

GC 硬件操作及其常规维护



Agilent Technologies

GC系统需要维护的原因

提高效率，减少停机，保证结果可靠



GC硬件组成部分

- 载气系统（气路）
- 进样系统（进样器，进样口）
- 分离系统（柱温箱，色谱柱）
- 检测系统（检测器）

“仪器看起来没问题，就是做的不好。”

缺乏维护的系统：

- 重现性差
- 灵敏度低
- 线性不好



GC故障诊断



指示灯

Not ready 红色指示灯亮，查看status

警告音

关闭前发出一连串嘟嘟报警声。在故障组件关闭一小段时间后，**GC**会发出一声嘟声，然后显示一条简短的带有编号的消息。

例如：若前进样口气体流量不能达到设定值，将发出一连串嘟嘟声。且显示简短消息前进样口流量关闭。**2分钟**后流量关闭。按**[Clear]**键可将嘟嘟声关闭。

如果氢气关闭或发生热关闭，则将发出连续音。

载气系统---气体净化器

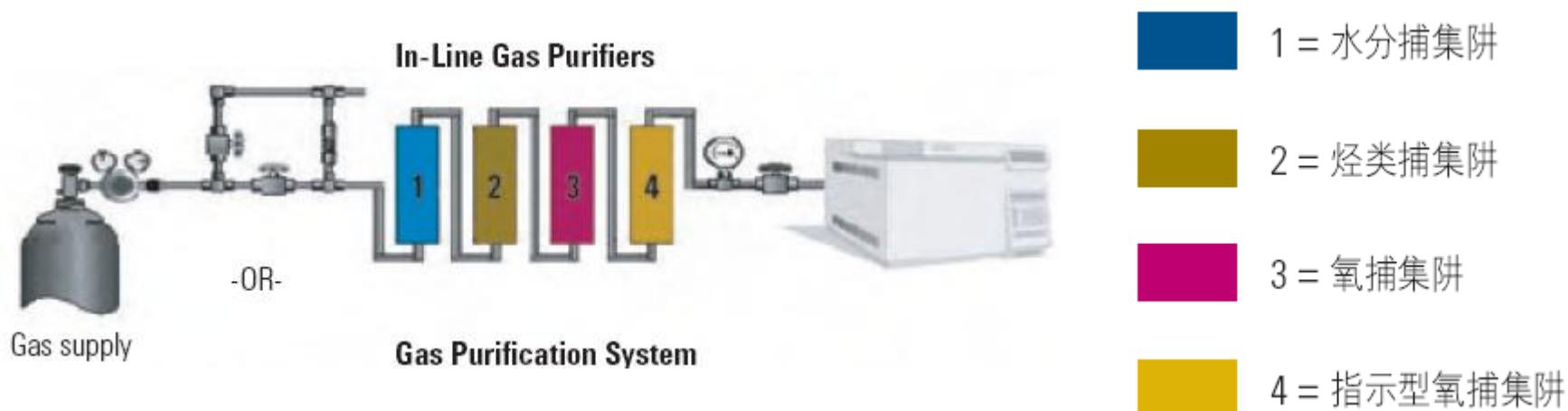
一个很容易被忽视的故障点

载气 (He, N₂) : 除水除氧

空气: 除有机物, 尤其是压缩机

氢气: 除水, 尤其是发生器

提示: 气体纯度要保证99.999%以上, 很多问题都是纯度不好的气体所造成, 净化器大约一年一换, 如果使用氢气发生器, 每天都要看看



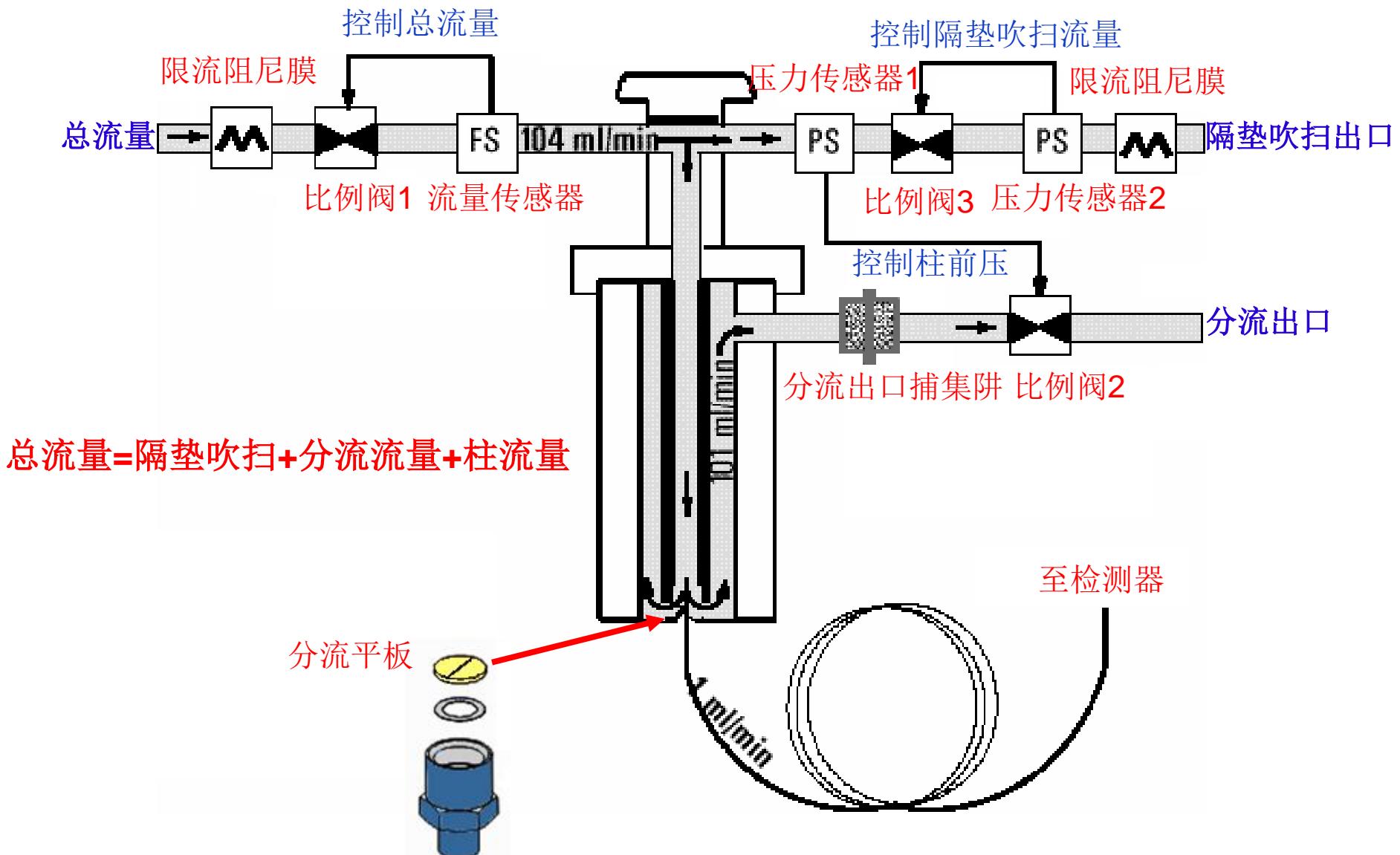
进样系统---7683/7693 自动进样器

