



kexiao

# 科晓仪器 2005 年第一届色谱培训班

## 培训资料汇编

目录：

- 一、色谱分析基本理论
- 二、气相色谱仪相关配置及问题解决
- 三、气相色谱安装和调试
- 四、气相色谱柱的安装
- 五、毛细管分析常见问题的解决
- 六、液相色谱仪相关配置及问题解决
- 七、色谱分析常见问题解决
- 八、相关气相色谱仪的使用经验
- 九、常见色配件及消耗品价目表

杭州科晓化工仪器设备有限公司苏州分公司

---

地址：苏州市人民路 23-29 号泰华商城 616 室  
电话：0512-65183721 65189728  
传真：0512-65181543  
网址：[www.kexiao.com](http://www.kexiao.com)  
邮编：21007

电子邮件：sz@kexiao.com  
开户：建行苏州市人民桥分理处  
帐号：32201988743050392562  
税号：320502739576892  
联系人：林允炎

# 色谱基本理论

## 一、色谱法原理：

又称层析法。根据其分离原理，有吸附色谱、分配色谱、离子交换色谱与排阻色谱等方法。

- 1、吸附色谱是利用吸附剂对被分离物质的吸附能力不同，用溶剂或气体洗脱，以使组分分离。常用的吸附剂有氧化铝、硅胶、聚酰胺等有吸附活性的物质。
- 2、分配色谱是利用溶液中被分离物质在两相中分配系数不同，以使组分分离。其中一相为液体，涂布或使之键全在固体载体上，称固定相；另一相为液体或气体，称流动相。常用的载体有硅胶、硅藻土、硅镁型吸附剂与纤维素粉等。
- 3、离子交换色谱是利用被分离物质在离子交换树脂上的离子交换势不同而使组分分离。常用的有不同强度的阳、阴离子交换树脂，流动相一般为水或含有有机溶剂的缓冲液。
- 4、排阻色谱又称凝胶色谱或凝胶渗透色谱，是利用被分离物质分子量大小的不同和在填料上渗透程度的不同，以使组分分离常用的填料有分子筛、葡聚糖凝胶、微孔聚合物、微孔硅胶或玻璃珠等到，可根据载体和试样的性质，选用水或有机溶剂为流动相。

## 二、色谱法的分离方法：

通常色谱的分离方法有柱色谱法、纸色谱法、薄层色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法等。色谱所用溶剂(流动相)应与试样不起化学反应，并应用纯度较高的溶剂。色谱时的温度，除气相色谱法或另有规定外，一般指在室温下操作。分离后各成分的检出，应采用各单体中规定的方法。

通常用柱色谱、纸色谱或薄层色谱分离有色物质时，可根据其色带进行区分，对有些无色物质，可在 245-365nm 的紫外灯下检视。纸色谱或薄层色谱也可喷显色剂使之显色。薄层色谱还可用加有荧光物质的薄层硅胶，采用荧光熄灭法检视。用纸色谱进行定量测定时，可将色谱斑点部分剪下或挖取，用溶剂溶出该成分，再用分光光度法或比色法测定，也可用色谱扫描仪直接在纸或薄层板上测出，也可用色谱扫描仪直接以纸或薄层板测出。柱色谱、气相色谱和高效液相色谱可用接于色谱柱出口处的各种检测器检测。柱色谱还可分部收集流出液后用适宜方法测定。柱色谱法所用色谱管为内径均匀、下端缩口的硬质玻璃管，下端用棉花或玻璃纤维塞住，管内装有吸附剂。色谱管的大小，吸附剂的品种和用量，以及洗脱时的流速，均按各单体中的规定。吸附剂的颗粒应尽可能保持大小均匀，以保证良好的分离效果，除另有规定外通常多采用直径为 0.07-0.05mm 的颗粒。吸附剂和活性或吸附力对分离效果有影响，应予注意。

吸附剂的填装 干法：将吸附剂一次加入色谱管，振动管壁使其均匀下沉，然后沿管壁缓缓加入开始层析时使用的流动相，或将色谱管下端出口加活塞，加入适量的流动相，旋开活使流动相缓缓滴出，然后自管顶缓缓加入吸附剂，使其均匀地润湿下沉，在管内形成松紧适度的吸附层。操作过程中应保持有充分的流动相留在吸附层的上面。湿法：将吸附剂与流动相混合，搅拌以除去空气泡，徐徐倾入色谱管中，然后再加入流动相，将附着于管壁的吸附剂洗下，使色谱柱表面平整。俟填装吸附剂所用流动相色谱柱自然流下，液面将柱表面相平时，即加试样溶液。

试样的加入除另有规定外，将试样溶于层析时使用的流动相中，再沿色谱管壁缓缓加入。注意勿使

吸附剂翻起。或将试样溶于适当的溶剂中。与少量吸附剂混匀，再使溶剂挥发去尽后使松散状；将混有试样的吸附剂加在已制备好的色谱柱上面。如试样在常用溶剂中不溶解，可将试样适量的吸附剂在乳钵中研磨混匀后加入。

洗脱除另有规定外，通常按流动相洗脱能力大小，递增变换流动相的品种和比例，分别分部收集流出液，至流出液中所含万分显著减少或不再含有时，再改变流动相的品种和比例。操作过程中应保持有充分的流动相留在吸附层的上面。

#### 纸色谱法：

以纸为载体，用单一溶剂或混合溶剂进行分配。亦即以纸上所含水分或其他物质为固定相，用流动相进行展开的分配色谱法。所用滤纸应质地均匀平整，具有一定机械强度，必须不含会影响色谱效果的杂质，也不应与所用显色剂起作用，以免影响分离和鉴别效果，必要时可作特殊处理后再用。试样经层析后可用比移值（ $R_f$ ）表示各组成成分的位置（比移值=原点中心至色谱斑点中心的距离与原点中心至流动相前沿的距离之比，由于影响比移值的因素较多，因此一般采用在相同实验条件下对照物质对比以确定其异同。作为单体鉴别时，试样所显主色谱斑点的颜色（或荧光）与供试品，应与对照（标准）样所显主色谱的斑点或供试品一对对照品（1:1）混合所显的主色谱斑点相同。作为质量指标（纯度）检查时，可取一定量的试样，经展开后，按各单体的规定，检视其所显杂质色谱斑点的个数或呈色（或荧光）的强度。作为含量测定时，可将色谱斑点剪下洗脱后，再用适宜的方法测定，也可用色谱扫描仪测定。1、下行法 所用色谱缸一般为圆形或长方形玻璃缸，缸上有磨口玻璃盖，应能密闭，盖上有孔，可插入分液漏斗，以加入流动相。在近缸顶端有一用支架架起的玻璃槽作为流动相的容器，槽内有一玻璃棒，用以支持色谱滤纸使其自然下垂，避免流动相沿滤纸与溶剂槽之间发生虹吸现象。

