障排除所必不可少的。

“症兆—原因”列表（表 33）给出了阀最常遇到的问题以及相应的解决方法。

表 33 与阀有关的色谱问题的故障排除

症兆	可能的原因	解决方法
峰消失（降解）	阀或传输管线过热 传输管线有活性	降温 50 °C，重新评价 使用镍管或镍基合金管
峰消失或脱尾	阀或传输管线过冷	升温 50 °C，重新评价
基线波动	阀旋转速度慢 转子变形 样品 / 柱压力相差太大	增加触动压力 更换转子 在样品排出口增加反压
峰脱尾，峰展宽	柱超载 流速太慢 系统死体积	使用较小的样品定量管 增大分流比 增加柱流量 增加分流流量 检查连接点 减小连接管路体积

灵敏度损失或严重漂移

色谱图总的情况变坏的几个可能原因。

- 阀被污染需要彻底清洗。
- 内部泄漏，需要完全拆开阀并检查连接表面。
- 控温不好。需要检查电子元件和加热组件。
- 仪器和色谱柱等的老化方法不正确。
- 其他部件性能下降和故障（色谱柱，检测器等）。

色谱图特定区域的峰消失

由于阀没有转动或者转动不正常，整个一部分色谱数据可能丢失。与其他一些明显的部件故障（电磁阀，阀驱动器等）不同，调节不正确和管线连接不对可以引起大部分问题。

- 检查空气供应是否充足（约需 0.5 MPa 或 70 psi）。
- 检查阀是否旋转？
- 如果阀可以转，检查驱动器定位是否正确，机械连接部件的连接是否正确，或者连接部件的滑动是否正常。
- 检查阀两个位置的流路是否堵塞。

无关的峰

在阀的转子没有密封好的情况下，空气峰会出现在色谱图上。这种泄漏用皂膜流量计可能测不到。

如果怀疑有泄漏现象，但皂膜流量计无法确定，进行压力检查可以明确地确定是否有泄漏。无关的峰也可由阀污染或者不正确的老化引起。如果泄漏不是很明显，就清洗或老化阀。

其他与阀没有任何关联的原因也会产生相似的征兆，不纯的载气（即含有水）会产生无关的峰。

峰展宽和拖尾

流路系统（阀和连接管路）的死体积会导致色谱峰拖尾和展宽。使用小内径进样口和衬管，以及用内径小的短管连接阀和进样口以及色谱柱。

如果较早流出的峰很宽，填充柱进样口应当利用固定相或热聚焦；如果采用毛细管分流进样口，则应增加分流流量。进样口应当配备窄内径衬管，在阀和进样口之间应当使用窄内径连接管。

基线漂移

当阀转动的时候，样品定量管需与系统的压力平衡，色谱柱的流量就会变化，从而导致基线波动。阀转动缓慢时，载气流量会瞬间停止，而当阀停止转动时，流量会突然增加，然后缓缓地恢复正常。检查阀驱动压力（通常 0.3 到 0.5 MPa (40 到 75 psi)），阀转动的张力，以及阀的温度，以保证阀转动尽可能地快。在样品出口管线上可以增加限流器或压力表，以维持样品定量管和系统的压力一致。这样可以减少在阀切换之后恢复稳定流量的时间。

基线波动

当阀切换时，色谱图上经常会有基线波动。系统内压力的变化，大体积进样或者改变流路阻力会引起波动。在要求高灵敏度时这种波动很成问题。在阀的下游安装一个附加的固定限流器有助于减小波动。改变色谱柱长度也可减小波动。

固定的限流器一般被直接接在火焰检测器前以防止火焰熄灭，有时也用在 TCD 上防止压力波动损毁热丝。可调节的限流（针型阀）器也可用于需要限流的地方，但不能防止压力或流量波动。

基线波动经常困扰分析，偏移是指基线漂移后不能迅速回归原来的水平。基线的偏移可能由空气泄漏产生，更普遍的是由气体纯度或检测器流量的变化引起。一旦发生偏移，应检查载气的质量，过滤器和捕集阱是否正确老化。

峰面积和保留时间的误差

样品定量管的压力和温度影响样品定量管所含的样品量，进而影响进入色谱柱的样品量。温度和压力变化会导致峰面积的变化。限流器和反压调节阀有助于维持样品定量管的恒定压力，阀箱帮助维持恒定的温度。

泄漏可能发生在阀本身或任何传输管线的连接点上。泄漏会降低峰面积重现性，导致保留时间改变，增加空气峰的峰面积（使用 TCD）。有时通过拧紧阀箱内固定转子的螺帽可以解决转子的泄漏问题。使用电子检漏器或检漏液可以查出连接处的泄漏问题。

压力检查

阀系统内管路的泄漏必须仔细地进行系统检查。下面介绍的压力检查方法将发现，但有时不能确定流路里的泄漏点。由于这一方法不一定能确定泄漏点，所以有可能需要用其他的检漏方法具体确定漏气点。

注意

系统中每一个阀有两条流路，开和关。有时泄漏现象只发生在其中一条流路里，两条都必须检查。

注意

如果您使用的是单进样口阀，就要先对进样口检漏。详见第 7 章，“进样口的维护”中关于进样口检漏的测试部分。

- 1 断开检测器与阀系统的连接。
- 2 堵住阀系统的出口，加压到 0.7 MPa(100 psi)。等待 2 至 5 min 使压力达到平衡。
- 3 从气源关闭气体。
- 4 一般情况下，压力会在 30 到 60 秒内迅速下降，然后稳定。在初始压力下降后，十分钟内压力下降不得多于 0.007 到 0.014 MPa (1 到 2 psi)。
 - a 如果没有泄漏，对所有阀重复步骤 2 至步骤 4。
 - b 如果有泄漏，就用皂膜流量计查明泄漏点。不要假定只有一个阀会泄漏，管路连接点如接头或间隔接头经常会有故障。
 - c 如果不易找到泄漏点，将系统分成两部分再重复检查压力。如果还不行再接着分，检查压力直至找到漏气点。

6

色谱柱和捕集阱的维护

毛细管柱	118
色谱柱支架	118
毛细管色谱柱的垫圈	119
准备毛细管柱	120
在毛细管进样口安装毛细管柱	122
在填充柱进样口安装毛细管柱	125
在 FID 入口安装毛细管柱	129
在 TCD 入口用柱接头安装毛细管柱	132
在 TCD 入口用螺帽和成套垫圈安装毛细管柱	134
在 ECD 入口安装毛细管柱	136
金属填充柱	139
金属填充柱的垫圈	140
准备金属填充柱	141
用聚四氟乙烯管制备间隔管	142
在金属柱上安装垫圈	145
在检测器接头上安装转换接头	146
安装金属填充柱	148
玻璃填充柱	150
用于玻璃填充柱的垫圈和 O 形圈	152
安装玻璃填充柱	153
老化色谱柱	155
色谱柱老化基本步骤	155
老化毛细管柱	157
老化填充柱	158
老化化学捕集阱	159
取出和更换内部捕集阱	160



毛细管柱

本节介绍准备毛细管柱和在进样口和检测器上安装毛细管柱的信息。对于金属填充柱，请参见第 139 页，玻璃填充柱，请参见第 150 页。

色谱柱支架

安捷伦公司的毛细管柱盘绕在金属丝架子上，该支架挂在与柱温箱内的顶部连接的一个挂钩上。

色谱柱挂钩可以安装在柱箱内两个位置上（图 26）。最好的位置是使柱子位于柱箱的中央。色谱柱的两端成平滑的曲线伸向进样口和检测器的接头。不要使色谱柱的任何部位跟柱箱表面接触。

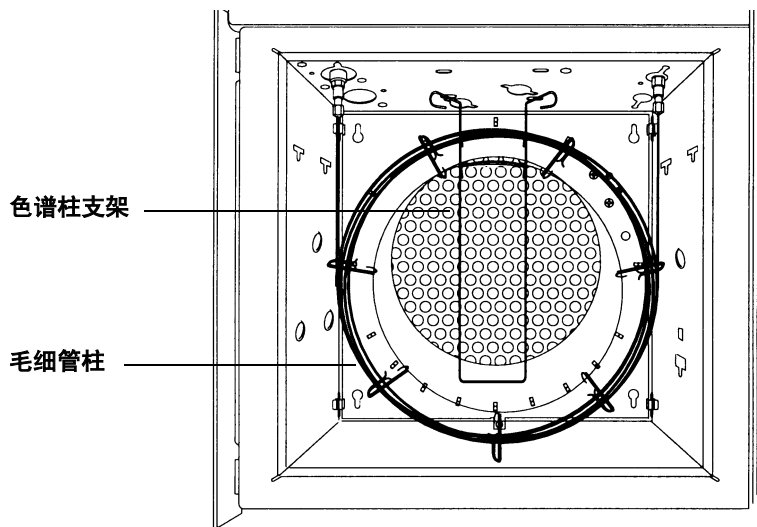


图 26 色谱柱支架

毛细管色谱柱的垫圈

表 34 列出了一些用于毛细管柱和进样口、检测器接头连接的垫圈。详细清单参见安捷伦公司的消耗品和备件目录。

石墨和石墨化 Vespel 垫圈

将一些垫圈放在表面皿中，置于柱温箱中于 250-300 °C 加热处理 30 分钟，以除去被石墨吸附的物质。在柱温箱中放一个表面皿，其中留一些各种型号的干净垫圈以备用。

垫圈套在毛细管柱上可滑动但不能靠其自重脱落。如果配备合适，用手拧 1/4 圈可以很好地密封。如果垫圈松动，可以旋动柱螺帽以压紧套在柱上的垫圈，这对于软石墨垫圈没有问题，但对于硬石墨垫圈则需要较大的力拧紧，这有可能导致进样口接头、螺帽和垫圈的损坏。对于硬垫圈，最好使用孔尺寸较小的型号，然后将孔钻大，以使其与色谱柱外径匹配。

Vespel 垫圈

这些垫圈比石墨化的密封性能好，但是其使用温度上限较低。在几次柱箱温度循环后要重新拧紧。

表 34 毛细管柱使用的硬件

项目*	典型应用	部件号
1/4- 英寸石墨化 Vespel 垫圈，10/ 包	进样口 / 检测器柱接头	5080-8774
1.0mm 石墨垫圈， 10/ 包	毛细管柱	5080-8773
0.5mm 石墨化垫圈， 10/ 包	毛细管柱	5080-8853
柱螺帽， 2/ 包	连接色谱柱到进样口或检测器	5181-8830
色谱柱切割器	切割毛细管柱	5181-8836

* 垫圈和 O 形圈的内径

准备毛细管柱

您必须在安装前准备好毛细管柱。这可保证色谱柱末端没有毛刺或缺口的边缘，以及没有被石墨或其它物质污染。

警告

当处理、切割及安装玻璃或熔融石英毛细管柱时，请戴防护眼镜以保护眼睛不被飞来的颗粒物质碰伤。处理这些色谱柱时要小心以免被刺伤。

需要的备件：

柱螺帽和垫圈
毛细管柱
色谱柱切割器
放大镜
异丙醇
丝绸布

- 1 将仪器冷却至室温，关闭所有气源。
- 2 如图 27 所示，在色谱柱上套上隔垫、毛细管柱螺帽及垫圈。

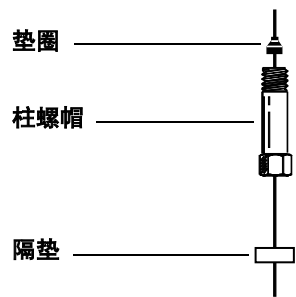


图 27 装配色谱柱和接头

- 3 用玻璃切割工具在色谱柱上刻痕。刻痕必须是平直的以确保光洁的断面（见图 28）。

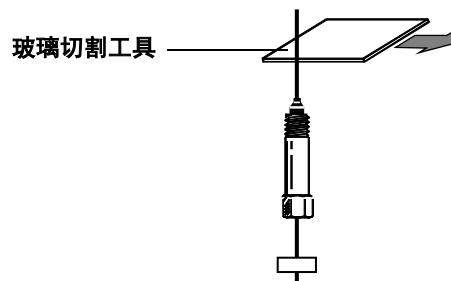


图 28 在色谱柱上刻痕

- 4 在与刻痕相反方向上顶住柱末端，并折断该端。用放大镜检查以确保该截面没有毛刺和缺口的边缘（见图 29）。

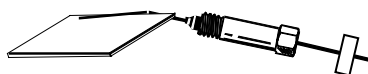


图 29 折断色谱柱端

- 5 用甲醇湿润过的丝绸布擦拭色谱柱壁，以除去指纹和灰尘。

在毛细管进样口安装毛细管柱

安装色谱柱前，要确保已安装了合适的玻璃衬管。

需要的备件：

柱螺帽和垫圈
色谱柱切割器
1/4 英寸扳手
米尺

- 1 将仪器冷却至室温，关闭所有气源。
- 2 准备色谱柱。参见第 120 页上的“准备毛细管柱”的方法。
- 3 把色谱柱穿过垫圈，并在垫圈上端伸出 4-6 mm 长（如图 30 所示）。将隔垫滑动到螺帽，标记这个长度。

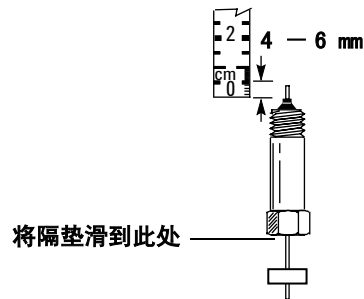


图 30 标记色谱柱

- 4 把色谱柱插入进样口，并使螺帽和垫圈顺着色谱柱滑向进样口底部。用手拧紧柱螺帽直到它开始夹紧色谱柱为止（图 31）。

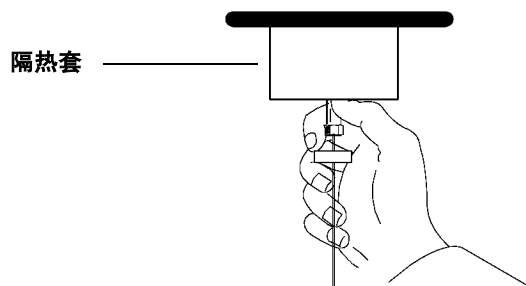


图 31 初步拧紧

- 5 调节色谱柱位置以便柱上的隔垫与柱螺帽的底部持平 (图 32)。

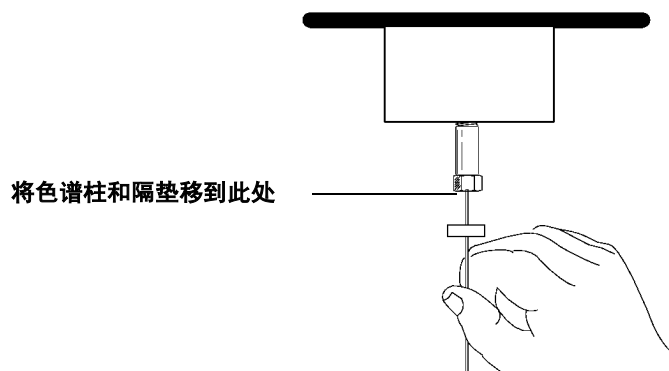


图 32 调节色谱柱位置

- 6 再拧紧柱螺帽 1/4-1/2 圈，用轻微的力不会把色谱柱拔出来 (图 33)。

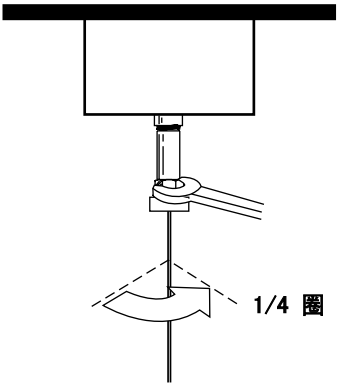


图 33 拧紧色谱柱螺帽

小 心

设置柱箱最高温度低于色谱柱工作温度上限，以避免色谱柱意外地过热。

- 7 色谱柱在进样口和检测器上都安装好后，设置载气流速通过进样口。加热柱箱、进样口和检测器至操作温度。然后将它们冷却，重新拧紧柱接头。

在填充柱进样口安装毛细管柱

在该进样口安装色谱柱之前，要确保已经安装色谱柱转换接头和玻璃衬管。如果没有安装绝热套，请从第 3 步开始。否则，请从第 6 步开始。

需要的备件：

柱螺帽和垫圈

色谱柱切割器

1/4 英寸扳手

米尺

绝热套

无孔垫圈 — 安装绝热套时作为塞子使用

- 1 将仪器冷却到室温，关闭所有气体。
- 2 准备色谱柱。参照第 120 页的介绍。
- 3 用无孔垫圈塞住进样口接头（图 34）。

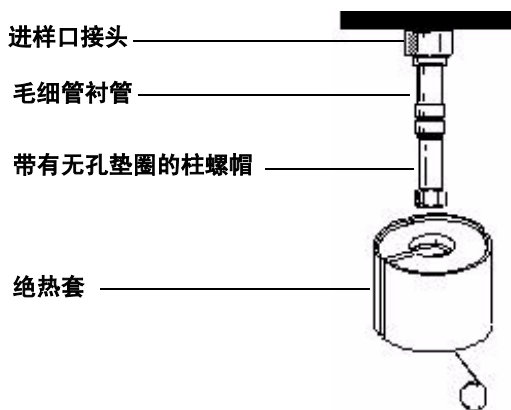


图 34 隔垫吹扫填充柱进样口接头

- 4 如果需要，安装绝热套。把绝热套弹簧推向右侧，使绝热套滑动套到进样口接头上，以便绝热套上部的绝热体跟柱箱顶直接接触（图 35）。

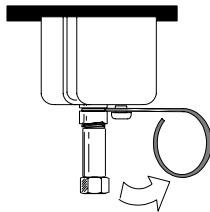


图 35 绝热套

- 5 把弹簧置于进样口柱接头的槽中（图 36）。拆下柱螺帽并把无孔垫圈放到一边。

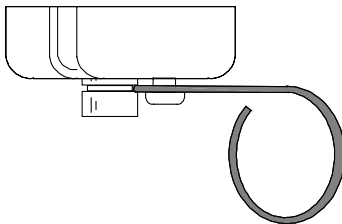


图 36 锁定绝热套

- 6 准备色谱柱。参阅第 120 页的介绍。
- 7 把色谱柱穿过垫圈，并在垫圈上端伸出 1-2 mm 长（图 30）。把隔垫向上滑动到螺帽，以标记这个长度（图 37）。