进样器导致常见故障

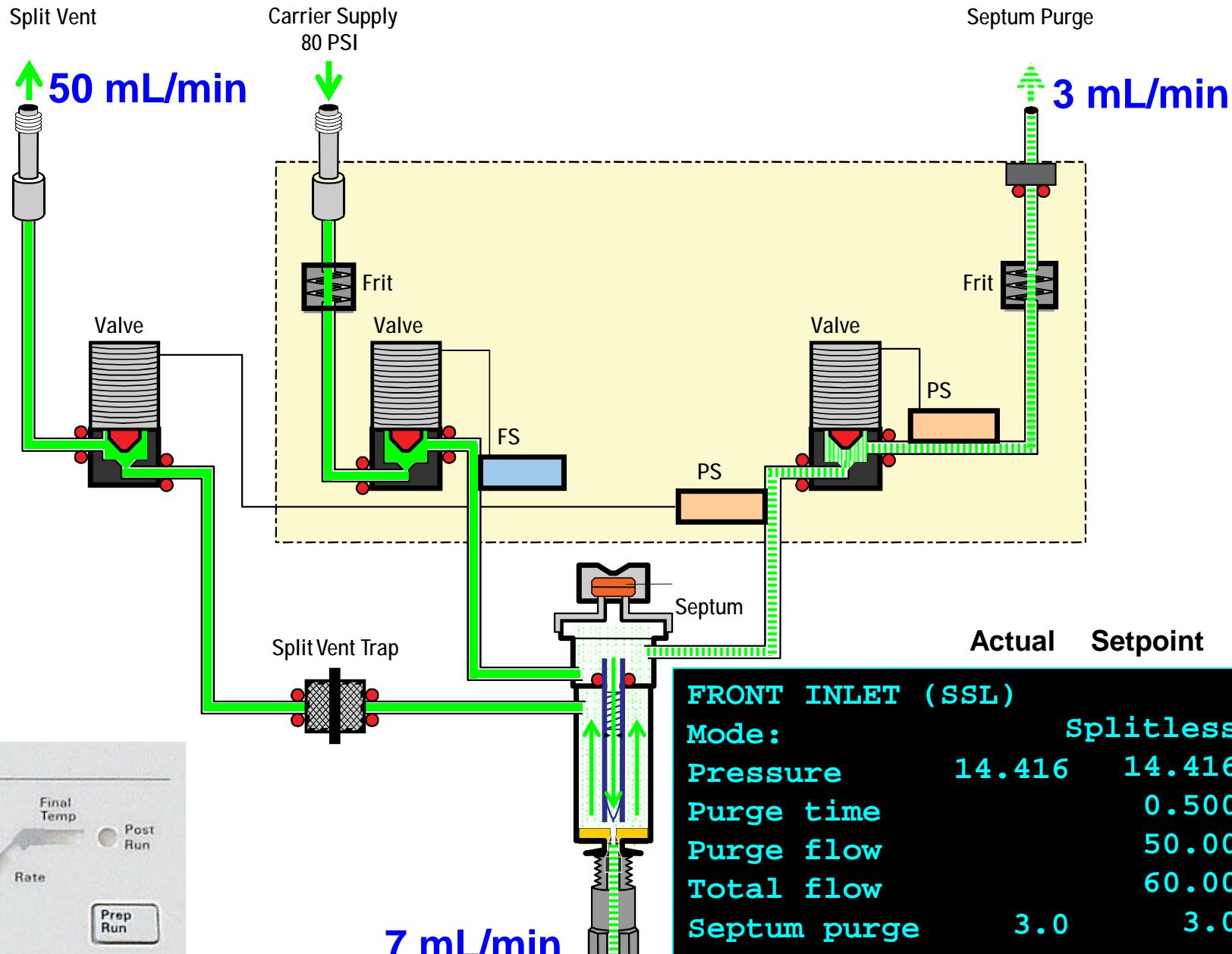
1. 重现性不好：样品粘度，抽样速度，排汽泡，样品残留增加洗针的次数(溶剂洗针，样品洗针)
2. 污染和鬼峰：彻底清洗进样针，更换进样垫和衬管
3. 进样针打弯：针芯打弯-----缺乏清洗；针尖打弯—位置不对，马达推针不顺滑，隔垫拧的太紧
4. 更换进样针的操作视频，[安装进样针.mpg](#)



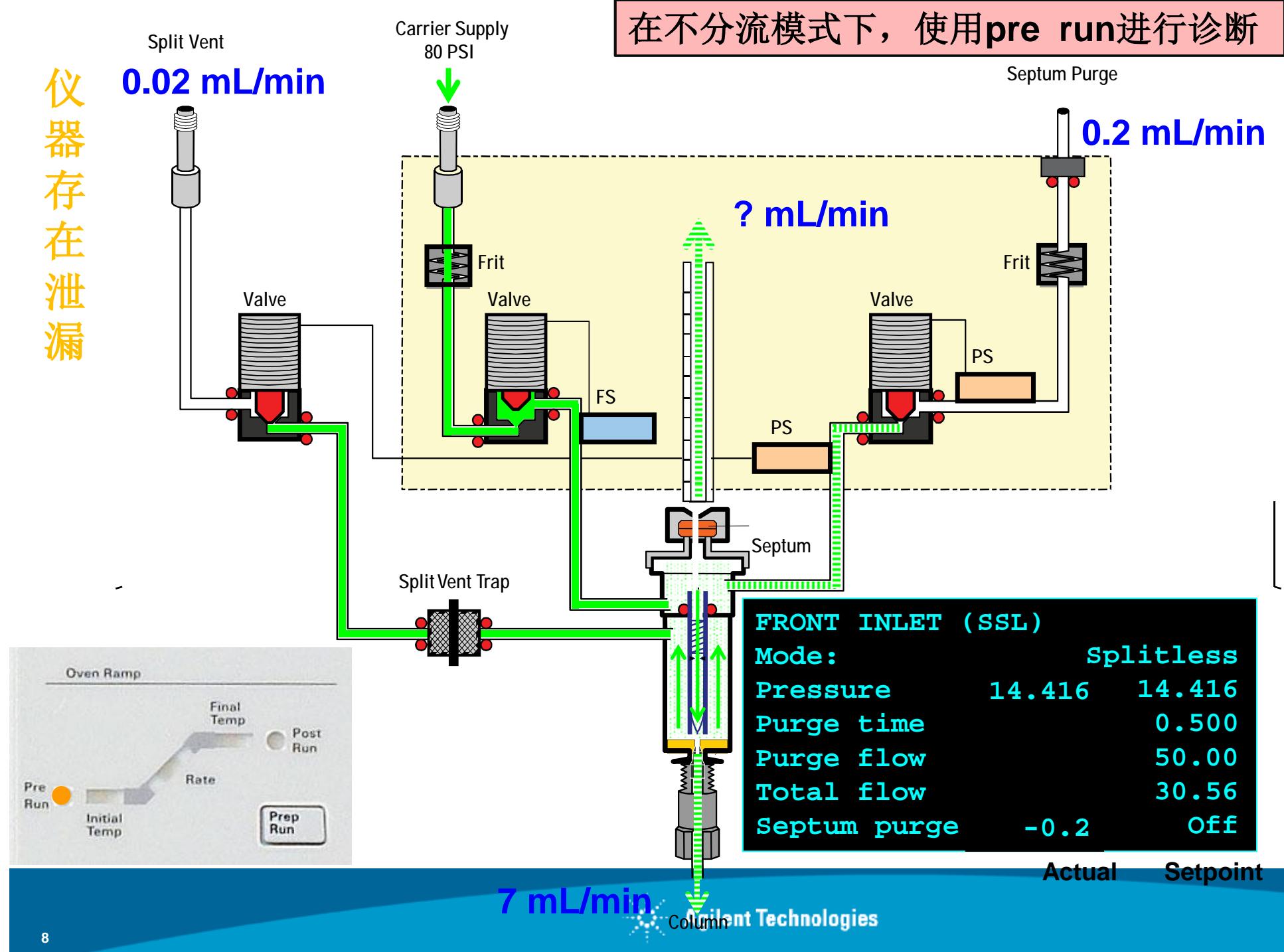
进样系统---分流/不分流进样口



仪器正常无泄漏



仪器存在泄漏



快速判断进样口漏或堵的技巧：

查堵：增大分流比设定小压力

查漏：减小分流比设定大压力

注意：因为进样口从衬管到分流出口阀有很大的死体积，所以气体填充时需要一定的时间，故有时用户分流比设定的很小或者使用不分流时而进样口压力却设定的很大，也会导致漏气报警的现象



进样口维护

——隔垫

隔垫的作用：

密封，防止样品及载气泄漏，并避免外界空气渗入、污染系统。隔垫一般由耐高温、惰性好、气密性优良的硅橡胶制成。

为什么需要更换隔垫：

系统漏气致使GC无法达到就绪状态，样品损失及分解、空白分析出现鬼峰

如何正确使用隔垫：

- ✓ 在推荐的温度范围内使用
- ✓ 定期更换，
- ✓ 安装隔垫螺母“用手拧紧”
- ✓ 打开隔垫吹扫功能
- ✓ 用针尖锋利的进样针

[SS换隔垫.mpg](#)



