

以安捷伦 7890 为例解析气相进样不出峰的原因

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：气相色谱进样不出峰，是色谱分析中常见的情况。本文以安捷伦 7890 ALS+FID 为例，解析一下其不出峰的原因。

关键词：气相色谱，不出峰，检测器

注：这里先确定目标化合物适用于气相色谱且检测器选取正确。

1. 色谱要出峰，那先要保证真的注入了样品，样品没进入到进样口，那是不会出的，或者不是你要的峰。

1.1 首先排查进样针，要有针，如果上个使用者发现针有异常，拆下清洗，但又忘记了装回去，针都没有，那就真的没峰，啥峰都没有。

1.2 针拆装过，确认推杆螺母拧紧的，如图，推杆螺母没拧上，那针推杆是不会动的，也就不会吸取样品，不能正常出峰。

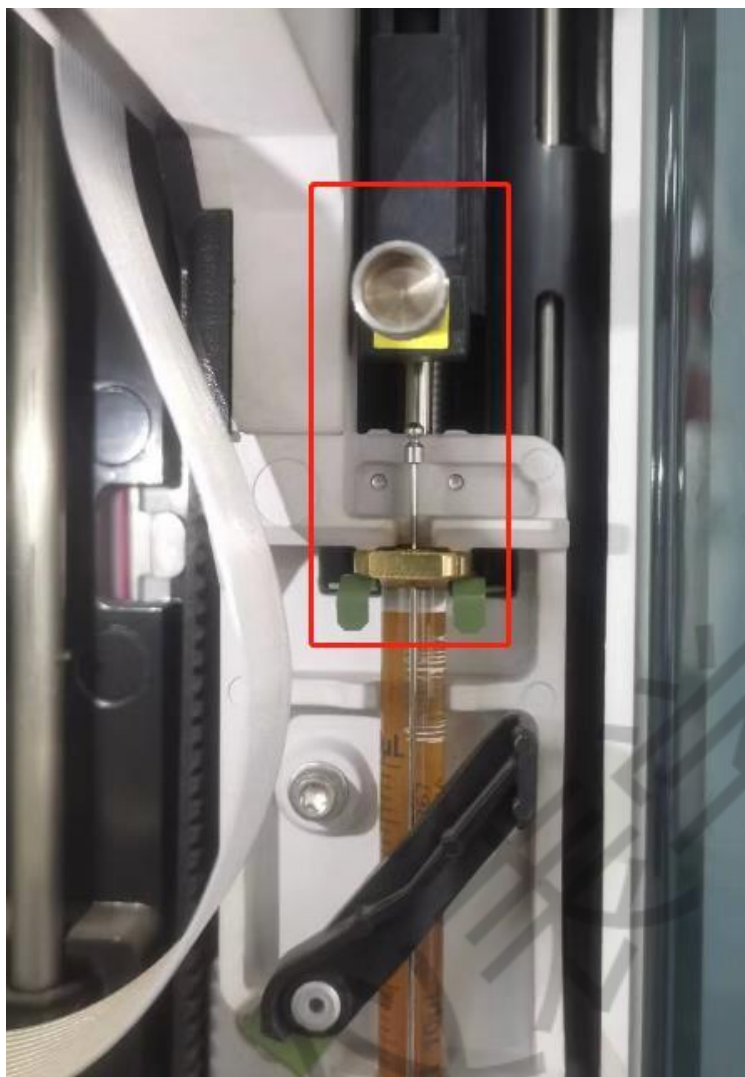


图 1

1.3 针尖堵了，表现就是不能正常吸取液体，此时可以手动吸取洗针液来判断。

1.4 样品瓶位置设置错误，那当前采集方法不适用于这个错误的样品，就不能正常出峰。对于 16 位进样盘，即使取样位置没有瓶子，进样器不会报错，正常运行。对 150 位进样盘，取样位没瓶子会报缺失样品瓶。如图，如果样品盘位置放置错误，样品实际放置在 1 号位，但是盘标识上市 101 号，如果输入瓶编号为 101，恰好 101 位上又有瓶子，但当前方法不适用于这个错误的样品，也会导致不出峰。

