

色谱仪故障诊断的注意事项 —— 基线与检测器本底信号

谯应召

(青岛科技大学山东化工研究院, 山东济南 250014)

摘要: 色谱仪维修工作中, 色谱仪检测器输出信号的本底信号和基线状态的评估比较重要, 表征仪器的硬件工作状态、气源的清洁程度、色谱仪工作环境的稳定程度。本底信号可能与色谱仪电气故障、流动相或者检测器不良有关, 电平过高的本底信号, 噪声过大的基线, 最终都会导致分析检出限的变劣, 导致最终分析结果不良。本文对色谱系统本底信号和基线的评价方法、可能导致基线和本底信号不良的原因和解决方法予以简单说明, 希望对色谱工作者和色谱维修工作者给予一定程度的帮助。

关键词: 气相色谱仪; 液相色谱仪; 方向控制阀; 两位五通阀

中图分类号: O657.7+1

文献标识码: B

基线是色谱系统在正常工作条件下, 仅有流动相通过系统时输出的时间——检测器响应强度曲线。基线的稳定情况影响色谱分析方法的检出限与线性范围, 色谱工作者在进行色谱系统故障诊断和维修时, 需要谨慎考察其基线的状况。

某些色谱仪的检测器系统可以在无流动相通过的状态下工作, 此时检测器输出的时间——检测器响应曲线为检测器本底信号。色谱工作者在诊断和维修基线不良故障时, 色谱本底信号的确认比较重要, 可以显著的提高故障诊断工作的效率。

1 基线

色谱系统仅有流动相通过时, 输出的时间——强度曲线为基线, 理想情况下是一条平行于时间轴的水平线, 如图 1 所示。

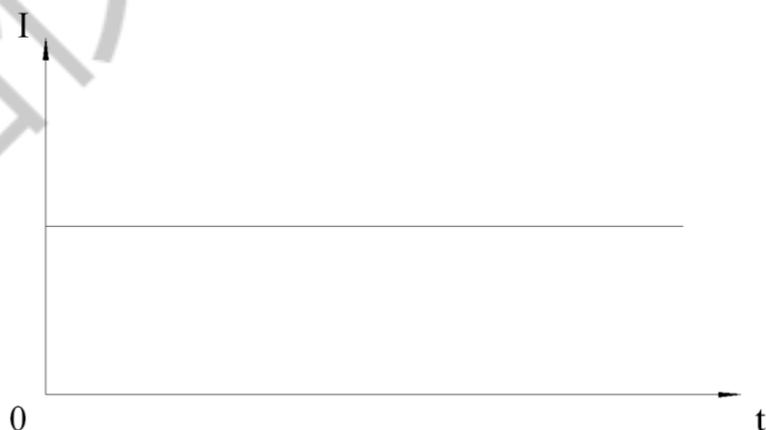


图 1 基线

色谱系统的基线状态与色谱检测器、色谱柱与色谱分析环境的稳定和洁净程度有关，基线不良会导致色谱分析方法的检出能力以及线性范围劣化，是色谱工作者日常操作中经常遇到的问题。

色谱系统基线状态的评价，主要通过基线噪声、漂移和基线强度这几个参数来进行。

2 基线噪声

由于电气特性、色谱仪工作环境、检测器原理等原因，色谱系统在实际工作中采集到的基线，总是存在一定幅度基线扰动。一般将较短时间内（几秒至几十秒）的基线扰动称之为基线噪声，如图 2 所示。

基线噪声幅度较大，会导致色谱分析方法的检出限和线性范围劣化。

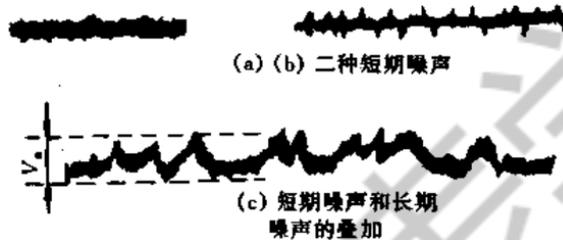


图 2 基线噪声

3 基线漂移

一般情况下，色谱系统基线随时间的缓慢变化称为基线漂移，如图 2 所示。基线漂移一般表征色谱仪工作环境或者色谱系统工作状态的不稳定。

基线如果发生负向的漂移，与色谱系统尚未达到稳定状态或者色谱系统逐渐“自清洁”有关。例如气相色谱仪的 ECD、TCD 检测器，液相色谱的示差检测器，因其工作原理基线稳定需要较长时间，在此期间往往会观察到负向漂移的基线。

气相色谱仪高温灼烧检测器或用更加清洁的流动相冲洗液相色谱仪检测器时，也会观察到类似的向下漂移的基线。此种状态下表征色谱系统存在一定污染，但是污染情况正在减弱。可以老化清洗检测器以缩短此“自清洁”过程。

基线的正向漂移需要分情况考虑，如果色谱系统配置有双极性检测器（例如 TCD、双 FID 检测器），正向漂移也可能与检测器未充分平衡有关，未必存在异常情况。其他情况下基线正向与检测器污染或者流动相不良有关，需要进行检查和处理，可能需要维护流动相、辅助气源或者清洁老化检测器。