取适当的色谱滤纸按纤维长丝方向切成适当大小的纸条，离纸条上端适当的距离（使色谱纸上端能足够浸入溶剂槽内的流动相中，并使点样基线能在溶剂槽侧的玻璃支持棒下数厘米处）用铅笔划一点样基线，必要纸条下端可切成锯齿形，以便于流动相滴下。将试样溶于适当的溶剂中，制成一定浓度的溶液。用微量吸管或微量注射器吸取溶液，点于点样基线上，溶液宜分次点加，每次点加后，俟其自然干燥、低温烘干或经温热气流吹干。样点直径一般不超过 0.5cm，样点通常应为圆形。

将点样后的色谱滤纸上端放在溶剂槽内，并用玻璃棒压住，使色谱纸通过槽侧玻璃支持棒自然下垂，点样基线在支持棒下数厘米处。色谱开始前，色谱缸内用各单体中所规定的溶剂的蒸气饱和，一般可在色谱缸底部放一装有流动相的平皿，或将浸有流动相的滤纸条附着在色谱缸的内壁上，放置一定时间，俟溶剂挥发使缸内充满饱和蒸气。然后添加流动相，使浸没溶剂槽内滤纸，流动相即经毛细管作用沿滤纸移动进行展开至规定距离后，取出滤纸，标明流动相前沿位置，俟流动相挥发后按规定方法检出色谱斑点。

上行法：色谱缸基本和下行法相似，唯除去溶剂槽和支架，并在色谱缸盖上的孔中加塞，塞中插入玻璃悬钩，以便将点样后的色谱滤纸挂在钩上。色谱滤纸一般长约 25cm，宽度则视需要而定。必要时可将色谱滤纸卷成筒形。点样基线距底边约 2.5cm，点样方法与下行法相同。色谱缸内加入适量流动相，放置，俟流动相蒸气饱和后，再下降悬钩，使色谱滤纸浸入流动相约 0.5cm，流动相即经毛细管作用沿色谱滤纸上升，除另有规定外，一般展开至 15cm 后，取出晾干，按规定方法检视。

色谱可以向一个方向进行，即单向色谱；也可进行双向色谱，即先向一个方向展开，取出，俟流动相完全挥发后，将滤纸转 90°，再用原流动相或另一种流动相进行展。亦可多次展开，连续展或径向色谱等。

### 薄层色谱法：

按各单体所规定的载体，放入适当容器，加入适量水以配成悬浮液，在厚度均匀一致辞的  $50 \times 200\text{mm}$  或  $200 \times 200\text{mm}$  平滑玻璃板上将此悬浮液布成  $0.25\text{mm}$  的厚度，风干后一般在  $110^\circ\text{C}$  下干燥  $0.5-11\text{h}$  (或按单体规定)。

以离薄层板一端约  $25\text{mm}$  的位置作为点样基线，用微量吸管按规定量吸取试样液和对照（标准）液，点于基线上，点与点之间的距离在  $10\text{mm}$  以上，液点的直径约  $3\text{mm}$ ，风干后，基线一端向下，将薄层板放入展开溶剂，溶剂层深  $10\text{mm}$ ，并预经展开溶剂的蒸汽饱和。在展开溶剂从基线上升至规定距离（一般为  $15\text{cm}$  后），取出薄层板，风干，然后按规定的方法，对斑点的位置和颜色进行检查。

### 气相色谱法：

气相色谱法是在以适当的固定相做成的柱管内，利用气体（载气）作为移动相，使试样（气体、液体或固体）在气体状态下展开，在色谱柱内分离后，各种成分先后进入检测器，用记录仪记录色谱谱图。在对装置进行调试后，按各担体的规定条件调整柱管、检测器温度和载气流量。进样口温度一般应高于柱温  $30-50^\circ\text{C}$ 。如用火焰电离检测器，其温度应等于或高于柱温，但不得低于  $100^\circ\text{C}$ ，以免水汽凝结。色谱上分析给组分的峰的位置，以滞留时间（从注入试样液到出现成分最高峰的时间）和滞留容量（滞留时间  $\times$  载气流量）来表示。这些在一定条件下，就能反应出物质所具有特殊值，并据此确定试样成分。

根据色谱上出现的物质成分的峰面积或峰高进行定量。峰面积可用积分测定仪测定，按半宽度法求得（即以峰  $1/2$  处的峰宽  $\times$  峰高求得）。峰高的测定方法是从峰高的顶点向记录纸横座标准垂线，找出此垂线与峰的两下端联结线的交点，即以此交点至峰顶点的距离长度为峰高。

