

1260 自动进样器针堵塞带来的峰面积不平解决过程

黄河¹，毛露萍²

(1. 四川省化工质量安全检测研究院，610031；2. 成都华任康生物科技有限公司，
611730)

摘要：安捷伦 1260 峰面积不平，经排查发现是进样针有堵塞，本文为排查故障的过程。

关键词：自动进样器，进样针，堵塞，冲洗

单位一台 1260 搭载 G1329B 进样器，今年 1 月份出现峰面积不平的现象。在做方法验证时，发现峰面积波动范围在 100-300 之间，数据完全不可用。初步排查，未发现针座，进样阀，柱螺母，流通池附近有漏夜。那问题就很可能出现在进样器上了。

1. 先咨询安捷伦工程师和培训老师，提出进样阀转子和针的问题。计量泵出问题可能性很小。

2. 在切换进样器主路旁路时，发现压力会降低 25bar，而通常不会有这么大的差异，那很可能是针或针座有微堵。

3. 进 Labadvisor，使用进样器的维护位置功能，抬升针，拆下针座，直接接到排空阀管路上，用水以 1mL 流速冲洗，这样冲洗方便，如图 1。而针尖的液体会呈喷雾状，很异常，如图 2



图 1



图 2

4. 反冲针座后，未发现异常，包括压力。那就反冲针，把针尖插进针座，用手按住，如图 3. 发现按上针后，压力会有明显的上升

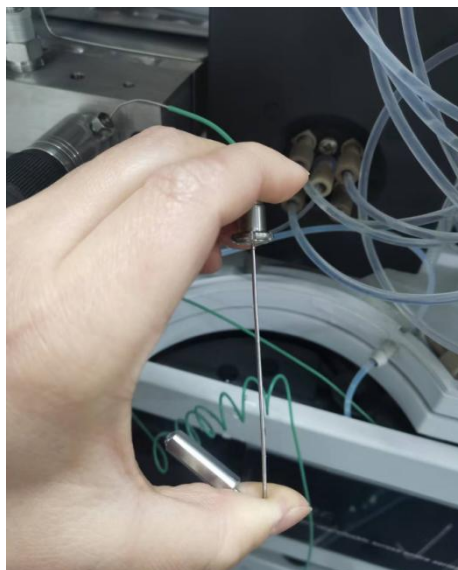


图 3

5. 反冲一段时间后，针尖喷雾问题依旧，而且这样一直按着累啊。就先转回针和针座，将进样阀的针座管路接到柱子管路，实现对针座反冲时，也可以对针反冲，如图 4，红色箭头为水的流路。用瓶子接可以密封也可以接收更多的废液。

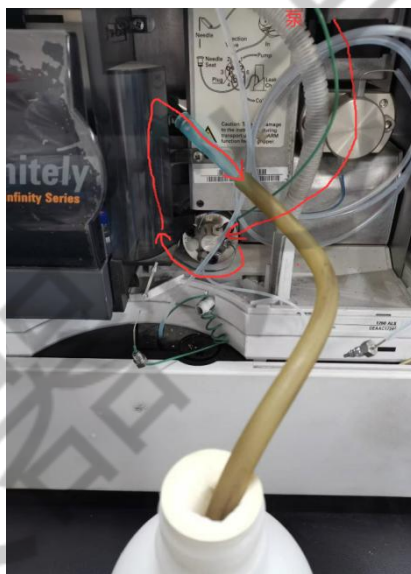


图 4

6. 这次以水和异丙醇=60+40，流速为 3 冲洗时，系统压力有波动，说明针尖中的杂质被冲松动了，如图 5



图 5

7. 冲洗完 400mL 异丙醇水后，第二天发现压力没明显降低，将针正相接回系统，刚开始两秒钟针尖液体是滴落的，不过很快就呈喷雾状，而且还分叉，方向还会动，说明杂质依旧在。泵压力还在 40bar 以上。感觉杂质就在针尖，就差那么一点，那就来暴力一点，上钢锉。打开排空阀，用钢锉对针尖来两下，关闭排空阀，啊哈关上后看见针尖液体不在飞了，慢慢滴落了，而且泵的声音也轻了一些，再看压力，回到了 15bar。那，应该问题解决了。

如图 6



图 6

8. 既然动了针尖，那就要担心漏液了，用手仔细感觉下针尖，把怀疑有毛刺的地方再来两下，直到针尖光滑，装回去。注意装针时把针架放到最低，再提升一次，把针对准针座，针尖往下按，拧紧固定螺丝，再降下针，此时针不能晃动，说明针安装到位了。切换至主路，用甲醇水 40+60 冲洗，压力升到 180bar 时，针座不漏液，再检查动过的各个螺母，不漏液。系统压力也很稳定，好了，上样，跑完一组样品，没异常。再跑 7 针标品，进样量 5 μ L，显示峰面积 RSD 为 0.139%，过关。如图 7

化合物:		测试		信号:		DAD1 A, Sig=225, 4 Ref=off			
行号	位置	进样 次数	类型	保留时间 [分钟]	含量 单位	峰面积	峰高	样品名称	
1	31	1	BBA	3.872	1.000 ng/ul	5173.556	773.212	戊唑醇标	
2	31	2	BBA	3.864	1.002 ng/ul	5185.768	777.326	戊唑醇标	
3	31	3	BBA	3.864	1.001 ng/ul	5176.172	777.019	戊唑醇标	
4	31	4	BBA	3.862	1.002 ng/ul	5182.105	774.070	戊唑醇标	
5	31	5	BBA	3.866	1.002 ng/ul	5186.430	777.136	戊唑醇标	
6	31	6	BBA	3.864	1.003 ng/ul	5188.935	776.135	戊唑醇标	
7	31	7	BBA	3.860	1.004 ng/ul	5194.304	776.380	戊唑醇标	
平均值				3.865	1.00200	5183.89551	775.89681		
标准偏差				0.00391	0.00140	7.22741	1.61638		
RSD				0.101	0.13942	0.13942	0.20832		

图 7