Agilent Technologies

进样口维护

——隔垫

进样口隔垫特性小结

隔垫种类	流失性	寿命	温度极限
不粘连 BT0 (流失性与温度优化隔垫)	◆◆◆	◆	进样口温度可达 400°C
不粘连长寿命隔垫	◆	◆◆◆	可达 350°C
不粘连高级绿色隔垫	◆◆	◆◆	可达 350°C

◆◆◆ = 最好 ◆◆ = 较好 ◆ = 好

流失与温度优化隔垫 (BT0)

- 扩宽的温度范围，流失最低
- 进样口最高使用温度为 400°C
- 等离子涂层可消除在进样口处的粘连
- 预老化，即取即用
- 泡罩独立包装，确保清洁和方便
- 最适合于低流失、用于“质谱”的毛细管柱



BT0隔垫, 5183-4757



长寿命隔垫, 5183-4761

高级绿色隔垫

- 真正的长寿命、高温绿色
- 每片隔垫可承受更多次进样
- 等离子涂层可消除在进样口处的粘连
- 进样口最高使用温度为 350°C
- 是竞争厂商的“绿色”隔垫的高性能替代品
- 独立包装，确保清洁和方便



高级绿色隔垫, 5183-4759

长寿命隔垫

- 自动进样器优选隔垫
- 预穿孔，延长使用寿命，减少碎屑产生
- 最适合通宵运行
- 每个隔垫进样次数可高达 400 次
- 等离子体涂层消除了粘连的可能
- 进样口最高使用温度为 350°C
- 隔垫质软，硬度 45，适合自动进样器的进样针
- 独立包装，确保清洁和方便

进样口维护

——衬管

衬管的作用

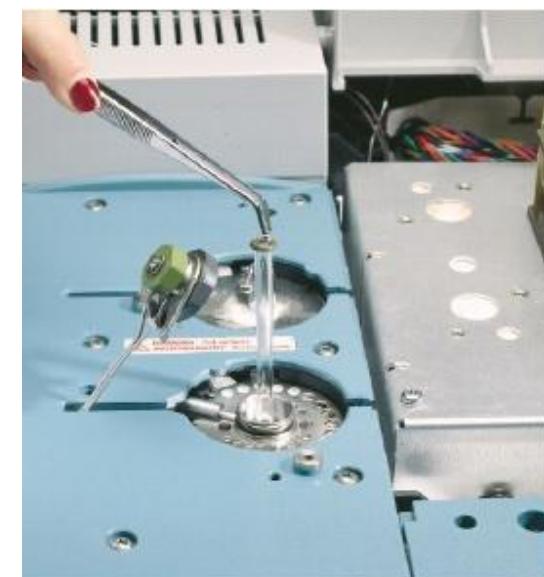
保护色谱柱：不挥发组分滞留在衬管内。但当污染物积攒到一定量时，会吸附样品造成峰拖尾/分裂或出现鬼峰。

衬管内少量经硅烷化处理的石英玻璃毛可**防止注射器针尖的歧视**（即针尖内的溶剂和易挥发组分首先汽化）；加速样品汽化；避免固体物质进入并堵塞色谱柱等。

为什么（何时）要更换衬管

- ✓ 峰形变差
- ✓ 样品分解或歧视
- ✓ 重现性差
- ✓ 有鬼峰出现

[更换SS衬管.mpg](#)



进样口维护

——衬管

衬管



正常



不正常

严重污染的衬管



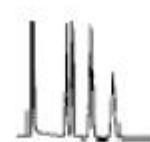
正常



不正常



不正常



正常



不正常



不正常



进样口维护

——衬管

未去活性的衬管

清洗步骤:

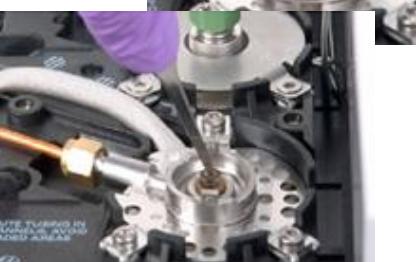
1. 移去玻璃毛
2. 在溶剂或酸液中超声处理
3. 清洗并干燥
4. 更换去活性的玻璃毛
5. 去活性 - 硅烷化 *
6. 干燥



工厂去活性衬管

清洗步骤:

1. 移去玻璃毛
2. 在溶剂中超声处理
3. 干燥
4. 精心处理避免划伤衬管的内表面。



@此部件须非常清洁

进样口维护

——分流平板

进样口密封垫的作用

惰性表面可防止样品吸附，可正确密封进样口并防止样品降解及系统泄漏。

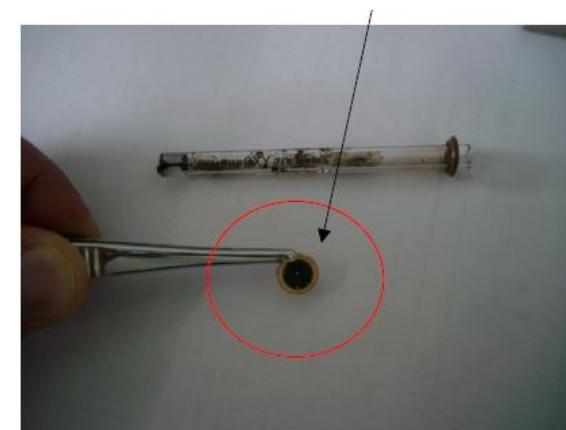
进样口密封垫（分流平板）——经常被遗忘的角落

定期检查，清洗分流平板。

[更换SS分流平板.mpg](#)

污染的密封垫可能存在如下症状：

- ✓ 峰形变坏
- ✓ 样品分解或歧视
- ✓ 重现性差
- ✓ 有鬼峰出现



进样口维护

——分流平板

在溶剂中超声处理

烘干

用非氯化剂去活化

- HMDS
- BSTFA
- BSA
- TSIM

用溶剂清洗

- 先惰性洗涤 - 甲苯
- 再用醇类清洗- 甲醇

烘干

此部件须非常清洁

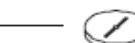
移开保温套

移开色谱柱接头

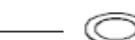


松开螺母

分流平板



垫片



螺母



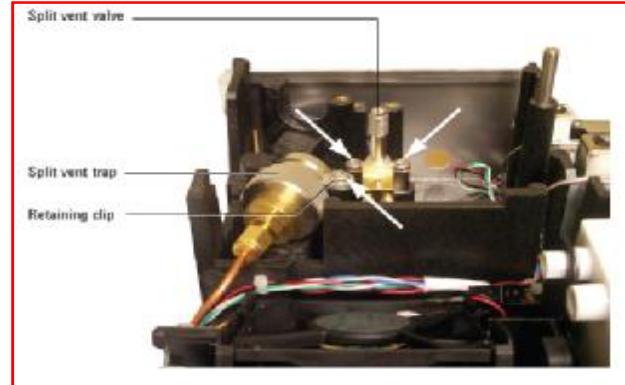
进样口维护

——捕集阱

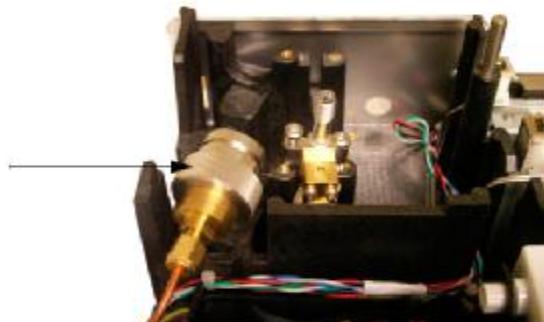
捕集阱的作用

用于吸附分流管线中的样品（气态）

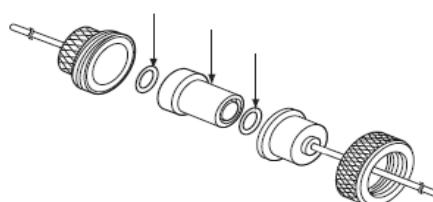
- 1 拧松固定夹螺丝，拧松两颗定位螺丝



2. 使用扳手将分流捕集阱拧下



3. 更换分流捕集阱及两个O形环



进样口维护

——密封垫圈

密封垫圈的作用

色谱柱与GC的连接处靠密封垫圈密封，理想的密封垫提供无泄漏的密封效果，适合各种外径的色谱柱，不用过分拧紧，与色谱柱或接头不粘连，且耐温度变化



密封垫圈使用注意事项：

- ✓ 不要拧得太紧，先用手拧紧柱螺母，再用扳手拧紧
- ✓ 保持洁净
- ✓ 使用前烘烤密封垫圈（仅对于Vespel和Vespel/石墨垫）
- ✓ 防止污染，比如手指上的油
- ✓ 在重新使用密封垫圈前，用放大镜检查密封垫圈是否破损，有无裂纹、碎片或其他损伤
- ✓ 更换色谱柱或进样口/检测器部件时，要更换密封垫圈