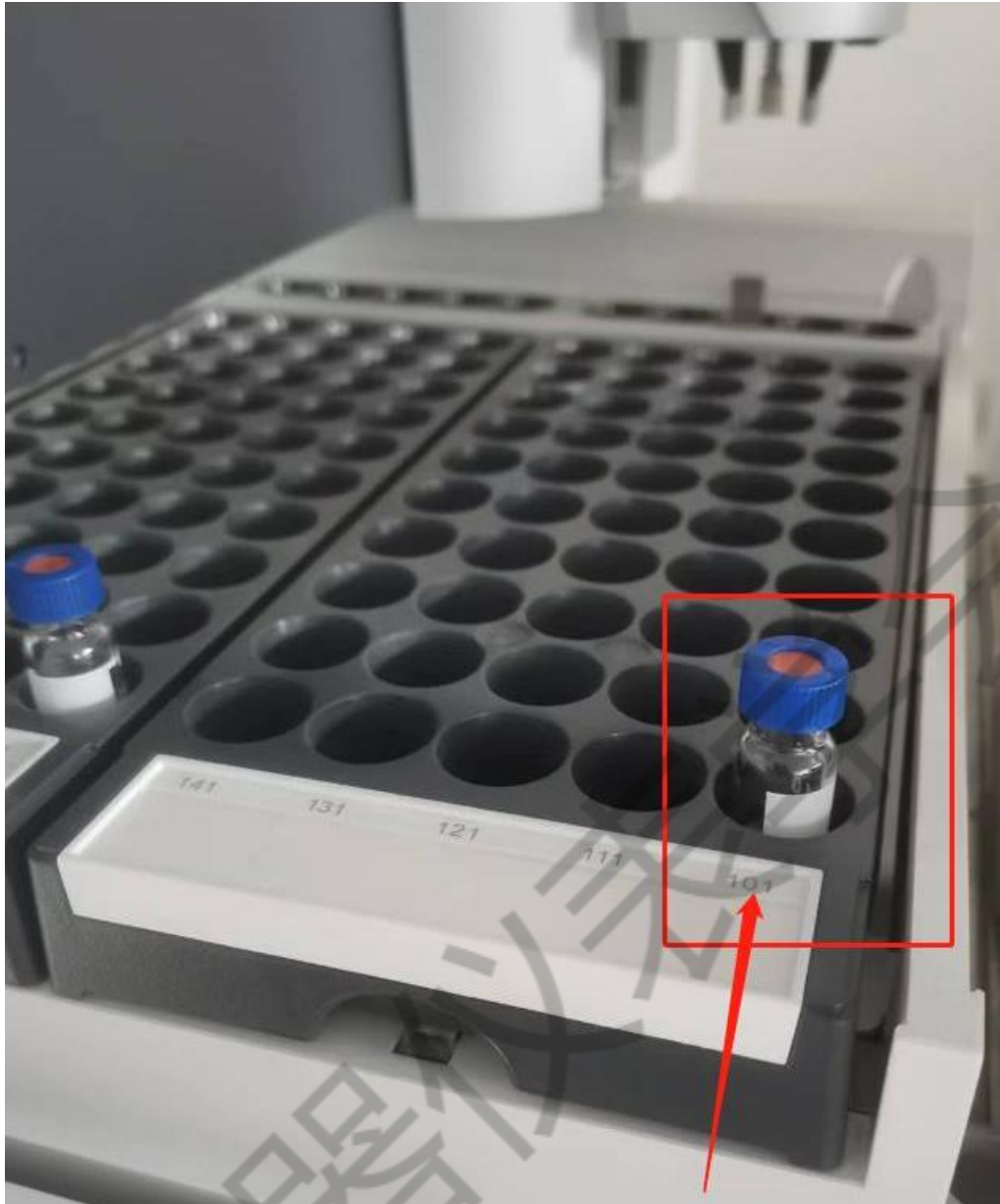


图 2

1.5 样品液位太低，进样针吸不上液体，此时可以降低取样高度，如图 3。或者使用内插管

前进样器

进样

进样针规格: 10 μ L

进样量: 1 μ L

进样前: 0 min

进样后: 0 min

采样深度

☒ 启用 -1 mm

清洗和抽吸

进样前

进样后

体积 (μ L)

