

分流 o r 不分流

3 月份, 对安捷伦 GC7890 B 的 ECD, FPD 检测器进行期间核查, 按照《国家计量检定规程》JJG700-2016 检定要求, 基线稳定后, 连进 7 针丙体六六六, 记录丙体六六六的保留时间和峰面积, 发现色谱峰顶部呈不规则形状(圆形)即钝峰问题, 定量重复性相对标准偏差 RSD 为 12.99%, 期间核查结果不合格, ($RSD \leq 3\%$ 为合格)现将出现的问题及解决办法分享给大家, 方便需要时参考。

1 期间核查准备工作:

1.1 清洗进样针, 更换专用衬管、进样垫。

对仪器的进样系统进行清洗和更换, 是为了让进样系统处于最佳最干净状态。

1.2 老化色谱柱

色谱柱老化的目的在于去除固定相表面不稳定的固定相碎片或污染物, 色谱柱新柱初次使用、放置一段时间后再次使用或受到一定污染后都需要进行适当的老化。

2 仪器工作条件:

2.1 仪器

气相色谱仪安捷伦 79890B, ECD、FPD 检测器, 色谱柱 DB1701 122-0732 (30*0.25*0.25)、色谱柱 DB-1 123-1032(30*0.25*0.25), 自动进样器。

2.2 实验条件

2.2.1 基线噪声和漂移实验条件

ECD 实验条件: 进样口温度: 250°C, 检测器温度 300°C, 柱箱温度 210°C 保持 60 分钟。

FPD 实验条件: 进样口温度: 250°C, 检测器温度 300°C, 柱箱温度 210°C 保持 60 分钟。

2.2.2 仪器检测限实验条件

ECD 实验条件: 进样口温度: 250°C, 检测器温度 300°C, 程序升温: 80°C 保持 1min, 15°C/min 升到 220°C, 保持 2min, 共 12.33min。

FPD 实验条件: 进样口温度: 250°C, 检测器温度 300°C, 程序升温: 80°C 保持 1min, 20°C/min 升到 180°C, 5°C/min 升到 230°C, 15°C/min 升到 250°C, 保持 11min, 共 28.33min。

2.3 实验过程(单位作业指导书)

2.3.1 FPD 检测器中期运行检查规程

2.3.1.1 FPD 检测器基线噪声和基线漂移检定

将 FPD 检测器温度设定为 300℃，选择较灵敏档，点火并待基线稳定后，调节输出信号至记录图或显示图中部，记录半小时，测量并计算基线噪声和基线漂移。

2.3.1.2 FPD 检测器用标准物质甲基对硫磷（10ng/ul）检定

色谱柱连接在 FPD 检测器上，信号线接到 FPD 的输出端口，打开载气，打开空气和氢气，调气压表于规定的刻度，打开主机，选择检测器，设置检测器温度，设置柱温和进样口温度，待仪器达到要求后，进甲基对硫磷（10ng/ul）标样，连进七针，记录峰面积，计算相对标准偏差 RSD， $RSD \leq 3\%$ 为合格。

2.3.2 ECD 检测器中期运行检查规程

2.3.2.1 基线噪声和基线漂移检定

将 ECD 检测器温度设定为 300℃，选择较灵敏档，点火并待基线稳定后，调节输出信号至记录图或显示图中部，记录半小时，测量并计算基线噪声和基线漂移。

2.3.2.2 用标准物质丙体六六六（0.1ng/ul）检定

将色谱柱连接在 ECD 检测器上，信号线接到 ECD 的输出端口，打开载气，调压力表于规定的刻度，打开主机，选择检测器，设置检测器温度和柱温，设置柱温和进样口温度，待仪器达到要求后，进丙体六六六（0.1ng/ul）标样，连进七针，记录峰面积，计算相对标准偏差 RSD， $RSD \leq 3\%$ 为合格。

3 出现问题

记录丙体六六六的保留时间和峰面积，发现色谱峰顶部呈不规则形状（圆形）即钝峰问题，定量重复性相对标准偏差 RSD 为 12.99%，期间核查结果不合格。

4 分析问题

可能出现钝峰的几种情况：

- 1) 进样系统是否漏气，玻璃衬管是否破损。
- 2) 进样量太大使色谱柱或检测器形成饱和，减少进样量或减低样品浓度。
- 3) 采用分流进样时，检查分流比和分流条件的设置是否正确。
- 4) 采用不分流进样时，检查分析条件的设置是否正确。
- 5) 提高进样器温度和检测器温度，改善峰形

5 查找问题

进样垫、衬管、色谱柱都是新的，进样系统、检测系统没有问题，问题应该出在检测条件上。

期间核查的标品丙体六六六浓度 0.1ng/ul, 甲基对硫磷浓度 10ng/ul, 比平时工作检测时浓度高很多, 使色谱柱或检测器形成饱和, 色谱峰就会出现峰宽, 不尖锐, 峰面积测量偏差大的问题。

6 解决问题

进样模式从不分流进样选择为分流进样, 分流比 20: 1, 重新连进 7 针标品, 记录峰面积, 计算相对标准偏差 RSD 为 1.48%。期间核查项目合格。

7 结论

选择分流进样, 适用于大部分气体或液体样品的分析, 尤其对未知样品使用分流进样, 可保护毛细管柱不被污染, 防止柱效降低。

当分流进样不能满足对分析灵敏度的要求时, 或分析含有大量污剂的样品中痕量组分时, 才使用不分流进样技术。