

7890 II 型 GC 程序升温失常及其恢复

王伟萍¹ 陶久华¹ 陈焕文^{1,2} 王志畅¹

(1. 东华理工学院 应用化学系 抚州 344000)

(2. 吉林大学化学学院 长春 130021)

摘要 本文介绍天美公司 GC7890 II 型气相色谱仪使用过程中遭遇程序升温失常故障时所观测到的主要现象, 分析该仪器进行程序升温控制的原理, 并介绍预防排除此类故障的方法。

关键词 气相色谱 程序升温 故障 排除

气相色谱(GC)已是一种非常成熟的分离分析技术, 气相色谱仪则是现代分析化学中最常见的分离分析仪器之一。我国 GC 现阶段的应用领域^[1]主要有药物分析、环境分析、农业和食品分析、有机化学品分析、法庭和毒品分析、医学和生物分析、塑料和聚合物分析、无机化学品分析、能源探索和石油分析等, 广泛应用于复杂物质的分离分析^[2,3]。本文详细介绍 GC7890 II 型气相色谱仪在进行纺织品中偶氮染料检测^[4]过程中遭遇程序升温失常故障时所观测到的主要现象, 在分析该仪器程序升温控制原理的基础上, 成功地排除了此故障, 并介绍预防此类故障的方法。

1 实验部分

1.1 仪器

实验使用的 GC 是 2004 年购进的上海天美科学仪器有限公司生产的 GC7890 II 型气相色谱仪。该仪器装配的色谱柱为 VB-5 (美国 VICI 公司), 并配有毛细管分流/不分流进样器、氢火焰离子化检测器(FID), 主要用于纺织品中禁用偶氮染料的 GC 分析, 在事故发生前一直被正常使用。

1.2 试剂

甲醇, 色谱纯, 天津市福晨化学试剂厂。使用前无须进一步处理。

1.3 实验方法

采用 VB-5 (30m × 0.25mm × 0.25 μm) 的色谱柱, 载气为高纯度氮气, 载气流量为 27.5 mL/m in, 样品进样量为 1 μL 进样器温度为 250 °C; 检测器温度为 280 °C。柱温采用程序自动控制。

1.3.1 色谱柱老化 色谱柱的最高使用温度为 360 ~ 370 °C, 老化最高的温度设置为色谱柱最高使

用温度下的 20 ~ 30 °C, 即 340 °C。按照色谱供应商提供升温程序示意如下, 不进样品, 直接按“START”按钮进行程序升温。

$$50\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow[1\text{ m in}]{5\text{ }^{\circ}\text{C/m in}} 340\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (30\text{ m in})$$

1.3.2 色谱工作条件 尾吹气为 20 mL/m in, 氢气为 25 mL/m in, 空气为 150 mL/m in, 分流比 200 : 1 (4m in 以后不分流), 升温程序示意如下:

$$50\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow[1\text{ m in}]{5\text{ }^{\circ}\text{C/m in}} 200\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow[10\text{ m in}]{5\text{ }^{\circ}\text{C/m in}} 280\text{ }^{\circ}\text{C} \quad (5\text{ m in})$$

2 主要故障现象

根据实验需要, 购进一新毛细管气相色谱柱 (VB-5) 并安装在色谱仪上, 按照实验方法和色谱柱老化设置的程序 (1.3.1) 进行程序升温。程序升温结束时为验证色谱柱的老化情况, 进 1 μL 的甲醇样, 按照色谱工作条件 (1.3.2) 进行程序升温检测, 发现柱温温度在 200 °C 时开始迅速降温, 而控制面板的预设温度显示为 257 °C, 最后控制面板上显示柱温箱的温度为室温。

发现此异常现象后立刻关掉空气、氢气, 并将检测器的氢火焰灭掉, 此时仍然维持载气的气路工作, 且流量为 27.5 mL/m in。依次将进样器、检测器的温度降到 60 °C, 关载气。关机后发现机子后面的两个柱箱后门产生一个 30° 的夹角。修复后再一次开机时, 发现机箱背后靠近叶轮电机处发出很大的噪音, 关机查看后发现, 原来是与电机相连的叶轮风扇转动时和柱箱后壁碰撞且发出金属撞击声, 色谱柱的颜色由原来的黄色变成紫黑色, 表明色谱柱已被烧坏。