溶剂 A 清洗: 3 7 最大

溶剂 B 清洗: 0 0 最大

样品清洗次数: 3 最大

样品抽取次数: 6

推杆速度 (自定义)

☐ 快速 ☐ 慢速 ☒ 自定义

抽取

排出

溶剂清洗: 300 μ L/min 6000 μ L/min

样品清洗: 300 μ L/min 6000 μ L/min

进样: 6000 μ L/min

粘度延迟: 0 秒

图 3

注：针对 1.2，1.3 和 1.4 的 16 位进样盘以及 1.5 的情况下，虽然出峰不正常，但在溶剂峰处还是会有一个明显低于正常溶剂峰的峰，这是洗针时针尖沾取的溶剂峰。因此发现溶剂峰很小时，就可以检查螺母和针是否有堵。也可以在进样过程中观察针是否吸进了样品。

1.6 进样口加热没开启，或者温度不够，样品进入进样口都没能气化，如图 4

选择...

ALS

前进样器

样品盘 / 其他

进样口

SSL - 前

SSL - 后

色谱柱

柱箱

检测器

FID - 前

uECD - 后

事件

信号

配置

其他

色谱柱

模块

ALS

计数器

分流-不分流进样口

☐ 加热器:

实际值: 30.3 $^{\circ}$ C

设定值: 60 $^{\circ}$ C

☒ 压力:

2.5 psi

2.4637 psi

总流量:

18.5 mL/min

18.5 mL/min

☒ 隔垫吹扫流量:

3 mL/min

3 mL/min

隔垫吹扫流量模式:

标准

进样模式 (分流 30 : 1)

