

仪器使用与维修

室内环境检测用气相色谱仪的日常维护与保养

贾祥焱 顾永松 张庆松

(江苏省建筑工程质量检测中心有限公司, 南京, 210028)

摘 要 气相色谱仪是室内环境检测实验室最主要的检测仪器之一, 它的正确使用和妥善维护不仅对检测结果的公正性有着至关重要的作用, 而且可以延长仪器的使用寿命。仪器在运行过程中由于环境、分析物质的性质以及重复多次使用, 都需要定期对仪器进行维护与保养。本文从实验室气相色谱仪的基本要求及其主要部件等方面较详细地介绍了仪器在维护保养中需注意的问题, 对仪器操作人员有借鉴作用。

关键词 室内环境检测 气相色谱仪 维护 保养

1 前 言

气相色谱仪是一种分析速度快、检测灵敏度高、分离效果好的现代分析仪器, 是目前高校化学化工专业应用最广泛的仪器之一^[1], 在质检和科研领域中也应用广泛。气相色谱仪是室内环境检测实验室最主要的检测仪器之一, 在《民用建筑工程室内环境污染控制规范》(2006 年版)^[2] 中规定空气中苯、TVOC 的测定方法均采用气相色谱分析法。气相色谱仪的生产厂家众多, 不同规格型号的仪器在使用时各具特点, 但分析原理基本一致。气相色谱仪主要由气路系统、进样系统、分离系统以及检测和记录系统组成。气相色谱仪的正确使用和妥善维护是获得良好色谱分离效果和延长仪器使用寿命的必要前提。本文综合了本实验室的三台气相色谱仪(上分 GC112A、Agilent6820 以及 Agilent6890)的使用经验, 从实验室气相色谱仪的基本要求以及仪器各个组成部分入手较详细地介绍了气相色谱仪在使用与维护保养中需要注意的问题。

2 实验室气相色谱仪的基本要求

气相色谱仪在安装使用时对外部环境有一定的要求, 其自身在运行时也有一些基本的操作要求, 具体如下:

(1) 环境温度应在 $5 \sim 40^{\circ}\text{C}$, 湿度范围应在 $5 \sim$

80%。当仪器处于极限温度和湿度条件下, 要等待 15min, 以便仪器调整到规定的条件范围内;

(2) 实验室内应通风良好, 没有腐蚀性物质、强磁场和放射源等;

(3) 仪器应平放在稳定可靠的工作台上, 并有足够的空间放置仪器和辅助设备;

(4) 气相色谱仪是靠对流冷却。空气入口在仪器的侧板和下方, 热空气从顶部、后面及侧面板上的槽孔排出, 所以仪器顶部不应有限制操作和影响冷却的柜架和悬挂物, 后面至少留有 20cm 空间以便热空气扩散。切勿把对温度敏感的物品(例如: 气瓶、化学药品、塑料管等)放在热气出口的通道上;

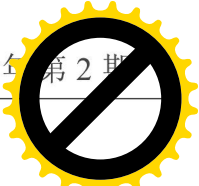
(5) 电网电源电压应为 220 V ($\pm 5\text{V}$), 频率范围为 48 ~ 66Hz, 最大电流为 10A;

(6) 为了安全, 应通过三芯电源线接地, 使点危险降到最低;

(7) 气体应满足纯度要求。所有气体都应是色谱纯(99.995%)或更高纯度, 空气为零级或更好;

(8) 所有装有压缩气体的高压钢瓶都应该牢牢固定在稳固的支架或固定的墙上, 不宜放在室内, 更不应放在柱箱热气排放的通道上;

(9) 气体供应管线应使用经预处理的铜管, 切勿使用普通铜管, 因为它可能含有油和有机物。不要使用塑料管, 因为它能渗透, 会造成柱和检测器损坏及引入其他污染物, 而且如果靠近热的排气口或



性还可能熔化。气体供应管线的泄漏会明显影响色谱分析结果。在出现异常情况时,应对气体管线关键部位进行检漏。若使用检漏液,要立即将液体擦干,以除去皂膜,同时应关闭仪器电源并拔下总电源插头,以免被点击。不要把检漏液洒在电气线路上,特别是检测器和加热器的导线上;

