

日本岛津 GC-8A 等系列气相色谱仪常见故障分析

禹向东

(河北省沧州市北郊沧州炼油厂质检中心 河北 061000)

摘要 介绍在使用由日本岛津分析仪器公司生产的 GC-8A 系列气相色谱仪过程中,经常发生的故障及其维护维修方法,主要是柱箱温控控制可控硅故障和载气稳压阀和热导、氢火焰离子化检测器的清洗。应用下述方法可以快速诊断仪器故障,使样品及时得到分析,提高仪器的利用率,延长仪器的使用寿命。

关键词 气相色谱仪 温控 可控硅 稳压阀 氢焰检测器

日本岛津公司生产的 GC-8A 系列气相色谱仪运行平稳,测量精度高,经济实惠,可配用多种检测器、色谱柱和数据微处理机或工作站,用途广泛,以性价比高而著称¹。我厂有 20 余台日本岛津 GC-8A 系列气相色谱仪,担负着大部分炼厂气的分析项目,为正常生产提供了许多关键数据。但应用中也常会遇到各种问题,若解决不当,则分析难尽如人意。为此,根据多年的经验积累对该系列色谱在使用中常见故障进行分析论述。

1 柱箱温控常见故障

柱箱温控精度的高低直接影响色谱柱的分离效果,对整台仪器来说很重要。GC-8A 温控采用 PID 调节,并有开门、无载气、无桥流等条件控制,控温精度很高。柱箱常见故障现象表现为不能升温或温度直线上升,使温度无法控制,造成整台仪器不能工作。经过长期的观察和实践发现常常是柱箱温控电路中控制可控硅短路或断路所致,究其原因(见图 1),温控可控硅前侧有一个继电器接点,柱箱门一旦打开,接点断开使得温控不再继续加热,有利于进行柱箱内工作时的安全,但当柱箱门关闭时,接点闭合使电流瞬间通过可控硅给柱箱升温,如开关门频繁势必造成可控硅难以承受大电流冲击而击穿或断路。另外它的条件控制繁多,比如无载气、无桥流等控制会使温控可控硅导通角极小,柱箱不能升温。这就要求注意减少开关柱箱门,并且经常检查载气压力。另外,为使加热平稳,温控精度高,更有效得延长加热元器件的寿命,柱箱温控可控硅输出的交流电经桥式整流后,送往加热元件。这样,组成整流桥的 4 个大功率整流管承受的电流是相当大的,容易因散热不好而烧毁,可通过整流管外置或加大整流管功率的办法来解决。

2 载气稳压阀的保护与清洗

配热导检测器和氢焰检测器的 GC-8A 分别有 3

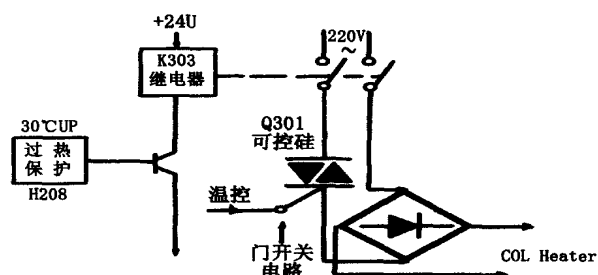


图 1 柱箱温控电路

和 6 个稳压阀,稳压效果不错,使用起来也很灵活,但因气路中的微量水、硅胶粉末、分子筛粉末等杂质,而稳压阀中针非常精密细小,时间长了,极易堵塞,很难清洗。这就需要经常更换硅胶、分子筛,并在过滤管两端垫一定厚度的脱脂棉减少水分和杂质。一旦堵塞,应立即将阀打开,用酒精清洗阀针 3~5 遍,注意:1. 要使用无水酒精,洗后要用净化风吹干。2. 阀针及相关组件非常精密细小,要谨慎取放,防止意外丢失组件。3. 阀座有 4 个 2mm 孔道,清洗时,应逐一用洗耳球吹通。如堵塞严重,必要时可用超声波清洗,特别注意的是清洗过的部分尽量不要用手摸,因其阀座上有一层很薄的橡胶膜,一旦有污物沾上,便会造成漏气现象²。

3 氢焰离子化检测器的清洗

在色谱操作过程中,鉴定器有时受固定相流失及样品中的高沸点成分、易分解及腐蚀性物质的作用,不可避免会受到污染,使得噪声加大,灵敏度下降³。以至不能正常进行工作(相关部件结构见图 2),因而提出如何清洗检定器的问题。若沾污的物质仅限于高沸点成分,通常可将检定器加热至最高使用温度后,再通入载气,就可清除。如用加热法不适宜,也可以用纯的丙酮等溶液从进样口注入(每次可注入几十微升)进行清洗,这在沾污程度较轻时是有效的。若以上方法都不能解决沾污问题,应将鉴