3 程序升温原理

目前国内外气相色谱仪的型号和种类很多, 但

均是由五大系统组成:气路系统、进样系统、分离系统、温控系统以及检测和记录系统。在国产气相色谱仪中,多采用可控硅温度控制器连续控制柱炉的温度⁵⁾。对于沸点范围很宽的混合物,就可以采用程序升温法进行分析。所谓程序升温⁶⁾是指在一个分析周期内,炉温连续地随时间由低温向高温线性非线性地变化,使沸点不同地组分各在其最佳柱温下流出,从而改善分离效果,缩短分析时间。程序升温的控制原理(见图1)。一般是先由加热丝对柱炉进行加热,然后电机带动叶轮风扇把热空气在柱炉中混合均匀,通过柱炉内的温度传感器感温,将信号传给主板的CPU,通过主板CPU和在程序升温前设定的温度参数进行对比,如果低于温度预设值,就会把信号传给加热板,通过可控硅控制电流继续加热;如果高于温度预设值,就会把信号传给传动装置,打开柱箱后门降温。一般情况下CPU都是每秒钟扫描一下炉温几十次或上百次(根据不同的仪器,设置的频率不同),这样就可以较准确地控制温度。

4 成因分析及其排除

4.1 柱箱后门

柱箱后门是当柱炉温度高于预设温度时起到降温作用的。由于发现两个柱箱后门不在同一竖直平面上,所以考虑到在升温时,有一个柱箱后门不能完全地合上来保证柱箱内的温度,故考虑此因素可能是导致柱温升不上去的原因。于是将柱箱后门掰到同一竖直平面上,这样升温的时候就不会由于冷空气进入而导致温度控制不善,再次开机,程序升温,发现温度还是升不上,可见,此故障是由其他因素导致的。

4.2 温度传感器

温度传感器是用来感应柱炉温度的感温元件,位于叶轮风扇的前面,色谱柱的后面。一般来说温度传感器就是铂电阻,也有用其他材料的。当温度升高的时候,铂电阻的阻值增大,加在铂电阻两端的电压也随之增加,电压的增加和阻值的增加成线性关系,温度的增加和阻值的增加也成线性关系,温度和电压也存在一定的线性关系。通过CPU中接受的电压的值,与设定的温度值对应的电压值相比较,就可以知道温度是否达到设定值。一般情况下,想试温度传感器测试是否正常,主要是在断电的时候,用万用表测导线两端的电阻值,若阻值为无穷大,则表明温度传感器处在断路状态,需要更换;若阻值太小,则表明是有地方短路,同样需要更换;若在室温25℃时阻值为100Ω,说明该温度传感器正常。经测量后得知,此温度传感器正常,故

障是由其他因素造成的。

4.3 温控板

温控板在不同的厂家生产的仪器中,位置有所不同,有的是电路板的一部分,有的是独立的一个电路板。温控板主要是用来控制电阻丝加热的,在这上面有可控硅、光偶等控温元件,是除CPU之外的主要的控温电路,主要是执行CPU的命令,并把从温度传感器得到的信号传给温控板上的CPU(当温控板在主板上时,就把信号直接传给主板上的CPU的)。如果这个元件损坏的话,那么温度就不能正常升高或降低,有时候电流过大,会烧坏其中的元件,如发光二极管、光偶、可控硅等。现分别验证温控板上的这些元件。

在温控板上,发光二极管是和光偶组合使用,用来表示加热是否正常,当有电流从CPU过来的时候,通过发光二极管使光偶导通,这时就有电流从加热丝上通过,即开始加热;如果没有电流信号通过,光偶不亮,就不能加热。一般情况下,在断电的时候,用万用表测发光二极管的电阻,正相相连时电阻为零,反相相连时阻值为几千欧姆到几万欧姆,均是正常的;若反相相连低于几千欧姆的话就是不正常了。经万用表测量后,发现此发光二极管也是正常的,说明故障还是由其他因素造成的。

光偶是和二极管一起控制温度的,故在确定二极管是好的情况下,应该接着检测光偶的正常与否。一般情况下,光偶是要在仪器通电的状态下才能进行检测的,当色谱仪处在不加热状态时,光偶是不亮的,也就是说此时测定的电压值应为零;当色谱仪处在保温状态时,光偶是一闪一闪的,测定的电压值应该是会在零和一个定值之间调动;当色谱仪处在加热状态时,光偶则是亮的,测定的电压值应该是个定值。经测定,该光偶元件也是正常的,说明故障是由其他因素造成的。

