气相色谱仪故障经验分析*

孙元璐

(包头钢铁(集团)有限责任公司节能环保中心,内蒙古 包头 014010)

摘 要: 文章介绍了气相色谱仪从气路进气系统到温度系统再到进样系统实验操作过程中可能发生的主要故障,并提出了相应解决方法。气路系统一般常用试漏法解决泄漏等问题;温度系统问题常用更换部件解决来自内部的电路问题;进样系统可通过依次排除法判断分析各种不同的故障种类并解决。

关键词: 气路系统;温度控制;进样系统;故障分析

中图分类号: O657.7+1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1009-5438(2020)01-0086-05

DOI:10.13647/j.cnki.btgkj.2020.01.025

Experience Analysis on Faults of Gas Chromatograph

Sun Yuan-lu

(*Energy Conservation and Environmental Protection Center of Baotou Iron & Steel (Group) Co., Ltd., Baotou* 014010, *Inner Mongolia Autonomous Region, China*)

Abstract: In this paper, the possible main faults of gas chromatograph in the experimental operation process from inlet system of gas path to temperature system and then to sampling system are introduced as well as the corresponding solutions are put forward. Normally, the leakage test method is applied to solve such problem as the leakage in gas path system; the internal electric circuit problems in temperature system are solved by replacing components; different kinds of faults in sampling system could be judged, analyzed and solved with the sequential exclusion method.

Key words: gas path system; temperature control; sampling system; fault analysis

气相色谱法自20世纪50年代至今已成为环境科学、材料科学、食品安全、药物研发等很多领域必不可少的高效分离技术与检测方法。随着从业人员的增加实验室里的气相色谱仪也逐渐得到普及,但其中很多从业人员都是初级技术人员缺乏实际经验。此外,很多企业或研究所为了保证检测数据和研究结果的可靠与快速,在购置气相色谱仪时,选择进口仪器。这就导致了由于进口仪器很多智能化的设置,在提高效率的同时一旦出现说明书中没有的故障对于经验不足的操作人员就变得束手无策。所以本文将着重对于实际操作中出现的问题或故障分别从气路系统、温度系统、进样系统进行诊断分析。

1 气路系统的故障分析

气路系统是气相色谱仪中的重要组成部分,其结构由载气、减压阀、净化器、稳压阀、稳流阀、流量计、汽化室、色谱柱、检测器组成。其中每一部件都可能导致气路故障,但可归纳分为两大类型:流量调节故障;气路泄露故障。

1.1 流量调节故障

一般常出现的3个故障为:流量未升至预定值、流量过大无法调节、流量调节后不稳定等,其判断及

* 收稿日期:2019-08-13

作者简介:孙元璐(1984-),男,内蒙古包头市人,工程师,现从事环境保护工作。

解决方法总结如下。

1.1.1　流量未升至预定值

日常实验时按仪器气路操作步骤顺序调节各流路控制阀件。若调节流阀或流量针阀调节未果，气路流量仍不上升到预定值，则认为是此故障，判断方法见图 1。解决方法如下:

(1) 排查是否漏气: 如果能听到漏气声，那说明漏气巨大，采用听声辨位，按照声音方向依次排查。如果基本没声音，需用皂液检漏法在分子筛，载气瓶等一些外部设备处查漏，因为一般情况下分子筛、载气的问题可能性最大。(漏气导致的不仅仅是流量调不上去，还会出现没压力以及打不着火的情况。)

(2) 排除漏气情况下则检查柱前压: 柱前压太低则观察钢瓶高压是否在 1 ~ 15 MPa 之间，若不在范围则换载气。若钢瓶高压正常需在减压阀低压输出检查，调节钢瓶压力可否调到 0.25 ~ 0.60 MPa 之间，若能调到数值则怀疑气路过滤器接头有堵塞或仪器稳压阀问题。其方法为: 将过滤器出口到仪器气源入口处的气接头慢慢拧开，观察是否有强气流从内顶出，要是无气流出则可能是过滤器出入口前后堵塞，打开清理即可。也有可能是中间管线堵塞但概率极小。要是有气流顶出说明过滤器不堵，很可能是稳压阀不出气，可按说明书拆卸清洗，其中稳压阀内阀与阀座堵塞应更换。若不能调至该数值之间则判断为减压阀问题，由于减压阀入口侧有高压建议联系厂家专业更换。

