

气相色谱仪 N 种图谱分析方法

谱图分析（一）保留时间重现性差

⊙指仪器工作条件和样品分析条件等均没有变化的情况下，保留时间变化较大、重现性较差。

- A. 色谱柱的一部分是否与柱箱内壁的金属面存在接触现象。
- B. 进样垫、色谱柱、过渡衬管的安装连接处是否存在漏气现象。
- C. 载气的输入压力是否正常。
- D. 载气流量是否正常或出现变化。
- E. 进样器、柱箱、检测器等的温度是否稳定。
- F. 如果保留时间与峰高/峰面积的重现性同时变差，则进行了上述检查后再参照[峰高/峰面积重现性差]中的各项进行检查。

注意：如果载气的流量、分流比、色谱柱温度等有变动时，保留时间或峰高/峰面积一定会起变化。

谱图分析（二）峰高/峰面积重现性差

⊙指仪器工作条件和样品分析条件等均没有变化的情况下，峰高/峰面积变化较大、重现性较差。

- A. 注射器的性能是否正常以及进样时是否存在操作失误。
- B. 样品浓度(特别是挥发性样品)是否因放置时间过长而起变化。
- C. 各种气体的输入压力是否正常。
- D. 各种气体的流量是否正常或出现变化。

E. 进样器、柱箱、检测器等的温度是否稳定。

F. 如果峰高/峰面积与保留时间的重现性同时变差，在进行了上述检查后再参照[保留时间重现性差]中的各项进行检查

注意：如果载气的流量、分流比、色谱柱温度等有变动时，保留时间或峰高/峰面积一定会起变化。

谱图分析（三）加出现刀锋

⊙指样品出峰时上升缓慢而下降迅速，形如刀状。

A. 减少样品的进样量。

B. 提高色谱柱箱的温度。

C. 改用较大内径的色谱柱。

D. 增加固定液的涂层的厚度。

E. 选用样品的溶解度较高的固定液。

F. 尝试提高进样器的温度，改善峰的形状。

谱图分析（四）出钝峰

⊙指所出的样品峰不尖，所有峰或部分峰的顶部呈不规则形状(平头或园形)。

A. 进样量太大使色谱柱或检测器形成饱和，减少进样量或降低样品浓度。

B. 进样器是否存在漏气现象或玻璃衬管是否存在破损现象。

C. 采用分流进样方式时，检查分流比及分析条件的设置是否正确。

D. 采用不分流进样方式时，检查分析条件的设置是否正确。

E. 尝试提高进样器、检测器的温度，改善峰的形状。

谱图分析（五）出怪峰

☉指所出的峰与样品的成分不符，出现了不应该有的怪峰。

A. 溶剂中是否混入了杂质。

B. 注射器或放置样品的容器是否受到了污染。

C. 隔膜清洗流量是否正常。

D. 载气是否受到污染， 气体过滤器是否进行过保养。

E. 如果怪峰是由于高沸点物质的溶出引起的，请提高分析温度或延长分析时间。

F. 如果怪峰是由于样品的分解引起的，请降低进样口温度进行分析。

G. 如果怪峰是由于进样垫的质量不好引起的，请选用质量较好的进样垫或将进样垫老化后再使用。

谱图分析（六）出开叉峰

☉指单一成分的样品所出的峰上部有开叉现象。

A. 进样操作过程是否存在问题，重新进样再试。

B. 减少进样量。

C. 适当提高进样器温度，保证样品得到充分气化。

D. 色谱柱的一部分是否与柱箱内壁的金属面存在接触现象。

E. 将毛细管色谱柱的入口端一侧切除 1~2 毫米或更换色谱柱。

F. 采用不分流进样方式时，如果需要较大的进样量，可在分析色谱柱前加接数米长的缓冲色谱柱。或把样品溶剂换成与色谱柱固定相有较高亲和力的溶剂。

注意：缓冲色谱柱是指经过不活性处理的合金型二氧化硅毛细管，或涂有极薄的与样品溶剂较有亲和力的固定相的毛细管色谱柱。

谱图分析（七）出拖尾峰

⊙指样品出峰结束回基线时有拖尾现象。

A. 减少样品的进样量。

B. 进样器玻璃衬管是否存在破损或污染现象。

C. 载气流量和隔膜清洗流量的设置是否正确。

D. 进样器温度是否能够保证样品充分气化。

E. 尾吹气流量的设置是否正确。

F. 适当提高检测器的温度。

G. 检测器是否存在污染现象，必要时进行清洗。

H. 色谱柱的安装方法是否正确。

I. 适当提高色谱柱箱的温度。

J. 将毛细管色谱柱的入口端一侧切除 1~2 毫米或更换色谱柱。

谱图分析（八）出溶剂峰

⊙指溶剂出峰正常，但样品主成份(溶质)不出峰或出峰很小。

- A. 增加进样量。分梳进样时降低分流流量(分流比)。
- B. 提高量程范围或降低衰减倍数，设置较高灵敏度档。
- C. 重新配制样品，把样品浓度控制在 0.02~10%之间。
- D. 可能溶质与溶剂的沸点差太小，降低色谱柱箱温度试试。
- E. 改用与溶质的沸点差较大的溶剂。
- F. 可能色谱柱对样品主成份(溶质)的保持力太强，提高色谱柱箱温度试试，确认溶质从色谱柱溶出。
- G. 样品的沸点太高不能直接分析时，需用其他化学方法进行前处理。
- H. 换用合适的色谱柱。
- I. 如果样品的热稳定性较差，可能会在进样器内分解或化合，降低进样器温度避免出现这种情况。