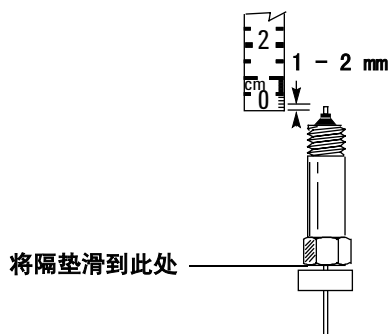


图 37 标记色谱柱

- 8 把色谱柱向上推 1 cm，并引导它进入柱接头中。使螺帽和垫圈沿色谱柱向上滑动到柱接头。调节色谱柱位置，使色谱柱上的隔垫恰好处于柱螺帽的底部（图 38）。用手拧紧柱螺帽直到把色谱柱固定

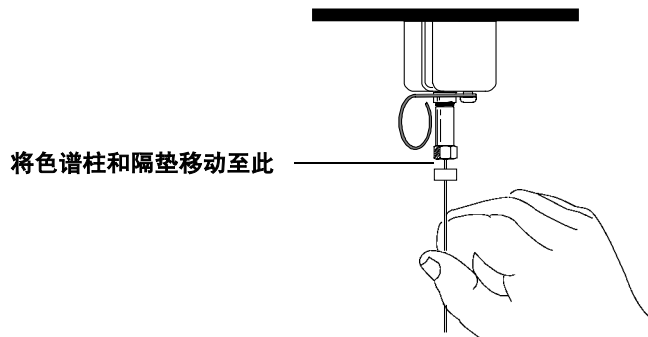


图 38 调节色谱柱位置

- 9 用两个扳手，再拧紧柱螺帽 1/4-1/2 圈，用轻微的力不会把色谱柱从接头上拉下来（见图 39）。

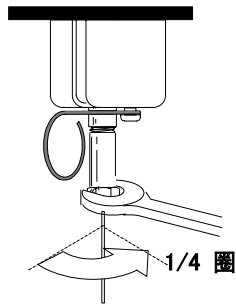


图 39 拧紧色谱柱螺帽

小 心

设置柱箱最高温度低于色谱柱工作温度上限，以避免色谱柱意外地过热。

10 色谱柱在进样口和检测器上都安装好后，设置载气通过进样口。加热柱箱、进样口和检测器至操作温度。然后将它们冷却，重新拧紧接头。

在 FID 入口安装毛细管柱

安装色谱柱前确保您在检测器上已安装合适的喷嘴。关于安装检测器喷嘴的详细说明请参阅第 198 页上的“[安装喷嘴](#)”。

需要的备件：

柱螺帽和垫圈
 色谱柱切割器
 1/4 英寸的扳手
 9/16 英寸的扳手
 1/4 英寸的螺帽和垫圈
 毛细管柱接头
 米尺

- 1 将仪器冷却到室温，关闭所有气体。
- 2 准备色谱柱。参阅第 120 页的介绍。
- 3 在色谱柱上安装柱螺帽和 1.0 mm 孔径的垫圈。这可能污染色谱柱末端。制备一洁净的柱末端。
- 4 如[图 40](#)所示完成其余安装过程。小心地把色谱柱尽可能地插入检测器（约 40mm）直到其底座，不要试图把它插入更深。然后将柱上的垫圈和柱螺帽滑向柱接头。

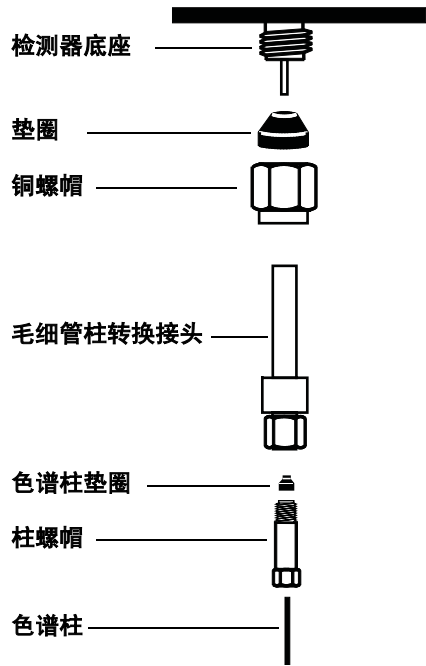


图 40 在 FID 上安装测试柱

- 5 用手拧紧螺帽，把色谱柱拉回大约 1 mm。用扳手再把螺帽拧紧 1/4- 圈。
- 6 在柱螺帽处进行安装检漏。如有必要，继续拧紧接头，直到停止漏气即可。

小 心

检漏液经常会留下污染性残留物。每次使用后，用甲醇清洗测试区然后自然风干。

- 7 色谱柱在进样口和检测器上都安装好后，设置载气流速通过进样口。加热柱箱、进样口和检测器至操作温度。然后让它们冷却，重新拧紧接头。

在 TCD 入口用柱接头安装毛细管柱

需要的备件:

毛细管柱转换接头
柱螺帽和成套垫圈
色谱柱切割器
扳手

- 1 将仪器冷却到室温，关闭所有气体。
- 2 准备色谱柱。参阅第 120 页的介绍。
- 3 组装毛细管柱转换接头，如图 41 所示。

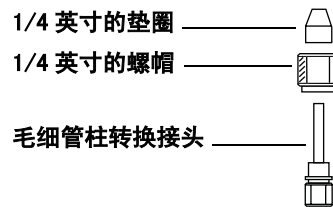


图 41 TCD 色谱柱接头

请参阅第 119 页上的表 34 选择合适的垫圈。截去一小段色谱柱以除去色谱柱头任何垫圈碎屑。

- 4 在检测器接头安装转换柱接头组件，并用手拧紧。
- 5 用扳手拧紧直到紧密。
- 6 准备色谱柱。
- 7 把色谱柱插入检测器底部。不要强行插入。
- 8 使柱螺帽和垫圈沿着色谱柱滑向转换接头，并用手拧紧螺帽。
- 9 把色谱柱向外拉出 1 mm，如图 42 所示。用扳手把螺帽再拧紧 1/4 圈。色谱柱应该不能移动。

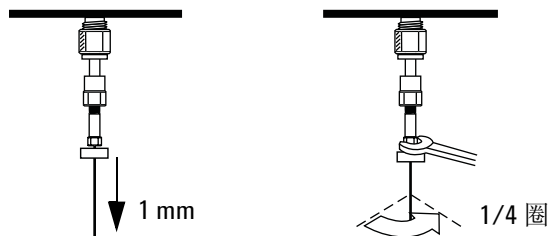


图 42 拉出色谱柱并拧紧柱螺帽

10 在柱螺帽处进行安装检漏。如有必要，继续拧紧接头直到停止漏气。

小 心

过度拧紧会导致垫圈粘附在接头上。

小 心

检漏液经常会留下污染性残留物。每次使用后，用甲醇清洗测试区然后自然风干。

11 色谱柱在进样口和检测器上都安装好后，设置载气流速通过进样口。加热柱箱、进样口和检测器至操作温度。然后将它们冷却，重新拧紧接头。

在 TCD 入口用螺帽和成套垫圈安装毛细管柱

需要的备件:

柱螺帽和垫圈装置
色谱柱切割器
扳手

- 1 将仪器冷却到室温，关闭所有气体。
- 2 把垫圈和一个 1/8 英寸的铜螺帽组装在色谱柱上（图 43）。

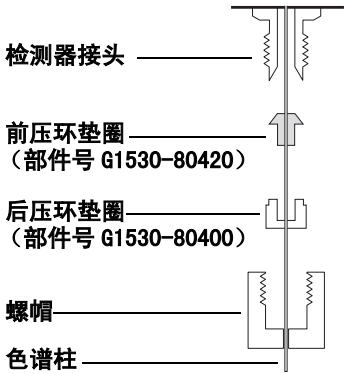


图 43 TCD 柱接头横截面图

- 3 截去一小段色谱柱，以除去色谱柱中的任何垫圈碎屑。
- 4 把色谱柱插入检测器直到底部，不要强行插入。
- 5 使柱螺帽和垫圈沿着色谱柱滑向检测器，并用手拧紧螺帽。
- 6 把色谱柱向后拉出 1 mm。用扳手把螺帽再拧紧 1/4 圈。色谱柱应该不能移动。

- 7 在柱螺帽处进行安装检漏。如有必要，继续拧紧接头直到停止漏气。过度拧紧会导致垫圈粘附在接头上。

小 心

检漏液经常会留下污染性残留物。每次使用后，用甲醇清洗测试区然后自然风干。

在 ECD 入口安装毛细管柱

仪器到货时检测器上已装上毛细管柱转换接头。如果它已经被拆卸，必须在安装毛细管柱前把它重新装好。

ECD 需要齿状衬管，向一端缩小，且是透明的。

需要的备件：

毛细管柱转换接头
熔融石英衬管，齿状的
1/4 英寸螺帽和 1/4 英寸的石墨化 Vespel 垫圈
柱螺帽和垫圈
色谱柱切割器
1/4 英寸和 9/16 英寸的扳手

- 1 将仪器冷却到室温，关闭所有气体。
- 2 在转换接头上安装一个 1/4 英寸的螺帽和石墨化 Vespel 垫圈（图 44）。

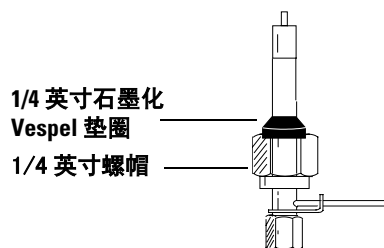


图 44 组装转换接头

- 3 准备色谱柱。参阅第 120 页上的“准备毛细管柱”的介绍。
- 4 如果色谱柱内径为 0.2 mm 或更大，把色谱柱推入转换接头直到它停止在衬管的齿状处。把它向后拉出 1-2mm，并牢固地拧紧柱螺帽。

如果色谱柱内径小于 0.2 mm，用隔垫从柱一端标记色谱柱 70 ± 1 mm 的长度。把色谱柱和螺帽连同在柱螺帽后面的隔垫一起插入转换接头中，牢固地拧紧柱螺帽（图 45）。

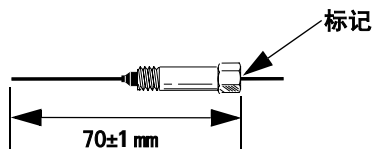


图 45 标记色谱柱

- 5 慢慢地把转换接头直接插入检测器接头中。确保转换接头在插入过程中始终固定在检测器接头 — 如果必要，轻轻摇动它。小心不要弄断柱末端（图 46）。

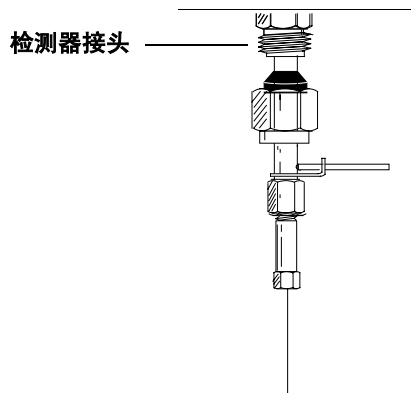


图 46 插入转换接头和色谱柱

如果转换接头安装正确，那么 1/4 英寸螺帽和转换接头底部之间的距离将是 19 ± 1 mm（图 47）。如果该距离为 22 到 23 mm 之间，把转换接头重新安装到检测器接头中。

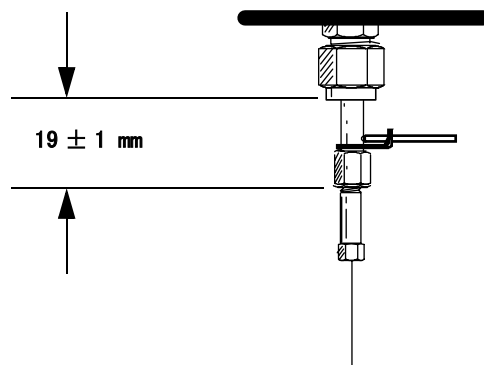


图 47 正确的安装

- 6 将螺帽和垫圈滑向检测器接头并用手拧紧螺帽。用 9/16 英寸的扳手把螺帽再拧紧 1/4 圈。

小 心

设置柱箱最高温度低于色谱柱工作温度上限，以避免色谱柱意外地过热。

- 7 色谱柱在进样口和检测器上都安装好后，设置载气流速通过进样口。加热柱箱、进样口和检测器至操作温度。然后将它们冷却，重新拧紧接头。

金属填充柱

概述：安装金属填充柱

通常使用的金属填充柱有 1/4 英寸和 1/8 英寸两种规格。下面的通用操作规程适用于这两种色谱柱。

- 1 预备金属填充柱（第 141 页）。
- 2 需要的接头参见表 35。
- 3 如果需要，安装转换接头（第 146 页）。
- 4 安装色谱柱（第 148 页）。
- 5 设置载气流速通过进样口。加热柱箱、进样口和检测器至操作温度。然后将它们冷却，重新拧紧接头。

表 35 适用于 1/4 英寸和 1/8 英寸金属填充柱的接头

进样口或 检测器	1/4 英寸的金属填充柱		1/8 英寸的金属填充柱	
	安装位置	说明	安装位置	说明
隔垫吹扫填充柱进样口	1/4 英寸转换接头	参见第 188 页上的“ 在进样口安装色谱柱接头 ”。	1/8 英寸转换接头	参见第 188 页上的“ 在进样口安装色谱柱接头 ”。
FID	1/4 英寸转换接头 (部件号 19231-80530)	根据需要拆卸或安装转换接头。 参见第 146 页上的“ 在检测器接头上安装转换接头 ”。	1/8 英寸转换接头 (部件号 19231-80520)	参见第 146 页上的“ 在检测器接头上安装转换接头 ”。
ECD	检测器接头	如果需要，卸下转换接头。	1/8 英寸转换接头 (部件号 19301-80530)	参见第 146 页上的“ 在检测器接头上安装转换接头 ”。
TCD	1/4 英寸转换接头 (部件号 G1532-20710)	参见第 146 页上的“ 在检测器接头上安装转换接头 ”。	检测器接头	如有需要，卸下转换接头

金属填充柱的垫圈

表 36 列出了一些适用于金属填充柱的螺帽和垫圈。详细清单参照安捷伦公司的消耗品和备件目录。

垫圈准备的不正确会导致漏气和污染。这里有些可以避免此问题的建议。

石墨和石墨化 Vespel 垫圈 将一些垫圈放在表面皿中，置于柱温箱中于 250-300 °C 加热处理 30 分钟，以除去被石墨吸附的物质。在柱温箱中放一个表面皿，其中留一些各种型号的干净垫圈以备。

Vespel 垫圈 这些垫圈比石墨化的密封性能好，但是使用温度上限较低。几次柱箱温度循环后要重新拧紧以确保好的密闭性。一定要确保使用合适所用的色谱柱规格的垫圈。

表 36 金属填充柱的螺帽和垫圈

项目*	典型应用	部件号
1/4- 英寸 Swage 不锈钢, 20/ 包 (螺帽、前压环垫圈和后压环垫圈)	1/4 英寸	5080-8753
1/8 英寸 Swage 不锈钢, 20/ 包 (螺帽、前压环垫圈和后压环垫圈)	1/8 英寸	5080-8751
1/4 英寸 Swage 铜, 20/ 包 (螺帽、前压环垫圈和后压环垫圈)	1/4 英寸	5080-8752
1/8 英寸 Swage 铜, 20/ 包 (螺帽、前压环垫圈和后压环垫圈)	1/8 英寸	5080-8750
1/4 英寸石墨化 Vespel 垫圈, 10/ 包	1/4- 进样口 / 检测器转换接头 1/4 英寸色谱柱	5080-8774
1/8 英寸石墨化 Vespel 垫圈, 10/ 包	1/8 英寸色谱柱	0100-1332