分流

分流比: 30 : 1

分流流量: 15 mL/min

图 4

1.7 进样口配置错误，对于有前后进样口的情况下，进样器所在进样口和柱子所接的进

样口不一样，导致样品没进入到柱子，不出峰。如图 5，进样器在前进样口，但柱子接在了后顶空的进样口。

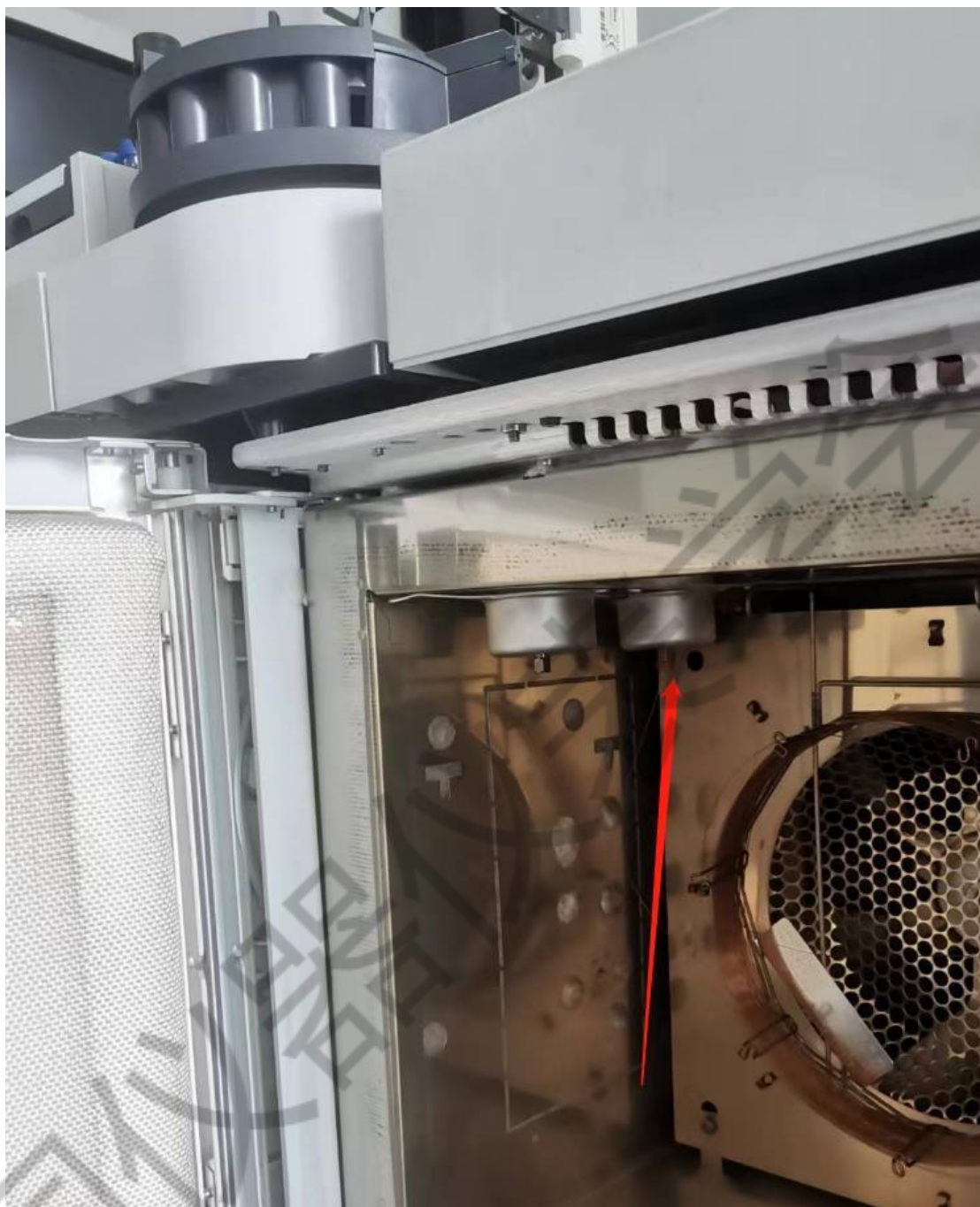


图 5

注：此时前进样口用了死堵，否则压力不会就绪。

1.8 运行的空白，进样器没进样，直接开始采集数据，如图 6。

样品信息: 7890A

操作者姓名: 系统

数据文件

路径: D:\Data\HPLC\化工产品\ 子目录: 20230511

命名模式

信号 1: <样品名称><计数器> 计数器: 01 长度: 没有设定 增量: 1

邻苯二甲酸酯-1.D

前样品参数

样品瓶/位置: (若没有输入则空白运行)

进样量: 0

样品名: 邻苯二甲酸酯

样品量: 0

乘积因子: 1 稀释因子: 1

内标含量: 0

注释:

图 6

1.9 进样口温度设置过高, 样品热不稳定, 有分解。衬管、分流平板严重污染, 或者分流平板镀金层脱落, 对目标物有吸附, 此时需要更换衬管和分流平板。图 7, 严重污染的衬管



图 7

1.10 对于不分流进样，吹扫时间设置为从 0 开始，也会不出峰。如图 8



图 8

注：该条原因来自安捷伦在线工程师 zhaopu

2. 柱子

2.1 柱子有堵，比如保存柱子时，需要用隔垫来封堵柱子，或者穿过隔垫做定位时，隔垫碎屑会进入到柱子。而此时如果柱子没有切割，那就堵了，堵了就没戏了，没峰了。排查方法很简单，就是拆下检测器端的柱子，直接插入洗针瓶，观察有没有气泡冒出来。此方法还可以判断柱子是否断裂，如图 9。

