

电气接触不良造成的色谱峰分叉故障案例

譙应召

(青岛科技大学山东化工研究院, 山东 济南 250014)

摘要: 电气接触不良是色谱维修工作中常见的故障, 由电气接触不良造成的色谱峰异常状态具有一定程度的特征性, 例如检测器输出信号变化速度超越一般色谱峰信号、异常干扰信号与色谱分析条件或检测器输出衰减无关。色谱维修工作者进行故障的特征辨析时, 对色谱图的整体考察较为重要。判定不良色谱干扰信号时, 需要考虑干扰信号的此类特征, 以确定其来源。下文以某台液相色谱仪分析过程中出现无规则分叉故障的维修案例, 色谱维修工作者处置来自电气接触不良的现象给予一定程度帮助。

关键词: 电气接触不良; 液相色谱仪; 噪声; 触发线

中图分类号: 0657.7+1

文献标识码: B

电气接触不良是色谱维修工作者日常工作中常见的问题, 可能与色谱电气系统线路连接部分的氧化、腐蚀或者震动有关。此种故障一般随机性较强, 色谱工作者需要特别加以注意。

案例简介

某用户使用 Shimadzu 液相色谱仪 LC-20AT 分析银杏叶提取物中槲皮素组分, 具体色谱分析条件如下所示:

色谱柱:	150mm*4.6mm Shimadzu Wondasil C18
流动相:	甲醇:0.4%磷酸 = 60:40
进样量:	10uL
柱温:	室温
检测器:	紫外检测器
波长:	266 nm

该液相色谱仪使用某型号的国产色谱工作站, 色谱仪的信号线连接到数据采集器上, 数据采集器再连接至电脑。近期分析过程中出现槲皮素色谱峰分叉现象, 故障谱图如图 1 所示。

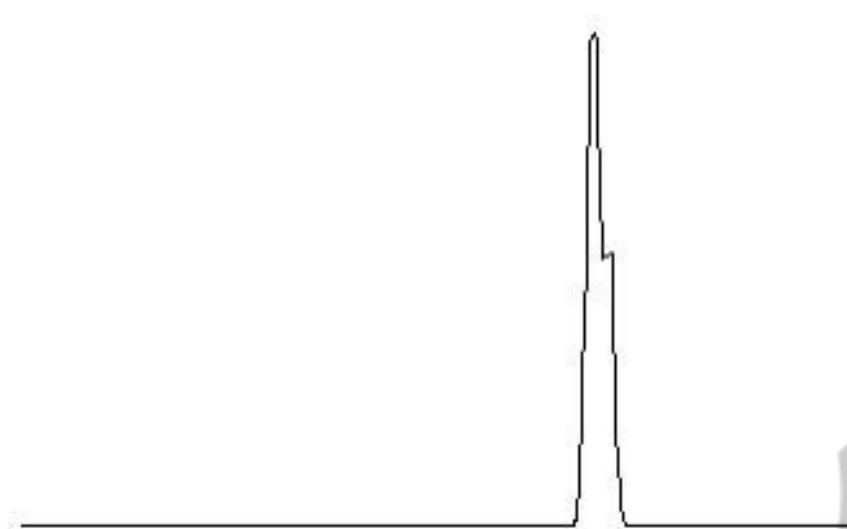


图1 故障谱图

故障诊断和维修

一般情况下液相色谱分析中出现色谱峰分叉的现象，可能与色谱柱污染、保护柱污染、色谱系统死体积较大、进样器或管路不良有关。用户自行更换其他色谱柱，故障无改善。

现场考察用户的多个样品色谱图，发现用户样品分析中色谱峰分叉的位置——即干扰信号的出峰时间并不重现，即使同一浓度样品的重复进样也是如此，那么问题可能并非来自色谱柱或系统死体积。

并且仔细观察用户的色谱图，目标色谱峰和基线上均存在随机性的干扰信号，并且将故障色谱峰谱图放大，观察干扰信号的状态。发现该干扰信号的变化速度较快，如图2所示。

来自污染、色谱柱不良、系统管路连接异常、死体积较大造成的色谱峰分叉，分叉信号的变化速度不可能很快，正常情况下类似物质出峰的正态分布曲线，或者说类似两个或多个未分离峰。



图 2 谱图细节

此信号变化速度过快，频率过高，应该属于电气问题。在仔细观察谱图过程中，发现液相色谱的数据采集器偶尔发出异常蜂鸣声，并且干扰信号与采集器的蜂鸣声明显相关。

检查和拆解色谱仪与数据采集器的连接线，发现两者通过四根线缆连接，一对为液相色谱的模拟输出信号线，另一对为工作站的触发线。其中模拟输出信号线连接牢靠，触发线明显松脱。

将触发线重新连接，再次开机进样多次，样品出峰正常。