* O 形圈和垫圈内径

准备金属填充柱

安装这些色谱柱之前，垫圈应该被锁定在色谱柱末端，使它与色谱柱末端相持平。这可防止由接头中的死体积引起的问题（图 48）。

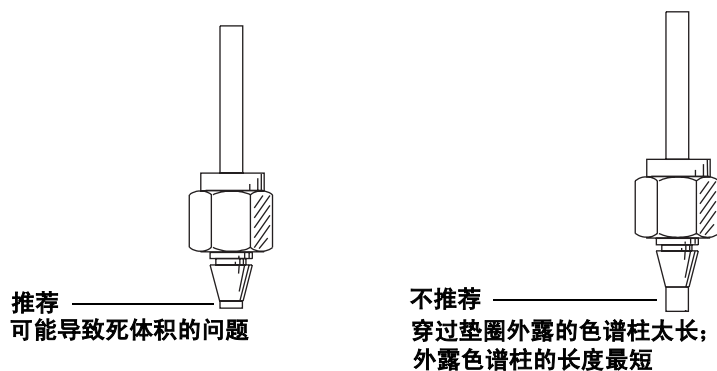


图 48 外露的色谱柱长度

按照下面的操作指导，在 1/8- 英寸和 1/4- 英寸的金属柱上安装新的 Swagelok 螺帽和垫圈。如果色谱柱已经安装了垫圈，就请按照安装转换接头（第 187 页）或安装金属填充柱（第 148 页）的操作指导继续进行。

用聚四氟乙烯管制备间隔管

需要的备件:

1/4 英寸或 1/8 英寸的聚四氟乙烯管
1/4 英寸或 1/8 英寸的螺帽和成套垫圈
台钳
Swagelok 外螺纹接头
9/16 英寸或 7/16 英寸扳手
刀片或锋利的小刀

- 1 在台钳上固定新的 Swagelok 外螺纹接头（图 49）。

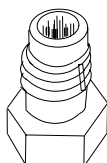


图 49 Swagelok 外螺纹接头

- 2 使 Swagelok 螺帽、后压环垫圈和前压环垫圈滑入一段聚四氟乙烯管上。如果管末端没有切割光滑，请用刀片或锋利的小刀切割成平整而光滑的末端（图 50）。

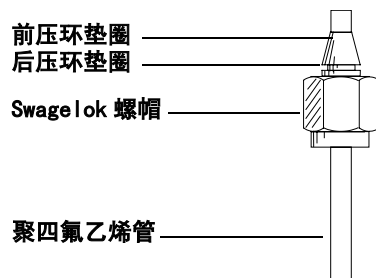


图 50 组装接头

- 3 把聚四氟乙烯管、垫圈和螺帽插入固定 Swagelok 接头的台钳中。用手拧紧后再紧 3/4 圈以固定垫圈在管上的位置。见 [图 51](#)。

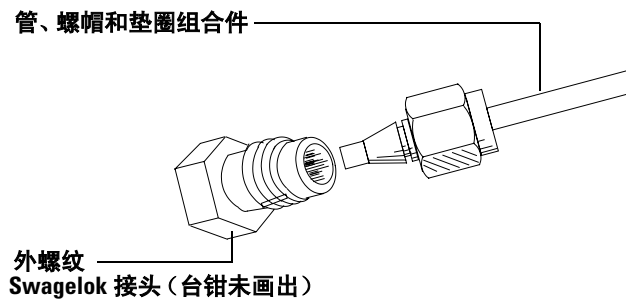


图 51 组装接头

- 4 松开螺帽并从外螺帽 Swagelok 接头上取下组合件。
- 5 用刀片或锋利的小刀切断露出垫圈的管末端。这段管就是间隔管 ([图 52](#))。

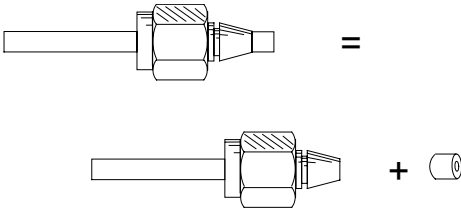


图 52 制作间隔管

6 把该间隔管插入固定 Swagelok 接头的台钳中（图 53）。

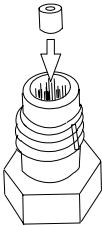


图 53 插入间隔管

外螺纹 Swagelok 接头和间隔管应该放在手边，以便任何时候在色谱柱上安装新的垫圈时使用。

在金属柱上安装垫圈

需要的备件:

带有聚四氟乙烯间隔管的外螺纹 Swagelok 接头

Swagelok 螺帽和垫圈组件

扳手

- 1 在色谱柱上安装新的 Swagelok 螺帽和垫圈（图 54）。

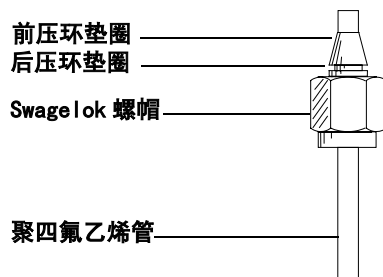


图 54 组装接头

- 2 在外螺纹接头上安装聚四氟乙烯间隔管。把带有柱螺帽和垫圈的色谱柱充分插入固定接头的台钳中。用手拧紧螺帽。
用扳手对 1/4 英寸的色谱柱再拧紧 1-1/4 圈，而对 1/8 英寸的色谱柱再拧紧 3/4 圈。
- 3 从固定接头的台钳中松开柱螺帽，并取下色谱柱。现在垫圈应该处在色谱柱上的合适位置。

在检测器接头上安装转换接头

这是在检测器接头上安装许多类型的转换接头的通用操作规程。
转换接头部件号请参见第 139 页上的表 35。

需要的备件：

7/16 英寸或 9/16 英寸的扳手
石墨化 Vespel 垫圈
螺帽
转换接头

- 1 把铜螺帽和石墨化 Vespel 垫圈组装到转换接头上（图 55）。

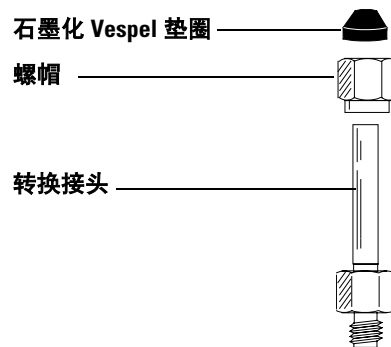


图 55 组装转换接头

- 2 把转换接头尽可能深地插入检测器底部。在该位置固定转换接头并用手拧紧螺帽（图 56）。

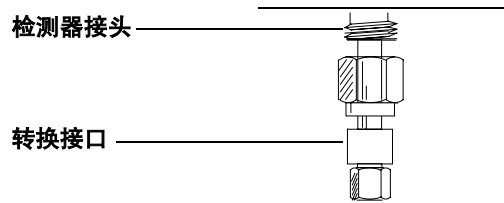


图 56 拧紧螺帽

1/4 英寸的色谱柱，用 9/16 英寸的扳手拧紧后，再拧 3/4 圈。
1/8 英寸的色谱柱，用 7/16 英寸的扳手拧紧后，再拧 1/4 圈。

安装金属填充柱

在进行这项操作之前，确认已经安装了转换接头或衬管（如果需要），并已经准备好色谱柱（第 141 页）。

需要的备件：

准备好的金属柱
柱转换接头 — 如果需要
扳手

- 1 将仪器冷却到室温，关闭所有气体。
- 2 把色谱柱插入转换接头的底部。用手拧紧螺帽（图 57）。

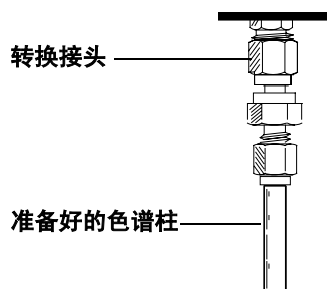


图 57 安装转换接头

- 3 如果您正在检测器接头上安装色谱柱：
1/4 英寸色谱柱，用 9/16 英寸的扳手拧紧后，再拧 3/4 圈。
1/8 英寸色谱柱，用 7/16 英寸的扳手拧紧后，再拧 1/4 圈。

- 4 如果您正在转换接头上安装色谱柱：
用两个扳手以相反方向拧紧柱螺帽，一个在柱螺帽上而另一个在转换接头上。这可防止在拧紧柱螺帽时转换接头旋转。
1/4 英寸色谱柱，用 9/16 英寸的扳手拧紧后，再拧紧 3/4 圈。
1/8 英寸色谱柱，用 7/16 英寸的扳手拧紧后，再拧紧 1/4 圈。

小 心

设置柱箱最高温度低于色谱柱工作温度上限，以避免色谱柱意外地过热。

- 5 设置载气以一定流量通过进样口。加热柱箱、进样口和检测器至操作温度。然后将它们冷却，重新拧紧接头。

玻璃填充柱

玻璃填充柱必须同时在进样口和检测器安装，并且必须与柱箱门平行（图 58）。

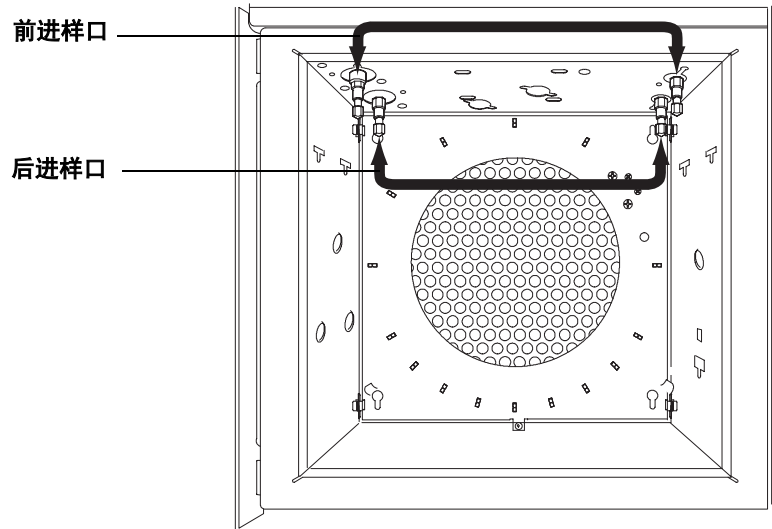


图 58 玻璃色谱柱的位置

可以直接把玻璃填充柱安装到隔垫吹扫填充柱进样口、ECD 和 FID 的接头。TCD 需要一个转换接头。

6820 系列可使用三种类型的玻璃填充柱。您必须确认所用的色谱柱和进样口接头及使用的检测器相兼容。表 37 概括了所需的进样口和检测器接头，以及正确的色谱柱配置。

概述：安装玻璃填充柱

- 1 参看表 37 和图 59 有关接头和所需色谱柱配置的信息。
- 2 如有必要，卸下或安装转换接头。
- 3 依照第 153 页的一般操作规程安装玻璃色谱柱。

表 37 安装玻璃填充柱

进样口或检测器	安装位置	色谱柱配置	说明
隔垫吹扫填充柱进样口	进样口接头（不安装转换接头） 或 1/4 英寸的转换接头	A 或 B，取决于检测器 C（适用于所有检测器）	使色谱柱头至少留 50 mm 空柱，以防止注射器针尖接触玻璃毛塞或柱填料。
FID	检测器接头	A	如果已安装，请卸下转换接头。 色谱柱头至少留 40 mm 空柱，以防止喷嘴的最下端接触色谱柱填料或玻璃毛塞。
ECD	检测器接头	A	如已安装，请拆卸毛细管柱转换接头。
TCD	1/4 英寸的转换接头 （部件号 G1532-20710）	B	见第 146 页的安装转换接头的说明。

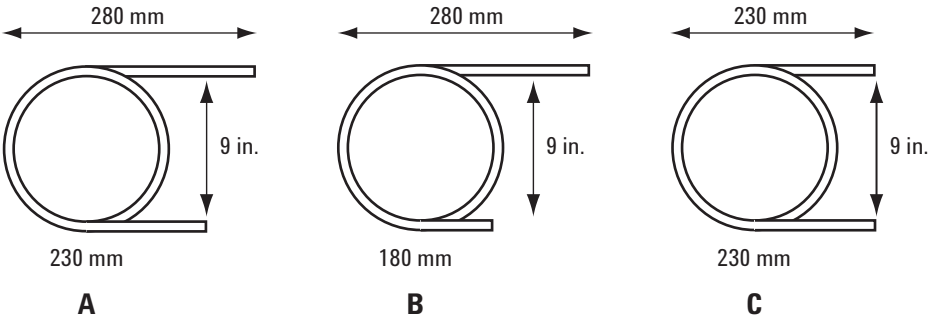


图 59 色谱柱的配置

用于玻璃填充柱的垫圈和 O 形圈

表 38 列出了一些适用于玻璃填充柱的垫圈和 O 形圈。详细清单请参阅安捷伦公司的消耗品和备件目录。

垫圈准备得不正确会导致漏气和污染。为避免这些问题，使用前要将一些石墨化 Vespel 垫圈置于表面皿中，在柱温箱中于 250-300 °C 加热处理 30 分钟，以除去被石墨吸附的物质。在柱温箱中放一个表面皿，其中留一些各种型号的干净垫圈以备用。

表 38 玻璃填充柱消耗品

项目*	典型应用	部件号
1/4 英寸石墨化 Vespel 垫圈， 10 / 包	进样口 / 检测器转换接头， 1/4 英寸玻璃填充柱	5080-8774
硅酮 O 形圈， 6.0mm	1/4 英寸玻璃填充柱	0905-0322

* O 形圈和垫圈内径

安装玻璃填充柱

需要的备件:

推荐:

两个 1/4 英寸的石墨化 Vespel 垫圈

两个 1/4 英寸螺帽

9/16 英寸扳手

可选件:

四个 O 形圈

两个后压环垫圈

两个 1/4 英寸螺帽

9/16 英寸扳手

- 1 将仪器冷却到室温，关闭所有气体。
- 2 在色谱柱两端各安装一铜螺帽和石墨化 Vespel 垫圈。另一种方法：在色谱柱两端安装 1/4- 英寸螺帽、后压环垫圈和两个 O 形圈。另一个 O 形圈置于螺帽下面，可以阻止螺帽落入色谱柱盘绕的部分中（图 60）。

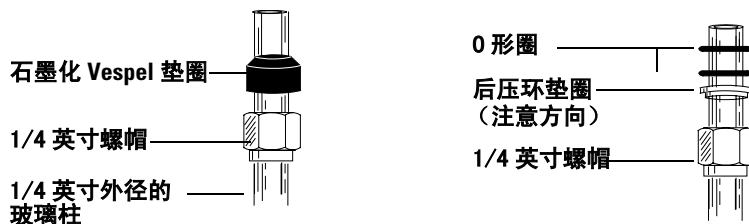


图 60 玻璃填充柱的连接

- 3 把色谱柱插到进样口底部。把色谱柱插入检测器接头但不要强行插入。可能需要以与柱箱底面合适的角度，先将色谱柱的长头端插入进样口（图 61）。

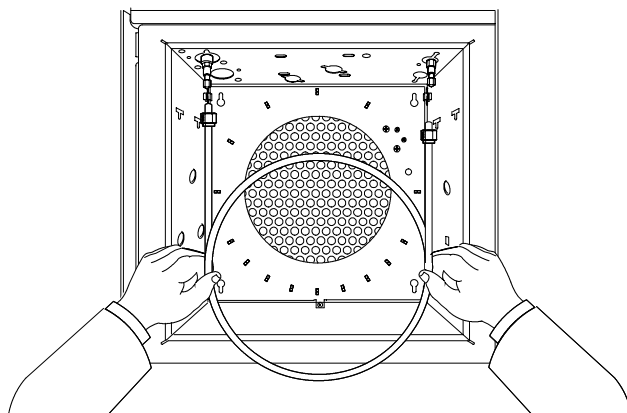


图 61 安装色谱柱

- 4 把色谱柱从进样口和检测器抽回 1-2 mm。用手拧紧两个柱螺帽。
- 5 用扳手把两个柱螺帽再拧紧 1/4 圈。

小 心

过度拧紧柱螺帽或把它强制插到进样口和检测器的底部可能会弄碎色谱柱。

小 心

设置柱箱最高温度低于色谱柱工作温度上限，以避免色谱柱意外地过热。

- 6 设置通过色谱柱的流量，并升高进样口、检测器及柱箱的温度至操作条件。然后设置柱箱温度为室温并将其冷却。
- 7 用扳手把螺帽再拧紧 1/2 圈。如有必要，再拧紧些以防止漏气。

老化色谱柱

老化包括设置通过色谱柱的载气流量，然后对毛细管柱加热半个小时，而对填充柱需要通宵加热。该过程将驱除色谱柱中的污染物并使色谱柱适合于分析应用。

新的填充柱应该被老化，因为它们经常含有源于涂敷过程的挥发性污染物。使用过的色谱柱，如果色谱柱两端没有盖帽或堵头，储存一段时间后，也需要老化。

老化对于毛细管柱并不是很重要，因为它们只含有少量的固定相。

下面的操作规程包括基本步骤和实际老化过程，对填充柱和毛细管柱是不同的。

警告

不要使用氢气作为老化的载气！它可能会泄漏到柱箱中形成爆炸性危险。

色谱柱老化基本步骤

需要的备件：

两个 7/16 英寸的扳手
检测器接头需要的无孔垫圈和毛细管螺帽

- 1 关闭检测器。关闭检测器辅助气体。
- 2 如果还没有安装要老化的色谱柱，把它的一端跟可用的进样口连接。如果不清楚如何安装色谱柱，请参阅第 122 页上的“在毛细管进样口安装毛细管柱”或第 125 页上的“在填充柱进样口安装毛细管柱”。**不要**把色谱柱的另一端跟检测器连接！
- 3 如果准备在分流 / 不分流进样口老化毛细管柱，就要安装合适的衬管并以正常方式连接色谱柱，确保约 4-6 mm 的色谱柱露在柱垫圈上面（前端）。