进样口维护

——密封垫圈

密封垫圈的种类

100%石墨

软，易成型，密封性能优良，稳定，不含硫，无过度石墨蒸发，耐高温，不能用于MS系统。

(85%/15%) Vespel/石墨

石墨与Vespel混合材料的密封垫。氧扩散率低，质地较硬，不易变形。必须与不同外径的色谱柱配套使用，MS系统专用。

高温下会流失并造成收缩，经常要拧紧，防止泄漏。

密封垫选择推荐

密封垫/密封类型	温度上限	用途	优点	局限性
石墨 (100%)	450°C	<ul style="list-style-type: none">通常用于毛细管柱适合于 FID 和 NPD推荐用于温和冷柱头进样分析	<ul style="list-style-type: none">容易使用的稳定密封垫上限温度更高易于取下	<ul style="list-style-type: none">不用于 MS 或对氧敏感的检测器质软、容易变形或破裂可能沾污系统
Vespel/石墨 (85%/15%)	350°C	<ul style="list-style-type: none">通常用于毛细管柱推荐用于 MS 或对氧敏感的检测器最可靠的无泄漏连接	<ul style="list-style-type: none">机械稳定性好寿命长	<ul style="list-style-type: none">不能重复使用高温时产生流失必须经常重新拧紧
100% Vespel	280°C	<ul style="list-style-type: none">恒温操作易于重复使用或取下是连接金属和玻璃的优异密封材料	<ul style="list-style-type: none">机械稳定性好寿命长易于重复使用或取下	<ul style="list-style-type: none">温度循环后可能泄漏高温时产生流失必须经常重新拧紧

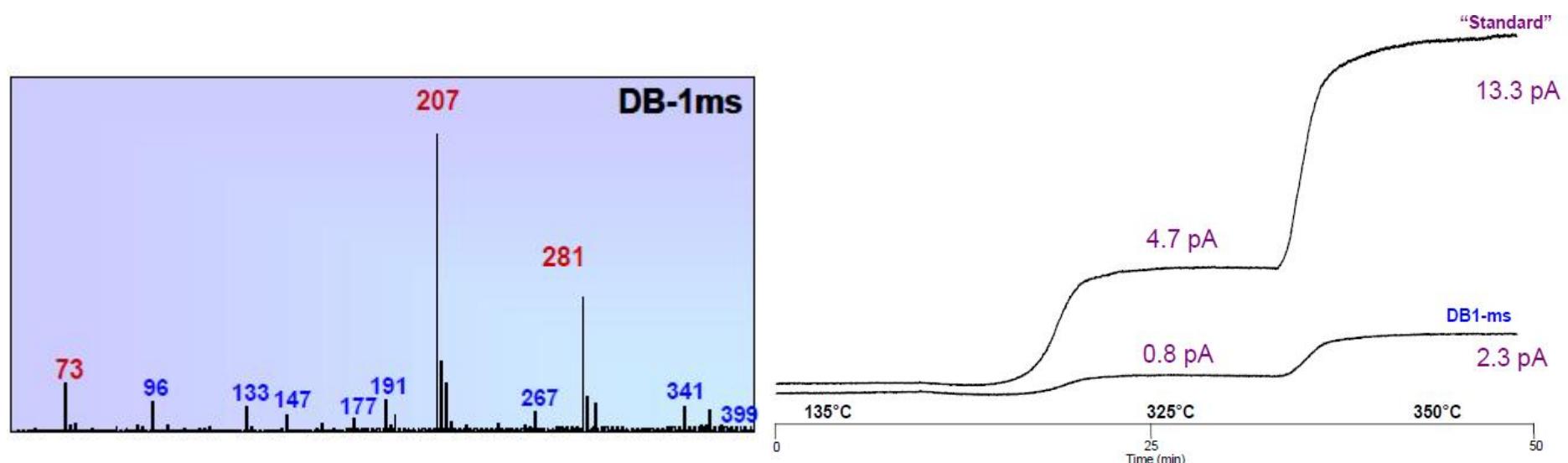
色谱柱的维护

正确老化柱子：一般在低于最高使用温度下保持2-3小时

如何判断柱子好坏：峰形，分离效果，流失

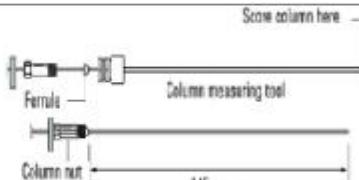
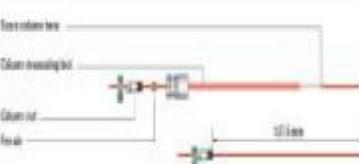
换柱子：脏的样品大约500-1000个样品以后

一些其他措施：样品净化，玻璃棉，预柱，反吹



色谱柱的安装

进样口 分流、 不分流	示意图	安装步骤
		<p>首先将色谱柱按顺序依次穿过隔垫，柱接头及石墨垫。然后用陶瓷片将色谱柱柱头切割一小段距离，防止色谱柱头污染，把色谱柱往回拉，使色谱柱头与石墨垫头的距离在 4—6mm。最后将色谱柱及柱接头接到进样口，轻轻用手把柱接头拧紧，然后用扳手把柱接头拧紧，保证色谱柱不会滑动。</p>
填充柱		<p>首先将色谱柱按顺序依次穿过隔垫，柱接头及石墨垫。然后用陶瓷片将色谱柱柱头切割一小段距离，防止色谱柱头污染，把色谱柱往回拉，使色谱柱头与石墨垫头的距离在 1—2mm。最后将色谱柱及柱接头接到进样口，轻轻用手把柱接头拧紧，然后用扳手把柱接头拧紧，保证色谱柱不会滑动。</p>

FPD		安装色谱柱之前，首先要用 FPD 带的色谱柱测量工具，按左图的顺序穿过，用两个扳手把色谱柱给拧紧，然后切割色谱柱，注意在测量工具末端伸出 1mm，这样色谱柱的长度就固定好，拧开色谱柱，然后从 FPD 的下面基座把色谱柱穿过，拧紧。
FPD+		对于 FPD+检测器建议使用专门的色谱柱长度测量工具，如果没有工具对于 FPD+从石墨垫到色谱柱末端的距离是 137.5mm

其他检测器将色谱柱及柱接头接到检测器下面的基座上，把色谱柱往上推，直到推不动为止，然后向下拉1~2mm，用扳手把柱接头拧紧。

[安装毛细柱.mpg](#)

[安装柱子到FPD.mpg](#)
[安装柱子到TCD.mpg](#)

维护内容

3. 分离系统

常见故障：

1. 柱效不好，峰拖尾，前伸----诊断办法，老化色谱柱或更换新柱
2. 出鬼峰：先空白运行排除进样针及样品，如还有，恒温等度没有梯度升温有一般载气问题
3. 保留时间变化：检查压力，色谱柱，和检测器