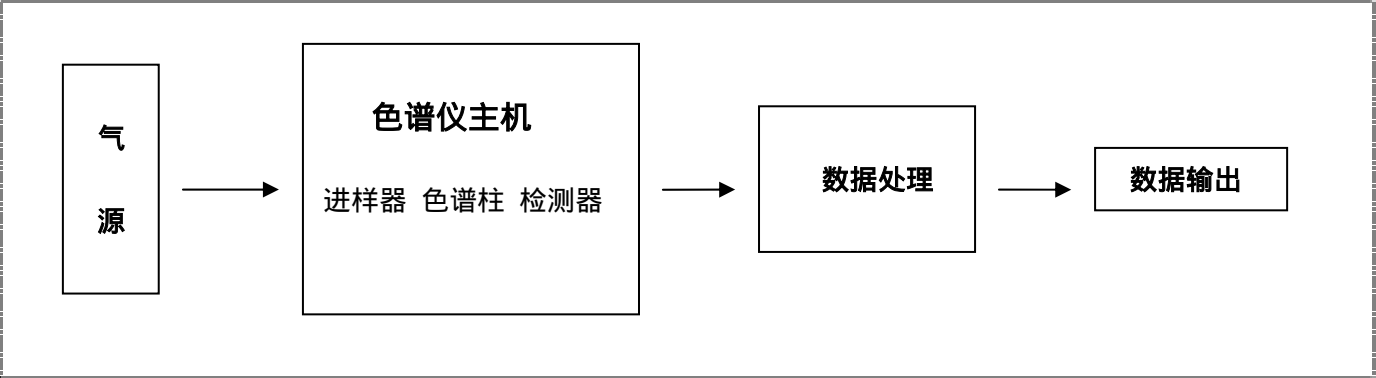
### 液相色谱法：

液相色谱法是在以适当的固定相做成的液相色谱柱，利用液体作为流动相，使试样在色谱柱内通过吸附和解析过程，根据试样和固定相之间的极性和吸附能力，在色谱柱内分离后，一般情况下分子量小先分离出来，分子量大的后分离出来，从而达到分离混合样品的作用。根据分离后样品的化学性能，选择不同检测器转化成电信号，在记录仪(或色谱工作站)记录色谱谱图，按电信号大小测定混合物中各组分的含量。在对装置进行调试后，按测试样品的规定条件调整流动相的比例、流速大小及检测器的条件。

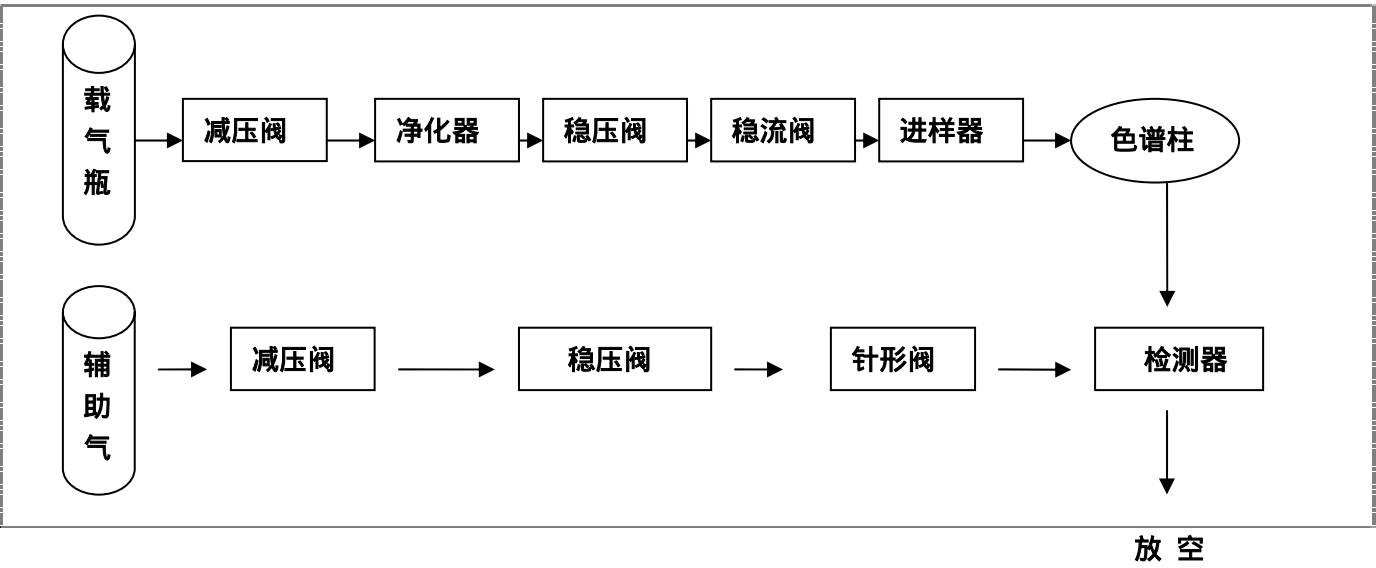
根据记录仪(或工作站)反应分离物质成分的峰面积或峰高进行定量。峰面积可用积分测定仪测定，按半宽度法求得（即以峰  $1/2$  处的峰宽  $\times$  峰高求得）。峰高的测定方法是从峰高的顶点向记录纸横座标准垂线，找出此垂线与峰的两下端连接线的交点，即以此交点至峰顶点的距离长度为峰高。

气相色谱仪基本配置和注意事项

一、气相色谱仪的基本配置和构成



气相色谱仪的基本配置示意图



气相色谱仪流路示意图

## 二、相关配置说明和操作注意事项

### 1. 气相色谱的组成

气相色谱仪是以气相色谱法为基础而设计的仪器，气相色谱是以气相色谱柱为分离基础，样品进入进样器后载气传送，到达色谱柱的分离，分离后样品由柱中流出后到达检测器并给出相应的电讯号，然后排空。故气相色谱仪整体系由以下方面组成：

- 1) 气源
- 2) 气源控制
- 3) 进样器
- 4) 色谱柱
- 5) 检测器
- 6) 信号放大电部件
- 7) 二次仪表

其中进样器、色谱柱、检测器组成气相色谱仪，并需专门温度控制。

### 2. 各组成的部件的要求和作用

- 1) 载气：其作用是在样品注入色谱仪后由载气把样品组份带进色谱柱，以及保护色谱柱等，因载气起传输样品和保护柱子的作用，故在色谱仪使用中必须达到 99.99% 以上，这样才能更好的传输样品和保护柱子，如使用低纯度的载气那将会因载气不纯而导致出现多余的色谱峰、污染柱子和检测器。
- 2) 载气控制器主要起到稳定和调节气压的作用，从而使样品能稳定的传输。
- 3) 进样器进入样品以后汽化并用载气直接传入色谱柱，故必须要在一定的稳定温度下工作。其高和低都将会使样品汽化和传入色谱柱后的分离都产生影响，如温度低那将使样品汽化不完全，产生伸舌头峰，并且对下次实验和本次实验分析数据造成影响，温度太高，会造成样品的分解，还会使进样器使用寿命造成一定的影响。故使分析数据不准确。

