蓝瘦香菇,气相色谱仪又出故障了怎么破?

故障分析方法(一) / 故障分析的基础

组成: 由哪些部分组成?

作用: 各部分起什么作用?

原理: 各部分的工作原理是怎样的?

判别:如何判别工作正常与否?

注意事项: 检修过程中哪些方面必须注意?

故障分析方法(二) / 故障分析的思路 注意事项:

- 1. 保护人体,安全第一,防止事故发生。
- 2. 保护设备,避免故障扩大、转移。

确定范围:确定与该故障有关的部分和相关因素。

故障检查:

- 1. 顺序推理法:根据工作原理顺序推理,检查、寻找故障原因。
- 2. 分段排除法:逐个排除,缩小范围,检查、寻找故障原因。
- 3. 经验推断法:根据经验积累,检查、寻找故障原因。
- 4. 比较检查法:参照工作正常的仪器,检查、寻找故障原因。
- 5. 综合法:综合使用上述各种方法,检查、寻找故障原因。

故障分析方法(三) / GC 故障的种类

气路部分故障:气体输入不正常、气体品种不对或纯度不够、气路泄漏、气路堵塞、气路污染、气路部件故障、流量设置不正常、色谱柱问题、等等。

主机电路部分故障:启动或初始化不正常、温度控制部分故障、键盘或显示部分故障、开关门不正常、点火不正常、电流设置不正常、量程或衰减设置不正常、其他功能性故障、等等。

检测器输出信号不正常: 无信号输出、输出信号零点偏离、输出信号不稳定、输出信号数值不对、等等。

其他故障: 气源不正常、电网电压不正常、二次仪表不正常、机械类故障、等等。

故障分析方法(四) / 故障的判别

基础: 检查、寻找故障原因的基础是掌握故障判别的方法。掌握故障判别方法的基础是熟悉和了解仪器各部分的组成、作用、工作原理。

输入与输出:通常仪器的每个部分、部件、甚至零件都有它的输入和输出,输入一般是指该部分正常工作的前提,输出一般是指该部分所起的作用或功能。

举例:例如 FID 放大器,它的输入是 FID 检测器通过离子信号线传送过来的微电流信号、放大器的工作电源、以及放大器的调零电位器,它的输出是经过放大并送到二次仪表的电信号。 判别 FID 放大器是否工作正常的方法是: A.如果输入正常而输出不正常,则放大器故障。B. 如果输入输出均正常,则放大器正常。 C.如果输入不正常,则放大器是否正常无法判定。

收集与积累:积极收集、认真记录、不断积累仪器各个部分工作正常与否的各种判别方法, 并了解、熟悉、掌握、牢记这些故障判别方法。



故障分析举例(一) / 气路部分不正常

- ⊙指气路系统出现堵塞、泄漏、无压力指示、无气体输出等故障。
- A. 检查气源部分(气瓶、气体发生器等)是否正常。
- B. 利用输入气体压力表检查气体输入是否正常, 否则检查净化器等外部气路及稳压阀等是否正常。

- C. 如果是载气流路,则可在色谱柱前后检查进样器的气体输出是否正常,否则检查稳压阀至色谱柱这一段。
- D. 如果是氢气或空气流路,则可利用仪器顶部的气路转接架检查气体输出是否正常,否则检查稳压阀至气路转接架这一段。
- E. 检查检测器的气体输入、输出是否正常。
- F. 在气路系统的适当地方进行封堵,并观察相应压力表的指示变化,是检查漏气的常用方法。
- G. 安全起见,可以利用氮气对氢气流路进行检查。

故障分析举例(二)/仪器启动不正常

- ⊙指接通电源后,仪器无反应或初始化不正常。
- A. 关机并拔下电源插头, 检查电网电压以及接地线是否正常。
- B. 利用万用表检查主机保险丝、变压器及其连接件、电源开关及其连接件、以及其他连接线是否正常。
- C. 插上电源插头并重新开机,观察仪器是否已经正常。
- D. 如果启动正常, 而初始化不正常, 则根据提示进行相应的检查。
- E. 如果马达运转正常,而显示不正常,则检查键盘/显示部分是否正常。
- F. 如果显示正常,而马达运转不正常,则检查马达及其变压器、保险丝等是否正常。
- G. 必要时可拔去一些与初始化无关的部件插头,并进行观察。
- H. 如果初始化仍不正常,则基本上可确定是微机板故障。