谱图分析（九）色谱柱性能迅速退化

⊙指色谱柱性能迅速退化，导致样品分离效果变差。

- A. 排除载气的污染、泄漏等现象，检查各种气体的流量设置是否正确。
- B. 检查是否由于样品中的有害物质引起色谱柱的性能退化。
- C. 某些色谱柱(例如 PLOT)在较大的压力变化下可能引起性能退化。
- D. 快速的加热、冷却或较大的进样量可能引起某些没有经过化学结合的毛细管色谱柱的性能退化。

E. 检查是否在色谱柱允许的最高使用温度以上的温度条件下进行分析操作。

I. 适当提高色谱柱箱的温度。

J. 将毛细管色谱柱的入口端一侧切除 1~2 毫米或更换色谱柱。

谱图分析(十) 垂直回峰

⊙指样品出峰的开始、结束相对基线呈垂直状态，几乎没有曲线部分，而正常的出峰形状应为高斯分布。

A. 通常是由于气相色谱仪的调零不适当，气相色谱仪的零点偏离积分仪或记录仪、色谱工作站等的工作范围。

B. 一般积分仪或色谱工作站在负方向的输入电压范围较小，有些积分仪或记录仪、色谱工作站自身还具有调零功能，可以进行强制调零。

C. 如果气相色谱仪的零点与积分仪或记录仪、色谱工作站自身的零点负向偏离太大，就会出现上述情形，此时请重新对气相色谱仪进行调零之后再进行分析。



维修注意事项(一)

关于人体安全与环境保护：

⊙在维修仪器的过程中，首先一定要注意安全和注意保护环境。GC 维修中可能造成安全事故与环境污染的因素大致如下所述：

A. 氢气泄漏造成爆炸、燃烧等安全事故。

B. 电子捕获放射源造成人体伤害、环境污染事故。

C. 易燃易爆、有毒、腐蚀性等危险性样品造成安全事故、人体伤害、环境污染事故。

D. 高电压、大电流造成触电事故。

E. 高温造成的烫伤事故。

F. 其他说明书上已有描述的相关注意事项。

上述各项在维修仪器的过程中必须认真对待，例如严密仔细地进行氢气的漏气检查；热导检测器用氢气做载气的情况下，未安装色谱柱或未使用热导检测器时必须关闭气源；避免打开电子捕获检测器；按规范取用危险性样品；可以断电检修的部分尽量断电检修，并在检修时将电源插头拔掉；必须通电时应避开高电压、大电流部分；避免接触高温部分或先将温度降低，等等。

维修注意事项（二）

关于仪器的保护

⊙在维修仪器的过程中，还要注意按规范认真仔细地操作，避免损坏仪器，造成新的故障或将故障扩大。应该注意的内容如下所述：

A. 已安装色谱柱的仪器，在通电之前应先通入载气，一般来说，载气对保护仪器是有利的。

B. 热导检测器必须先通载气，然后才能加电流，否则可能烧断钨丝。热导检测器还必须防止氧气、空气进入，否则可能造成钨丝氧化。

C. 电子捕获检测器必须防止氧气、空气、杂质进入，否则极易污染。

D. 热导检测器和氮磷检测器的电流不能加得太大，否则可能烧断钨丝和钽珠。氮磷检测器的氢气也不能开得太大，否则也会烧断钽珠。

E. 火焰光度检测器的光电倍增管必须避免长时间的强光照射。

E. 检修时，在仪器通电之前，必须仔细确认各个接插件已正确地插好。

F. 任何时候都要避免污染仪器的气路系统、进样及检测系统、色谱柱。

G. 柱箱温度的设置不得大于色谱柱允许的最高温度。

H. 其他说明书上已有描述的相关注意事项。

维修注意事项（三）关于老化

⊙在很多情况下，所谓的故障是由于老化不充分引起的，所以在必要的时候(例如一段时间未用或更换色谱柱后)应该进行老化，避免出现不必要的所谓故障。各种老化的方法如下所述：**(注：老化时应适当增加载气流量)**

A. 色谱柱的老化：在载气进入色谱柱的情况下，将柱箱温度设置在色谱柱允许的最高温度以下 30℃，或正常使用温度以上 30℃，进行十小时以上的恒温老化；或设置 3-5℃/min 的升温速率， 40~60℃ 的起始温度，色谱柱允许的最高温度以下 30℃的终止温度，进行一阶程序升温老化。

B. 进样器/检测器的老化：在载气进入进样器/检测器的情况下，将进样器/检测器温度设置在 200℃ 以上进行数小时的老化。

C. 电子捕获检测器的老化：在载气进入电子捕获检测器的情况下，将电子捕获检测器温度设置在 200℃ 以上进行十小时以上的老化。

D. 热导钨丝的老化：在载气进入热导检测器的情况下，将热导电流设置在使用值以上 10-20mA，进行数小时的老化。

E. 氮磷检测器铷珠的老化：在载气进入氮磷检测器的情况下，将铷珠电流设置在使用值以下 0.4A 和 0.2A，各进行二十分钟左右的老化。