- 4 开启柱流量。把未连接到检测器的色谱柱端插入装有甲醇的小容器中。确认液体中出现了气泡。
- 5 用无孔垫圈和柱螺帽把检测器接头堵上（图 62）。

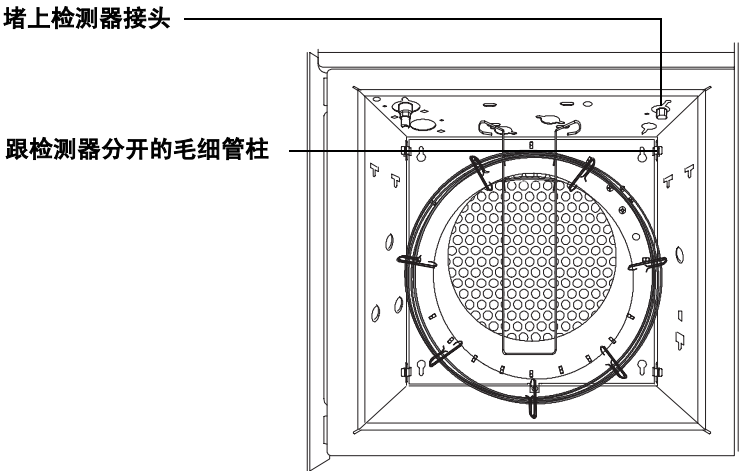


图 62 准备老化

老化毛细管柱

警告

不要使用氢气作为老化的载气！它可能会泄漏到柱箱中并形成爆炸危险。

1 根据表 39 选择合适的柱头压 — 单位是 MPa (psi) 。

表 39 柱头压

长度, m	内径, mm				
	0.10	0.20	0.25	0.32	0.53
10	0.17 (25)	0.04 (6)	0.03 (3.7)	0.02 (2.3)	0.01 (0.9)
15	0.27 (39)	0.06 (9)	0.04 (5.6)	0.02 (3.4)	0.01 (1.4)
25	0.47 (68)	0.10 (15)	0.07 (9.5)	0.04 (5.7)	0.02 (2.3)
30	0.57 (83)	0.13 (18)	0.08 (12)	0.05 (7)	0.02 (2.8)
50		0.22 (32)	0.14 (20)	0.08 (12)	0.03 (4.7)
60		0.27 (39)	0.16 (24)	0.1 (14)	0.04 (5.6)

- 2 输入选择的压力值。室温下使气体流过色谱柱 15-30 min 以除去空气。
- 3 设置柱箱升温程序——从室温到色谱柱的最高使用温度。以 5-7 °C/min 的速率升温并在最高温度保持 1-1.5 个小时。
- 4 如果您不立即使用老化好的色谱柱，请把它从柱箱拆下。给两端堵住以防止空气、湿气及其他污染物进入色谱柱。

老化填充柱

警告

不要使用氢气作为老化的载气！它可能会泄漏到柱箱中并形成爆炸危险。

- 1 设置合适的柱流速：
 - 对内径为 2 mm 的玻璃柱或外径为 1/8 英寸的金属柱，流量为 20-30 mL/min。
 - 对内径为 4 mm 的玻璃柱或外径为 1/4 英寸的金属柱，流两为 50-60 mL/min。
- 2 老化温度决不要高于色谱柱的最高使用温度上限；通常低于最高温度 30 °C 就足够了。慢慢升高柱箱温度至色谱柱的老化温度值。
- 3 在最终温度下继续老化一整夜。如果您不需要立即使用老化好的色谱柱，把它从柱箱拆下。拆卸色谱柱后，请给柱两端堵住以防止空气、湿气及其他污染物进入色谱柱。

老化化学捕集阱

如果捕集阱是预先老化好的，则使用前不需要进行老化操作。但是，所有的捕集阱都需要定期再生，例如，在使用一到四钢瓶气体之后，或未使用最高纯度的气体。您可以重新老化安捷伦的干燥管和活化活性炭捕集阱。安捷伦的脱氧管不能进行再生。如果它们被污染了，您必须更换之。遵循厂商关于再生捕集阱的方法说明（表 40）。

分子筛和活性炭捕集阱也可以重新填充。每个捕集阱到货时，都附带了重新填充的方法说明。

表 40 安捷伦捕集阱的订购信息

项目	部件号
干燥管（用 5A 分子筛填充， 45/60 目）	5060-9077
预老化的干燥管 （用预老化的 5A 分子筛填充， 45/60 目）	5060-9084
活性炭捕集阱	5060-9096
5A 分子筛（100 克， 45/60 目）	5080-6759
活性炭（100 克， 30/60 目）	5080-6751
铜塞， 1/8 英寸， 每包 6 个	5180-4124
缩径捕集阱接头	5062-3502

取出和更换内部捕集阱

内部捕集阱位于仪器左侧盖板里侧：

- 进样口捕集阱（部件号 G1176-20597），防止注射样品的返冲。
- ECD 捕集阱（部件号 G1176-20598），用于对流向 ECD 检测器的气体作最后净化。
- 分流放空捕集阱（部件号 G1176-60541），保护色谱柱头压力调节阀不被注射的样品污染。

这些捕集阱不能再生。当它们失效时必须更换之。

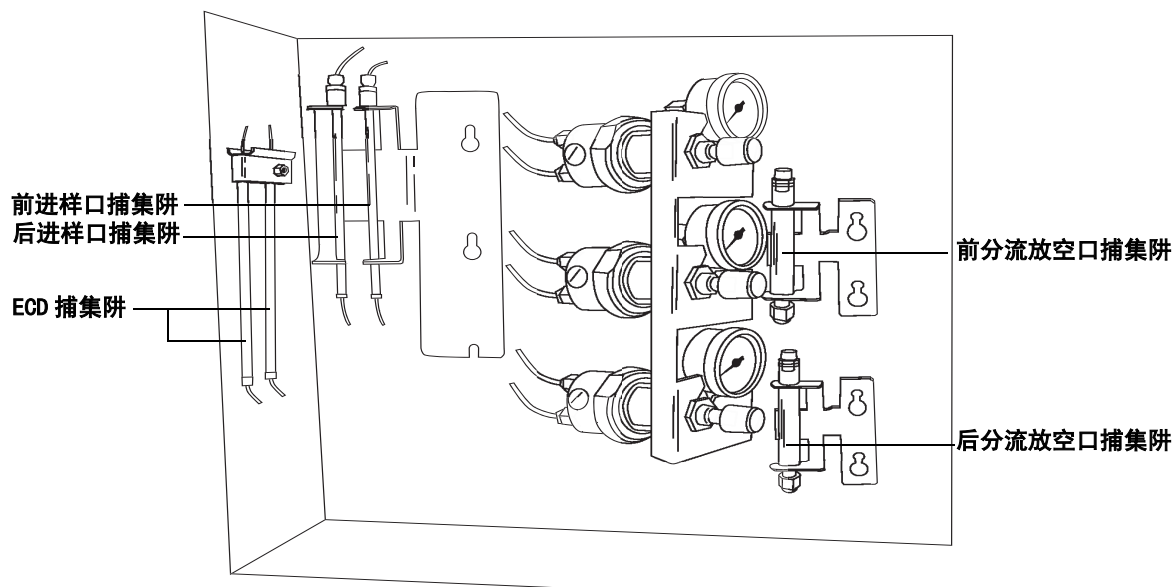


图 63 内部捕集阱的位置

进样口捕集阱

- 1 卸下 GC 左侧面板，便可以接触到气动装置区域。
- 2 在顶部的后上角找到进样口捕集阱的位置（不在带有气体接头的后面板上；那应是 ECD 捕集阱），见图 63。
- 3 在捕集阱上部断开白色的连接接头。
- 4 用力把捕集阱从支架中抽出。
- 5 顺着捕集阱底部连接管找到位于 GC 前面的进样口流量控制组件，断开该管线的连接。
- 6 从 GC 上拆下连接管和捕集阱。
- 7 按拆卸的相反过程安装新的捕集阱（部件号 G1176-20597）。

ECD 捕集阱

- 1 拆卸 GC 左侧面板，便可以接触到气动装置区域。
- 2 在仪器后面板的内侧找到 ECD 捕集阱的位置。见图 63。
- 3 卸下顶部的螺钉和金属板，以松开顶部接头。
- 4 顺着捕集阱底部连接管找到位于 GC 前面的 ECD 流量控制组件，断开该管线的连接。
- 5 拆卸后面板上固定捕集阱部件的螺钉和螺帽。
- 6 卸下部件、捕集阱及连接 GC 的管线。
- 7 按拆卸的相反过程安装新的捕集阱。

分流失空口捕集阱

- 1 卸下 GC 左侧面板，便可以接触到气动装置区域。注意：也可以通过侧面板上的门完成该操作，但是会很困难。
- 2 在压力表底部的右侧旁找到分流失空口捕集阱的位置。见 [图 63](#)。
- 3 卸下捕集阱底部和顶部的接头。
- 4 用力把捕集阱从支架抽出并取下它。
- 5 取下捕集阱和连接 GC 的管线。
- 6 如有必要，更换 O 形圈（部件号 0905-1493）和塑料 M8 接头（部件号 05890-40050）。
- 7 用两个扳手（一个为 7/16 英寸扳手，另一个为活扳手）卸下位于捕集阱底部的 Swagelok 螺帽。
- 8 更换分流失空口管。
- 9 按拆卸的相反过程安装一新的捕集阱（部件号 G1176-60541）。

7 进样口的维护

毛细管进样口	164
更换隔垫	164
衬管的维护	165
清洗进样口	166
更换进样口衬管	167
更换进样口密封件	169
进样口检漏	171
更换分流放空管	174
填充柱进样口	181
更换隔垫	181
更换隔垫吹扫接口的 O 形圈	183
衬管维护	183
更换载气流路的限流器	184
进样口检漏	185
清洗进样口	186
进样口柱接头和衬管	187
在柱接头中安装衬管	188
在进样口安装色谱柱接头	188
衬管和接头的维护	190
玻璃和熔融石英衬管	190
金属接头	191



毛细管进样口

更换隔垫

隔垫的寿命取决于注射器针尖的质量。针应该是锋利的尖、无芒刺或粗糙的表面。

因为隔垫不断地被吹扫，所以选择它们的基本条件是耐用。推荐使用 11 m、绿色（部件号 5183 — 4759）的隔垫。

隔垫应该干净且无颗粒物。

警告

小心！柱箱、进样口或检测器接头的温度可能很高，足以导致烧伤。

小心

如果在分流模式下操作，打开进样口前要降低载气压力。否则，气体压力可能把衬管的填料吹出进样口，改变其进样口的特征。

小心

当更换隔垫时应该中断柱载气流；因为在没有载气情况下处在高温可能会损害毛细管柱，故在进一步操作前要使柱箱温度降至室温。

- 1 关闭载气流量，将柱头压降低至零。松开并取下隔垫的固定螺帽（见图 64）。取下并丢弃旧隔垫。

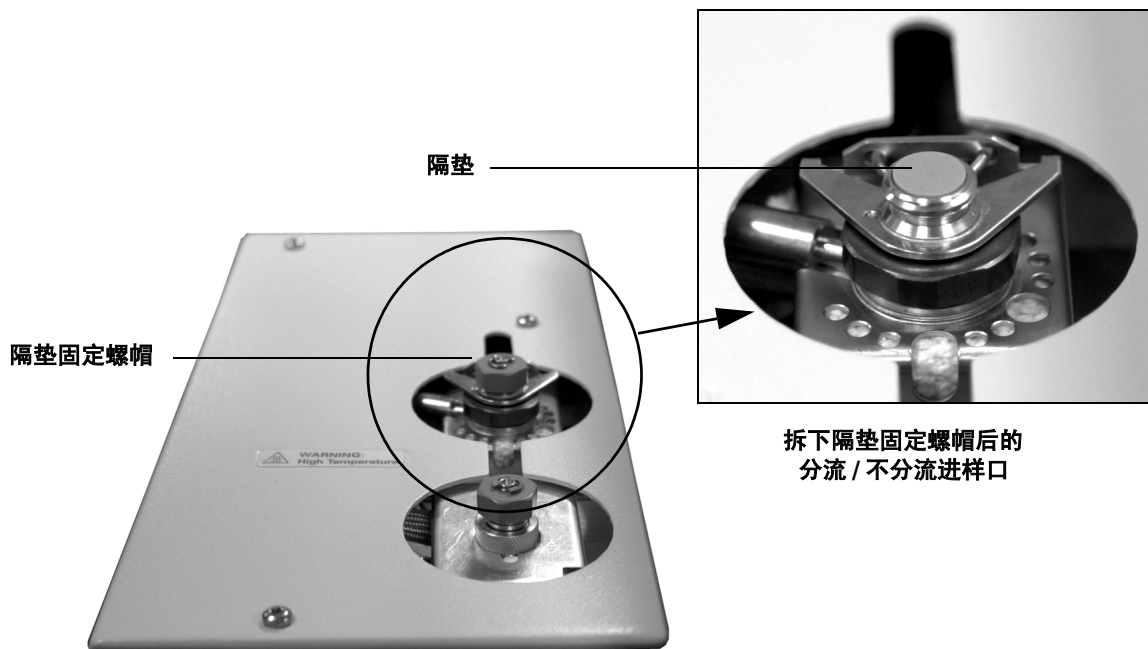


图 64 更换分流 / 不分流进样口的隔垫

- 2 把新的隔垫放在进样口座顶端。确保进样口顶端和固定螺帽里面的密封面是干净的（除去任何颗粒物）。
- 3 把隔垫固定螺帽放回原处，用手拧紧。C 形环应该在螺帽上部约 1 mm 处。小心不要把螺帽拧得太紧。

衬管的维护

清洗进样口衬管在第 190 页上的“衬管和接头的维护”部分讨论。

清洗进样口

清洗进样口前：

- 1 冷却进样口和柱箱。按 **[前进样]** 或 **[后进样]** 键，滚动至 **[温度]**，然后按 **[关]**。按 **[柱箱]**，然后设置温度为 30 °C。将它们冷却至室温。
- 2 拆下隔垫固定螺帽、隔垫、衬管固定螺帽、进样口衬管和色谱柱。用手电筒或其他光源，从下面照亮进样口内部。如果有明显的污染物或沉积物，则进样口应该清洗了。
- 3 从进样口断开分流放空管。检查分流放空管（图 65），必要时进行清洗。

分流放空管



图 65 分流放空管

- 4 用棉签和适当的溶剂擦洗进样口内壁直到沉淀物被除去。可以用一根金属丝**小心地**除去固体颗粒。在重新组装前用经过滤的、干燥的压缩空气或氮气彻底地吹干。分流放空管也可拆下来清洗，或必要时更换之。

干燥的压缩空气或氮气也可以用来吹出松散的污染物颗粒。

警告

为了避免眼睛受伤，在使用压缩气体时请戴上防护眼镜。

更换进样口衬管

根据您使用的进样口类型（分流或不分流）来选择衬管。安捷伦可提供多种衬管，通过安捷伦的消耗品和备件目录可以订购。

需要的备件：

- 衬管，部件号 19254-60540（分流）或 5062-3587（不分流）
- 镊子
- 隔垫扳手（部件号 19251-00100）
- Viton O 形圈（部件号 5180-4182）

- 1 按 **【柱箱】** 键并设置温度为 35 °C。当温度达到设定值时，关闭柱箱。按 **【前进样】** 或 **【后进样】** 并关闭进样口温度。

警告

小心！进样口接头可能处在能导致烧伤的高温。

小心

如果使用 TCD，按 **【前检测】** 或 **【后检测】**，然后关闭灯丝。

- 2 拆下衬管固定螺帽。如有必要可使用隔垫扳手。
- 3 如果已有衬管存在，就用镊子或类似工具取下它。小心不要把衬管碰裂。

- 4 用镊子夹着新的衬管并检查它，确定它适合您所用的进样口类型—分流或不分流。
- 5 把 Viton O 形圈套在离衬管最上端约 5 mm 处。
- 6 把衬管竖直按入进样口直到的底部。

小 心

不要在进样口或衬管底部增加 O 形圈或其它密封件；这将会损坏进样口和使衬管破碎。

- 7 把衬管固定螺帽放回原处，用预备好的扳手拧紧它（见图 66）。不要拧得太紧。

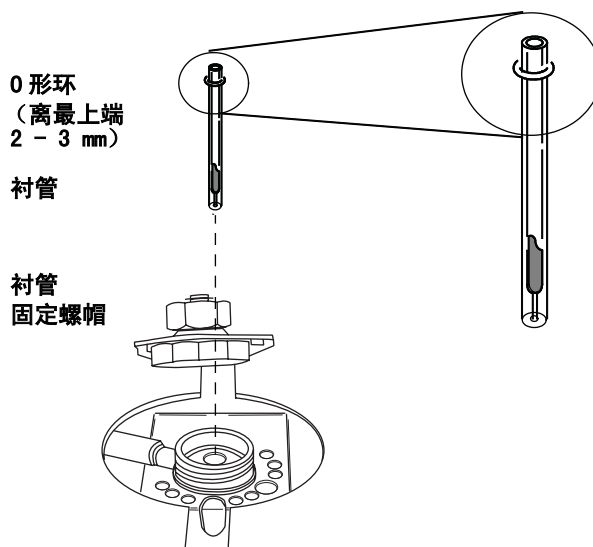


图 66 安装衬管

- 8 检漏。见第 171 页上的“进样口检漏”。

更换进样口密封件

无论何时松开或取出缩径螺帽，都必须更换进样口密封件。另外，色谱不良征兆，如出现鬼峰，说明进样口密封件脏了，就应该更换。

有三种类型的进样口密封件：

- 镀金的密封件（部件号 18740-20885）
- 镀金的密封件，十字型，仅用于分流（部件号 5182-9652）
- 不锈钢密封件（部件号 18740-20880）