(10) 气相色谱仪应经常开机。若一周之内不使用仪器,一般情况下不要把电源关掉,应把检测器、进样口温度降低到 $150 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 以节约能源,同时关闭空气和氢气,降低载气和补充气流量。若超过一周不使用仪器,应把所有加热区温度降至室温,关闭空气和氢气,待温度降至室温后,关闭电源和载气。

3 仪器主要部件的维护与保养

3.1 进样系统

进样系统包括进样器、进样垫、衬管和 O 形圈等,每个部件的污染和损坏都会影响色谱分析结果。在日常分析中,由于进样失败导致峰形变宽、保留时间改变,而使分析结果不准确或无效是常有的事。室内环境检测必备的热解吸仪与色谱仪的进样口连接,虽然不是色谱仪的一部分,但平时也需进行维护。

(1) 进样垫是气相色谱仪最常用的消耗品之一,应经常检查更换。如果隔垫漏气,保留时间会偏移,响应值会降低或者柱头压力会下降,而且检测器的信号噪声也会增大。隔垫的使用寿命是由进样频率和针头的质量决定的,针头上的毛刺、尖锐的边缘、粗糙的表面或针头钝都会降低隔垫使用寿命,如果仪器连续使用,应每天更换隔垫。

(2) 为了获得仪器的最佳性能,仪器的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与样品组分发生反应。最好是实验室内有干净的可替衬管,在衬管污染后可以及时更换。考虑到如果经常更换新的玻璃衬管造价比较高,因此当衬管内壁污染严重时,可把衬管浸入浓铬酸溶液中泡 24 小时,再用蒸馏水清洗干净。也可用甲醇和丙酮清洗已清理的衬管,在 105°C 的烘箱中完全干燥,再用干燥的压缩空气或氮气吹出衬管中松散的物质。

(3) 每次更换衬管或者 O 形圈漏气时都需要更换 O 形圈,若经常在高温下使用进样口,应当用石墨 O 形圈,虽然其使用寿命较长,但最终还会硬化,

也应经常检查更换。

(4) 无论何时松开或取下进样口里面的转换螺帽,都必须更换进样口底座的密封圈,尤其是出现鬼峰现象时,表示密封垫圈已脏,应及时更换。

(5) 进样器在长时间使用后,进样的沉积物会在分流/不分流进样口内沉积,此时应先更换掉脏的柱衬管并插入干净的,如果更换了衬管仍不能解决问题时,就需要清洗进样口。应取出进样口衬管,取下柱接头以及进样口基座密封垫,从下面照亮进样口内部并寻找污染或沉积物的痕迹,把刷子插入进样口,使劲地擦洗进样口内壁以去除所有沉积物,用压缩空气或氮气彻底地吹出所有疏松的颗粒并吹干,完后重新组装进样口,换上新的进样口基座密封垫。

3.2 色谱柱

室内环境检测所用的色谱柱为毛细管色谱柱。它是气相色谱分析的核心部件之一,正确使用毛细管色谱柱对气相色谱分析结果的准确性和延长毛细管色谱柱的使用寿命至关重要,因此除了正确使用毛细管色谱柱外,对柱的维护也是分析人员必须掌握的一项工作。

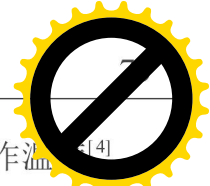
(1) 在没有载气通过时,柱固定液热分解较迅速,所以在柱箱升温前应该先通上载气,柱箱冷却后才能把载气关上。

(2) 在大多数情况下,柱的寿命与它的使用温度成反比。使用稍低的温度上限,可显著提高柱的寿命;程序升温到较高温度时维持的时间短对柱的寿命影响较小。室内环境检测用的毛细管色谱柱内填充聚二甲基硅氧烷固定液,使用温度上限为 325°C ,而国标规定的程序升温最高为 250°C ,如按此设置,可延长色谱柱寿命。

(3) 新安装的毛细管色谱柱在样品分析之前应进行老化。老化时,应关闭检测器以及空气和氢气,用无孔垫圈和柱螺帽盖上检测器接头,柱的一端连接进样口,另一端放空,不与检测器连接。将气流压力调节合适,并在室温下通入柱内约 $15 \sim 30\text{min}$,以赶走空气,将柱箱以 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 左右的升温速率升温,升至平时使用的最高温度以上 30°C 左右(为 280°C),保持 1h 左右即可。