我们在选择进样器温度时，一般选择比某样品中组份沸点的最高的温度再高 20---30 左右，但不能高于样品的分解温度和仪器最高使用温度。

- 4) 色谱柱：这是整个色谱仪的心脏部分，主要作用是起到样品分离作用，也是我们关心的问题，所以色谱柱的选择和使用，保养是十分重要的。常用的有玻璃、不锈钢，石英毛细管柱等，其内部填充有固定相。色谱柱选择，我们一般根据样品的污染度，组份的多少，组份的极性，以及沸点来选择。
- 5) 检测器：其作用是将色谱柱分离后的物质浓度或质量的变化转换为电信号，通过相应的电部件检测后由记录仪记录下来，作为色谱分析的数据，常用的检测有：FID（氢火焰离子化检测器）TCD（热导检测器）FPD（火焰光度检测器）ECD（电子俘获检测器）NPD（氮磷检测器）
  - （1）FID：氢气和空气燃烧生成火焰，当有机化合物进入火焰时，由于离子化反应，生成比基流高几个数量级的离子，在电场作用下，这些带正电荷的离子和电子分别向负极和正极移动，形成离子流；此离子流经放大器放大后，可被检测。产生的离子流与进入火焰的有机物含量成正比，利用此原理可进行有机物的定量分析。
  - （2）TCD：是根据组分和载气有不同的导热系数研制而成的。组分通过热导池且浓度有变化时，就会从热敏元件上带走不同热量，从而引起热敏元件阻值变化，此变化可用电桥来测量。
  - （3）FPD：是分析 S、P 化合物的高灵敏度、高选择性的气相色谱检测器。广泛用于环境、食品中 S、P 农药残留物的检测。当含 S、P 的化合物在富氢焰（ $H_2$  与  $O_2$  体积比）中燃烧时，伴有化学发光效应，分别发射出（350-480）nm 和（480-600）nm 的一系列特征波长光，其中 394nm 和 526nm 分别为含 S 和含 P 化合物的特征波长。光信号经滤波、放大，便可得到相应的谱峰。以前一直将 FPD 作为 S 和 P 化合物

的专用检测器，后由于氮磷检测对 P 的灵敏度高于 FPD，而且更可靠，因此 FPD 现今多只作为 S 化合物的专用检测器。

- (4) ECD：是一种灵敏度高，选择性强的检测器，利用镍源发生  $\beta$  射线轰击物质组分，使物质离子逃逸再被检测，是分析痕量电负性化合物最有效的检测器，也是放射性离子化检测器中应用最广的一种，被广泛用于生物、医药、环保、金属螯合物及气象追踪等领域。
- (5) NPD：由于 NPD 对含 N、P 的有机物的检测有灵敏度高，选择性强，线性范围宽的优点，它已成为目前测定含 N 有机物最理想的气相色谱检测器；对含 P 的有机物，其灵敏度也高于 FPD，而且结构简单，使用方便；所以广泛用于环境、临床、食品、药物、香料、刑事法医等分析领域，成为最常用的气相色谱检测器，目前几乎所有的商品色谱仪都装备这种检测器。

### 3、气相色谱条件的选择：

所谓气相色谱条件是指进行色谱分析时所用的色谱柱（柱尺寸、填料）、柱温、载气和载流速；检测器和检测器的温度，进样方式和温度等。

#### 1、色谱柱优缺点：

- (1) 不锈钢柱和其它金属柱，一般我们用不锈钢柱，它的优点是机械强度好又有一定的惰性，如用它来分离烃类和脂肪类是足够稳定的，但分析为活性的物质时要避免使用不锈钢柱，在使用高分子小球时也尽量不要用不锈钢柱。
- (2) 玻璃柱：在分析较为活泼的物质时，多用玻璃柱，它们透明，便于观察内填充物的情况，光滑易于填充成密实的高效柱，其缺点不易碎。
- (3) 毛细管柱：其具有具有高效、快速、吸附、使用寿命长及催化性小的特点，但其缺点是柱容量相对较小，污染后相对较难处理。

#### 2、色谱柱的选择

- (1) 一般我们在样品组分少、理论塔板数相对要求较低、样品相对较稳定，以及比较脏的情况下一般我们选择不锈钢柱。
- (2) 在样品相对较少、样品活泼、污染大、酸性强的样品，一般我们选择玻璃柱。
- (3) 对样品组分较多、比较复杂、保留性能重复性要求好的样品、污染度相对较小的样品一般我们选择毛细管柱，但毛细管相对价格比较昂贵。

#### (4) 毛细管的大小内径的区别

大口径的毛细管柱，其柱内径增加会使柱效大幅度的下降，所以大内径毛细管柱是牺牲柱效来增加柱容量，提高流量以便适应代替填充柱的要求。

小口径的毛细管柱，其可以提高柱效，所以在维持分离度不变的情况下可以缩短柱长，一般在许多化学，石油化学，食品调味品，香料的分析中不需要很高的灵敏度情况下，使用细内径的毛细管柱可以大大缩短分析时间，在保持分离度不变的条件下增加每日的分析数量。

#### (5) 常用毛细管柱的固定相以及适应性

SE-30 是由 100% 聚二甲基硅氧烷组成，通过沸点高低对样品进行分离，相当于 HP-1, HP-101, CP-si 15CB, SPB-1, RTX-1, OV-1, 007-1 柱相似，又与 OV-101 相似，广泛用于胺类，烃类，聚氯联苯，酚类，硫化物类，香料等，最高使用温度是 350 度。

SE-52 柱由 5% 苯基 + 95% 聚二甲基硅氧烷组成，性能相当于 SE-54。

SE-54 是由 5% 苯基 + 1% 乙烯基 + 94% 聚二甲基硅氧烷，相当于 HP-5, DB-5, CP-si 18CB, RTX-5, OV-5, SPB-5, 007-2 柱，广泛应用于生物碱，药品，脂肪酸，甲酯，卤代化合物，芳香化合物等分析。最高使用温度达到 350 度。

PEG-20M，是由 100% 聚乙二醇 20M，是一种常见相当于非硅氧烷的固定相，可以做成深渍柱，也可做交联柱，相当于 HP-INNOWAX, HP-20M, CP-WAX52CB, DB-WAX, BP-20, 007-CW 柱，广泛用于胺类，碱性化合物的分析，对醇类，芳香族类，香精油，溶剂类都有很好的峰型及分离，最高使用温度 250 度。

FFAP 柱是一种通过硝基对苯二酸（TPA）改性的，聚乙二醇 20M，能耐水基样品的损害，相当于

HP-FFAP, B-FFAP, CPWAX58CB, SP-1000, STABIL-PA, OV-351, 007-FFAP 柱, 广泛用于有机酸, 醇类, 醛类, 丙烯酸酯类, 酮类, 腈类的分析。最高使用温度是 250 度。