故障分析举例(三) / 温度控制不正常

- ⊙指不升温或温度不稳定。
- A. 所有温度均不正常时, 先检查电网电压及接地线是否正常。
- B. 所有温度均不稳定时,可降低柱箱温度,观察进样器和检测器的温度,如果正常,则是电 网电压或接地线引起的故障。
- C. 如果电网电压和接地线正常,则通常是微机板故障,一般来说各路温控的铂电阻或加热丝同时损坏的可能性极下。
- D. 如果是某一路温控不正常,则检查该路温控的铂电阻、加热丝是否正常。
- E. 如果是柱箱温控不正常,还要检查相应的继电器、可控硅是否正常。
- F. 如果铂电阻、加热丝等均正常,则是微机板故障。
- G. 在上述检查过程中,要注意各零部件的接插件、连接线是否存在断路、短路、以及接触不良的现象。

故障分析举例(四) / 点火不正常

- ⊙指 FID、NPD、FPD 检测器不能点火或点火困难。
- A. 检查载气、氢气、空气是否进入检测器, 否则检查气路部分。
- B. 检查各种气体的流量设置是否正确,否则重新设置。
- C. 观察点火丝是否发红, 否则检查点火丝是否断路或短路、接触不良, 以及检查点火丝形状是否正常。
- D. 点火丝正常的情况下,FID、FPD 检测器观察点火继电器吸合是否正常,点火电流是否加到点火丝上,否则检查相应的电路部分。

- E. NPD 检测器在确认铷珠正常的前提下,观察电流调节是否正常,否则检查相应的电路部分。
- F. 检查检测器是否存在污染、堵塞现象。
- H. 检查检测器内部是否存在漏气现象。

故障分析举例(五) / 出部分反峰

- ⊙指大部分峰为正向出峰,但一部分峰为反向出峰,或基线往负方向偏移。
- A. 使用空气压缩机时,检查确认反向出峰或基线往负方向偏移是否与空气压缩机的动作(空气压力不足时空气压缩机自动动作)在时间上是否同步。
- B. 较多水份进入离子化检测器时,火焰的燃烧状态短时间会起变化,伴随出现反峰(这不是异常)。
- C. 检查各种气体的流量设置是否正常,以及是否存在漏气现象。
- D. 检查载气的纯度,如果载气里面有微量不纯物,而样品的纯度如果比载气的纯度高,就会出反峰。
- E. 气路切换时有压力冲击,也会出现反峰,此时气路中应加接稳压装置。
- F. 使用 TCD 时,如果载气和样品的热导系数过于接近,也会出现一部分或全部的反峰。

故障分析举例(六) / 出峰后零点偏移

- ⊙指样品出完溶剂峰等平顶峰后基线不能回到原来的零点。
- A. 各气体流量是否正常(数值、稳定)。
- B. 柱箱、检测器的温度是否正常(数值、稳定)。

- C. 检测器是否被污染,如果污染进行清洗或更换零件
- D. 必要时在通入载气的情况下,将检测器的温度设置在 200 ℃以上进行数小时的老化。
- E. 色谱柱是否老化不足,必要时在载气进入色谱柱的情况下,将色谱柱箱的温度设置在色谱柱的最高使用温度下 30 度左右进行 10 小时以上的老化,或用程序升温方式进行老化。
- F. 减少进样量。
- G. 使用 TCD 时,如果大量的氧成分注入 TCD, 会引起 TCD 钨丝的阻值发生变化,使得基线无法回零,钨丝的寿命也会减短。

故障分析举例(七)/基流过大、无法调零(1)

- ⊙指对基线进行调零时,发现基流增大,零点与平时相比有偏离或无法调零。
- A. 将火焰熄灭或关闭电流之后基线还是无法回零时,要考虑是否电路系统的故障或接触不良、绝缘退化等因素:
- 1). 检查检测器和离子信号线是否有接触不良、绝缘退化等现象。
- 2). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。
- 3). 检查检测器温度是否正常,必要时对检测器进行老化。
- 4). 检查是否离子信号线故障、放大器电路板故障、输出信号线故障、积分仪/工作站故障。
- 5). 使用 TCD 时,检查 TCD 钨丝电流的设定是否太大。
- B. 色谱柱箱温度冷却到室温,调零还是不正常时,要考虑检测器自身的原因:
- 1). 检查各种气体是否污染或流量不正常、漏气。
- 2). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。