(3) 在上述调节柱前压时若柱前压正常则怀疑仪器内部气路。先把柱入口侧气接头拆下，观察流量计转子能否升到顶端。不能升到顶，说明柱前气路堵塞。其方法为: 转开流量计出口端再观察转子能否到顶，这时要是可以到顶则判定进样堵塞。可更换进样口隔垫或橡皮塞，注射过多导致; 要是转子不能升到顶则流量阀与管路堵塞，用分段试堵判断流量管路堵塞情况，如果流量计前管路正常则拆下流量控制阀并清洗。

若柱入口拆下流量计转子可以升到顶端，将柱入口恢复再拆下柱出口观察流量计转子能否调到预定值，如果可以判定为柱后管路及检测器堵塞; 若转子不能调到预定值则可能是填充柱过紧，具体原因是填充柱用的担体数目太大导致气阻过大，可采用目数小担体或剪短色谱柱长度使其调到预定值。

1.1.2　流量过大无法调节

在化验分析过程中经常会有流量大到无法调节的时候，这种故障一般有 3 种原因: 流量计后气路泄露、气路气阻太小、流量控制阀件损坏。

解决方法先堵住气路出口，观察流量计转子是否能下降到零位。如果不能，则很大可能是漏气问题。如果能说明系统不漏气，再观察流量调节阀转动时流量是否有较大变动，若有就加大气阻，若无则是阀件的问题，必要时更换。

1.1.3　流量调节后不稳定

通气路后虽然流量可调到预定值但随时间增长总是变大或变小，产生的原因很多，例如柱温漂移、气源压力值太低、阀件松动、气路上游漏气等，因此依然如上述排除法逐一进行判断。

解决办法: 首先观察钢瓶供气减压阀压力是否太低，正常是 0.30 ~ 0.50 MPa。太低则在仪器内部阀件调节降压，若小于 0.05 MPa，这样不能满足稳压条件，导致输出流量不稳。对于空气气路来说，所有气源工作压力都在一定范围波动，因此流量随压力变化而无法避免。若供气减压阀压力正常，则观察柱室温度是否缓缓升降。由于柱温的变化会明显改变色谱柱中固定相对气流的阻力，因此观察柱温最为直接与简便。柱温不稳时先系统内调节，还不稳时则可能是温控部件有损坏。如果温度稳定则采用"阀前试漏"[1]。

1.2　气路泄漏故障

一般气路泄漏故障主要分为气路整体漏气和气路接头漏气。

1.2.1　气路整体漏气

通常检查泄漏方法都用试漏法[2]:

(1) A 级试漏: 对气路严重泄漏直接用听取判断。

(2) B 级试漏: 对气路中轻微泄漏方法是堵住气路出口，观察气路中流量计转子能否下降至零位。

(3) C 级试漏: 对气路中极小漏气的检查，方法是堵住气路出口，观察压力表 30 min 内没有 5 kPa 以上的下降为不漏气。

1.2.2　气路接头漏气

关于接头泄露有两种情况，分别是接头未拧紧和滑扣、脱扣、接触面损坏造成的泄露。对于接头未拧紧的泄露直接拧紧即可，而对于滑扣、脱扣引起的器件永久性损伤的泄露应该及时更换器件。

最常用的检漏液为肥皂水，当然常用的还有乙醇。适用范围主要是气路阀件、检测器等小体积部件。方法是将待测部件出口堵，放入无水乙醇容器

中,全部浸入后供气观察气泡。

虽然检漏液方便试漏,实际也存在很多弊端。比如在很干净的地方试漏,检漏液本身就是一种污染,之后必须清理干净才行。有时检测器检漏液会有电击危险。理想状况下电子检漏仪最合适,但同时价格太高。