FID

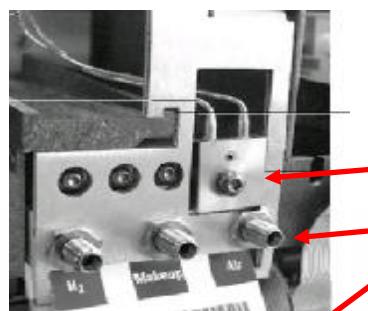
典型故障

§无法点火或做样过程中熄灭

§基线噪音大

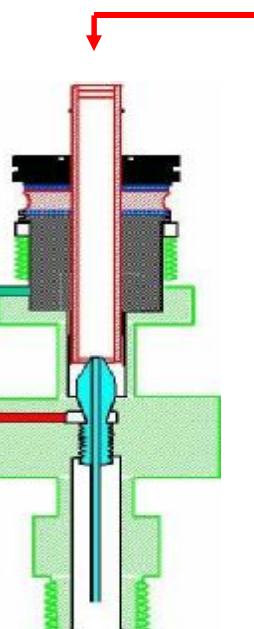
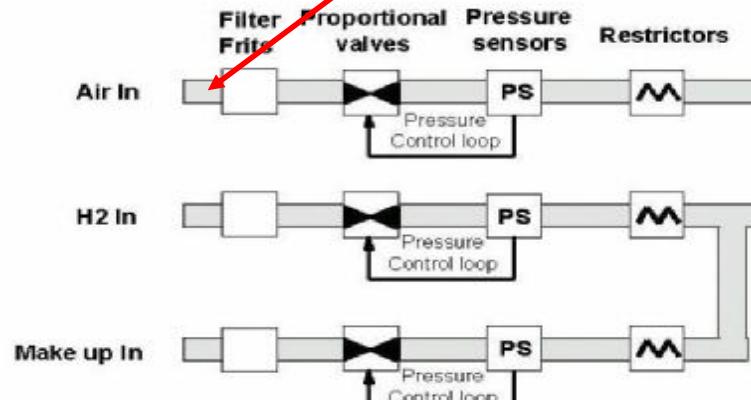
§基线漂移

§本底值偏高

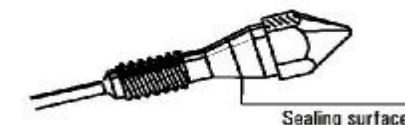


FID EPC Flow Manifold
Detector Pneumatic Connection

Gas Connections to GC



FID Flow Measurement Tool



FID Jet
Plugged FID Jet



FID

很少需要维护，但有时需要清洗与更换

即使正常使用，在喷嘴和检测器中也会形成沉积物(通常由柱流失产生的白色二氧化硅或黑色碳灰)。这些沉积物降低灵敏度并产生色谱噪音和毛刺。可能需要清洗喷嘴，更换点火线圈。



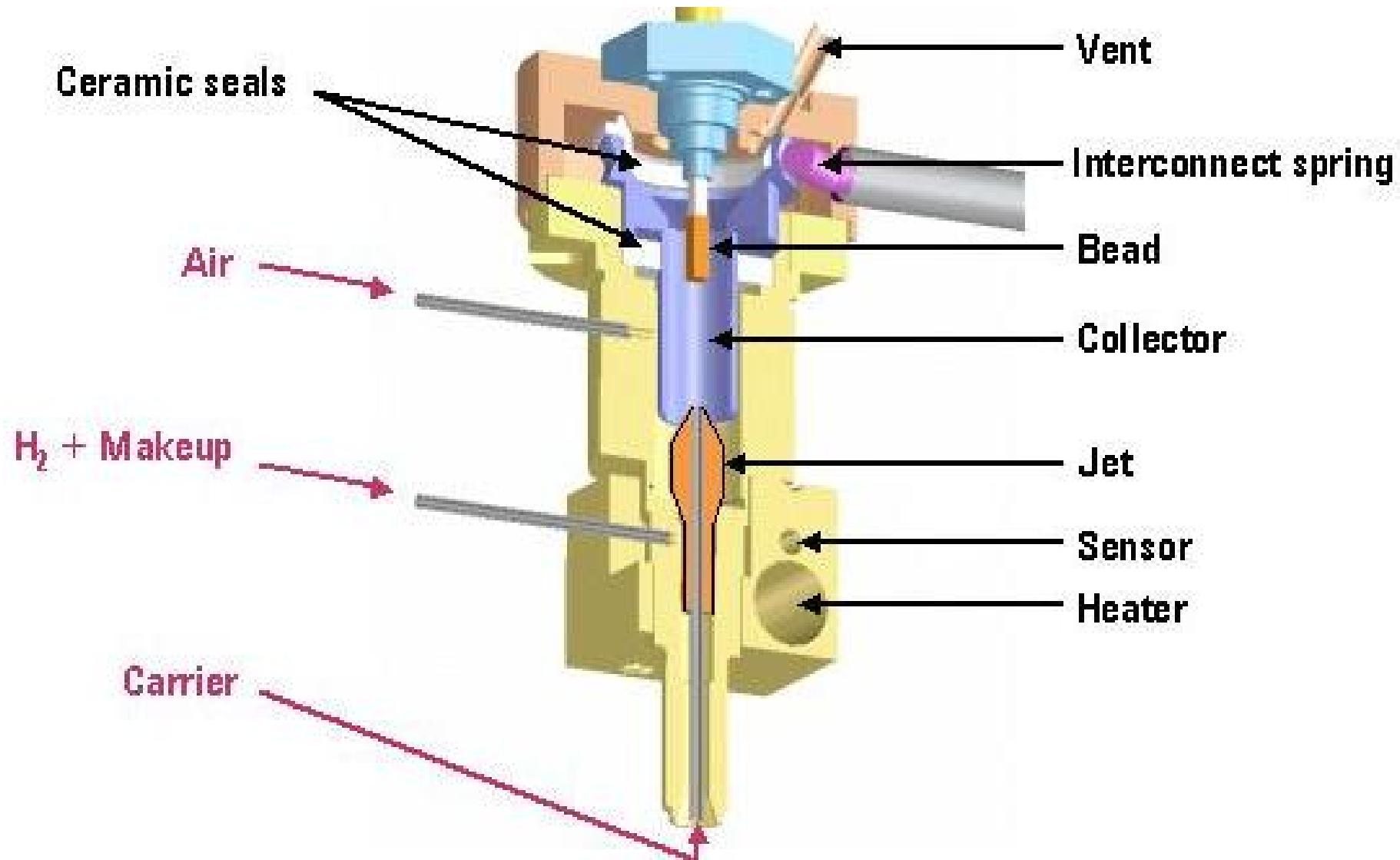
- ▼ 使用空压机的用户,要注意其启动与停止时,会造成基线上有一个小包出现可以在空压机出口加一个稳压阀。
- ▼ 如果有毛刺出现, 或没点火时信号就很高, 是放大板漏电。可以把**FID** 在**300度**烘烤, 或将传输杆和放大板在柱温箱里**75度**烘烤**2小时**
- ▼ 对于**CS2, COS, HCHO, HCOOH**等无法电离出**CH**离子的化合物, **FID**响应是很低的

FID/FPD点火问题故障排除步骤

1. FID/FPD点火问题（点火困难或点不着火）大体有以下几种原因：

- 1, 检查氢气、空气类型对不对，有时候供气商把气体搞混了，点不着火，如果刚换了空气或者氢气就出现点火问题，可以怀疑是搞混了。如果使用氢气发生器，最好把氢气放空一段时间再点火。
- 2, 检查气体流量设置，FID一般H₂流量35-40ml/min,空气为350-400ml/min,FPD H₂流量75ml/min,空气为100ml/min。
- 3, 检查柱子流量是否过大，工作站上载气类型、柱子配置是否正确，柱子流速过大会吹灭火焰。
- 4, 观察尾吹气流量（Makeup Flow）设置，FID一般尾吹气流量和注流量之和大致等于30-35ml/min,FPD尾吹气流量为60ml/min. 尾吹气流量过大会吹灭火焰。
- 5, 等待检测器温度达到设定值并且稳定一段时间后再点火。必要时去掉FPD的塑料废气管。
- 6, 检查柱子连接好了没有，有没有漏气。
- 7必要时关闭尾吹气，等待火焰稳定后再打开
- 8, 检查工作站点火补偿（Lit offset）设置，一般设置为2.0PA，设置过大而实际基线值低，会点火报警。
- 9, 检查FID信号杆弹簧是否与收集极接触紧密。
- 10, 清洗FID喷嘴。
- 11, 必要时打开氢气和空气，用手工点火，观察是否着火，如果确认着火而没有信号输出，检查FID信号杆弹簧是否与收集极接触紧密。确认连接紧密，仍然没有信号，则可能是FID/FPD硬件故障