故障分析举例(八)/基流过大、无法调零(2)

- C. 降低进样口温度后基始电流也不减少时:
- 1). 检查载气是否污染或流量不正常。
- 2). 检查色谱柱安装连接部分或进样垫部分是否有漏气现象。
- 3). 检讨是否色谱柱老化不足, 比要时在载气进入色谱柱的情况下对色谱柱进行老化。
- D. 降低进样器温度后基始电流有缩减少时,可以判定是进样口、进样垫或进样衬管等有污染现象,应对进样器部分进行清洗。

故障分析举例(九)/基线扭动(1)

⊙指基线上下扭摆不停超出标准范围、无法走直稳定。

注意: 发现基线扭动时,请先检查电网电源是否有异常波动或突变,特别是在同一电网电源上接有大功率装置时,更要注意。同时检查仪器的接地是否正确并且良好。

- A. 将火焰熄灭之后基线如果还是扭动:
- 1). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。
- 2). 检查检测器的温度是否正常,必要时检测器进行老化。
- 3). 检查是否离子信号线故障、放大器电路板故障、输出信号线故障、积分仪/工作站故障。
- B. 将火焰熄灭之后基线停止扭动,降低色谱柱箱的温度扭动幅度却不变小:
- 1). 检查使用的空气是否有污染现象,注意更换气体过滤器的过滤剂,及对空气压缩机进行放水。

- 2). 检查空气压缩机的起动与基线扭动有没有关系,否则维修空气压缩机。
- 3). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。
- 4). 检查检测器的温度是否正常,必要时检测器进行老化。

故障分析举例(十)/基线扭动(2)

- C. 降低色谱柱温度后基线扭动减少, 但降低进样器温度扭动幅度却不变小, 则基线扭动的原因与色谱柱或载气有关:
- 1). 检查载气是否污染或流量不正常。
- 2). 检查色谱柱安装连接部分或进样垫部分是否有漏气现象。
- 3). 检讨是否色谱柱老化不足,必要时对色谱柱进行老化。
- D. 降低进样口温度之后基线扭动减少,要考虑是否进样口有污染现象:
- 1). 如果确认进样器污染,请进行清洗。
- 2). 更换新的进样垫。
- 3). 检查进样器温度是否波动。

故障分析举例(十一)/基线漂移过大(1)

- ○仪器刚启动、色谱柱更换后不久,基线的漂移是正常现象。基线漂移过大是指基线的漂移比正常的标准高很多,并且始终无法稳定下来。
- A. 将火焰熄灭之后如果基线还是漂移很大,要考虑是否电路系统的故障或接触不良、绝缘退化等因素:

- 1). 检查检测器和离子信号线是否有接触不良、绝缘退化等现象。使用 TCD 时,检查 TCD 的 钨丝及引线是否接触不良。
- 2). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。
- 3). 检查检测器的温度是否正常,必要时对检测器进行老化。
- 4). 检查是否离子信号线故障、放大器电路板故障、输出信号线故障、积分仪/工作站故障。
- B. 将火焰熄灭之后基线不再漂移,降低色谱柱箱的温度漂移幅度却不变小,这种情况是色谱柱之后的部分有问题:
- 1). 检查各种气体是否污染或流量不正常。
- 2). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。
- 3). 检测器的使用温度在 350℃以上时,某些毛细管色谱柱外侧的树脂成分可能受热分解引起基线漂移,这种情况请把 FID 温度降到 350℃以下。
- 4). 检查检测器温度是否波动。
- 5). 使用 TCD 时,检查 TCD 钨丝电流的设定是否太大。

故障分析举例(十二)/基线漂移过大(2)

- C. 降低色谱柱温度后基线漂移减少, 但降低进样口温度漂移幅度却不变小, 这种情况基线漂移的原因与色谱柱或载气有关:
- 1). 检查载气是否污染或流量不正常。
- 2). 检查色谱柱安装连接部分或进样垫部分是否有漏气现象。
- 3). 是否色谱柱老化不足,必要时对色谱柱进行老化。
- 4. 检查检测器温度是否波动。

