

检测器惰性造成峰形与检出限不良的故障案例

譙应召

(青岛科技大学山东化工研究院, 山东 济南 250014)

摘要: 当气相色谱分析过程中出现某些组分的色谱峰形状不良或者检出限不良时, 建议进行色谱图的整体考察。如果其他物质色谱峰响应状态正常, 那么一般情况下需要考察样品自身问题或者色谱系统的惰性不良。下文对某样品气相色谱仪测试过程中出现目标峰拖尾和检出限变差的维修案例予以分析, 最终确认检测器惰性造成故障原因, 希望能够对色谱维修工作者解决类似气相色谱故障提供一定程度的帮助。

关键词: 气相色谱; 拖尾因子; 检出限; 溶剂残留

中图分类号: O657.7+1

文献标识码: B

某药物研发公司, 使用 Shimadzu 气相色谱仪 GC-2014C 采用液体直接进样方式, 分析某种药物中甲醇溶剂残留, 近期出现甲醇色谱峰形拖尾和检出不良的故障。

该气相色谱仪分析条件如下所示, 前期的正常谱图如图 1 所示:

色谱柱: Rtx-WAX 30m*0.53mm*1um

进样口温度: 200°C

检测器 (FID) 温度: 250°C

进样量: 1uL 液体直接进样

柱温: 50°C (2nmin) -10°C/min-180°C (5min)

柱流量: 5mL/min

分流比: 10:1

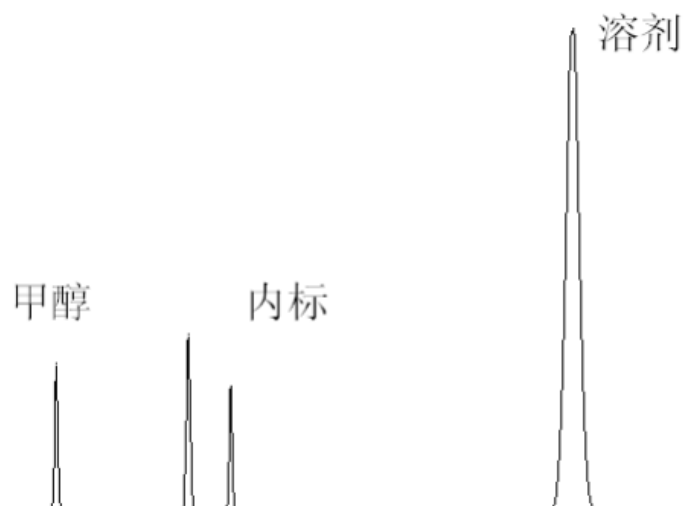


图1 正常谱图

该仪器已经安装和运行时间 10 年左右,近期在分析工作中出现甲醇色谱峰严重拖尾、并且峰高降低、检出限明显升高的故障,异常谱图如图 2 所示:

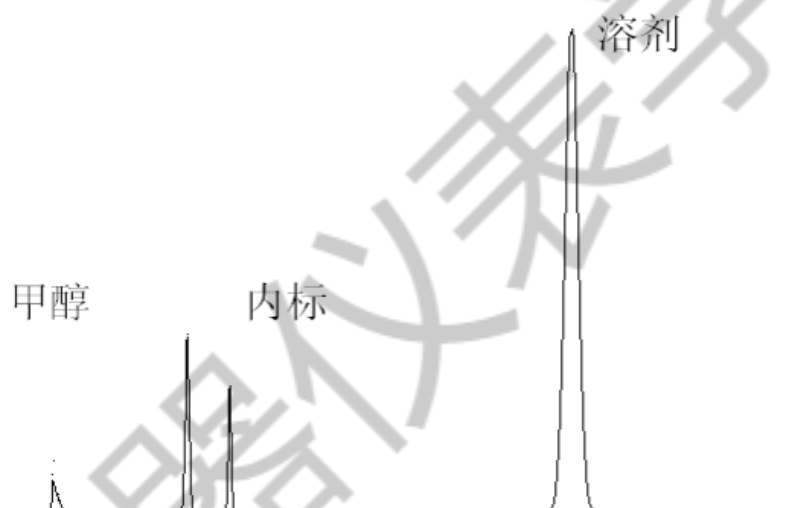


图2 异常谱图

1 故障诊断和维修过程

考察用户整体色谱图,发现该样品中溶剂与内标物质的色谱峰基本正常。与正常谱图相比,内标和溶剂峰面积和拖尾因子变化不大,那么基本可以排除色谱系统硬件问题——即气源、进样器、进样口、检测器基本工作正常。色谱图中仅有某个或者某些组分出峰异常,一般情况下可能与样品本身性质不良或者色谱系统惰性不良有关。

标准品和样品经过重新配置,更换样品瓶采用手工进样和自动进样的方式考察,结果变化不大,仍旧是甲醇出峰不良,内标和溶剂正常。可以初步排除样品、样品瓶、进样针等部分的问题。

那么色谱系统惰性不良的可能性比较大,参照农残分析的经验,系统惰性不良一般与衬管、石英棉和色谱柱有关。于是更换和去除衬管石英棉、清洗和更换衬管多次实验,色谱分析结果变化不大。再进行色谱柱排除,切割、老化色谱柱并更换新色谱柱,色谱图基本无变化。

最终确认问题发生于检测器,拆解检测器时发现 FID 喷嘴污染较为严重,表面发生明显的锈蚀问题。清洗喷嘴无效,于是更换新喷嘴再次实验,甲醇色谱峰会正常,故障解除。

2 小结

色谱故障发生时,建议考察整体色谱图,如果出现某个或者某些色谱峰出峰异常时,一般需要考虑系统惰性不良的问题,发生于进样口和色谱柱的惰性不良较为常见。该案例的色谱仪运行时间较长,实验室环境一般,造成检测器惰性不良,这种情况相对较为少见,往往会被普通的色谱维修工作者忽视。