XE-60 是由 25% 氰乙基聚硅氧烷交联后合成的, 广泛用于脂肪酸甲酯, 碳磺烷, 丙烯酰胺, 含磷农药, 可卡因, 苯酚, 芳胺等分析。最高使用温度 250 。

OV-1701, 含 14 % 氰丙基和 86 % 苯基的聚二甲硅氧烷, 相当于 HP-1701, RTX-1701, SPB-7, SPB-1701, 007-1701 柱, 广泛用于环境, 食品与饮料, 药品杀虫剂, 除草剂等。最高使用温度 300 度。

### 三、气相色谱仪常见故障的检查

气相色谱种类很多, 性能也各有差别。主要包括两个系统。即气路系统和电路系统。气路系统主要有压力表、净化器、稳压阀、流量计、六通进样阀、进样器、色谱柱、检测器等; 电子系统包括各用电部件的稳压电源、温控装置、放大线路、自动进样和收集装置、数据处理机和记录仪等电子器件。

要分析和判断色谱仪的故障所在, 就必须熟悉气相色谱的流程和气、电路这两大系统, 特别是构成这两个系统部件的结构、功能。色谱仪的故障是多种多样的, 而且某一故障产生的原因也是多方面的, 必须采用部分枪杆的方法, 即排除法, 才可能缩小故障的范围。对于气路系统出的故障, 不外乎是各种气体(特别是载气)有漏气的现象、气体不好、气体稳压稳流不好等等。例如: 基线若始终向下漂移, 即“电平”值逐渐变小至负数, 变极有可能是载气泄漏, 那么就要查找各个接头部件是否有漏的现象, 若不漏而基线仍漂移, 则可能是电路系统的故障。色谱气路上的故障, 分析工作者可以找出并排除, 但要排除电路上的故障则并非易事, 就需要分析工作者有一定的电子线路方面的知识, 并且要弄清楚主机接线图和各系统的电原理图(尤其是接线图)。在这些图上清楚的画出了控制单元和被控对象间的关系, 具体的标明各接插件引线的编号和去向, 按图去检查电路、找寻故障是非常方便的。色谱电路系统的故障, 一般是温度控制系统的故障。温控系统(包括柱温、检测器温控、进样器温控)的主回路由可控硅和加热丝所组成, 可控硅导通角的变化, 使加热功率变化, 而使温度变化(恒定或不恒定)。而控制可控硅导通角变化的是辅回路(或称控温电路, 包括铂电阻(热敏元件)和线性集成电路等等。

由上所述可知, 若是温控系统的毛病, 则应首先要检查可控硅是否坏, 加热丝是否坏(断或短路), 铂电阻是否坏(断或短路)或是否接触不良。其次检查辅回路的其它电子部件。放大系统常见故障是离子讯号线受潮或断开、高阻开关(即灵敏度选择)受潮、集成运算放大器(如: AD515JH、OP07 等)性能变差或坏等等。

色谱故障的排除既要做到局部又要考虑到整体, 有“果”必有“因”, 弄清线路的走向, 逐步排除产生“果”(故障)的“因”, 把故障范围缩小。例如: 若出现基线不停的抖动或基线噪音很大时, 可先将放大器的讯号输入线断开, 观察基线情况, 如果恢复正常, 则说明故障不在放大器和处理机(或记录仪), 而在气路部分或温度控制单元; 反之, 则说明故障发生在放大器、记录仪(或处理机)等单元上。这种部分排除的检查故障方法, 在实际中是非常有用的。



以下是几例气相色谱仪常见故障的判断、检查和解决方法，供大家借鉴。

### 1、气相色谱仪进样不出峰的故障判断？

- 答：（1）首先我们先检查主机与工作站（处理机）的连接是否良好，有没有脱落，如有那么先接上再看出不出，如还不出峰我们就先短路主机和工作站（处理机）的接头处，看工作站（处理机）的基线是否回到零点，如是，再把主机和工作站（处理机）接头断开看基线是否漂移，如是那么我们就可以判断工作站（处理机）是好的，如不是我们再可以用 1.5v 的电池和工作站（处理机）相连，看基线是否上升到 1500mv 左右，如是，就说明处理机工作站都好的，如，上述的工作站（处理机）没有反应那么，在是工作站的情况下，先看一下工作站与电脑的连接线好不好，然后再软件重装一遍，不行那么就通知厂家来解决。如是处理机，重新开关机看看，不行通知厂家或我们来修理。
- （2）在 FID 中我们一般以收集筒为分界点，首先我们拔下收集筒，用手碰收集筒的内芯和外壁，如基线有很大的波动那么我们就判定收集筒到电路、到工作站（处理机）是好的，否则我们再拔下与放大板连接的离子线，在放大板上调零，看基线有无波动，有就说明放大板好的，那么这时问题就出在收集筒和离子线了，如不能就要通知厂家或专业人士来修理了，如问题出在离子线和收集筒处，我们可以用万用表电阻挡测量内芯和外壁是否短路，离子线和收集筒是否断开，短路和断开都只要叫贵公司仪表工重新连接即可。上述好的其次就是气路出现问题了，检查气路前我们要先看火有没有点着，看火有没有点着最有效的办法是，我们可以看基线，如火没有点着或没法点着时我们就可以看喷嘴是否堵了或和漏，以及氢气和空气有没有通进来。再次，就把柱子与检测器端卸下来看是否有气从柱中出来，没有我们就要看进样端是否漏了或根本没有载气通进来，还可以检查硅胶垫是否漏了和柱子堵了。
- （3）在 TCD 中，我们可以先看一下，热导排出口是否有气出来、有没有加上电流，其次就看调零能不能调，如不能调就说明钨丝或恒流板坏，就要通知厂家和专业人员来修理。

### 2、我在使用热导时应注意哪些问题呢？

答：我应该注意以下几点：

- （1）不能在无载气通过的情况下打开仪器，更不能升温加上电流，这样会影响柱子的使用寿命，如加上电流那么钨丝也会烧掉。
- （2）要打样品的时候时刻注意硅胶垫的松紧度，很松了马上把电流设到 0 换上新的硅胶垫。
- （3）在每次开机前都检查一下热导排出口有没有气出来，没有的情况下千万不要开机和加电流。
- （4）要定期老化柱子。
- （5）热导检测器的温度要比柱温要高点，以免样品在热导中凝固。
- （6）在设电流时，要看你热导检测器的温度，一般温度高低与电流大小成反比，以载气流速及检测器的温度和电流曲线为准。还有是什么载气，一般载气分子量越低电流可以比分子量高的相对可以高点。
- （7）载气要做到先开后关。
- （8）柱子连接端千万不能漏气，否则导致基线漂移。