因为要从柱箱内更换进样口密封件，所以必须取下色谱柱。

需要的备件：

- 干净、全棉材料、非尼龙手套（处理密封件时一定要戴上）
- 新的密封件
- 新的垫圈（部件号 5061-5869，12/包）
- 1/4 英寸的扳手（用于色谱柱）
- 1/2 英寸的扳手

警告

小心！柱箱和 / 或进样口的温度可能很高，足以导致烧伤。

1 完成下面的预备步骤：

- 关闭柱箱和检测器。
- 冷却柱箱和进样口至室温。
- 关闭进样口压力。

- 2 从进样口拆下色谱柱。封住色谱柱开口端以防污染。如果在进样口底部已安装绝热套，请拆下它（图 67）。

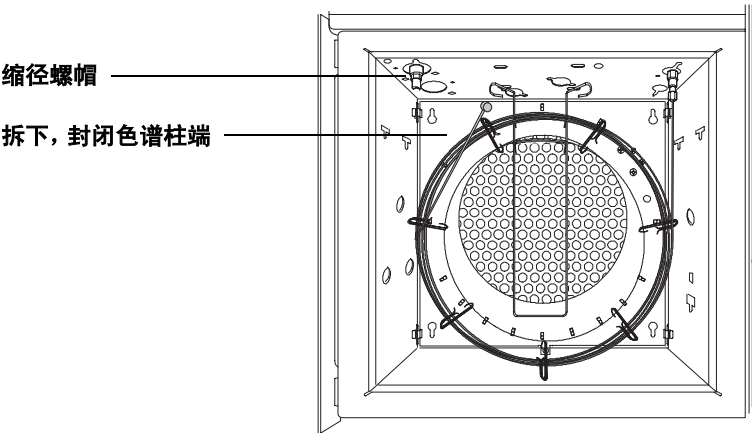


图 67 拆下色谱柱

- 3 用 1/2 英寸的扳手拧松缩径螺帽，然后拆下它。垫圈和密封件在缩径螺帽的内部。拆下它们。当更换密封件时，一定要更换垫圈（图 68）。

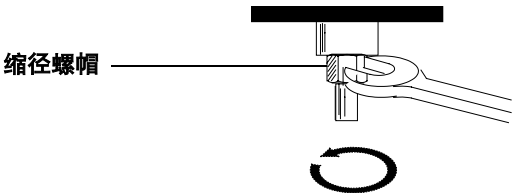


图 68 拆下旧的密封件

- 4 戴上手套以免污染进样口密封件和新的垫圈。把新的垫圈放置在缩径螺帽中。把新的进样口密封件放置在垫圈的上面（图 69）。

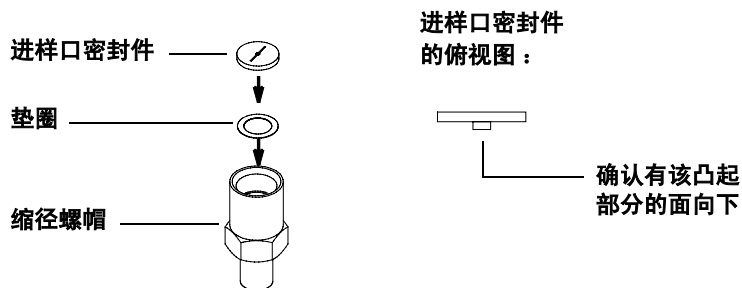


图 69 安装新的密封件

- 5 把缩径螺帽放回原处。用 1/2 英寸的扳手拧紧螺帽。安装色谱柱和隔热套。色谱柱安装好后，可以恢复正常的操作条件。
- 6 检漏。见第 171 页上的“[进样口检漏](#)”。

进样口检漏

气体管路系统的泄漏会严重地影响色谱分析结果。该操作过程检查从分流 / 不分流进样口到色谱柱之间的流量系统，但不包括色谱柱接头。该过程应该在更换进样口部件或任何怀疑泄漏时执行。

需要的备件：

- 1/8 英寸 Swagelok 堵头
- 电子泄漏检测器（可选择）
- 检漏液（可选择）
- 色谱柱接头堵头（见下面第 4 步）

检漏步骤

- 1 冷却柱箱和进样口至室温，并关闭检测器。详细说明请参阅您的 GC 操作手册。
- 2 关闭检测器气体如氢气。关闭进样口的载气。
- 3 从进样口拆下色谱柱。
- 4 使用以下方法中的任一个来封住进样口接头：
 - 安装一个色谱柱堵塞接头，部件号 5020-8294，用任何合适的色谱柱垫圈
 - 安装一带有无孔垫圈的标准柱螺帽，部件号 5181-3308（10/包）
 - 按照安装毛细管柱的同样方法安装一注射器的推杆。
- 5 打开进样口载气，并调节**总流量**控制阀至进样口分流出口处流量为 100 mL/min。
- 6 调节**色谱柱头压**至 0.18 Mpa（25 psi）。
- 7 用 1/8 英寸的 Swagelok 堵头来封上隔垫吹扫放空口。
- 8 关闭流向进样口的载气。
 - 如果在进样口载气入口接头处有开 / 关阀，请关闭它
 - 如果没有安装开 / 关阀，请顺时针方向旋转**总流量**控制阀到**头**，直到拧到**尽头**，但不要过了
- 9 顺时针方向调节反压阀并再多转 1/4 圈，监测柱头压力表的指示值约 10 min。

如果系统没有泄漏，压力将会保持在 0.13 到 0.14 Mpa 之间（19-20 psi）；如果压力值下降，则有泄漏问题。

- 10 如果存在漏气，就打开载气源，确定泄漏发生的位置。用适当的检漏液来检测流路控制组件以后的管路接头和从气源到控制组件的管路。如果需要，就修理或更换接头和相关部件。见 [表 41](#)。

小 心

检漏液经常会留下些污染性的残留物：每次用过后，用甲醇清洗检漏的区域并自然晾干。

表 41 可能漏气的位置和排除泄漏的措施

可能的位置	排除泄漏的措施
气源接头，从外部接头到流量控制 器	拧紧接头
隔垫固定螺帽	拧紧螺帽
隔垫	将皂膜流量计的测量管压紧在隔垫 固定螺帽的针导轨上以检查隔垫是 否漏气。如果漏气请更换隔垫。见 第 164 页上的 “更换隔垫” 。
柱接头堵头	拧紧。更换堵头的垫圈，或者更换 无孔垫圈
衬管 O 形圈	如果漏气，更换之
进样口密封件和垫圈	拧紧或更换

如果系统的这部分表明没有漏气，但是您仍怀疑这个问题，请跟安捷伦服务部联系。

检漏—在安装色谱柱的情况下

下面的检漏操作可以在正常操作的任何时候进行，而无需断开色谱柱的连接或密封进样口。只是给系统加压，以检查总体的泄漏。

- 用皂膜流量计检测隔垫是否漏气。将皂膜流量计的测量管压紧在隔垫固定螺帽的针导轨上。确保皂膜流量计的测量管与进样口表面直接接触，并检测流量计是否有明显的漏气。如果漏气，就请更换隔垫。

- 在柱螺帽处用检漏液检漏。如果有漏气现象，首先试试拧紧螺帽。如果仍然漏气，就更换垫圈。（注意如果进样口是热的，检漏液可能沸腾，从而所给出漏气指示并不正确。）
- 如果证明隔垫和柱螺帽没有漏气，就请更换进样口衬管的密封件（O 形圈）。
- 对系统重新加压，再次检测整个系统是否漏气。

更换分流失空管

如果分流失空管堵塞或弯成锐角，请更换之。

需要的备件：

- 隔垫 50/ 包（部件号 5183-4759）
- 衬管 分流 / 不分流 脱活处理的（部件号 5183-4711）
- O 形圈 10/ 包（部件号 5180-4182）
- O 形圈 2/ 包（部件号 0905-1493）
- 镀金的密封件（部件号 18740-20885）
- 垫圈， 1/2 包（部件号 5061-5869）
- 分流失空管（部件号 19251-80525）
- 分流失空口捕集阱（部件号 G1176-60541）
- 1/8 英寸 Swagelok 螺帽和垫圈

所需的工具：

- T-20 Torx 螺丝起子（部件号 5182-3465）
- 吸尘器或清洗工具
- 1/2 英寸 X 7/16 英寸开口扳手（部件号 8710-0806）
- 活扳手
- 镊子（部件号 8710-0007）

- 1/4 英寸的柱扳手（部件号 8710-0510）
 - 进样口扳手（部件号 19251-00100）
- 1 设置柱箱温度为室温，其它热源设置为**关**。这将有助于冷却 GC。等待至到柱箱温度低于 50 °C，然后关闭仪器并拔掉电源线。
 - 2 卸下进样口盖板和左侧盖板。抬起检测器盖板。
 - 3 找到分流放空口捕集阱位置。见第 162 页上的“[分流放空口捕集阱](#)”。
 - 4 按照图 70 所示，从分流 / 不分流进样口拧下 1/8 英寸 Swagelok 螺帽。



图 70 拧下 Swagelok 螺帽

- 5 从捕集阱上方拆下塑料接头（见图 71）。



图 71 拆下塑料接头

6 按图 72 所示，拆下塑料接头。将会在新管上用它。



图 72 拆卸塑料接头

7 拆下分流 / 不分流进样口和捕集阱之间的管线。

8 安装新管。如图 73 所示，理顺该管的路径。



图 73 理顺管的路径

9 用 1/8 英寸的 Swagelok 螺帽和垫圈把管线与分流 / 不分流进样口重新连接。

10 把捕集阱从支架中取出。

- 11** 使用活扳手和 7/16 英寸的扳手，按图 74 所示，从捕集阱的底部拆下 1/8 英寸的 Swagelok 螺帽。

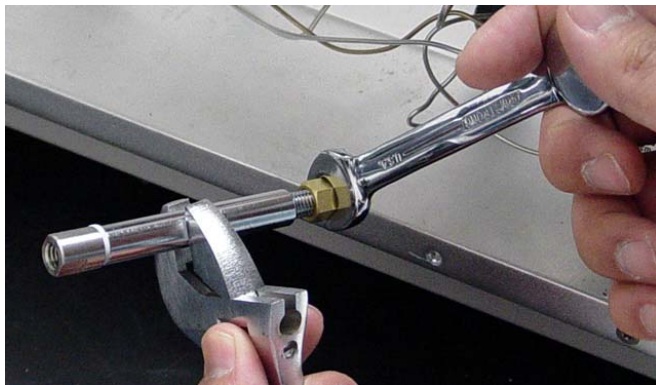


图 74 拆下 Swagelok 螺帽

- 12** 把 1/8 英寸的 Swagelok 螺帽拧到新的捕集阱底部。
- 13** 把捕集阱卡入支架中。

- 14** 按图 75 所示，把新的 O 形圈（部件号 0905-1493）和塑料接头连接到分流放空管。

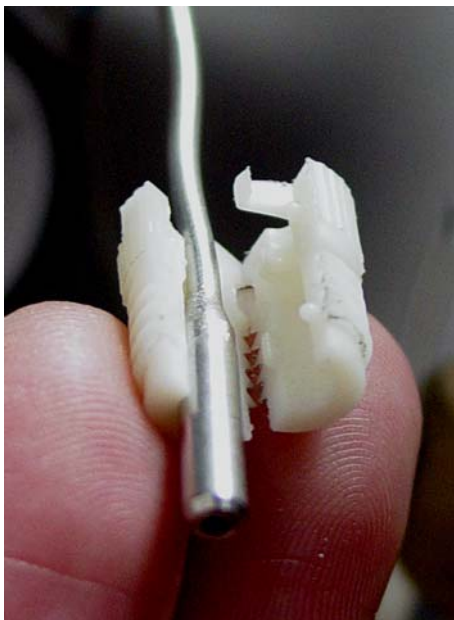


图 75 连接接头

- 15** 重新连接管线与捕集阱。
- 16** 在进样口进行检漏。见第 171 页上的“[进样口检漏](#)”。

填充柱进样口

更换隔垫

隔垫的寿命取决于使用的频度和注射器针尖的质量。针尖的芒刺、尖锐的边缘、粗糙的表面，以及钝的针尖会缩短隔垫的寿命。

保留时间变长、响应值减小、和（或）色谱柱头压损失，以及检测器信号质量变差（信号噪声增加）都是隔垫漏气的证明。如果仪器经常使用，建议每天更换隔垫。

小 心

停止色谱柱载气流量前要关闭检测器（特别是 TCD）。

更换隔垫时柱内载气流量是中断的；因为有些色谱柱可能会在没有载气流量时的高温下被损害，故在进一步操作前要冷却柱箱至室温。

警 告

小心！柱箱和（或）进样口或检测器接头的温度可能很高，足以导致烧伤。

- 1 关闭载气流量，降低柱头压至零。拆下隔垫固定螺帽和旧的隔垫。见图 76。

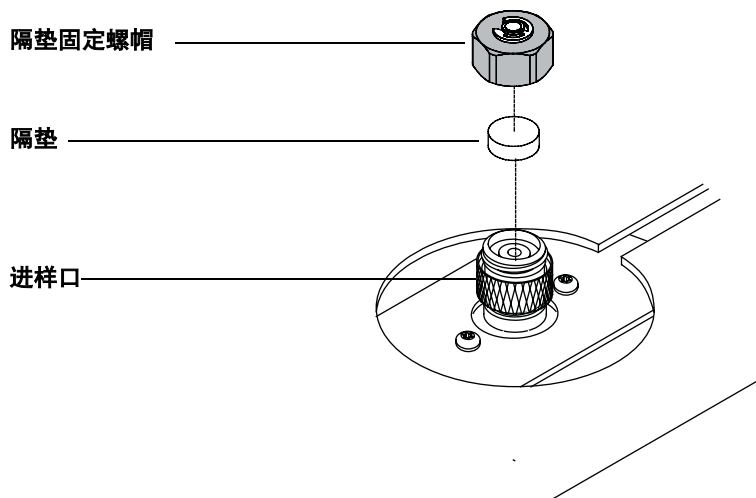


图 76 更换隔垫

- 2 把新的隔垫放在进样口座顶端。确保进样口顶端和固定螺帽里面的密封面是干净的（除去任何颗粒物）。
- 3 把隔垫固定螺帽放回原处，用指头拧紧。C 形环应该在螺帽上部约 1 mm 处。小心不要把螺帽拧得太紧。
- 4 恢复载气流量。

小 心

检漏液经常会留下些污染性的残留物；每次用过后，用甲醇清洗检漏的区域并自然晾干。

- 5 检漏。参见第 185 页上的“进样口检漏”。

更换隔垫吹扫接口的 O 形圈

为了更换隔垫吹扫接口的 O 形圈，卸下隔垫吹扫转换接头（隔垫固定螺帽及其下面的凸边螺帽）。更换一个新的 O 形圈，部件号为 5088-8898（12/包）。确认密封件表面是干净、光滑和无损坏的。见图 77 所示。

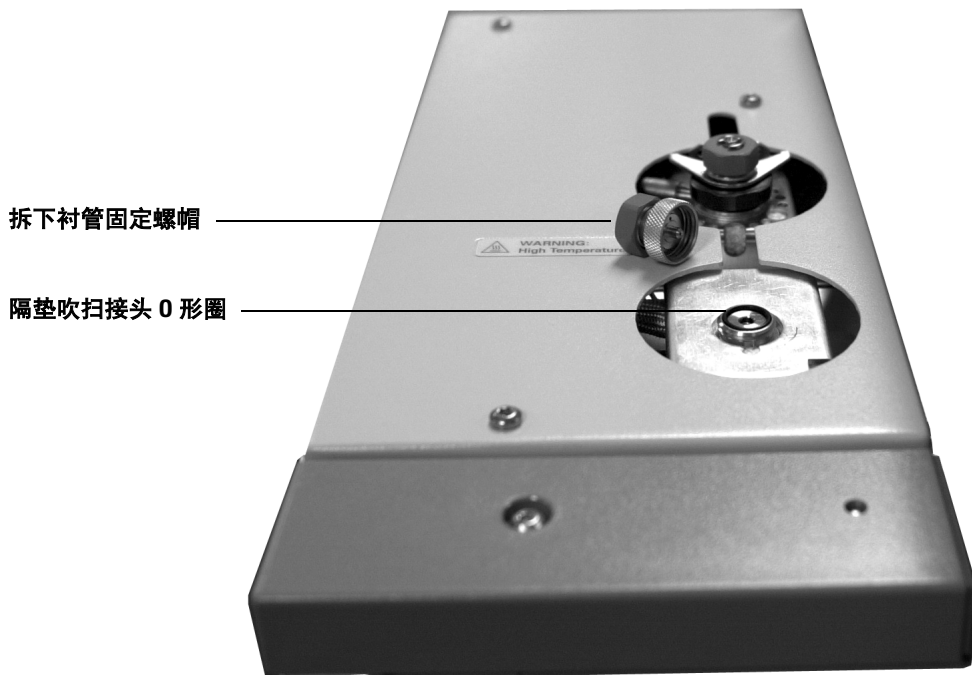


图 77 更换衬管密封件

衬管维护

清洗进样口衬管将在第 190 页上的“衬管和接头的维护”中讨论。

更换载气流路的限流器

载气流路的限流器需要定期更换。为了更换限流器，请卸下左侧仪器盖板，找到载气流路限流器的位置。从限流器的后面拆下Swagelok 螺帽（如图 78 所示），更换里面的限流器。

