



气相工作者必知二三事

作为一名气相工作者想让气相色谱仪器工作正常而且能保持好的检测效果，日常的维护和良好的使用习惯可是必不可少的，今天就给大家总结几点，作为抛砖引玉，仅供大家日常使用的参考。

1、按仪器使用说明书的规程操作 这一点主要是针对新购置和安装的仪器，不仅要清点零部件与备件是否齐全，更要检查说明书是否齐全，一定要妥善保管这些资料，以备日后查阅。在独立操作仪器前，一定要认真阅读有关使用说明书，并且严格按规程操作。这是做好仪器分析的前体，而且当仪器出现问题时也方便与厂商沟通。特别是还在保修期的仪器，如果因为操作不当产生的故障或者损坏，厂商可是不会免费维修的，有时这笔费用还是相当客观的。

2、准备一份色谱柱的测试标样 色谱柱性能时保证分析结果的关键。新购置的色谱柱，首先要用测试样来评价其性能，如果采用色谱柱厂商提供的测试条件而结果不合格时，可以要求退换货，以免造成后续实验的问题。更重要的是，之后使用过程中色谱柱的性能会发生变化，当分析结果出现问题时，可以用测试样测试色谱柱，并与之前结果进行比对，这样有助于问题的排查，以确定问题时候是因为色谱柱造成的。每次测试结果都应该保存起来作为色谱柱的寿命记录。另外，进行一段时间的试验之后，应该对色谱柱进行一次高温老化，以除去柱内可能残留的污染物，然后用测试样再次评价色谱柱。

3、及时更换毛细管色谱柱密封垫 石墨密封垫漏气是气相色谱常见的故障之一。一定不能在不同的色谱柱上重复使用同一密封垫，即使同一根柱子卸下重新安装时，最好也要更换新的密封垫，这样能保证更高的工作效率。如果装上色谱柱后发现漏气而再更换密封垫则会浪费更多的时间。即使就得密封垫可以使用，也需要比新的多拧紧些，容易拧断色谱柱。

4、使用纯度符合要求的气体 载气一定要是高纯级的，以避免干扰分析和污染色谱柱或检测器。毕竟色谱柱的价格是高纯氮气或者氦气的十倍以上，如果因为省钱而用普通气体未免有些得不偿失了。检测器的辅助气体最好也用高纯级的。虽然在灵敏度要求不高的时候可

以用普通气体，但代价很有可能是造成检测器污染。

5、定期更换气体净化器填料 变色硅胶可以根据颜色来判断其性能，但分子筛等吸附有机物的净化器就不好通过观察来判断了。所以最好是定期更换，基本以 3 个月为周期。如果硅胶与分子筛装在一起，更换硅胶时也应该更换分子筛。

6、使用性能可靠的压力调节阀 装在气体钢瓶上的减压阀要保证质量。有些新阀就会存在漏气的情况，所以需要经常检漏，随时发现问题。如果不注意轻则造成气体浪费，重则会 出现安全问题，后果不堪设想。

7、定期更换进样口隔垫 进样口隔垫漏气是气相色谱的常见故障之一。有些仪器有自检功能可以发现漏气，但是有些微小的漏气问题也是不能保证发现的，更有些仪器就没有自检功能，漏气就更是无从查起了。曾经就有 GC-MS 的初学者一夜之间漏完了一瓶氦气，而且质谱图上有一些含硅的离子峰。检查各个管路、连接阀均未发现问题，最后才发现是进样口隔垫使用太久，中间竟然已经出现了透光孔，氦气就是从这里漏光的。此外，隔垫老化降解也会造成分析结果的干扰，比如隔垫碎屑就会掉进汽化室造成鬼峰的出现，就如上面所说的含硅的离子峰。市售的隔垫一般分为三种类型，普通型（可耐温至 200℃）、优质型（可耐温至 300℃）和高温型（可耐温至 400℃）。耐高温或抗老化性能越好、寿命越长，价格当然也就也就越高。选择时可以根据实际分析条件和需求决定，常规分析实验室（汽化温度不超过 300℃）选择优质型的隔垫就可以了，做高温气相分析时最好选取高温型隔垫。至于多久更换一次隔垫则需要看分析样品的性质和分析条件了。常规检测性实验室一般每天更换一个。一个隔垫的连续使用时间最好不要超过一周，当然对于经验丰富的“老司机”是可以凭经验、手感之类的判断是否需要更换的。

8、及时清洗注射器 干净的注射器能避免样品记忆效应的干扰。更换样品时需要清洗，用同一样品多次进样时也要用样品本身清洗注射器。一支注射器暂时不用时（比如放假时），更要彻底清洗，否则残留在其中的样品可能将针芯粘住，造成注射器的报废。使用自动进样器时也要注意此问题，最好经常更换和清洗注射器。

9、定期检查并清洗进样口衬管 仪器长期使用后会发现衬管内积存有焦油状物质，这是样品中的不挥发成分造成的。此外还会有颗粒状物质积存（隔垫碎屑、样品中的固体物质），这些都会干扰分析的正常进行。因此要定期检查，及时清洗。值得注意的是，现在的衬管中已经填充了一些经硅烷化处理过的石英玻璃毛，既可以提高样品的汽化效率，又能防止隔垫碎屑进入色谱柱造成堵塞，也可以根据实际需要更换或者增减玻璃毛，以期达到更好的效果。

10、保留完整的仪器使用记录 仪器使用记录是仪器的履历，应逐日记录，包括操作者、

分析样品、条件、仪器工作状态等，一旦仪器出现问题，这是查找原因的重要资料。一些研究性的实验室往往不太注意仪器使用记录的填写，这是需要注意的问题。

11、更换零部件要逐一进行 维修仪器时，不要一次更换多个部件，这容易造成故障原因的判断失误。应该一次更换一个部件，经测试后再更换另一个。这样既可以更准确的判断故障原因，也能避免不必要的开支。