NPD



NPD 常见故障

1. 铑珠激发电压高或者无法激发

通常是由于收集集漏电导致或者铂珠潮解损坏

2. 做农残分析时做几针响应变差

推荐使用**5181-3315或3316**的衬管，做一段时间建议切割柱子



NPD的维护

为了延长铷珠寿命：

- 采用最低铷珠电压，最好采用手动加电压方式进行铷珠激发
- 运行干净样品并保证进样口/衬管干净以使污染最小
- 不使用时，关闭铷珠电压。
- 保持高的检测器温度($320\text{-}335^{\circ}\text{C}$)• 在溶剂出峰过程中和运行之间，关闭氢气
- 若**NPD**在高湿度环境中长期不用，检测器中可能积聚水。为了蒸发这些水，将检测器温度设定至 100°C ，并保持30分钟。然后设定检测器温度为 150°C ，并再保持30分钟



新铷珠 (Blos)



Blos 铷珠的特点

Blos vs. Ceramic

更长的使用寿命

>2-3x

更稳定，容易操作

不需要频繁调整电压

检测含氮化合物

- 灵敏度 (pg/s)
- 选择性 (gN/gC)

0.4
25,000

0.4
25,000

检测含磷化合物:

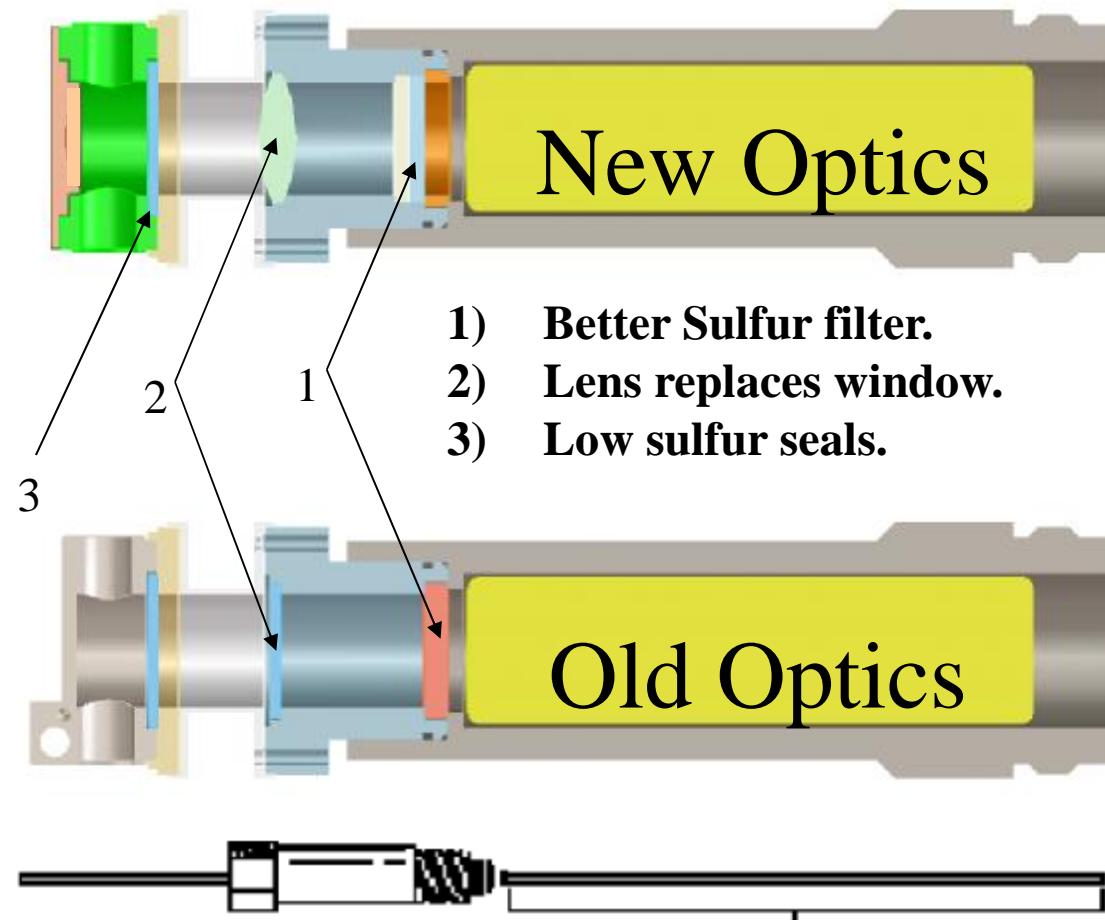
- 灵敏度 (pg/s)
- 选择性 (gP/gC)

0.06
200,000

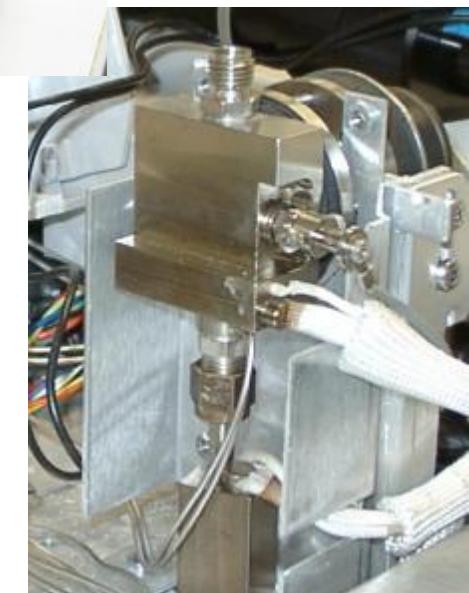
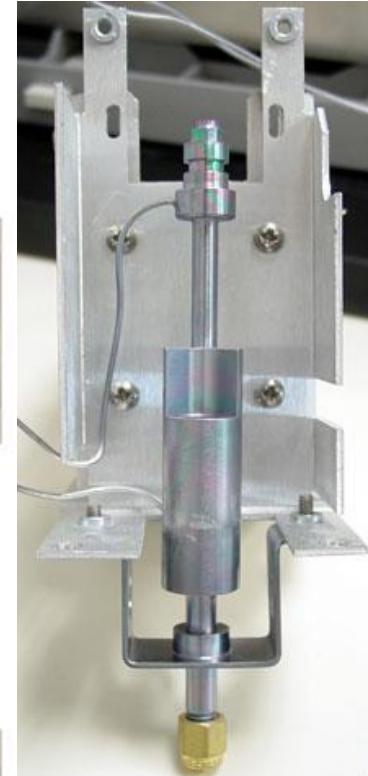
0.2
75,000