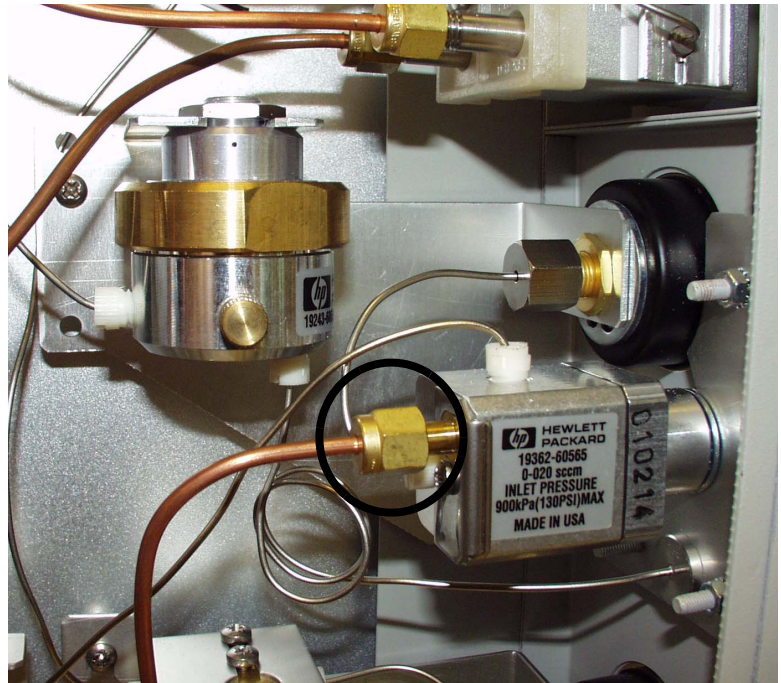


图 78 更换限流器

进样口检漏

气体管线系统的泄漏会严重影响色谱分析结果。该操作过程检查隔垫吹扫填充柱进样口的流路系统，从气源到色谱柱连接处，但不包含色谱柱接头。该过程应该在更换进样口部件或任何怀疑有泄漏的时候执行。

- 1 冷却柱箱和进样口到室温，关闭检测器。详细说明请参阅 GC 操作手册。
- 2 关闭检测器气体如氢气。关闭进样口载气。
- 3 拆下任何已安装的色谱柱，用封住柱接头。
- 4 在气源处打开通向进样口的气体，调节气源压力为 0.34 Mpa（50 psi）。
- 5 逆时针方向完全打开**载气流量**控制阀，等待 1-2 min 保证平衡。
- 6 在气源处关闭通向进样口的气体。
- 7 监测色谱柱头压 10 min。如果压力降低值小于 0.007-0.014 MPa，可以认为系统（到进样口色谱柱接头）不漏气。
- 8 如果压力降至 0.336 Mpa（48 psi）以下，即按下面的方法检漏。打开载气气源，使用合适的检漏液来检查流路控制组件后面和连接到控制组件的气源管线接头。如有必要，就修理或更换接头和相关部件。参见第 173 页上的表 41。

小 心

检漏液经常会留下一些污染性残留物：故在每次用过后，要用甲醇清洗检漏的区域并自然晾干。

表 42 可能漏气的位置和排除泄漏的措施

可能的位置	排除泄漏的措施
气源接头，从外部接头到流量控制器	拧紧接头
隔垫固定螺帽	拧紧螺帽
隔垫	将皂膜流量计的测量管压紧在隔垫固定螺帽的针导轨上以检查隔垫是否漏气。如果漏气请更换隔垫。见第 181 页上的“ 更换隔垫 ”。
柱接头堵头	拧紧
隔垫吹扫接头 O 形圈	如果漏气请更换

如果证明系统的这部分没有漏气，但是仍怀疑有问题，请跟安捷伦服务部联系。

清洗进样口

在清洗进样口之前：

- 1 冷却进样口和柱箱。按 **[前进样]** 或 **[后进样]** 键，滚动至 **[温度]**，按 **[关]**。按 **[柱箱]**，然后设置温度为 30°C。将它们冷却至室温。
- 2 拆下隔垫固定螺帽、隔垫、色谱柱和进样口柱接头。用手电筒或其他光源，从下面照亮进样口内部。如果有明显的污染物或沉积物，则进样口就应该清洗了。
- 3 用棉签和适当的溶剂擦洗进样口内壁直至沉积物被除去。可以采用合适的金属丝小心地去除固体颗粒。在重新组装前用经过滤的、干燥的压缩空气或氮气彻底干燥。

警告

为了避免眼睛受伤，在使用压缩气体时请戴上防护眼镜。

进样口柱接头和衬管

进样口柱接头的选择取决于所用的色谱柱类型。柱接头可用于大孔径毛细管，1/4 英寸填充柱或 1/8 英寸填充柱。

对于金属柱接头，要**使用**玻璃衬管来减少反应活性和捕集非挥发性残留物的作用。

仪器到货时隔垫吹扫填充柱进样口带有用于大管径毛细管柱的转换接头和衬管。窄口径毛细管柱不推荐使用该进样口。

参见第 186 页上的表 42，来选择适用的柱接头和衬管。

表 43 适合于填充柱的柱接头和衬管

色谱柱	柱接头	衬管
1/8 英寸金属柱	1/8 英寸不锈钢 19243-80510	不需要
	19243-80530	5080-8732 或 5181-3382 （脱活的）
1/4 英寸金属柱	1/4 英寸不锈钢 19243-80520	不需要
	19243-80540	5080-8732 或 5181-3382 （脱活的）
6 mm （1/4 英寸） 玻璃柱	不需要转换接头 色谱柱端起衬管的作用。也可以用 1/4 英寸的金属转换接头。	不需要
530 μm 或 320 μm 大内径毛细管柱	不锈钢 19244-80540	5080-8732 或 5181-3382 （脱活的）

在柱接头中安装衬管

安装衬管时，把它滑入柱转换接头的顶部，见图 79 所示。

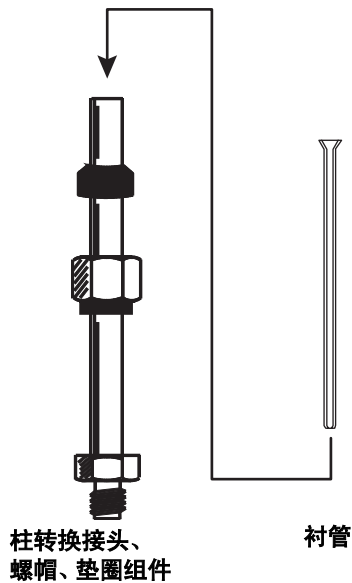


图 79 在柱接头中安装衬管

在进样口安装色谱柱接头

这些说明方法适合安装所有类型的柱接头。推荐使用石墨化的 Vespel 垫圈，因为金属垫圈容易永久锁定在衬管上。如果使用金属垫圈时漏气，则必须更换整个柱接头。

需要的备件：

- 柱接头，铜螺帽和垫圈（见表 43）
-
-
-
- 全棉材料的布
- 甲醇

- 9/16 英寸的扳手

- 1 按 **[柱箱]** 键并设置温度为 35 °C，当温度达到设定值时关闭柱箱。按 **[前进样]** 或 **[后进样]** 键并关闭进样口温度。

警告

小心！柱箱或进样口接头的温度可能很高，足以致导致烧伤。

- 2 用全棉布来擦洗柱接头端以除去污染物如指纹。用甲醇作溶剂。
- 3 把铜螺帽和石墨化 Vespel 垫圈安装在柱接头上，如图 80 所示。

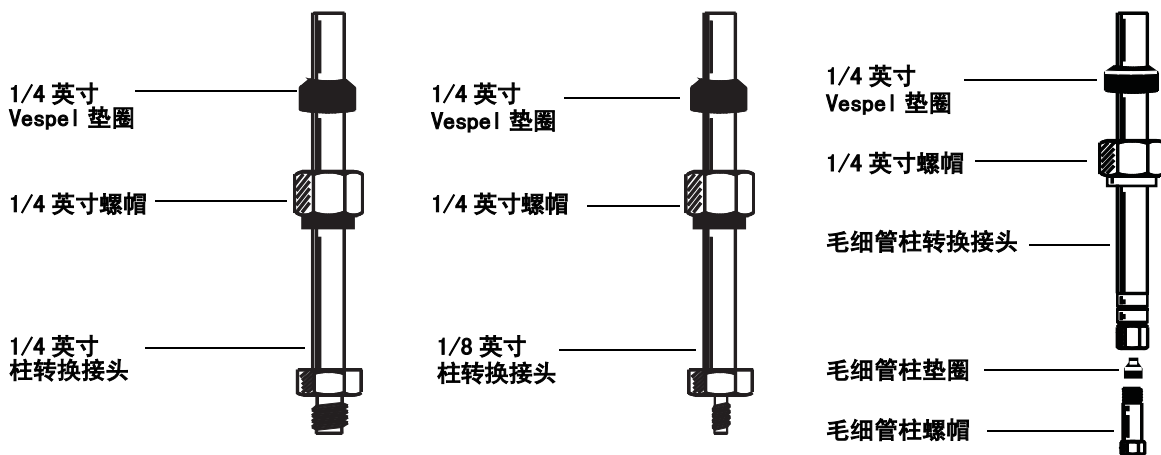


图 80 在柱转换接头上安装硬件

- 4 打开柱箱门，找到进样口底座。把柱换接头竖直尽可能深地插入到进样口中。
- 5 保持柱接头在该位置不动，用手拧紧螺帽。
- 6 用扳手再把螺帽拧紧 1/4 圈。

衬管和接头的维护

无论什么进样口系统，为获得最佳性能，进样口柱接头和衬管一定要保持干净，特别是它们的内部，因为污染物可能从该处进入色谱柱和（或）与样品组分发生反应。

应当避免柱接头和衬管上的任何污染，特别是在其内部。

最好是手边保持有干净的可替换衬管，以备需要时快速更换。

玻璃和熔融石英衬管

- 1 如果清洗分流衬管，先要取出它的填充物。
- 2 因为污染物常常是以含碳化合物的形式（有机溶剂中不能溶解）存在，故要把衬管浸入浓铬酸溶液中泡 24 小时。

警告

浓铬酸是剧毒和腐蚀性物质，一定要遵守正确的安全预防措施。

- 3 用蒸馏水、甲醇和丙酮清洗已清理的衬管。在 105 °C 的烘箱中完全干燥。
- 4 若有必要，可用一小刷子或金属丝除去内部表面的固体，接下来用经过滤的、干燥的压缩空气或氮气吹出衬管中松散的物质。
- 5 使用任何推荐的步骤对玻璃表面进行脱活处理。

金属接头

- **不要在金属转换接头上使用浓酸！**
- 用无腐蚀性的溶剂（水，甲醇，丙酮，二氯甲烷等等）清洗转换接头，并在 105 °C 的烘箱中完全干燥。
- 若有必要，可用一小刷子或金属丝除去内部表面的固体，接下来用经过滤的、干燥的压缩空气或氮气吹出衬管中松散的物质。

8 检测器的维护

火焰离子化检测器 (FID)	194
拆下和检查喷嘴	195
清洗喷嘴	197
安装喷嘴	198
拆下和清洗收集器	200
更换 FID 点火器	205
镍催化管	207
操作条件	207
重新装填催化剂	208
性能验证	211
热导检测器 (TCD)	214
热清洗	214
电子捕获检测器 (ECD)	216
更换 ECD 毛细管柱接头衬管	217
检查气体泄漏	217
热清洗	219
放射性泄漏检测	220

本章介绍需要自己的检测器上进行的常见维护工作。



火焰离子化检测器 (FID)

火焰离子化检测器如图 81 所示。

警告

火焰离子化检测器使用氢气作为燃气。如果氢气流开着且没有色谱柱和检测器进口接头相连，氢气会流入柱箱形成爆炸性混合物。检测器的接头任何时候都必须与色谱柱相连接，或者用堵头封上。

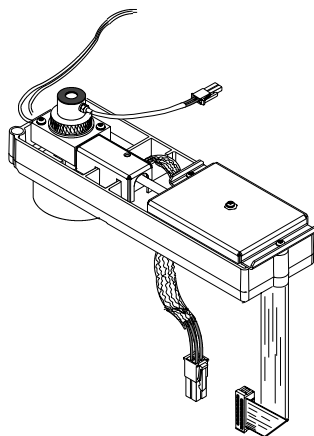


图 81 火焰离子检测器

拆下和检查喷嘴

喷嘴需要定期清洗或更换。即使正常的使用，也会在喷嘴上形成沉积物（通常是来自柱流失的看不见的二氧化硅或黑色的含碳沉积物）。这些沉积物会降低灵敏度，导致色谱噪声和毛刺。尽管您可以清洗喷嘴，但通常更实用的方法是更换新的喷嘴。如果一定要清洗喷嘴，千万小心不要损坏它。

当更换色谱柱或分析任务时也可能需要更换喷嘴。例如，填充柱使用不同于毛细管色谱柱的喷嘴。在更换色谱柱前一定要安装合适的喷嘴。

要更换喷嘴，必须拆下 FID 的收集极组件。该过程分为三个部分：拆下和检查喷嘴；清洗喷嘴（可选择），以及安装喷嘴。

需要的工具：

- 手套，当检测器处于高温时保护手
- T-20 Torx 螺丝起子
- 1/4 英寸的起子
- 钳子（或镊子）

1 完成下面的预备步骤：

- 在开 / 关阀处关闭气体。
- 冷却检测器到室温。
- 当检测器冷却后，关闭检测器，并在流量控制组件上关闭检测器气体。
- 按 **[配置]** **[前检测]** 或 **[配置]** **[后检测]** 键，滚动至 **电位计** 并按 **[关]**。

小 心

在色谱柱冷却之前不要关闭载气。

- 冷却进样口和柱箱。当柱箱冷却后，关闭载气。
 - 拆下色谱柱并封住两端。
 - 打开 GC 检测器盖板以接触 FID。
- 2 如果检测器是热的，请戴上手套。拆卸三个固定检测器底座组件的螺丝钉。抬起该组件。绝缘体可以留在收集极的底部（图 82）。

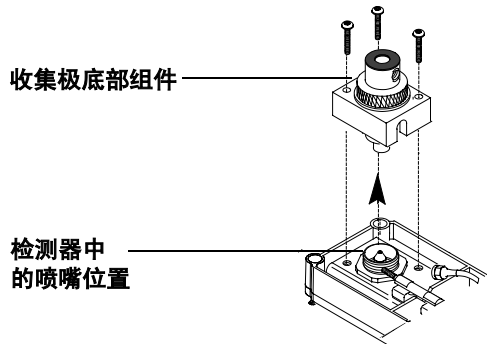


图 82 拆卸收集极

- 3 使用螺帽起子，松开喷嘴并竖直地把它拔出。可能需要使用钳子来夹住喷嘴。
- 4 检查喷嘴密封表面是否有划痕。应该在密封表面周围可以看到一环形；任何划痕都是不能接受的（图 83）。

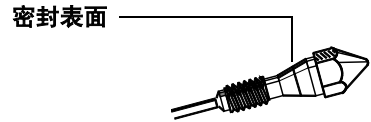


图 83 检查喷嘴

- 5 检查喷嘴管确保它没有弯曲（图 84）或起皱褶。手持喷嘴使其正对一光源检查喷嘴管内部是否污染或有无破碎的色谱柱。如果不存在污染物，说明管是干净的。

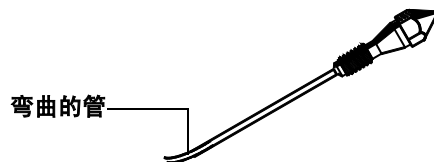


图 84 变形的喷嘴管

清洗喷嘴

用新的喷嘴更换旧的通常要比清洗它们方便得多，特别是喷嘴已被严重污染时。

如果选择要清洗喷嘴，使用清洗金属丝时一定要小心。确保不要在喷嘴管内划痕，因为这样会破坏它。也可以不用金属丝清洗，而仅仅使用水浴来清洗喷嘴。

需要的备件：

- 小型超声波清洗池
- 水溶性清洁剂
- 聚四氟乙烯洗瓶盛装的 GC 级甲醇
- 火焰检测器清洗工具包（部件号 9301-0985）
- 干燥、过滤的压缩空气或氮气
- 钳子或镊子
- 清洗丝

