

使用液相色谱作为维修工具维修顶空进样器故障的维修案例

譙应召

(青岛科技大学, 山东 济南 250014)

摘要: 用液相色谱仪的输液泵作为维修工具, 进行气相色谱仪——顶空进样器的维修案例介绍。

关键词: 液相色谱仪;顶空进样器

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低沸点溶剂残留。用户采用顶空进样方式进行实验, 顶空进样器的型号为 Dani HSS8650Plus, 近期出现故障, 用户反应顶空进样后, 气相色谱仪不能出峰。

2 故障的分析和预判

建议用户首先实验排除 GC 部分的问题, 建议用户使用液体进样的方法确认故障位置。用户采用液体直接进样的方法进行实验, 结果气相色谱仪出峰正常, 基本确认故障发生在顶空进样器。

Dani 顶空进样器结构和进样原理较为简单, 进样不出峰的常见原因主要是取样针堵塞、定量环堵塞、排空阀堵塞或者存在泄漏。此类型的顶空进样器结构原理如图 1 所示。

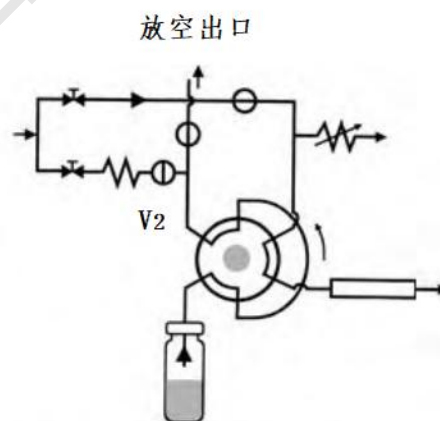


图 1 顶空进样器结构原理图

3 故障的确认

抵达用户现场之后, 检查顶空进样器的分析方法、外接管路气密性和气源压力以及测试

系统的泄漏，均无异常。

使用空白的顶空瓶进样测试，以期望重现故障现象。此时将顶空进样器的 vent 出口连接软管，软管的末端浸没进入盛有水的烧杯，监视系统排空口的气流状态。进样开始至完成的整个过程中，软管的末端均未观察到有气泡溢出，可以确认顶空系统存在堵塞问题。

此时拆解顶空进样器系统，首先检查顶空取样针，发现此取样针发生堵塞，气体完全不能通过。

将顶空进样针取下超声清洗以试图予以疏通，发现不能奏效。考虑到顶空取样针的堵塞往往来自顶空瓶垫或者其他污染物质，此类物质实际难以用溶剂去溶解的方法予以解决，并且取样针的通气孔直径较小，并且处于进样针体的侧面，难以使用工具进行疏通。

观察用户的实验室同时安装有多台液相色谱仪，想到了使用液相色谱仪的输液泵作为疏通工具的方法——HPLC 的输液泵可以输出数十 MPa 的压力，希望如此高的压力可以将取样针内的堵塞物祛除。

使用两通接头连接 HPLC 的输液泵和顶空进样器取样针，然后开启输液泵，不久即观察到取样针头内有异物涌出，外观呈现蓝色胶体状态。大概十几秒钟，再次测试针头，气流比较通畅。

恢复顶空进样器，进样测试，出峰正常。

4 小结

询问用户，用户近期测试过蓝色胶囊类的样品。用户的操作习惯是将胶囊和溶剂装入顶空瓶之后，用力上下摇晃顶空瓶。那么胶囊的碎屑可能会粘附在顶空瓶垫内侧，进样时造成了取样针的堵塞。