- D. 降低进样口温度之后如果基线漂移减少,要考虑是否进样口有污染现象,请进行下列项目 的检查:
- 1). 如果确认进样器污染,请进行清洗。
- 2). 更换新的进样垫。
- 3). 检查进样器温度是否波动。

故障分析举例(十三)/进样不出峰(1)

⊙指进样后没有峰被检测出来,基线只画一条直线。

注意:发现进样不出峰时,首先要考虑载气是否进入仪器(包括色谱柱、检测器),否则可能会造成色谱柱的损伤或检测器的污染。因此发现进样不出峰时,应立即降低色谱柱恒温槽的温度让色谱柱冷却。使用 TCD 时,必须先将钨丝电流关闭。在确定载气系统正常之后方能进行其他项目的检查。

A. 检查检测器的火焰是否熄灭,如果熄灭请重新点火;如果点不着火或者点着后又很容易熄灭时,请进行下列项目的检查:

- 1). 检查点火线圈是否发红,如果不发红应该是点火极部分故障。
- 2). 检查各种气体的流量是否正常,适当加大氢气流量试试。
- 3). 使用 TCD 时,检查 TCD 钨丝及钨丝电流的设置是否正常。
- B. 检查离子信号线与检测器、放大器电路板的连接,以及输出信号线与仪器、积分仪/工作站的连接是否正常可靠。

故障分析举例(十四)/进样不出峰(2)

- C. 调零也不正常时,要考虑是否电路系统的故障,请检查是否信号线的故障、放大器电路板的故障、输出信号线的故障、积分仪的故障。
- D. 如果进甲烷等常规溶剂还是不出峰或保留时间变慢时,在确认了色谱柱箱的温度降到了室温左右后,请进行下列项目的检查:
- 1). 检查色谱柱是否存在折断现象。
- 2). 检查载气流量是否正常,并进入色谱柱、FID 检测器等部分。
- E. 其他不出峰的原因,请按照下列项目进行检查:
- 1). 注射器不正常。
- 2). 检查色谱柱温度、进样器温度、检测器温度、量程设定等分析条件是否合适。
- 3). 检查样品浓度、样品进样量是否正确。
- 4). 检查样品的取用、色谱柱的选择有没有错误。

故障分析举例(十五)/噪声过大(1)

○ 气相色谱仪启动后不久或色谱柱更换后不久,噪声是不可避免的,这是正常现象。噪声 过大是指比正常的标准高得多的噪声或某些不正常的突变。

注意:发现噪声过大时,请先检查气相色谱仪和积分仪使用的电网电源是否有异常波动或突变,特别是在同一电网电源上接有大功率装置时,更要注意。此外,请检查仪器的接地是否正确并且良好。

A. 改变量程范围,噪声的大小还是基本不变时,要考虑是否信号线的故障、放大器电路板的故障、输出信号线的故障、积分仪的故障。

B. 将火焰熄灭之后噪声如果还是很大,要考虑从检测器到放大器电路板这一段是否存在问题,请进行下列项目的检查:

- 1). 检查检测器的喷嘴、收集极、离子信号线插座、点火线等部分是否固定可靠,请排除接触不良的可能。
- 2). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。
- 3). 要考虑是极化电压、放大器电路板、工作电源的故障。

故障分析举例(十六)/噪声过大(2)

- C. 将火焰熄灭之后噪声如果降低或消失,要考虑是否检测器本身产生过大噪声:
- 1). 检查是否使用的气体纯度太低,请更换气体或使用气体过滤器去除气体中的杂质。
- 2). 检查检测器是否被污染,如果污染请进行清洗。
- 3), 检查空调器等冷暖设备的排风是否正对着气相色谱仪, 请改变风向或更换仪器的位置。
- D. 降低进样口温度后如果噪声变小, 要考虑是否进样口有污染现象。
- E. 降低色谱柱温度后如果噪声变小,要考虑是否载气纯度不够或色谱柱的老化不足,请更换载气或使用气体过滤器去除载气体中的杂质,并对色谱柱进行老化。

故障分析举例(十七)/ 全部出反峰

⊙指所有样品均反向出峰。

- A. 检查气相色谱仪相应检测器的信号输出线与积分仪或记录仪、色谱工作站的信号输入端的 连接是否正确,将信号输出线的正负两端对换即可。
- B. 对于具有极性切换功能的检测器,检查其输出信号的正负极性设置是否正确,必要时更改 正负极性的设置即可。