- 1 通过喷嘴口穿入清洗丝。来回穿引数次直到它能顺畅地移动。小心不要在喷嘴上形成划痕。
- 2 水清洗过程：
 - a 用水溶性清洁剂充满超声清洗池，并把喷嘴放于该池中。超声 5 min。
 - b 使用喷嘴钻孔刀清洗喷嘴内部。
 - c 再次超声 5 min。

小 心

从此刻起，拿放部件只能使用钳子或镊子！

- d 把喷嘴从超声池中移出，用热水完全清洗，然后用少量的甲醇清洗。
- e 用高速的压缩空气或氮气吹干喷嘴，然后把喷嘴放在干净的纸上风干。

安装喷嘴

小 心

不要把喷嘴拧得过紧！拧得过紧可能使喷嘴、检测器底座或两者同时永久变形和毁坏。

只能用钳子取放清洗过的或新的喷嘴！

需要的备件：

- 手套，检测器处于高温时保护手
- 钳子
- 1/4 英寸六角起子
- T-20 Torx 螺丝起子

- 1 插入喷嘴，并用六角起子拧紧直至它已拧紧（图 85）。

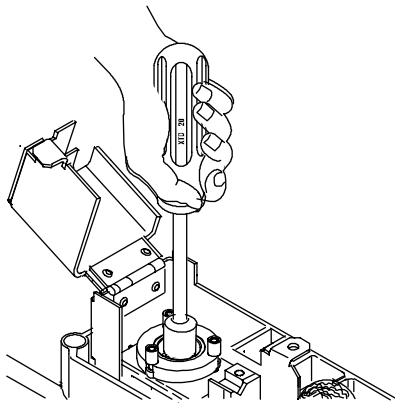


图 85 拧紧喷嘴

- 2 把收集极组件安装回原处。依次拧紧三个螺丝钉（每个螺丝钉每次拧少许）以固定收集极底组件（图 86）。

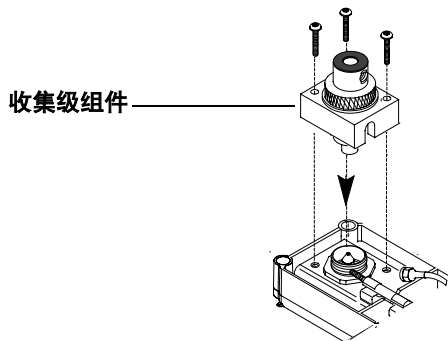


图 86 安装收集极组件

- 3 打开静电计以检查收集极的安装。如果检测器的信号值在 0 到 1000 之间，进行步骤 4。如果信号值超过 1000，拆下并重新安装检测器。
- 4 重新把色谱柱连接到检测器。现在可以恢复正常的操作条件。

拆下和清洗收集器

收集极偶尔也需要清洗，以除去沉积物（通常是来自柱流失的、看不见的二氧化硅或黑色的含碳沉积物）。这些沉积物会降低灵敏度，导致色谱噪声和毛刺。

这里提供的清洗步骤建议使用一个超声池来清洗收集极和检测器的其他部件。然而，如果您的收集极不是很脏，使用尼龙刷清洗就足够了，然后使用高速的压缩空气或氮气吹去杂乱的颗粒。

该过程分为三个步骤：拆下收集极；清洗收集极；重新组装收集极。

需要的备件：

- T-20 Torx 螺丝起子
- 1/4 英寸的螺帽起子
- 钳子或镊子
- 手套，检测器处于高温时可使用。
- 小型超声清洗池
- 水溶性清洁剂
- 聚四氟乙烯洗瓶盛装的 GC 级甲醇
- 火焰检测器清洗工具包（部件号 9301-0985）
- 干燥、经过滤的压缩空气或氮气

1 完成下面的预备步骤:

- 冷却检测器到室温。
- 按 **[配置]** **[前检测]** 或 **[配置]** **[后检测]** 键。滚动至 **电位计** 并按 **[关]**。
- 当检测器冷却后，在气体开 / 关阀处关闭气体，然后关闭检测器。
- 打开 GC 检测器盖板以接触 FID。

2 如果检测器是热的，请戴上手套。松开滚花铜螺帽。竖直提起顶部组件。上面的聚四氟乙烯绝缘体可能会黏附在组件底部。取出绝缘体（图 87）。

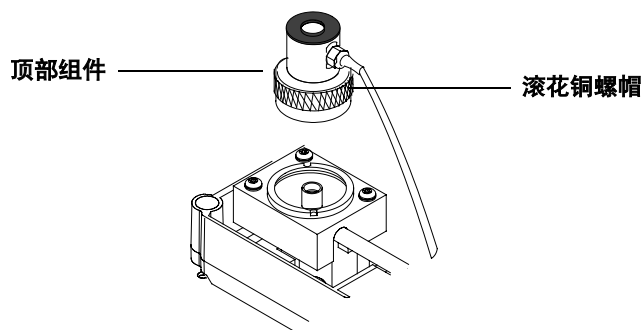


图 87 拆下顶部组件

3 取出收集极。上面的绝缘体可能会黏附在收集极上。您可能需要使用钳子夹紧收集极（图 88）。

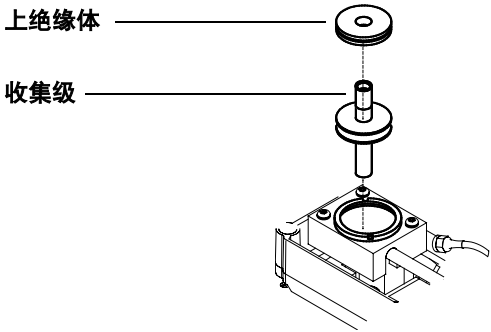


图 88 拆下收集极

4 拆卸三个固定收集极组件的螺丝钉。提起该组件。从底部组件上取下下面的绝缘体。可能需要使用钳子去夹紧它（图 89）。

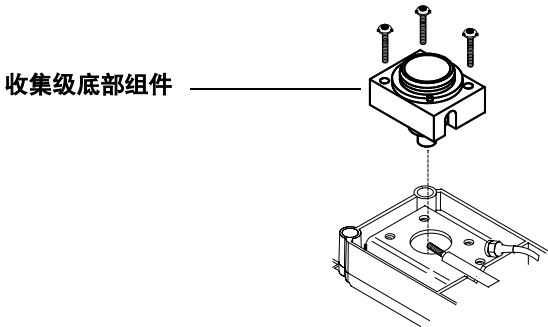


图 89 卸下收集极底部组件

- 5 用水溶性清洁剂充满超声清洗池，并把两个绝缘体和收集极放在池中。超声 5 min。
- 6 用尼龙刷清洗每个部件。
- 7 再次超声 5 min。

小 心

从此刻起，拿放部件只能使用钳子或镊子！

- 8 把这些部件从超声池中取出，用热水完全清洗，然后用少量的甲醇清洗。
- 9 把这些部件放在干净的纸上风干。
- 10 把下面的绝缘体插入到收集极底部组件中。安装收集极底部组件并拧紧三个螺丝钉（图 90）。

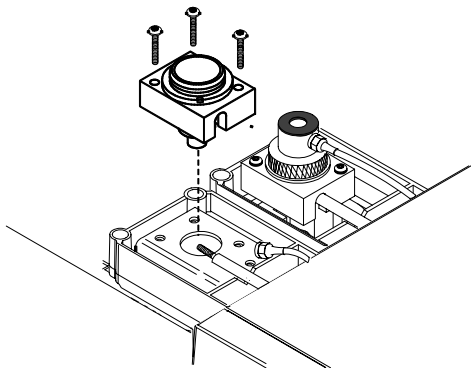


图 90 安装收集极底部组件

- 11 把收集极安装回原处并安装上面的聚四氟乙烯绝缘体（图 91）。

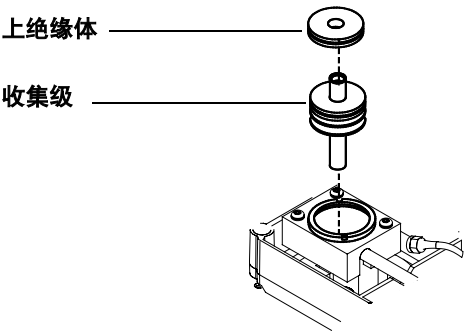


图 91 安装收集极和绝缘体

12 安装收集极顶部组件，并用手指拧紧滚花铜螺帽（图 92）。

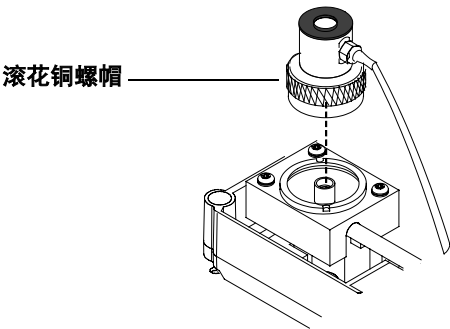


图 92 完成组装

13 关闭 GC 检测器盖板。现在可以恢复正常的操作条件。

更换 FID 点火器

需要的备件:

- 5/16- 英寸的扳手
- T-20 Torx 螺丝起子
- 静电放电 (ESD) 腕带
- 新的点火器电缆组件 (部件号 G1531-60680)

1 完成下面的预备步骤:

- 关闭所有气体
- 将检测器冷却至室温。当检测器冷却后, 关闭 GC
- 打开 GC 检测器盖板以接触 FID

2 断开连接器电缆。用扳手从检测器顶部组件上松开点火器。不要丢失了顶部组件和点火器电缆连接处的小铜垫圈 (图 93)。

松开该螺帽以断开
点火器电缆连接

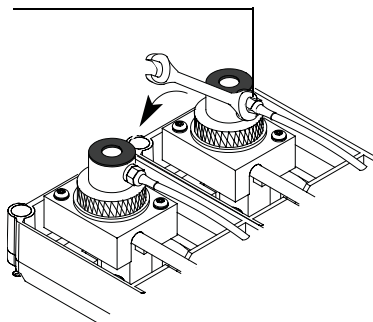


图 93 拆下点火器和电缆

3 把铜垫圈安装在新的点火器电缆端头。把点火器和电缆跟检测器顶部组件相连接, 并用手拧紧。然后使用扳手稳固地拧紧接头 (图 94)。

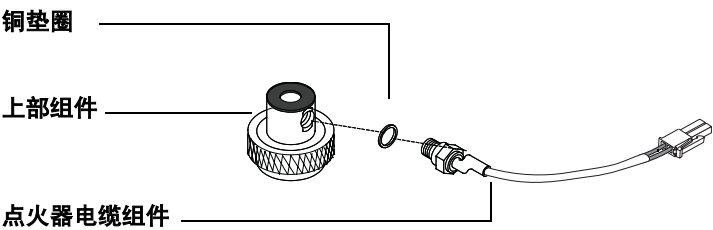
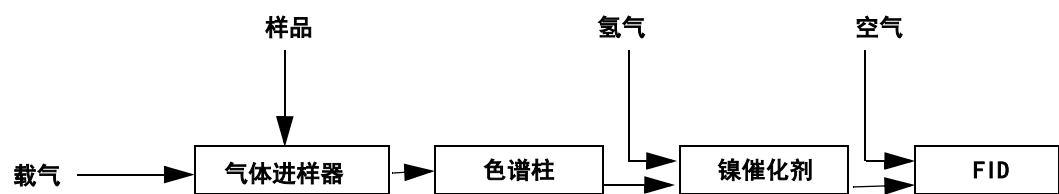


图 94 连接新的点火器和电缆

4 打开 GC 并恢复正常的操作条件。

镍催化管

镍催化管附件， G2747A，用于火焰离子化检测器对 CO 和 CO₂ 的痕量分析。气体样品在色谱柱中分离，然后在氢气存在的情况下通过热的催化剂，使 CO 和 CO₂ 的转化为 CH₄。



操作条件

表 44 和表 45 提供了标准操作条件。

表 44 标准 FID 安装的气体流量条件

气体	流量, mL/min
载气 (氦气)	30
FID 氢气	30 (见 “小心” 提示)
FID 空气	400

表 45 标准 TCD/FID 串联安装的气体流量条件

气体	流量, mL/min
载气 (氦气)	30
TCD 参比气	25
FID 氢气	45 (见 “小心” 提示)
FID 空气	500

小 心

氢气流量是受压力控制的，而 FID 提供已知的阻力。镍催化剂管增大了气流阻力。必须用皂膜流量计或类似的流量计来测量氢气流量。

如果镍催化剂管接触空气，可能会受到损坏。

镍催化剂管通常安装在后进样口的位置，并用后进样口温度设置控制。对大部分分析可设置以下温度：

- 镍催化剂管：375 °C
- FID: 300 °C

重新装填催化剂

与空气接触或者样品或气体中含有杂质都能损坏镍催化剂管。如果性能明显降低，就请重新装填催化剂管。

警 告

氢气 (H₂) 是易燃物，在密闭环境（比如柱箱）中跟空气混合时会产生爆炸性危险。在任何使用氢气 (H₂) 的操作中，接触仪器运行之前都要关闭氢气源。

氧化镍和一些氧化硅的结构被认为对人类有致癌作用。任何时候都要戴棉手套，在通风厨中进行所有工作。使用 HEPA 类的真空吸尘器除去任何散逸的物质，避免任何产生灰尘的行为。如果有散逸情况发生，请通知您单位的安全部门。

由于可能产生皮炎，请在使用后用香皂和水清洗手臂和手。在使用和清洗散逸物过程中，推荐穿长袖上衣。如果没有长袖，用长手套代替也可接受。

小 心

在进行该操作前一定要阅读催化剂附带的材料安全数据表 (MSDS)。

- 1 关闭后进样口的加热区。关闭其它所有的加热器。当催化剂管冷却到室温后，关闭 GC 电源并断开电源线。放空残留的氢气和载气压力。
- 2 拆下催化剂管顶部固定盖板的三个螺丝钉。取下催化管周围的盖板和绝热套。
- 3 从柱箱内松开固定绝热套的两个螺丝钉。取下绝热套和绝热体。
- 4 用两个扳手从催化剂组件的底部断开混合 H₂ 的焊件。小心不要在 1/6 英寸的管上施压。压力能毁坏该管件（图 95）。

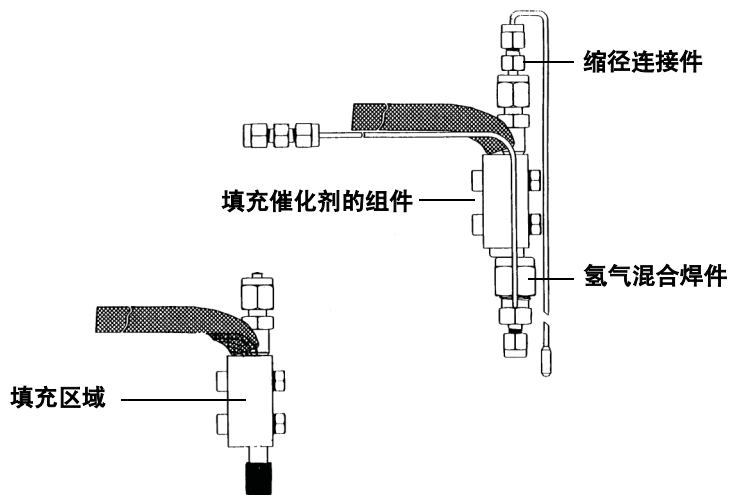


图 95 镍催化剂管

- 5 用两个扳手拧下催化剂管组件上部的缩径连接件。
- 6 从进样口轻轻地把催化剂组件提出来。现在就可以接触催化剂管的两端了。

- 7 用一勾状的工具从管的底部取去玻璃毛塞。确保把所有的玻璃毛都取出来了。
- 8 从管子中倒空旧的催化剂（可能需要使用一尖形工具倒出它）。确认您把所有的催化剂都倒出来了。
- 9 用一细棒把上部的玻璃毛塞从管中推出。
- 10 用甲醇彻底清洗管的内部。不要在管的内部使用任何锐利的金属工具。小心使用棉签会确保干净。然后干燥管子。
- 11 前面的图显示了重新填充管的正确尺寸。如果有催化剂处在加热区以外，将会导致 CO 峰的严重脱尾。

用木制棉签或任何手边可用的棒或管子准备一简单的深度标尺。在棒上用胶带或颜料从钝端起 46 mm 和 22 mm 处作标记。

- 12 卷起大约有一个大豌豆大小的玻璃毛。把它从管的 1/4 英寸端插入，并固定密实。用深度标尺测量玻璃毛的深度——从管的端头起应该是 46 mm。如有必要，增加一些玻璃毛。在测量过程中轻微的压玻璃毛会产生更好的效果。
- 13 把催化剂管组件上下倒置，慢慢地加入催化剂。轻轻地敲打以使其装填密实。当催化剂离末端 22 mm 时停止加入。填充或测量深度时不要碰碎催化剂。
- 14 加入一个玻璃毛塞来填充管中的剩余部分，使其离管口的距离在 5 mm 之内。在安装过程这个玻璃毛塞应逐渐地被压缩。