中国仪器仪表装备网

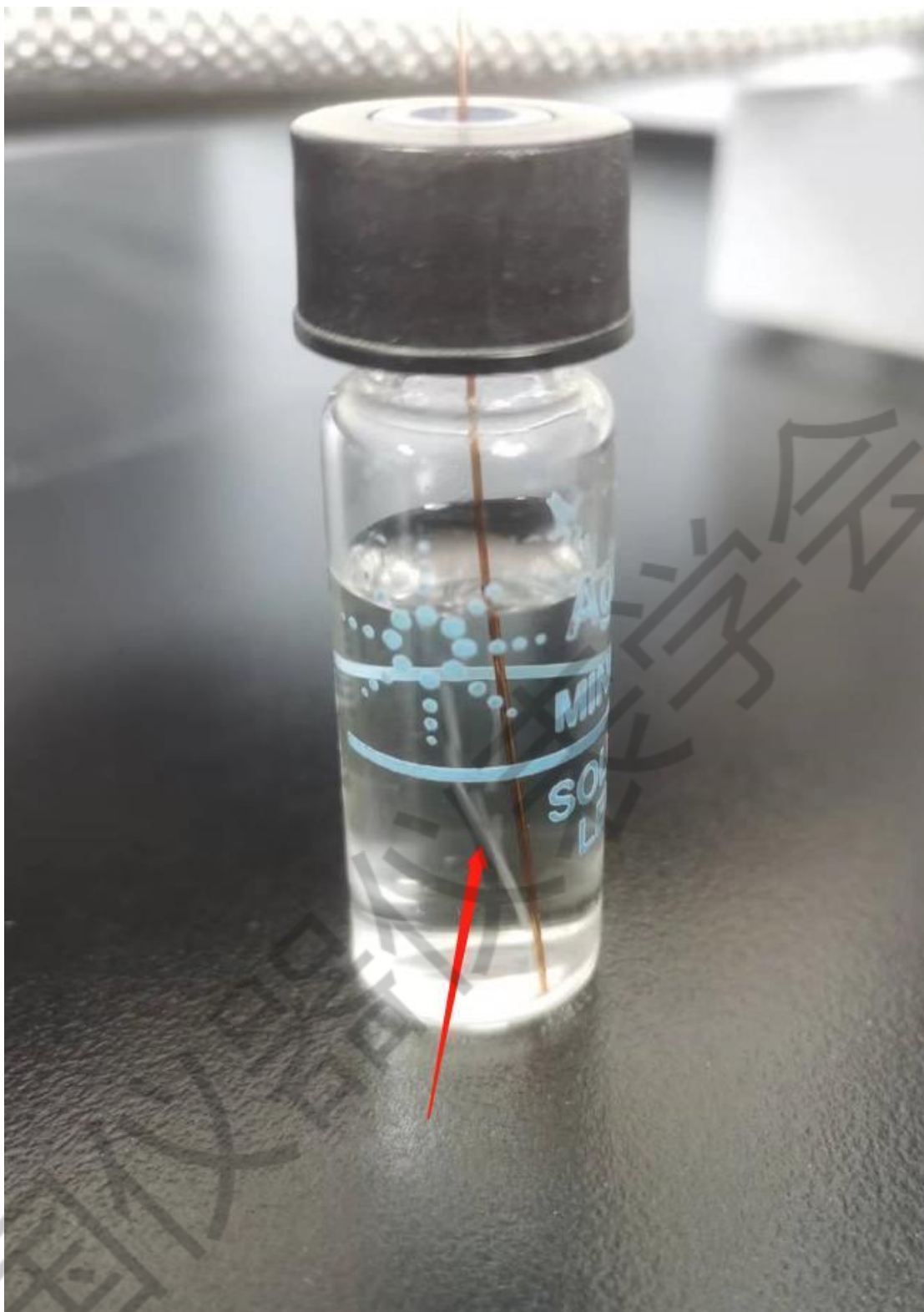


图9

注：柱子堵了，仪器不会报错；柱子在出口端断，仪器不会报错，但在进样口端断，会报错。老师讲过，要考。

2.2 柱子选择错误，包括错误的极性，长度，膜厚。选用了保留更强的柱子，那在理论

时间出峰的化合物需要更长的时间才能出峰，导致“不出峰”。选用了保留更弱的柱子，导致低保留的化合物与溶剂一同流出，导致“不出峰”。

2.3 柱温不合适，过低的柱温导致高保留的化合物还没来得及出峰，导致“不出峰”。过高的柱温导致低保留的化合物与溶剂一同流出，导致“不出峰”。

3. 检测器

3.1 同进样口一样，检测器没开加热，没点火，那只会有基线，不会出峰，如图 10。