### 3、气相色谱仪温度失控是什么原因造成的？

答：主要由以下原因造成：

- （1）仪器温控部件老化或本身质量就有问题。
- （2）使用温度比较高，时间一长就很容易造成温控部件中的加热丝和铂电阻坏。
- （3）仪器使用的电压不稳，从而使温控部件工作不正常。
- （4）仪器被雷击，往往雷击首先击中的就是加热部件，所以我们的仪器要有良好的接地。
- （5）加热部件和铂电阻对地短路。

4、气相色谱仪在做样品时，平行性不好，可能是什么原因？

答：可能的原因有以下几点：

- (1) 进样垫不好了，也就是说我们进去的样品量不准了和样品进去时有流失了。
- (2) 进样技术有关，进样速度必须很快，注射器的针尖要插到底，动作要熟练，每次动作要力求重复。
- (3) FID 检测端喷嘴有污染和损坏以及火焰没有调好时也会造成重复不好。
- (4) 柱子污染。特别时毛细管柱特别比较容易污染，有时也会造成检测端、进样端损坏或堵。此时可以割掉一段。
- (5) 柱子没有选择好型号和材质。
- (6) 柱子的使用寿命将近。
- (7) 柱子装的位置不对。
- (8) 载气的气流比没有调好，特别是在用毛细管时气流的调节是十分重要的。
- (9) TCD 钨丝有污染，不平衡。
- (10) 峰的分离度不够，也会因峰切割的不同造成含量不重复。

5、气相色谱仪在使用一段时间后，其灵敏度降低了，可能是什么原因？

答：可能出现原因有：

- (1) 进样垫是否漏气了。
- (2) 柱子连接端口是否有漏气。
- (3) 进样针是否坏了，特别是使用 1ul 进样针，在进粘度相对较大的样品时时常会出现。
- (4) FID 中的喷嘴有漏气，火焰太大。
- (5) 在使用毛细管柱时，分流端漏气，尾吹堵、漏气也会使灵敏度下降。
- (6) TCD 中电流的下降。
- (7) FID 中，极化线圈氧化。
- (8) TCD 中钨丝氧化不平衡

6、分流和尾吹有什么作用？调节分流和尾吹大小，会出现什么情况？如何调节分流和尾吹，达到样品最佳分离效果？

答：分流的作用：减小柱容量，减小柱污染。因为毛细管相对柱容量很小，并且很容易污染，所以我们用了分流，把进进去的样品大部分分到外面，只有小部分留经柱子。

尾吹的作用：增加柱出口到检测器载气速度以减小这段死体积的影响，使仪器的灵敏度与峰形有所改善。

分流的大小对样品分离度，柱子使用寿命有很大的帮助，分流越大，我们出峰就越小，但这样峰之间分离度会明显改善，而且对柱子的污染也就小，可大了以后也会造成组分含量比较小的就出不来了，即使出来也因为太小而不积分了。反之就出峰大，柱污染大，但的含量的组分就能分析出来。所以分流的调节相当重要。

尾吹的大小，对峰形的改善，灵敏度的高低有直接重要的关系。尾吹越大，就会使样品从柱子到检测器速度更加快，也就提高了灵敏度和峰形明显会变的尖锐，但也会使我们点火困难，太大也会造成灵敏度反而小，所以调节使可以看相对应的仪器尾吹性能表。反之，会使峰形会明显的拖尾，峰形变宽，灵敏度降低，点火就相对容易。分流的调节，这是我们日常常要调节的，一般情况我们调节时我们要与样品的分离度，灵敏度的大小，小组分初峰情况来适当的调节，但我往往我们常用大的进样量，大分流来满足，减低柱子的污染和使小峰能更好出来。达到分析要求。

尾吹的调节，我们主要考虑火是否好点，灵敏度，峰形是否达到要求，但其不是越大越好，其实我们可以吹调节时仪器点火基线升到最高点 80%位置，此时应该时尾吹最佳流速。

# 气相色谱仪安装和调试

## 一、色谱仪的安装

### 1、对色谱仪操作室的要求

- (1) 操作室周围不得有磁场, 易燃及强腐蚀性气体。
- (2) 室内环境温度应在 5-35 度范围内, 湿度小于等于 85% (相对湿度), 且室内应保持空气流通。有条件的厂最好安装空调。
- (3) 准备好能承受整套仪器, 宽高适中, 便于操作的工作平台。一般工厂以水泥平台较佳 (高 0.6-0.8 米), 平台不能紧靠墙, 应离墙 0.5-1.0 米, 便于接线及检修用。
- (4) 供仪器使用的电力线路容量应在 10KVA 左右, 而且仪器使用电源应尽可能不与大功率耗电量设备或经常大辐射度变化的用电设备共用一条线。电源必须接地良好, 一般在潮湿地面 (或食盐溶液灌注) 打入长约 0.5-1.0 米的铁棒 (丝), 然后将电源接地点与之相连, 并要求接地电阻小于 1 欧姆即可。(注: 建议电源和外壳都接地, 这样效果更好)。

### 2、气源准备及净化

- (1) 气源准备 事先准备好需用气体的高压钢瓶 (一般大中城市均可购到), 装某一种气体的钢瓶只能装这种气体, 每个钢瓶的颜色代表一种气体, 不能互换。一般用氮气, 氢气, 空气这三种气体, 每种气体最好准备两个钢瓶, 以备用。有的厂使用氢气发生器和空气压缩机也可, 但空压机必须无油。凡钢瓶气压下降到 1-2Mpa 时, 应更换气瓶。一般厂家使用 99.99% 以上气体 99.99% 即可, 电子捕获检测器必须使用高纯气源 99.99% 以上。
- (2) 气源净化, 各种气体中都可能含有的水分, 灰分和有机气体成分。在气体进入仪器之前应先经过严格净化处理。若全部使用钢瓶气体, 有的色谱仪附有净化器。且内已填有 5A 分子筛, 活性炭, 硅胶, 基本可满足要求。若使用一般氢气发生器, 则必须加强对水分的净化处理, 应增大干燥管面积 (体积在 450 立方厘米以上为好, 填料用 5A 分子筛为佳), 并在发生器后接容积较大的储气桶, 以减少或克服气源压力波动的对仪器基线的影响。若使用空压机作空气来源, 空压机进气口应加强空气过滤, 加大净化管体积, 在干燥管内应填充一半 5A 分子筛, 一半活性炭。我公司生产的 WJK-6 型空气机完全可满足需要。