(4) 毛细管柱应安装得当。如安装不当,会造成理论塔板数降低,峰形增宽或拖尾、活性物质的吸附性拖尾或消失、灵敏度降低或组分分离不佳等等。

(5) 色谱柱与进样器和检测器的连接方式: ①



检测器应位于载气流速较高的区域。②检测器与色谱柱出口端连接:FID 不仅插入深度要超过尾吹和 H_2 气的进口,而且应尽可能将柱出口端插到 FID 的喷嘴下面 1mm 处为佳,可以改善轻度拖尾。

3.3 检测器

室内环境检测规定使用的气相色谱检测器为氢火焰离子化检测器(FID),它在平时的使用过程中有时受固定液流失及样品中高沸点成分、易分解及腐蚀性物质的作用而被污染,从而影响分析结果的准确性^[3],因此对于检测器的清洗也是日常分析工作中一个重要的环节,正确的维护与保养可延长检测器的使用寿命。

(1) 在 FID 使用过程中最常见的故障是点火异常,造成这一现象的主要原因之一就是喷嘴发生堵塞。仪器在长期使用中,一些沉积物残留在检测器内的喷嘴,导致喷嘴不通畅,点火失败,因此需定期清洗或更换喷嘴。沉积物还会残留在收集极上,导致灵敏度降低,造成色谱噪声和尖峰信号,因此也需要不定期地清洗收集极。当沾污不太严重时,可不必卸下来清洗,只需要将色谱柱取下,用一根管子将进样口与检测器连接起来,然后通载气并将检测器炉温升至 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上,从进样口先注入 $20\mu\text{L}$ 左右的蒸馏水,再用少量的丙酮溶剂进行清洗。在此温度下保持 1~2h 以检查基线是否平稳,若仍不满意,可重复上述操作或卸下来清洗。当沾污比较严重时,必须卸下来清洗。先卸下收集极、正极、喷嘴等,若喷嘴是石英材料制成的,可将其放在水中进行浸泡过夜。若喷嘴是不锈钢材料的,可与使用金属清理丝清洗,清洗时要小心,不要把喷嘴内部划破,否则喷嘴将无法使用。也可以不用金属清洗丝而用超声波清洗浴清洗,清洗干净后只能用镊子或小钳子接触部件,不要用手触摸,然后用热自来水冲洗,再用少量甲醇清洗,用压缩空气或氮气将喷嘴吹干,把它放在纸巾上晾干。在喷嘴已经被严重污染时,更换一个新的喷嘴比清洗脏喷嘴要方便得多。重新组装检测器时也要小心,否则会再度污染,装入仪器后,先通载气 30 min,再点火升高检测室温度,最好

先在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持几小时,再升至正常工作温度。

(2) 若检测器的点火器损坏,则需及时更换,否则无法点火。更换时需关闭所有气体,将检测器冷却至室温,然后关闭仪器电源,断开连接器电缆,用扳手更换点火器。

3.4 仪器内部的吹扫清洁

气相色谱仪在长期使用后,内部组件包括电路板都会附着大量灰尘,应定期进行吹扫清洁。在仪器关机后,切断电源,打开仪器的侧面和后面面板,用压缩空气或氮气对仪器内部灰尘进行吹扫,对积尘较多或不容易吹扫的地方可用软毛刷配合处理。吹扫完成后,对仪器内部存在有机物污染的地方用水或有机溶剂进行擦洗,清洗电路板时应戴绝缘手套操作,防止静电或手上的汗渍等对电路板上的部分元件造成影响。注意,在擦拭仪器过程中不能对仪器表面或其他部件造成腐蚀或二次污染。

4 结束语

以上介绍了实验室气相色谱仪的一些基本维护与保养方法。经常对仪器进行维护与保养是室内环境检测实验室一项必不可少的工作,将直接影响检测结果的公正性。仪器的正确使用和维护保养不仅能提高分析结果的准确性,还可延长仪器的使用寿命,减少仪器的故障率,是顺利开展室内环境分析检测工作的有力保障。

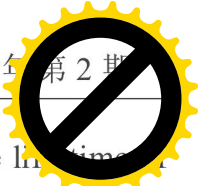
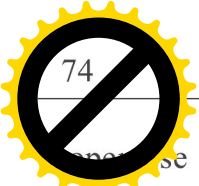
参考文献