定器卸下进行较彻底的清洗,先选择适宜溶剂,要既能溶解沾污物,又不能损坏鉴定器。若有条件,用超声波清洗就更理想些,要注意的是:清洗过的部分不能用手摸。方法是取下 FID 外罩,拆下电极和绝缘圈,以丙酮浸泡,清洗 3~5 次,以 N_2 气流吹干即可。如污染严重,可在浸泡后超声洗涤一定时间,再按上述方法清洗。

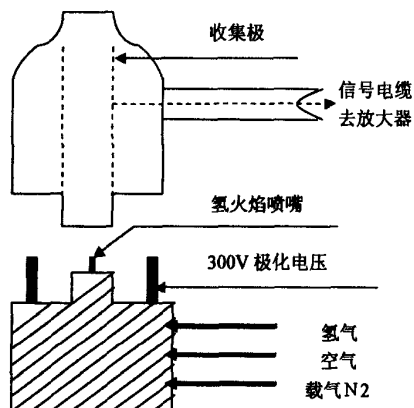


图 2 氢焰离子化检测器相关部件结构

另外,清除收集极的积垢,拆洗 FID 时,常把喷嘴折断造成不可挽回的损失。依据 FID 工作原理,收集极对地为高阻,一般都在 10M 以上,所以收集极的一般污染或无法工作,除非在限制灵敏度操作外不会造成严重的噪声。所以当操作 FID 遇到尖峰噪声(基线毛刺)不提倡首先拆洗 FID 检测器,而应先寻找其它引起噪声的原因²:气流比是否合适;汽化室严重污染;柱流失严重(老化不够);静电放大器不稳定;极化电压不稳定;有关信号连接接触不良;市电不稳定;接地不正确;数据处理机有故障或参数设置不合理;气体纯度欠佳(特别是使用各种气体发生器时);色谱柱连接以后各接头有严重漏气。

只要有一定经验,上述检查即简单又直观。我们经常看到检测器特别是收集极内沉积的白色粉末

状物质,均是硅酮型固定相流失经 FID 中燃烧后生成的二氧化硅所致。为防止二氧化硅在检测器中积聚要注意以下几点:色谱柱在连接检测器使用前充分老化。最好应用纯度较高(如色谱级纯)的固定相 OV-101;少用纯度差的 DC-200。在满足分析对 FID 灵敏度要求的情况下,尽量选择大一些的空气流量,以便把各种燃烧物排出 FID。

样品组分在氢焰上燃烧,某些产物会聚集于喷口,天长日久,喷口变小,氢气、空气比失调,灵敏度下降。如果喷口堵死时,火焰就不能正常燃烧。解决办法是,首先以适当的溶剂浸泡,用 2.5~3mm 细金属通针将喷口捅开。如此举无效时,可用细油石砂纸或 W14 细金属相砂纸水平轻磨喷口,再以 0.8mm 钻头将孔口的毛刺去掉,用通针捅喷口,最后依次用丙酮、酒精、蒸馏水彻底清洗, N_2 气流吹干,FID 便完好如初⁴。

总之,色谱仪在使用过程中会遇到许多问题,但最常见的还是以上所述内容,所以当色谱仪出现问题时要对症下药,先分析故障现象,找出故障原因,加以处理。同时,为避免上述故障发生,应注意以下几项:给色谱仪加装稳压电源,避免电压波动烧毁温控加热部件。经常检查及更换硅胶,防止水分进入气路系统进而造成污染。经常观察色谱图的基线及出峰情况,如有异常及早处理。气相色谱仪是极其精密的分析仪器,维修时动作轻柔、心思缜密是极其重要的。

参考文献

- 1 日本岛津株式会社. GC-8A 使用说明手册,99 版,1999
- 2 李彤. 进样阀的清洗,化验室网站论文集,2003
- 3 吴烈钧著. 气相色谱检测方法,北京:化学工业出版社,2001
- 4 刘仲明著. 气相色谱仪维修技术,北京:化学工业出版社,2001
- 5 李浩春主编. 分析化学手册,第 5 分册,第 2 版,北京:化学工业出版社,1999

(上接第 55 页)

进行数据处理并打印结果。下面就记录仪故障简述如下。故障现象 1:记录笔 没有反应,经测量比色计输出信号正常,笔 信号输入也正常。进一步确认是笔 放大器坏,更换笔 放大器后,正常;故障现象 2:记录笔 和笔 均不能记录。经检测比色计输出和记录笔放大器均正常,控制记录仪的继电器 K12(A、B)动作也正常,触点接触良好,详细检查发现仪器上接线排 A 接点与记录仪接线排上 L1 接点之间的导线开路,在两接点之间重新连一根导线,

故障排除。

参考文献

- 1 Beckman instrument company. Instruction manual for model 121MB amino acid analyzer
- 2 Bristol division of acco. Instruction manual for strip-chart recorders series 550
- 3 宋治军,纪重光等. 现代分析仪器与测试方法,陕西:西北大学出版社,1994