### 3、色谱仪成套性检查及安放仪器开箱后, 按资料袋内附件清单, 进行逐项清点, 并将易损零件的备件予以妥善保存。然后按照仪器的使用说明书上要求, 将其放置于工作平台上, 并对着接线图和各插头, 插座将仪器各部分连接起来, 最后连接记录仪和数据处理机。注意各接头不要接错。

### 4、外气路的连接

- (1) 减压阀的安装 有的仪器随机带有减压阀, 若没有的则要购买。所用的是 2 只氧气, 1 只氢气减压阀。将 2 只氧气减压阀, 1 只氢气减压阀分别装到氮气, 空气和氢气钢瓶上 (注意氢气减压阀螺纹是反向的, 并在接口处加上所附的 O 形塑料垫圈, 以便密封), 旋紧螺帽后关闭减压阀调节手柄 (即旋松), 打开钢瓶高压阀, 此时减压阀高压表应有指示, 关闭高压阀后, 其指示压力不应下降, 不则有漏, 应及时排除 (用垫圈或生料带密封), 有时高压也会漏, 要注意。然后旋动调节手柄将余气排掉。
- (2) 外气路连接法 把钢瓶中的气体引入色谱仪中, 有的采用不锈钢管 (2\*0.5mm), 有的采用耐压塑料管 (3\*0.5mm)。采用塑料管容易操作, 所以一般采用塑料管。若用塑料管, 在接头处就要有不锈钢衬管 (2\*20mm) 和一些密封用的塑料等材料。从钢瓶到仪器的塑料管的长度视需要而定, 不宜过短, 然后用塑料管把气源和仪器 (气体进口) 连接起来。
- (3) 外气路的检漏 把主机气路面板上载气, 氢气, 空气的阀旋钮关闭, 然后开启各路钢瓶的高压阀, 调节减压阀上低压表输出压力, 使载气, 空气压力为 0.35\*1.6Mpa (约 3.5-6.0kg/cm<sup>3</sup>) 氢气压力为

0.2-0.35Mpa. 然后关闭高压阀, 此时减压阀上低压表指示值不应下降, 如下降, 则说明连接气路中有漏, 应予排除。

#### 5、色谱仪气路气密性检查

气密性检查是一项十分重要的工作, 若气路有漏, 不仅直接导致仪器工作不稳定或灵敏度不降, 而且还有发生爆炸的危险, 帮在操作使用前必须进行这项工作 ( 气密检查一般是检查载气流路, 氢气和空气流路若未拆动过, 可不检查 )。方法是, 打开色谱柱箱盖, 把柱子从检测器上拆下, 将柱口堵死, 然后开启载气流路, 调低压输蓖麻压力为 0.30-0.50Mpa, 打开主机面板上的载气旋钮, 此时压力表应有指示。最后将载气旋钮关闭, 半小时内其柱前压力指示值不应有下降, 若有下降则有漏, 应予排除。若是主机内气路有漏, 则拆下主机有关侧板, 用肥皂水 ( 最好是十二烷基磺酸钠溶液 ) 逐个接头检漏 ( 氢, 空气也可如此检漏 ), 最后将肥皂水擦干。

### 二、仪器的调试

把气路, 仪器等按上述接好, 安置好后, 便可进行下面检查和调试工作。

#### 1. 色谱仪电路各部件检查

仪器启动前应首先接通载气流路, 调节主机面板上的载气旋钮 ( 即: 载气稳流阀 ), 使载气流量为 20-30ml/min

- (1) 启动主机, 开启主机总电源开关, 色谱柱箱内马达开始工作, 并检查是否有异样声响。若有, 立即切断电源, 并进一步检查排除。有的色谱仪启动时自诊断, 显示仪器运转情况: 正常或不正常, 不正常显示包括哪一部分有问题, 接线错误等等。
- (2) 各路温控检查, 按照说明书, 逐个对柱温 ( 包括程序升温 ), 进样器温度, 检测器温度进行恒温检查, 是否能在高, 中, 低温度下保持恒定, 特别是要求柱温温控精度达到 0.01 度。

# 色谱柱的安装

色谱柱的正确安装才能保证发挥其最佳的性能和延长使用寿命。正确的安装请参考以下步骤。

## 步骤 1、检查气体过滤器、载气、进样垫和衬管等

检查气体过滤器和进样垫，保证辅助气和检测器的用气畅通有效。如果以前做过较脏样品或活性较高的化合物，需要将进样口的衬管清洗或更换。

## 步骤 2、将螺母和密封垫装在色谱柱上，并将色谱柱两端要小心切平

## 步骤 3、将色谱柱连接于进样口上

色谱柱在进样口中插入深度根据所使用的 GC 仪器不同而定。正确合适的插入能最大可能地保证试验结果的重现性。通常来说，色谱柱的入口应保持在进样口的中下部，当进样针穿过隔垫完全插入进样口后如果针尖与色谱柱入口相差 1-2cm，这就是较为理想的状态。（具体的插入程度的方法参见所使用 GC 的随机手册）

避免弯曲挤压毛细管柱，并小心不要让标记牌等有锋利边缘的物品与毛细柱接触摩擦，以防柱身断裂受损。将色谱柱正确插入进样口后，用手把连接螺母拧上，拧紧后（用手拧不动了）用扳手再多拧 1/4-1/2 圈，保证安装的密封程度。因为不紧密的安装，不仅会引起装置的泄漏，而且有可能对色谱柱造成永久损坏。

## 步骤 4、接通载气

当色谱柱与进样口接好后，能载气，调节柱前压以得到合适的载气流速（见下表）。

柱前压设置为 Psi					
	15m	25m	30m	50m	100m
0. 20m	10-15	20-30	18-30	40-60	80-120
0. 25mm	8-12	13-22	15-25	28-45	55-90
0. 32mm	5-10	8-15	10-20	16-30	32-60
0. 53mm	1-2	2-3	2-4	4-8	6-14