FPD



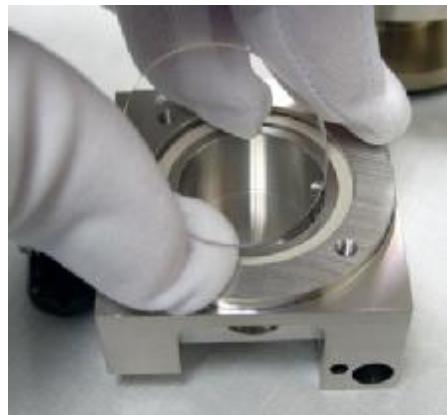
Old:145mm
New:137.5mm



FPD

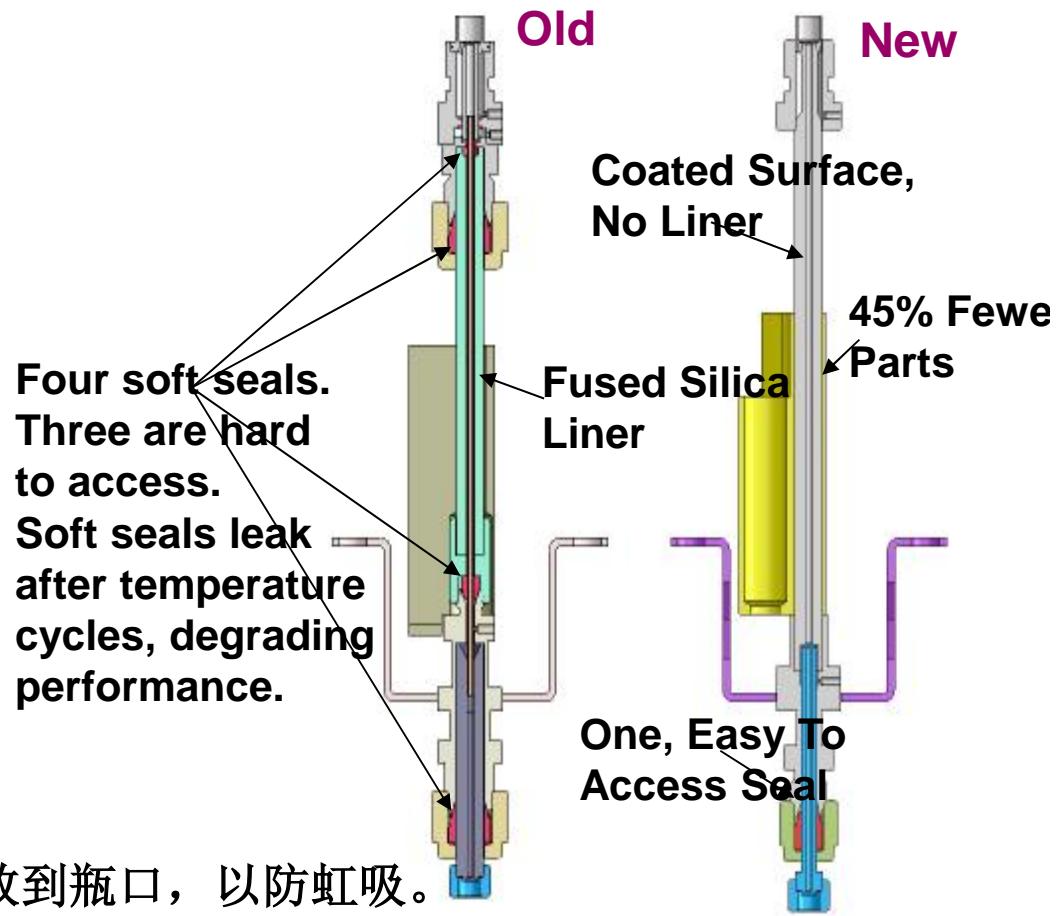
典型问题

- § 点火故障
- § 本底高
- § 灵敏度降低



注意事项:

- § 尽量使用高纯度的气体。
- § FPD要拿掉排水管点火，排水管建议放到瓶口，以防虹吸。
- § 拆FPD，换滤光片要降温后关机进行，以防损坏光电倍增管。
- § 做S和P模式要使用合适滤光片和合适的流量。做磷基线正常，做硫基线高需要检查管路接头或减压阀问题，一定要使用Agilent提供的管路和接头，减压阀使用不锈钢的。
- § 需要定期清洗燃烧腔，这样可以降低基线噪音。