通过可控硅的快速通断,使柱炉均匀加热,并控制温度的精度。在仪器断电状态下,可以用万用表测可控硅的电阻,阻值无穷大,则表示正常。经测量后,该元件也正常,说明故障还是由其他因素造成的。

4.4 熔断片

连接在加热丝的一端,起到过热保护的作用。当色谱柱箱内温度超过420℃时,色谱柱箱内的熔断片即熔化,以切断色谱柱箱加热电源,保护柱箱。拆开仪器柱炉内的挡板后发现,熔断片已经由原来的银白色变



图8 K-Alpha 一体化整机照片

4 结束语

由于K-Alpha具有优良的性能和全自动、常规以及专家三种操作模式,它不仅适用于公司企业,而且同样适用于大专院校和科研单位的XPS分析测试需求,尤其适用于XPS分析测试样品量大的用户和多用户单位,如有培养研究生任务,要求研究生本

人上机操作的单位。该仪器能够满足绝大部分用户的表面分析测试要求。

K-Alpha XPS能谱仪具有现代XPS谱仪的功能和特点,现代化的电子学设计、先进的分析部件和全新的一体化仪器结构。功能齐全,使用操作和维护非常方便简单,分析测试效率高。它不仅性能优异,而且价格合理,具有很高的性价比。K-Alpha的诞生,使XPS变为一种快速、简单和可靠的表面分析和测试技术,必将更加广泛地应用于工业和研究等各个领域。

参考文献

- 1 吴正龙,刘洁.现代X光电子能谱(XPS)分析技术,现代仪器,2006,12(1):50
- 2 K-Alpha brochure of Thermo Electron Corporation, 2006-07
- 3 Accurate feature alignment with Unique Reflex Optics, AN31091
- 4 K-Alpha: Chemical state mapping of polymers, AN31093

Innovative designed K-Alpha electron spectrometer

Liu Jie Liu Fen Zhao Liangzhong

(1. Analytical and testing Centre of Beijing Normal University, Beijing 100875)

(1. The institute of Chemistry, CAS, Beijing 100080)

Abstract The paper briefly introduces features of a new type of high performance, integrated X-ray photoelectron spectrometer—K-Alpha, including its fully automatic sample analysis capability, advanced sample navigation and camera system, unique sample illumination method, patented charge compensation technology of samples, easy and automatic calibration and alignment of instrument, high sensitivity in whole range of analysis area, fast XPS mapping and high quality depth profile, and integrated and compact size of instrument and high ratio of specification to price etc. Combining these benefits, XPS operation becomes so easy. XPS analysis ability and efficiency are dramatically improved. These meet users' requirement for modern XPS analysis.

Key words X-ray photoelectron spectroscopy Surface analysis Charge compensation Depth profile Sample navigation

(下接第58页)

成铅灰色,一碰就断,说明此熔断片可能是由于在较长的使用过程中被逐渐的氧化,应更换新的熔断片。而且发现柱炉内的叶轮风扇会和柱箱的后面发生摩擦,而发出金属的撞击声,更换一个新的叶轮风扇,开机后一切正常。说明这次事故的原因是CPU程序紊乱,熔断片失控,加热程序不能被停止,造成炉腔内温度过高从而烧毁柱子及造成叶轮风扇变形。

5 结论

随着GC应用领域的不断增加,GC故障的排除也逐渐成为一个不容忽视的内容,尤其是当采用的色谱柱比较昂贵或难以快速获得时,主动地排除这

些仪器的故障有利于节省大量时间和金钱,显著提高工作效率,降低分析成本。通过对程序升温失常故障的分析,给出以下建议:(1)不要让色谱仪在极端条件下长时间工作;(2)当需要让色谱仪在较高温度下工作时,定期检查程序升温及控制系统,尤其是检测熔断片是否老化,如果有发现老化现象则应该及时更换,以免造成本可避免的损失。

参考文献

- 1 GB/T 17592-1-1998 纺织品 禁用偶氮染料检测方法 气相色谱/质谱法(S)
- 2 武汉大学化学系.仪器分析,北京:高等教育出版社,2001