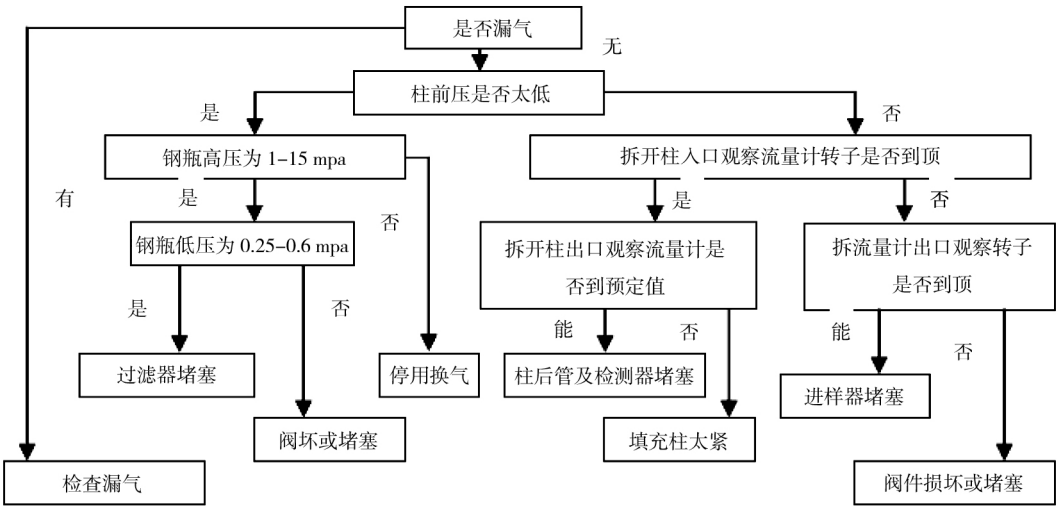


图1 流量调不上去诊断图

2 温度控制系统的故障分析

温度控制系统是气相色谱仪最重要的控制部分。其主要问题包括柱室温度、检测室温度和汽化室温度的故障。

2.1 柱室温度故障

2.1.1 柱室不升温

通常情况下柱加热灯亮,并已经设定好设定值,但柱温却迟迟不升则为柱室不升温的问题。一般原因有:柱加热丝断,引线开路,电源保险丝断(可能很小),可控硅故障,温控板损坏,温控单元内部引线断路。

排除诊断方法:先看电源指示灯亮否;亮就再观察柱加热指示灯,柱加热灯亮再看测炉丝通否,通则电缆引线断,不通则炉丝断路。柱加热灯不亮就看柱保险丝(概率很小),再观察铂电阻通否,通就是温控单元故障,不通铂电阻及引线断。若电源指示灯不亮观察汽化室升温否,升就是电源灯问题,不升观察电源保险丝通否,不通换保险丝,通就是插头引线损坏。

2.1.2 柱室温度失控故障

打开柱室加热电源,温度升但超过设定值为此问题。原因如下:可控硅击穿,加热丝与机壳相碰,铂电阻一路短路,温度敏感桥路给定电阻一路开路,温度板损坏。

诊断方法:先观察断开铂电阻是否继续失控,是就取下温板,继续失控就可把保险丝一起取下,如果还失控为炉丝与机壳相碰同时可能相线中线接反,保险丝取下不失控就说明可控硅阴阳极击空。若取下温板就正常说明柱室温控电路问题。若一开始断铂电阻就正常,就看是否铂电阻电器短路,不是则测温敏感桥的故障。

2.1.3 柱室温控精度差

其原因有温控放大倍数低,铂电阻问题,过温保护电路调节不当,温控单元地线未接,温控加热板元器件不稳,铂电阻给定电路引线接触不良。

诊断方法:先观察柱温是否呈周期性波动。是则观察放大灵敏度足够否,否为温控单元放大倍数问题,足够的话在观察过温保护与温度变化同步否;同步就需要重新调整过温保护电路,反之就是铂电阻及柱箱外罩位置可能不对。柱温不呈周期性波动的时候观察温控单元接地是否良好,不是为重新接地,良好情况再观察铂电阻给定电路拔线是否良好,不好则为温度敏感桥电路接触不良,若良好把柱、检温板换后看是否正常,正常说明可能为柱室温控电路板的问题,异常可能是周围电路虚焊接触不良导致。

2.2 检测室温度故障

检测室产生故障的原因一般为: 检测室不断升温,检测室温度失控,检测室温度调不到预设高温,检测室温度波动大。其问题与柱室及其相似故诊断方法也可依此类推。

2.3　汽化室温度故障

汽化室问题与柱室完全一样,解决方法也大同小异,主要是通过分析把无规律的故障可能性规划成有规律的定性经验排除法。

汽化室升不到高温的诊断方法(因为柱室和检测室温控电路都采用闭环控制且功率大,因此交流稳压电源最好只给汽化加热供电[3]) :

先观察汽化加热灯是否亮,若亮为铬铁心或引线桥的问题,若不亮观察可控硅阴极电压是否 0 ~ 0.1 V之间,在范围就是可控硅的问题需要更换,若可控硅完好就是引线断或脉冲值小的原因。要是不到 0 ~ 0.1 V 观察直流电源正常否,异常则检查交流电是否正常; 交流电异常就是次级线圈回路原因,交流电正常全桥有故障。直流电正常,调 3 ~ 9 Ω 间电阻,调不到则是电阻波段开关的问题,能到范围再调 1 ~ 2 Ω 间电阻,能到范围则是触发级故障,不能为触发次级开路。

