

进样方式错误造成的保留时间漂移故障维修案例

譙应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250014)

摘要: 错误的分析习惯造成保留较强的溶剂滞留于色谱柱内, 最终影响色谱峰的保留时间。并对保留时间发生延迟进行粗略原理性的推断。

关键词: 进样方式;保留时间

1 背景介绍

某医药研发企业使用 Shimadzu GC-2010 Pro 气相色谱仪系统, 分析某种药物中微量甲醇和丙酮溶剂残留。用户采用直接进样方式, 进样体积 1ul, 重复实验中出现两个目标色谱峰保留时间逐渐增加的情况。

2 故障的分析和预判

待测物质保留时间如果在分析过程中发生单方向的变化, 有可能与 FID 检测器喷嘴堵塞、进样口流量控制异常或者色谱柱问题有关。

于是准备了进样口的相关部件和喷嘴赶往用户。

3 现场检查

首先考察用户的分析条件和色谱数据, 用户连续进样 3 次的的数据, 目标峰均出现了幅度近似的保留时间延长, 如图 1 所示。

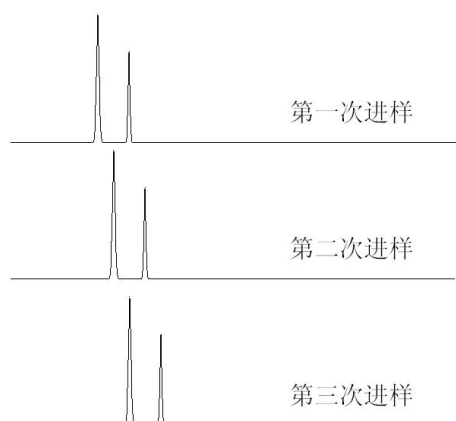


图1 三次进样的数据比较结果

考察用户采用的分析条件，未见异常：

色谱柱：	Rtx-Wax 60m*0.32mm*1.8um
柱温：	50°C（8min）-20°C/min-220°C（10min）
柱流量：	1.5 ml/min
进样口：	240°C
进样量：	手工进样，1uL
标准样品：	10ug/ml
	甲醇、丙酮-DMSO（二甲基亚砜）溶液
分流比：	20
检测器：	FID，260°C

使用气相色谱验证专用标准样品（100ug/ml 正辛烷-C16 烷溶液）连续多次进样，目标物峰面积的灵敏度和重复性均未见异常，证明 GC 系统正常。

4 故障的确认

既然气相色谱仪的硬件系统正常，那么重点需要考虑色谱柱和分析方法。指导用户配制标准溶液，手工进样测试。

此时发现问题，用户进样启动数据采集之后，目标峰（甲醇、丙酮）出峰完毕之后，用

户立即进样第二和第三个样品，并未等待 DMSO 溶剂出峰和程序升温结束。询问用户为何如此操作，用户自述希望缩短分析时间。

显然用户操作错误，指导用户修改进样方法，等待程序升温结束之后再进第二次和第三次进样，数据结果重复性恢复正常。

5 原理剖析

用户采用的错误的进样方式，造成每次进样时色谱柱固定相的状态发生变化，色谱体系的分配系数也发生了变化。

第一次进样时，在色谱柱内参与分配的是固定相；第二次进样时，参与分配的是含有一定量 DMSO 的固定相；第三次进样时，参与分配的是 DMSO 含量更高的固定相。

固定相含有 DMSO 之后，体系的分配系数 K 增大（或者说目标物质更容易溶解于固定相中），保留特性发生了变化，目标物质的保留时间增加。