- 1 武杰,庞增义.气相色谱仪器系统.北京:化学工业出版社,2007:1
- 2 河南省建设厅.GB 50325-2001 民用建筑工程室内环境污染控制规范(2006 年版).北京:中国计划出版社,2006
- 3 姜波,范圣第,关紫烽.现代仪器与生物化学分析技术.沈阳:辽宁大学出版社,2004:85-93
- 4 朱玲.计量与测试技术,2007,34(11):71-73
- 5 赵福军.中国计量,2006,(6):56

收稿日期:2009-10-23

Routine maintenance of gas chromatograph used for indoor environment testing. Jia Xiangyan, Gu Yongsong, Zhang Qingsong (Jiangsu Province Testing Center for Quality of Construction Engineering Co., Ltd., Nanjing, 210028)

Gas chromatograph is one of the main instruments used in indoor environment testing laboratory. Its



use and maintenance is important for obtaining accurate test results, and prolonging the life of the instrument. In order to guarantee its normal operation, the instrument has to be maintained regularly. The main problems in the maintenance of its principal components are described in detail, with a view to meet the basic requirement of laboratory.

《分析仪器》征稿简则

1. 征稿范围

- (1) 新型分析仪器的原理和结构,各种新技术在分析仪器中的应用。
- (2) 分析仪器和仪器分析有关理论的探讨。
- (3) 分析仪器和仪器分析的综述和发展动态。
- (4) 各种分析仪器研制报告和仪器介绍。
- (5) 分析仪器在工农业生产、科学研究、医药卫生、环境保护等方面的应用。
- (6) 分析仪器和仪器分析基础知识。
- (7) 国外分析仪器介绍和评论。
- (8) 分析仪器的使用方法以及仪器的改进和维修。
- (9) 分析仪器的设计制造及生产的新工艺、新元件和新材料。
- (10) 流程分析仪器及其安装、调校、维护、使用。
- (11) 仪器的校准、配气和标准样品的制备技术。
- (12) 通讯、资料、新书介绍等。

2. 写稿注意事项

- (1) 稿件应主题明确,结构合理,文字简练,数据可靠,内容充实但不繁琐。
- (2) 来稿请用使用网上投稿系统发送。请勿一稿两投。
- (3) 作者可以推荐一至二名审稿人,并说明审稿人的姓名、性别、职称、联系地址、邮编、电话、电子信箱等,供编辑部参考。
- (4) 文章前面应有 200 字左右的中文摘要并列出关键词。文后应附英文摘要,内容与中文摘要相同。稿件应附第一作者简介,包括:姓名,性别,出生年月,职称(职务)或学位,从事的主要工作等,并注明第一作者或指定联系人的电话,电子信箱,通信地址,邮编。
- (5) 文中的字母、数字、符号必须清楚,上下角标位置要明显,字母的大小写、正斜体要正确使用。
- (6) 计量单位应使用国家法定计量单位,各种符号应符合国家标准。
- (7) 插图要清楚,图幅大小适当,线条清晰,并插在文内适当位置。图中纵横坐标轴应有名称和单位。图、表均按数字编号,并写出图名、表名。图表应精选,不宜太多。
- (8) 如系基金资助项目,请在首页下面注明基金项目名称及编号。
- (9) 参考文献列主要者即可,一般不要超过 20 条,请勿引用未公开正式出版书刊上的资料。

参考文献书写顺序:

期刊: 序号 作者. 刊名, 年份, 卷(期): 页码

例如: 1 Kamei T, Paegel B M, Scherel J R, et al. Anal Chem, 2003, 75 (20): 5300

图书: 序号 作者. 书名. 出版地: 出版社, 年份: 页码

例如: 2 陆婉珍, 袁洪福, 褚小立, 王艳斌. 当代中国近红外光谱技术. 北京: 中国石化出版社, 2006: 634-641

外文作者, 姓在前名在后, 姓后不加逗号, 名为首字母缩写, 不加缩写点; 作者之间用逗号隔开。外文期刊缩写字不加缩写点。

(10) 本刊对决定采用的稿件收取版面费, 文章发表后付给稿酬。稿酬中已包含各数据库期刊文章著作权使用费。

《分析仪器》编辑部地址: 北京市海淀区温泉北京分析仪器研究所(邮编: 100095)

电话/传真: (010)62403151 E-mail: fxyqzz@126.com 投稿网址: www.bjfxys.com

本刊通过邮局发行(邮发代号: 6-90), 欢迎广大读者订阅和投稿。