小 心

把催化剂管组件安装到柱箱前，小心地擦洗它，以除去任何催化剂粉末。

- 15 重新组装按照与第 1 至第 6 步相反的次序进行。在重新安装进样口盖板和绝热套之前，确保绝热套已重新填在管得周围。

16 对新的安装系统检漏。

警告

氢气 (H₂) 是易燃气体，当和空气在密闭环境（例如柱箱）中混合时会产生爆炸性危险。

17 打开氢气和载气流量。使它们保持流动 15 min。

18 加热镍催化剂管至 375 °C，并维持 30 min。该附件就准备好了。

性能验证

1 如果有任何加热区还在工作，请关闭并使其冷却。此时不能对任何热区加热。

2 设置气体流量（见表 46 和表 47）。

表 46 标准 FID 安装的气体流量

气体	流量，mL/min
载气（氦气）	30
FID 氢气	30
FID 空气	400

表 47 TCD/FID 串接安装的气体流量条件

气体	流量，mL/min
载气（氦气）	30
TCD 参比气	25
FID 氢气	45
FID 空气	500

小 心

催化剂管的加入会增大气流阻力，因此您必须用皂膜流量计或类似的流量计测量氢气流量。操作细节请参阅您的操作手册。

- 3 使氦气和氢气流过系统 15 min。
- 4 仔细地检查色谱柱和气源接头是否漏气。注意空气泄漏会破坏催化剂。
- 5 设置催化剂管的温度（后进样口温度）为 375 °C，FID 温度为 300 °C。并在此条件下老化 1 小时。在这些加热区加热的同时，使 FID 点火。
- 6 1 个小时后，设置以下温度（表 48）。

表 48 温度设定值

加热区	°C
柱箱	35
FID	根据需要设置
镍催化剂管	375
TCD （如果使用）	根据需要设置

当温度稳定时，系统就可以使用了。

- 7 注射镍催化剂性能评价样品（部件号 19354-60510）并开始运行。所得色谱图应该与图 96 类似（由于样品中含有空气，CO₂ 的峰可能较大）。

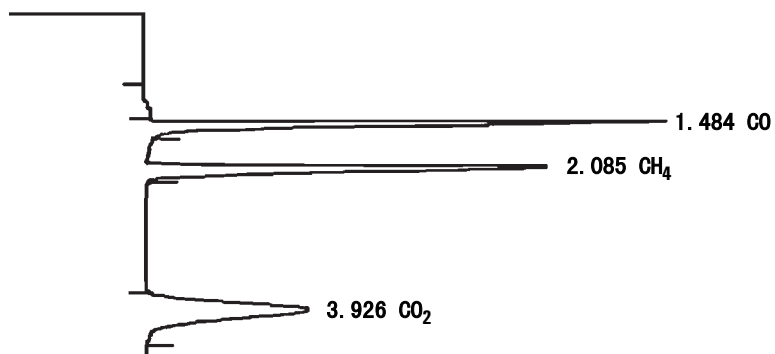


图 96 性能评价样品

热导检测器 (TCD)

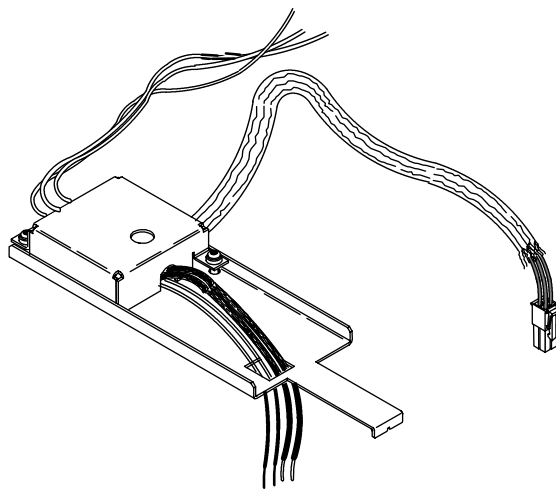


图 97 热导检测器 (TCD)

热清洗

如果 TCD（图 97）出现以下问题：基线波动、噪声增大或测试样品色谱图上的响应发生改变，说明它可能被来自色谱柱的流失物或脏的样品所形成的沉淀物污染了。

在 TCD 上需要进行的唯一常规维护操作只有热清洗。

TCD 可能被来自色谱柱的流失物或脏的样品所形成的沉淀物所污染。基线波动、噪声增大或测试样品色谱图上的响应发生改变都说明出现了这种污染。

热清洗即所谓**烘烤**。只有在确认载气和流路系统没有漏气和污染之后，才可进行烘烤。

小 心

您必须关闭 TCD 并用堵头把检测器柱接头堵上，以免氧气进入检测器对热丝造成不可修复的损坏。

- 1 关闭检测器。
- 2 从检测器柱接头拆下色谱柱，并堵头把检测器柱接头堵上。
- 3 设定参比气体流量为 20-30 mL/min。设定检测器温度为 375 °C。
- 4 允许热清洗过程持续数小时。然后将系统冷却至正常的操作条件。

电子捕获检测器 (ECD)

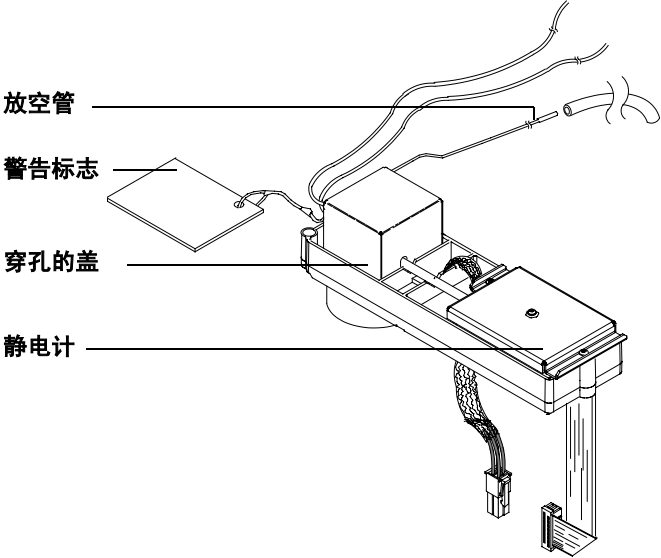


图 98 电子捕获检测器 (ECD)

更换 ECD 毛细管柱接头衬管

要更换 ECD 毛细管柱接头的衬管：

- 1 拆下转换接头帽。

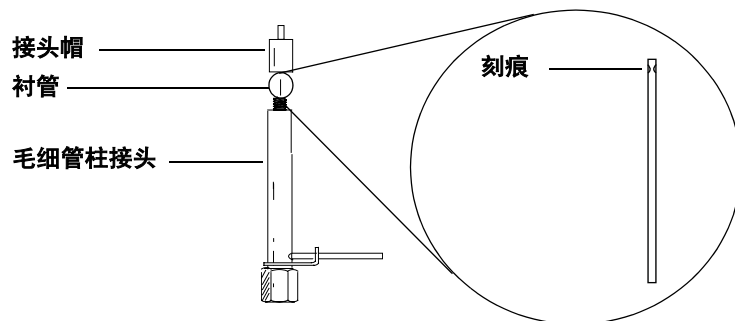


图 99 ECD 的柱接头

- 2 检测衬管。如果它已碎裂，就请更换之，然后重新安装帽。刻痕一定要在柱接头的帽一端（图 99）。

检查气体泄漏

检测器（图 98）不大可能是泄漏的来源。如果怀疑 GC 系统中有漏气，并且已检查了通向 GC 和进样口的气路，以及柱与进样口和检测器的接头，都没发现漏气，就按照下面的操作规程来检查检测器的泄漏。

检测器和进样口应处在正常的操作温度。

所需材料：

- 放空口堵头（部件号 5060-9055）

- 能检测载气的电子泄漏检测器

- 1 进行进样口检漏测试。见第 7 章，“进样口的维护”有关如何进行正确检漏测试的内容。
- 2 关闭进入进样口的载气。等待一段时间吹扫气体系统。
- 3 关闭尾吹气和阳极吹扫气的流量。
- 4 用放空口堵头堵上检测器的排气口（图 100）。

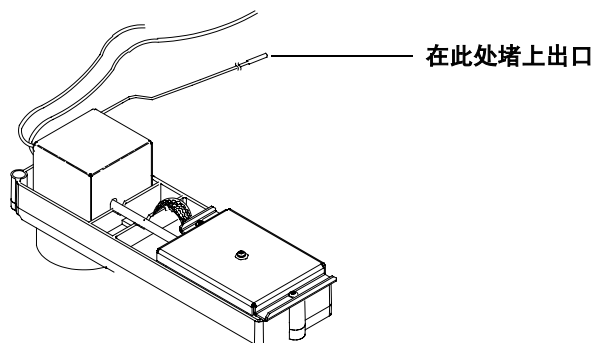


图 100 堵上放空口

- 5 设置进样口柱头压为 0.001 Mpa（15 psi）。从进样口监视系统压力。等待一段时间使系统完全加压（至少 1 min）。当系统完全加压后，关闭压力或气流。

监视压力 10-15 min。如果压力保持稳定或仅仅以 0.2-0.3 psi/min 的速率下降，就可认为检测器不漏气。如果压力下降，说明有漏气的现象了，继续第 5 步。

- 6 使用电子泄漏检测器检查柱接头和堵住的放空口是否检漏。如果发现漏气现象，就拧紧接头并重复检漏。

如果其它系统部件不漏气，那么检测器可能漏气。检测器不能由用户拆开，请跟安捷伦服务部门联系以获取详细信息。

热清洗

如果基线噪声大或输出信号值反常地高，并且已确定这些问题不是由 GC 系统中的漏气导致的，那么检测器可能被色谱柱流失物污染了。为除去污染，应该进行检测器热清洗。

警告

除了热清洗之外，检测器拆卸和 / 或清洗操作只能由经过培训和得到处理放射性物质许可证的人员进行。在其它过程中可能放出微量的放射性 ^{63}Ni ，导致可能接触 β 一和 x 一射线的危险。

为了防止可能的放射性物质有害污染，检测器排气口必须与通风橱相连，或按照当地的法规来排放。

需要的备件：

- 密封检测器接头的堵头（部件号 19234-20650）
- 连接堵头的螺帽（部件号 19234-20570）

- 1 将检测器和柱箱设置为正常操作温度，按 [前检测] 或 [后检测] 键。记录输出值以便后面进行比较。
- 2 将检测器和柱箱冷却到室温。
- 3 关闭阳极吹扫气和尾吹气流量。

- 4 从检测器拆下色谱柱。一定把没有连接的柱端密封。把检测器堵头和螺帽安装到检测器的柱接头以封住该接头。
- 5 将检测器温度设置在 350-375 °C 之间。
- 6 打开尾吹气和阳极气。设置尾吹气流量为 60 mL/min.
- 7 设置柱箱温度为 250 °C。
- 8 热清洗持续数小时，然后将系统冷却到正常操作温度。
- 9 在显示屏上检测 ECD 的输出值。它应该比最初时的读数低。如果不是，请跟安捷伦服务代表联系。

放射性泄漏检测

电子捕获检测器至少每六个月或根据当地有关部门的要求进行一次放射性泄漏检测。必须保存检测记录和结果，以备卫生部门和（或）当地相关部门可能进行的检查。如果需要，可以进行更为经常的检测。

使用的程序是**放射性泄漏检测**。每个新的检测器都提供一套放射性泄漏检测说明材料。如何进行检测，请参见放射性泄漏检测说明材料中提供的信息卡。

索引

A

安全
 符号, 25
安全警告, 16

B

基线
 过度流失, 65
保留时间
 改变, 115
 偏移, 63
 漂移, 52
 问题, 63
保留时间征兆, 52
保险丝, 27
备件, 31
变形的峰, 56
捕集阱
 分流放空口, 162
 老化, 159
 内部, 160

C

测试图, 78
超载
 峰, 69
衬管
 ECD, 217
 毛细管进样口, 86, 167
 填充柱进样口, 187
错误信息, 37

D

德意志联邦共和国, 24
电池, 27

电磁兼容性, 26
点火器
 更换, 205
点火问题, 102
垫圈
 金属填充柱, 140
 毛细管柱, 119
 Vespel, 140
 在金属填充柱上安装, 145
电子捕获检测器, 108, 216
多余的峰, 54
 阀, 113

E

ECD, 108, 216
 安全, 22
 安装毛细管柱, 136
 捕集阱, 160
 放射性泄漏检测, 220
 放射性泄漏检测, 220
 检漏, 217
 警告, 19
 灵敏度, 111
 热清洗, 219
 使用周期, 110

F

阀
 保留时间改变, 115
 多余的峰, 113
 峰丢失, 113
 峰面积改变, 115
 峰拖尾, 114
 峰展宽, 114
 故障排除, 112
 基线波动, 114
 灵敏度降低, 113
 漂移太大, 113
 色谱征兆, 112
 压力测试, 115
FID
 安装毛细管柱, 129
 安装喷嘴, 198
 拆卸和清洗收集极, 200
 拆卸喷嘴, 195
 点火问题, 102
 更换点火器, 205
 检测器气体, 99
 噪音和高背景信号, 97
方法
 不匹配, 38
 维护, 30
放射性泄漏检测, 220
放射性泄漏检测, 220
分离度
 问题, 61
分裂峰, 74
分流放空口
 更换管线, 174
 流量低, 80
分流放空口捕集阱, 162
分流放空口限流
 测试, 83

索引

分流流量
 流路限流, 82

分流模式
 重现性, 82

峰
 变形, 56
 超载, 69
 大小, 75
 分流, 74
 负峰, 54
 鬼峰, 54, 72
 面积改变, 115
 前伸峰, 69
 问题, 69
 无峰, 54

符号
 安全, 25

G

高温部件, 17
隔垫
 毛细管进样口, 164

故障, 43
故障排除
 操作规程, 77

 阀, 112
 色谱, 47
鬼峰, 54, 72, 90
过度的柱流失, 65

J

基线
 波动, 66, 114
 不稳定, 66
 升高, 97
 TCD, 107
 问题, 65
 噪声, 68
基线波动, 48
基线漂移, 48, 66
 TCD, 107
基线征兆, 48
检测器
 安装柱接头, 146

检测器气体
 FID, 99
检漏
 ECD, 217
 毛细管进样口, 171
 填充柱进样口, 185
金属填充柱
 安装, 148
 安装垫圈, 145
 制作间隔管, 142
金属填充柱的间隔管, 142
进样口
 捕集阱, 160
 污染物, 90
进样口密封件
 更换, 169
静电放电, 16
警告, 16
 错误, 40
 ECD, 20

L

老化
 捕集阱, 159
 色谱柱, 155
灵敏度
 ECD, 111
 TCD, 107
漏电流, 98

M

毛刺, 51

毛细管进样口, 80, 164
 安装毛细管柱, 122
 衬管, 86
 分流比降低, 82
 更换衬管, 167
 更换分流放空管, 174
 更换隔垫, 164
 更换密封件, 169
 检漏, 171
 流量或压力低, 80
 面积增大, 81
 清洗, 166
 柱流量波动, 81
毛细管柱, 118
 常用, 35
 垫圈, 119
 架, 118
 老化, 157
 Vespel 垫圈, 119
 在 ECD 安装, 136
 在 FID 安装, 129
 在毛细管进样口安装, 122
 在 TCD 安装, 132, 134
 在填充柱进样口安装, 125
 准备, 120

N

内部捕集阱, 160
镍催化剂管
 操作, 207
 验证性能, 211
 重新填充催化剂, 208

P

喷嘴
 安装, 198
 拆卸, 195
 清洗, 197
漂移
 TCD 基线, 107

索引

Q

气体输送系统, 91
气源, 98
清洗, 27
 ECD, 219
 FID 喷嘴, 197
 FID 收集极, 200
 TCD, 214
填充进样口, 186
填充进样口柱接头和衬管, 190

R

热导检测器, 214
热关机, 42
热清洗
 ECD, 219
 TCD, 214

S

色谱峰征兆, 54
色谱故障排除
 基线征兆, 48
色谱柱
 安装玻璃填充柱, 151
 安装金属填充柱, 139
 玻璃填充柱, 150
 老化金属填充柱, 158
收集极
 拆卸和清洗, 200

T

TCD, 214
 安装毛细管柱, 132, 134
 基线漂移, 107
 基线为 0, 107
 灵敏度, 107
 热清洗, 214
 信号振荡, 106

填充进样口, 88, 181
 安装毛细管柱, 125
 衬管, 187
 更换隔垫, 181
 更换隔垫吹扫接头 O 形圈, 183
 检漏, 185
 流量波动, 88
 清洗, 186
 压力低, 88
 柱接头, 187
填充柱
 玻璃, 150
 金属, 139
 老化, 158
通讯问题, 79
拖尾峰, 114

W

Vespel 垫圈, 140
维护
 方法, 30
 时间安排, 28
危险电压, 16
未准备好, 39
无峰, 54

X

系统空白运行, 94
限流
 流路测试, 82
限流器
 填充柱进样口载气, 184
消耗品, 31
信号评价
 ECD, 109
信号振荡
 TCD, 106
信息, 37

Y

压力检测
 阀, 115

Z

载气流量
 填充进样口限流器, 184
噪声, 49
 FID, 97
噪声基线, 68
柱接头
 ECD 毛细管柱, 136
 FID 毛细管柱, 129
 TCD 毛细管柱, 132
 填充进样口, 187
 填充柱, 188
准备金属填充柱, 141
准备毛细管柱, 120



Agilent Technologies

© 安捷伦科技有限公司

2003 年 6 月，中国印刷



G1176-97007