FPD背景信号高问题

1. 气体不纯
2. Vent管过滤物污染燃烧腔

解决办法：换气或者清洗燃烧池

FPD响应差问题总结：

1. 样品有活性位点，有时需要用基质饱和，特别需要注意的是甲胺磷，乙酰甲胺磷和氧乐果很容易降解，辛硫磷见光就分解，相对来讲马拉硫磷比较稳定

2. 色谱柱伸出燃烧腔位置不对
3. 气体比例失衡导致
4. 样品本身容易降解

FPD点火困难问题：

拔掉vent 管的连接软管，打火机点火测试，不好点测漏，同时测FPD气体流量

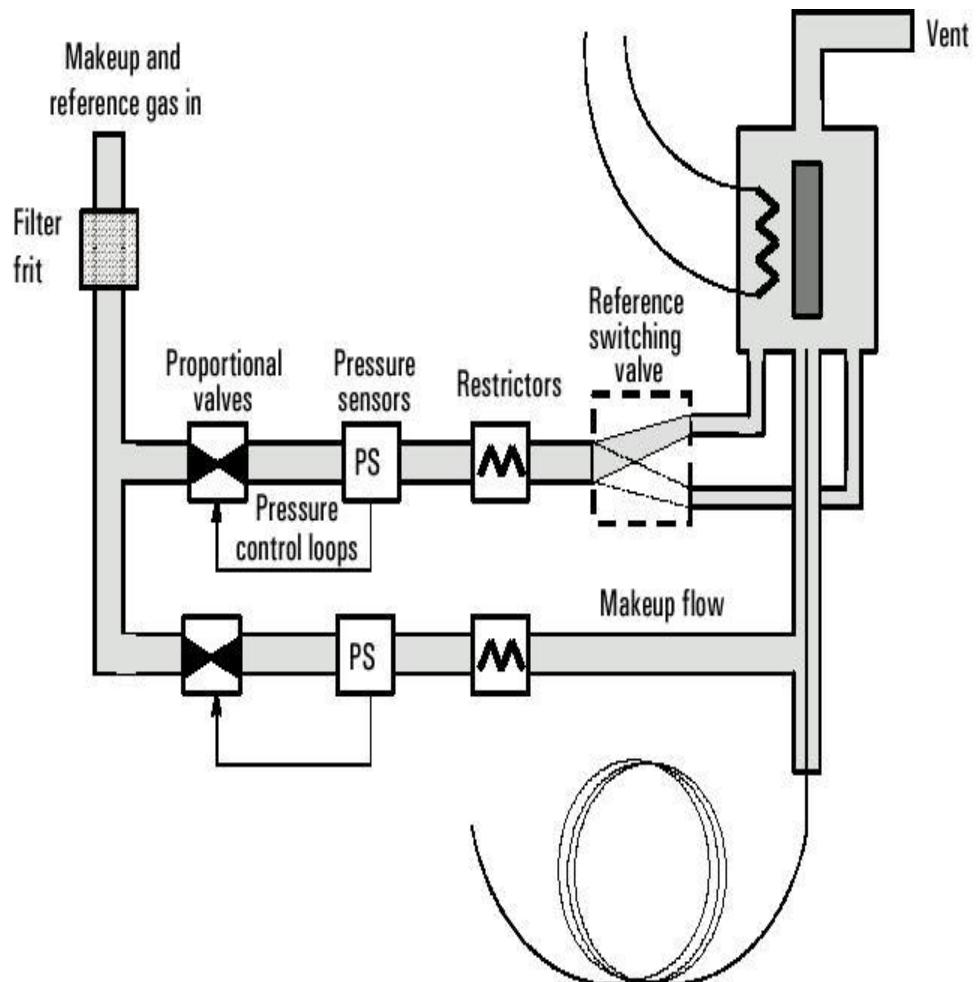
TCD

TCD钨丝阻值为10欧母,如大于30欧母会造成灵敏度下降。采集频率设5Hz。

流量设置

ref: $(\text{makeup} + \text{col}) = 1.5 \sim 2.2$
采用恒流模式。

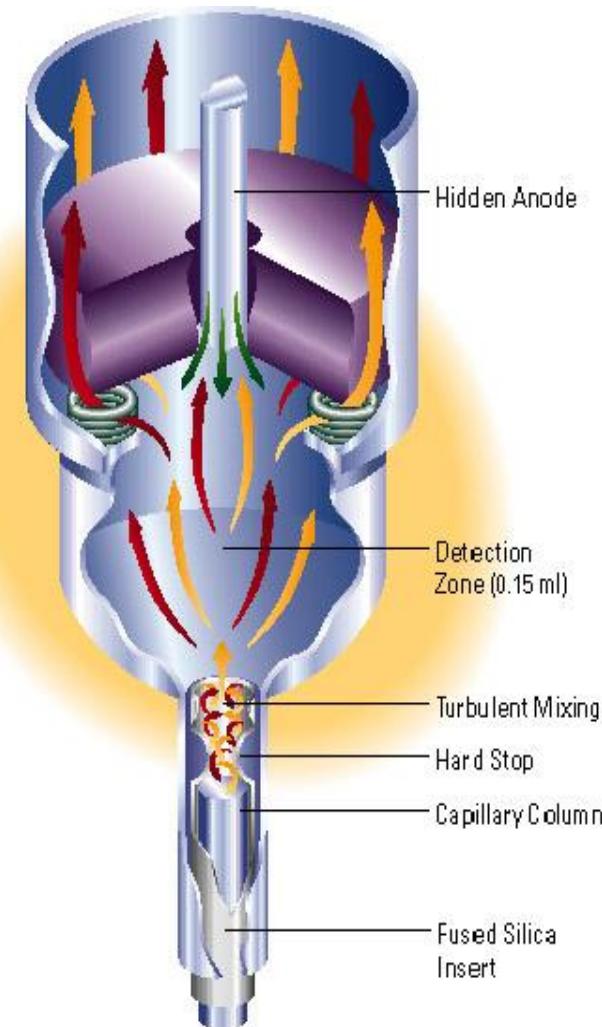
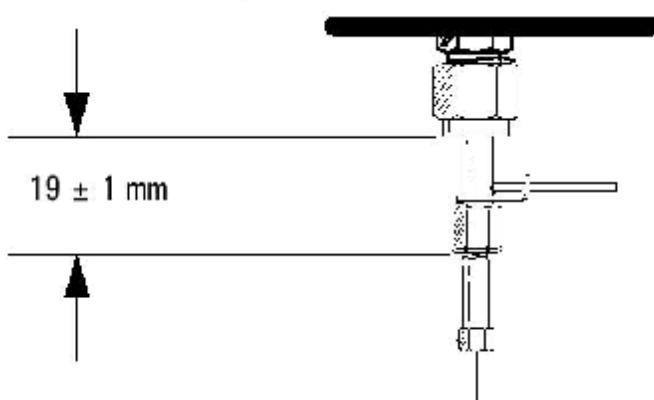
基线高时热清洗，拿掉柱子，
装上堵头，参比气设为
30ml/min, 350~400度/小时



u-ECD

ECD 检测器热清洗,可用空的530毛细管连接,进样口100度,柱温100度,检测器350度尾吹60-100ml/min,进10微升级正己烷, 多进几次。注意不要弄断尾吹管(G2397-80520),

基线不稳时先紧一下保温套里的1/4接头, 应该先用尺子量一量尾吹管的底部距离1/4”铜螺帽应为: $19 \pm 1\text{ mm}$, 注意尾吹管里的玻璃管 (G2397-20540) 是否脏或污染



uECD常见问题

基线背景高于200HZ:

解决办法：通常室温下打开60ml/min尾吹10分钟，再高温350-380烘烤2-4小时如还不行

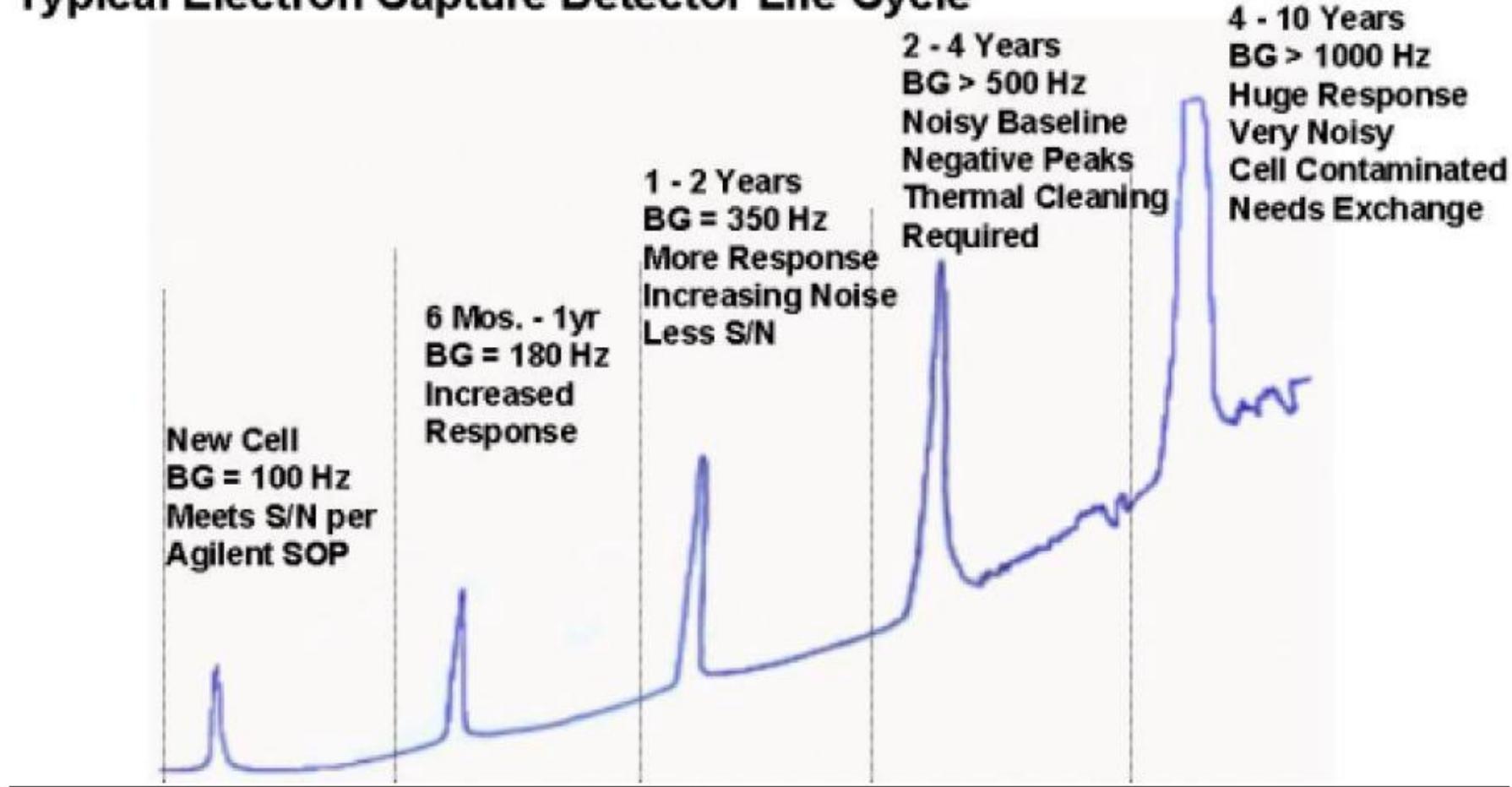
可能原因：

- A: 脱氧管饱和
- B: 载气不纯
- C: 尾吹管漏气
- D: 阳极氧化



u-ECD

Typical Electron Capture Detector Life Cycle



日常维护日志表

	维护周期	描述	备注
载气	<ul style="list-style-type: none"> • 压力: 每天 • 净化器: 根据需要 	清洗铜管: 5180-4196 干燥器: 3150-0532 脱氧管: 3150-0414	<ul style="list-style-type: none"> • 使用 99.999% (或更纯) 的载气 • 使用金属净化器
进样口	<ul style="list-style-type: none"> • 根据进样体积 	隔垫: 5181-3383 衬管: 19251-60540 橡胶O形环: 5180-4182 分流板: 18740-20885 密封圈: 5061-5869	<ul style="list-style-type: none"> • 使用低流失隔垫. • 使用适当的衬管. 清洗 或更换分流板
色谱柱	<ul style="list-style-type: none"> • 根据需要 	HP5MS: 19091S-433 柱接头螺帽 (进样口): 5181-8830 柱接头螺帽 (MSD): 05988-20066	使用低流失交联柱，柱子接MS前老化
垫圈	<ul style="list-style-type: none"> • 进样口: 根据需要 • GC/MS接口: 更换柱子时 	进样口: 0.20mm: 5080-8853 0.25mm: 0.32mm: GC/MS接口: 0.20mm: 5062-3508 0.25mm: 5062-3508 0.32mm: 5062-3506	<ul style="list-style-type: none"> • 不要在GC/MS接口使 用100%石墨垫圈！ • 不要过度拧紧！

安捷伦售后服务公众号



[安捷伦小程序功能介绍.mp4](#)

谢 谢



www.agilent.com.cn

<http://support.lsca-china.com.cn/>

[800-8203278](tel:800-8203278)

[400-8203278](tel:400-8203278)