

Dani 顶空进样出峰灵敏度降低的故障维修案例

譙应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250013)

摘要: Dani 顶空进样器的样品瓶加压气体故障, 造成色谱分析灵敏度下降。该案例的故障原因较为少见, 需要引起注意。

关键词: 顶空进样器

1 背景介绍

某制药用户反映采用 Dani HSS-86.50 Plus 顶空进样器连接 Shimadzu GC-2010Plus 气相色谱仪系统, 分析某种药物中微量丙酮和乙醇溶剂残留实验中出现乙醇和丙酮色谱峰面积减小的情况。

故障发生时丙酮和乙醇的峰面积较之正常情况下减小约 1/3, 平行进样实验下重复性尚可。

2 故障的分析和预判

顶空-气相色谱仪分析系统如果发生问题, 首先应该简化系统, 单独测试气相色谱仪和顶空进样器, 以确定故障位置。

询问用户该气相色谱仪是否同时开展液体直接进样的检测项目, 是否这些项目也存在灵敏度下降约 1/3 的问题。用户反映液体分析项目结果正常, 那么基本可以排除气相色谱仪部分的问题。

既然顶空进样连续测定时的重复性良好, 那么顶空系统应该不存在六通阀磨损或者泄漏问题。

顶空出现灵敏度下降的常见原因, 往往与进样针——定量环——六通阀——排空阀这一流路的堵塞相关。此流路的堵塞造成样品气体不能有效充满定量环, 从而降低灵敏度。此外样品瓶加压压力的异常, 也会造成顶空分析灵敏度变化。

于是准备好相关的配件, 赶赴用户。

3 现场检查

现场检查用户色谱分析条件, 再次确认气相色谱液体进样状态下的灵敏度和重复性, 未

见异常。考察顶空进样器的分析条件和状态监视值，尤其是顶空瓶加压压力设定值，均未见异常。

然后启动 Dani 顶空进样，同时监测顶空进样器背面的放空出口流量。当进样器运行至“装载定量环”步骤时，顶空进样器放空出口流量正常，如图 1 所示，说明原先怀疑的流路可能不存在堵塞问题。

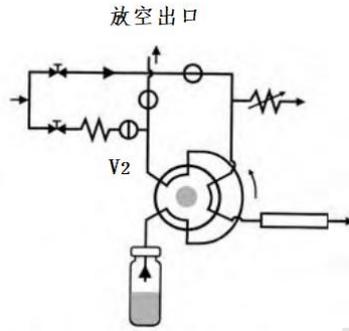


图 1 顶空装载定量环工作状态示意

为了进一步确认，将顶空进样针、六通阀以及相关管路和放空阀依次用洗耳球吹扫确认，上述所有部件均无堵塞现象。拆解六通阀观察定子和转子表面状态、定子的通孔、转子沟槽亦未见异常。

4 故障的解除

此时工作暂时陷入困境，决定再次考察顶空进样器的所有部件动作状态，利用 dani 顶空进样器的手工操作功能，断开附属管路，单独驱动放空阀、加压阀和六通阀，测试其开关和旋转是否正常，相关气体的通断状态是否正常。

当考察到加压阀工作状态时（图 1 中的 V2 阀），发现此部件不能完全关闭。当启动阀关闭命令时，阀出口仍然有气体流出。

那么再次考察图 1，正常状态下加压阀（V2）应该是完全关闭的。由于故障发生时，V2 阀的漏气造成定量环内的样品被“稀释”，从而使得最终色谱峰面积减小。

拆开加压阀（V2）检查，发现其内部的密封垫表面存在较多黑色粉末。询问用户，用户反映自行拆装过外围载气管路，怀疑载气铜管内存在污物，造成阀开关不良。

充分吹扫并更换不良载气铜管，更换新品加压阀，连续进样测试结果正常。

5 小结

色谱系统的维修，最为重要的是对于系统结构原理的理解。