

关于气相色谱进样口压力异常解决方法的总结

张素霞

(山西兰花科技创业股份有限公司新材料分公司)

摘 要: 本文简要阐述气相色谱仪在运行过程中出现进样口的压力异常时所采取的排查方法和解决办法,通过分段排查和各种试验,找到问题的根源,快速有效解决了气相色谱进样口压力异常的问题,使仪器恢复正常运行。

关键词: 气相色谱;进样口;压力

0 前言

气相色谱广泛应用于现代分析技术,我们在分析工作中常会遇到仪器报错,需要分析人员根据报错信息选择不同的处置方式进行处置,维护、修改仪器参数或报修。本文就双氧水工作液分析中遇到气相色谱仪进样口的压力超压问题,来谈一谈是如何进行排查、判断和解决进样口超压问题的。

1 问题成因

本公司使用的是岛津公司的GC2010PLUS气相

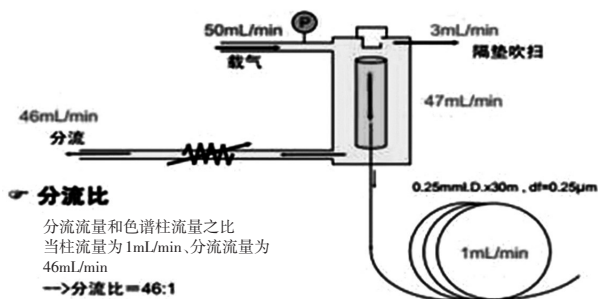
色谱仪,在分析工作中采用分流进样方式,某日在进行双氧水工作液溶剂比分析时,气相色谱在运行过程中出现“CAR1AFCLLeakerror”(载气泄漏)报错信息,仪器不能正常运行。

2 气相色谱仪分流进样口构造

从下面的分流进样口构造图中,我们可以看到,在分流进样中,总流量=隔垫吹扫流量+分流流量+色谱柱流量。分流进样时,进入进样口的载气总流量由总流量阀控制,而后载气分为两部分:一是隔垫吹扫气,二是进入气化室的载气。进样时,分流阀打

开,当样品进入衬管气化后,进入气化室的载气与样品气体混合后,又分成两部分:大部分经分流出口放空,小部分进入色谱柱。

采用分流进样的目的:1、减少载气中样品的含量,使色谱柱不超载;2、减小色谱峰展宽。



3 排查思路及解决办法

(1)通常情况下,出现载气泄漏报警是需要对进样口进行维护了,所以停机更换了进样垫、O形圈、衬管。

维护进样口后,开机试验,仪器出现报错“CAR1AFCControlerror”(载气控制错误),12分钟后,报“CAR1purgeleakerror”(吹扫气泄漏)报错信息。

(2)查找报错日志,发现在第一次出现报错信息时,显示“压力为489.1kpa”。进样口压力设定值为85kpa,因此确定是进样口超压导致的报警,而不是进样口有载气泄漏。因工作液组分特殊,高沸点物质多,所以怀疑是出现了“堵塞”情况,所以更换了用于载气过滤的分子筛、分流流路和吹扫流路的捕集阱,并重接了色谱柱。

重新开机试验,仔细观察进样口压力,发现程序升温时随着温度的上升压力也出现了不断不涨,等进样口压力达到仪器设定的供气初始压力值时,仪器报错,说明管路有堵。怀疑分流流路有堵塞。

(3)拆下分流管路检查,发现分流管路中带液严重。平时仪器进样量只有0.1 μ l,出现带液说明是堵塞导致载气带不走分流的样品,样品积聚导致管路有残存液体。用氮气吹扫管路中液体,发现管路中虽然有液体,但并不堵塞,用乙醇清洗管路中液体,并烘干。

(4)安装清洁后的管路后再次试验,发现在升温程序开始后,进样口压力还是出现上涨报错现象,所以怀疑分流流路的电磁阀故障。

(5)拆下电路板,更换电磁阀后,进样口载气压力得到控制,仪器运行正常。

通过几上分段排查方法,找到了进样口超压的原因,并有效解决。

4 优化分析方法

因工作液溶剂组分比较复杂,高沸点物质较多,对方法要求比较苛刻,为延长分流流路电磁阀使用寿命,认真分析和总结了目前工作液溶剂比分析方法中存在的不足,通过调整仪器参数(如色谱柱流量和分流比),并经过多次试验比对后,对分析方法进行了优化,以保证仪器长周期稳定运行。

5 结束语

气相色谱仪作为有机物质分析的主要手段,在原料和产品检验、生产控制分析中起到了非常重要的作用。为保证仪器正常运行,仪器的日常维护是分析工作中重要的一个环节,不断学习仪器构造及分析原理,是提高排查诊断问题的有效手段,通过学习总结可以提高业务技能,不断优化分析方法,为生产控制提供准确可靠的分析数据。