3　进样系统的故障分析

气相色谱在进样过程中主要出现的问题是由样品汽化引入柱子时不同种类的柱子而引起的。柱类问题大致分为填充柱和毛细柱两大类。

3.1　填充柱故障

常见故障问题包括: 分解,反冲,泄漏。

分解: 填充柱进样口容积较小,使用高流量载气时,与毛细柱相比进样口分解并不严重。由于进样口的活性,不使用玻璃衬管时,极性样峰会拖尾或在进样口分解。可采用柱内直接进样,用脱活的玻璃衬管,降低进样口温度等措施。

反冲: 当进样体积大于衬管容量时会出现反冲,体现会有鬼峰出现,峰面积不重复等现象。只要减少进样体积即可。

泄漏: 一般指隔垫漏气,隔垫使用时间过长导致,一般注射 100 ~ 200 次则更换。具体体现在保留时间延长、漂移。检测器噪音大等现象。

3.2　毛细柱故障

毛细柱故障又分为分流和不分流两种情况。

3.2.1　分流

分流首先适用于不能稀释后进行分析(溶剂) 的样品; 不能聚焦或用阀进样的样品; 以及在溶剂峰出现前很重要的小峰直接流出(溶剂分析) 的样品。

分流进样产生的展峰鬼峰,一般由于色谱柱安装不正确、分流流量低、进样口温度低导致。另外还有注射器针头质量以及注射手法快慢稳健有关。

毛细柱进样故障主要由分流导致,其可能故障及原因见表 1。

表 1　分流进样故障问题表

现象	原因	解决方法
峰面积小,丢失峰,产生新峰	进样口太热	降低进样口温度 50 ℃ 重新评价
	进样口太脏	清洗或更换衬管
	与金属可能接触	用玻璃柱衬管
	填充物有活性点	去除填充物
	衬管有活性点	更换衬管类型,减活衬管
	停留时间太长	增加分流量,增加柱流量
针污染	进样口温度太低	增加进样口温度 50 ℃ 重新评价
	针停留时间太长	使用快速自动进样器
进样口歧视	进样口温度太高	降温 50 ℃
	进样口停留时间短	降低分流流量
	无玻璃纤维	衬管中部放玻璃纤维
	分流太高	降低分流流量
	进样量太大	降低进样量
宽峰	分流速太低	增加分流流量
	进样口吸附	更换衬管,去填充物
	色谱柱过载	增加分流流量
峰面积不重复	分流比波动	查漏
	样品反冲	降低进样口温度
	进样量不稳定	用自动进样器
	降解	去除衬管填料
保留时间不重复	进样隔垫漏气	换隔垫
	过载	增大分流比,减进样量
	柱降解	剪短柱端 0.5 m

3.2.2　不分流

采用普通分流进样口,通过在进样中关闭分流阀实现的。主要问题一般有吹扫设置不当、降解、不适当的聚焦、反冲有关。如果进样量过大或衬管太小,样品蒸汽会通过隔垫吹扫管路而损失,导致重现性差和非线性。进样温度、衬管体积和进样量匹配是关键,改衬管类型或用硅烷化试剂对衬管和进样口脱活处理可减少峰面积损失以及鬼峰产生,除去

或减少衬管填充物也可以降低进样口活性。

4 结论

(1) 气路系统大多数故障都由流量所至。而流量调节问题基本均由泄露导致,一般常用试漏法解决即可。

(2) 温度控制故障大多为电路问题,维修电路居多,且柱室、检测室、汽化室问题判断思路异曲同工。

(3) 通过分析进样系统对于毛细柱的使用比填充柱更具有普遍性。大多数情况下分流比不分流更常用于一般化验分析,常引起的峰变化一般都可更换部件或调节温度解决。

参 考 文 献

[1] 吴烈钧. 气相色谱检测方法 [M]. 北京: 化学工业出版社,2006.
[2] 刘仲明. 气相色谱仪维修技术 [M]. 北京: 化学工业出版社,1990.
[3] 徐明全,李沧海. 气相色谱百问精编 [M]. 北京: 化学工业出版社,2013.

(上接第85页)

6 结束语

电解槽端侧板单元零件密集,焊接量大,焊后易变形。通过设计专用的胎具,在胎具上进行组装和焊接,并且采用合理的焊接顺序,可以有效的控制端侧板的组装质量和焊接变形。

参 考 文 献

[1] 魏煜凌,赖文软,朱道付. 500 kA 铝电解槽现场制作技术 [J]. 安装,2015,(11):32-34.
[2] 王大荣,赵成涛. 船型铝电解槽槽壳制作工法 [J]. 安装,2004,133(2):34-36.

欢 迎 刊 登 广 告

欢迎全国冶金机械及冶金工程技术咨询服务机构等相关行业在《包钢科技》杂志上刊登各类广告。

《包钢科技》编辑部