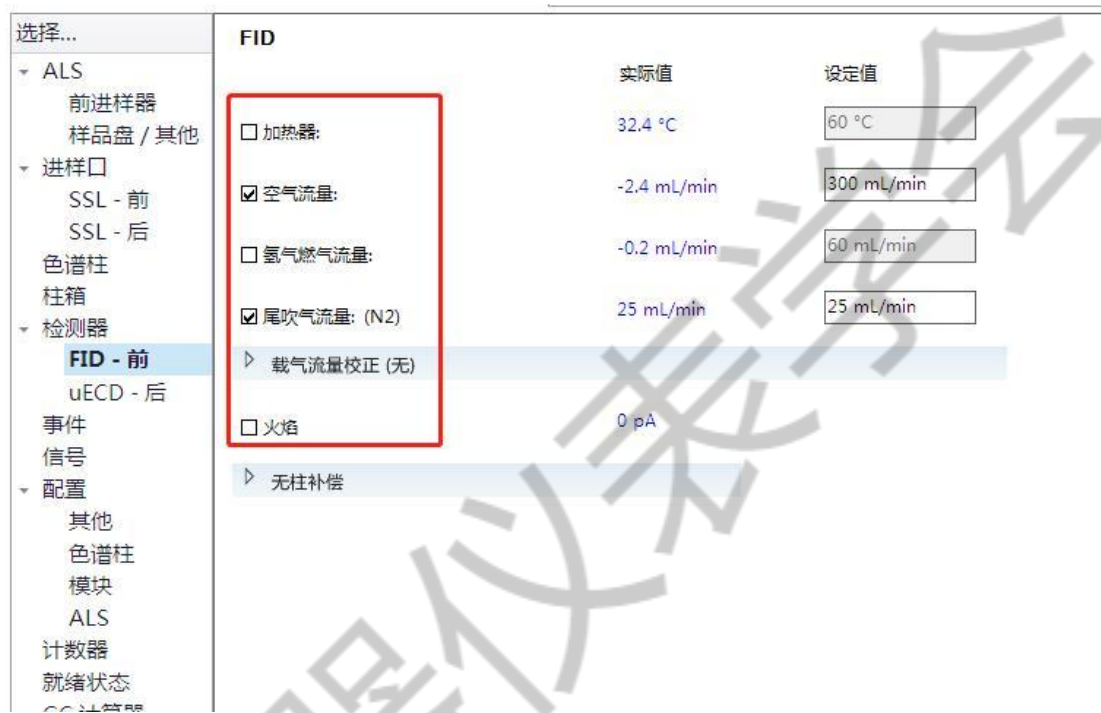


图 10

3.2 同多进样口，对于有多个检测器下，方法是需要用前 FID 检测器，实际柱子接在了后 ECD 上，不出峰。如图 11

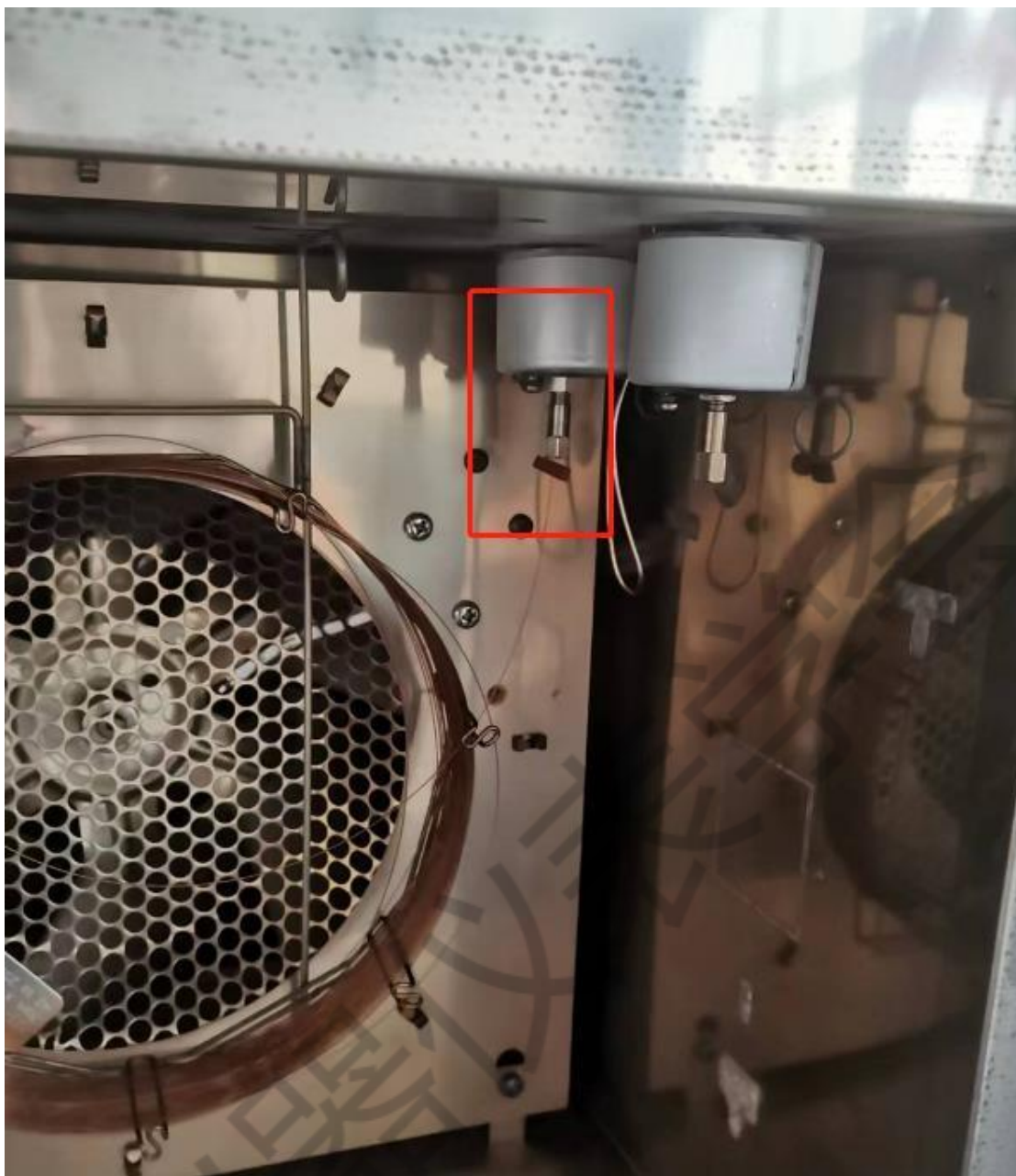


图 11

注：此时前检测器用了死堵，否则不能正常点火就绪。这个知识点超纲了的，只是在 FID 点火异常科目会考。

4. 软件

4.1 工作站中没有选中采集 FID 信号，采集后信号没保存，也会呈现出未出峰的现象，如图 12。



图 12

总结：气相没出峰，就是样品没正常气化，进入柱子，经过柱子分离后，在检测器上电离，把 C+信号传递到显示器上。原理就这么简单，一步一步排查就可以了。针对气相不出峰，还可以参见安捷伦的直播回放，扫图 11 的码即可。或者在安捷伦微学堂小程序搜索不出峰，即可观看。



图 13

针对 GCMS 不出峰，也可以在安捷伦微学堂小程序中的 GCMS 全面提示网络培训中免费试看，如图 14



图 14

最后彩蛋，本文完成时间

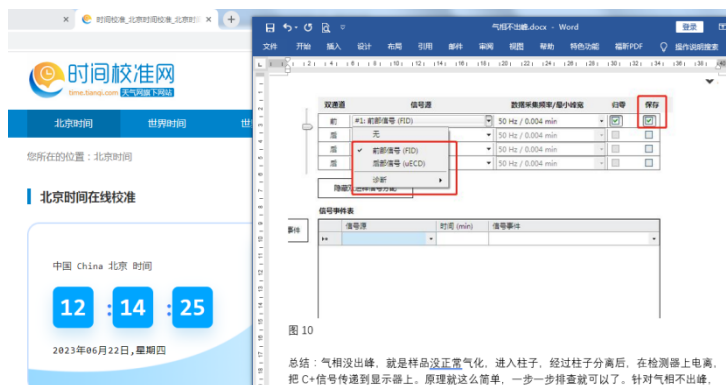


图 10

总结：气相没出峰，就是样品没正常气化，进入柱子，经过柱子分离后，在检测器上电离，把 C+ 信号传递到显示器上。原理就这么简单，一步一步排查就可以了。针对气相不出峰，

你都看到这里了，还不点个赞吗？