（以上仅为建议的起始设置，具体数值要依据实际的载气流速。）

将色谱柱的出口端插入装有已烷的样品瓶中，正常情况下，我们可以看见瓶中稳定持续的气泡。如果没有气泡，就要重新检查一下载气装置和流量控制器等是否正确设置，并检查一下整个气路有无泄漏。等所有问题解决后，将色谱柱出从瓶中取出，保证柱端口无溶剂残留，再进行下一步的安装。

## 步骤 5、将色谱柱连接于检测器上

其安装和所需注意的事项与色谱柱与进样口连接大致相同。长度要求到达喷嘴底部。如果在应用中系统所使用的是 ECD 或 NPD 等，那么在老化色谱柱时，应该将柱子与检测器断开，这样检测器可能会更快达到稳定。

## 步骤 6、确定载气流量，再对色谱柱的安装进行检查

注意：如果不通入载气就对色谱柱进行加热，会快速且永久性的损坏色谱柱。

## 步骤 7、色谱柱的老化

色谱柱安装和系统检漏工作完成后，就可以对色谱柱进行老化了。对色谱柱升至一恒定温度，通常为其温度上限。特殊情况下，可加热到高于最高使用温度 10-20 左右，但是一定不能超过色谱柱的温度上限，那样极易损坏色谱柱。当到达老化温度后，记录并观察基线。初始阶段基线应持续上升，在到达老化温度后 5-10 分钟开始下降，并且会持续 30-90 分钟。当到达一个固定的值后就会稳定下来。如果在 2-3 小时后基线仍无法稳定或在 15-20 分钟后仍无明显下降趋势，那么有可能系统装置有泄漏或者污染。遇到这样的情况，应立即将柱温降到 40 以下，尽快的检查系统并解决相关的问题，如果还是继续的老化，不仅对色谱柱有损坏而且始终得不到正常稳定的基线。

一般来说，涂有极性固定相和较厚涂层的色谱柱老化时间长，而弱极性固定相和较薄涂层的色谱柱所需时间较短。而 PLOT 色谱柱的老化方法有各不相同。

### PLOT 柱的老化步骤：

HLZ Pora 系列 250 ,8 小时以上

Molesieve(分子筛) 300 12 小时

Alumina(氧化铝) 200 8 小时以上

由于水在氧化铝和分子筛 PLOT 柱中的不可逆吸附,使得这两种色谱柱容易发生保留行为漂移。当柱子分离过含有高水分样品后，需要将色谱柱重新老化，以除去固定相中吸附的水分。

## 步骤 8、设置确认载气流速

对于毛细管色谱柱，国内载气的种类首选高纯度氮气或氢气。载气的纯度最好大于 99.995%，而其中的含氧量越少越好。如果您使用的是毛细管色谱柱，那么依照载气的平均线速度（cm/sec），而不是利用载气流量（ml/min）来对载气做出评价。因为柱效的计算采用的是载气的平均线速度。

推荐平均线速度值：

氮气；10-12cm/sec 氢气：20-25cm/sec

载气杂质过滤器

在载气的管线中加入气体过滤装置不仅延长色谱柱寿命，而且很大程度的降低了背景噪音。建议最好安装一个高容量脱氧管和一个载气净化器。使用 ECD 系统时，最好能在其清洗气路中也安装一个脱氧管。

## 步骤 9、柱流失检测

在色谱柱老化过程结束后，利用程序升温作一次空白试验（不进样）。一般是以 10 /min 从 50 升至最高使用温度，达到最高使用温度后保持 10min。这样我们就会得到一张流失图。这些数值可能对今后作对比试验和实验问题的解决有帮助。

在空白试验的色谱图中，不应该有色谱峰出现。如果出现了色谱峰，通常可能是从进样口带来的污染物。如果在正常的使用状态下，色谱柱性能开始下降，基线的信号值会增高。另外，如果在很低的温度下，基线信号值明显的大于初始值，那么有可能是色谱柱和 GC 系统有污染。

## 其他：色谱柱的保存

用进样垫将色谱柱的两端封住，并放回原包装。在安装时要将色谱柱的两端截去一部分，保证没有进样垫的碎屑残留于柱中。

## 注意：

当空气中氢气的含量在 4-10%时，就有爆炸的危险。所以一定要保证实验室有良好的通风系统。

## 毛细管分析常见问题的解决

一、不出峰	
可能的原因	可采用的排除方法
1、注射器有坏	1、用新注射器验证。
2、未接入检测器，或检测器不起作用	2、接入并检查设定值
3、进样温度太低	3、检查温度，并根据需要调整
4、柱箱温度太低	4、检查温度，并根据需要调整
5、无载气流	5、检查压力调节器，并检查泄漏，验证柱进口流速
6、柱断裂	6、如果柱断裂是在柱进口端或检测器末端，是可以补救的，切去柱断裂部分，重新安装
二、前沿峰	
可能的原因	可采用的排除方法
1、柱超载	1、减少进样量
2、两个化合物共洗脱	2、提高灵敏度和减少进样量，柱温降低 10-20 度，以使峰分开
3、样品冷凝	3、检查进样温度和柱温，如有必要可升温
4、样品分解	4、采用去活化进样器衬管或调低进样器温度
三、拖尾峰	
可能的原因	可采用的排除方法
1、进样器衬套或柱吸附活性样品	1、更换衬套。如不能解决问题，就将柱进气端去掉 1-2 圈，再重新安装
2、柱或进样器温度太低	2、升温（不超过柱最高温度）。进样器温度应比样品最高沸点高 25 度
3、两个化合物共洗脱	3、提高灵敏度，减少进样量，使温度降低 10-20 度，以使峰分开
4、柱损坏	4、更换柱
5、柱污染	5、从柱进口端去掉 5-10CM，再重新安装
四、只有溶剂峰	
可能的原因	可采用的排除方法
1、注射器有坏	1、用新注射器验证
2、不正确的载气流速（太低）	2、检查流速，如有必要，调整之
3、样品太稀	3、注入已知样品以得出良好结果。如果结果很好，就提高灵敏度或加大注入量。
4、柱箱温度过高	4、检查温度，并根据需要调整
5、柱不能从溶剂峰中解析出组分	5、将柱更换成较厚涂层或不同极性
6、载气泄漏	6、检查泄漏处（用肥皂水）
7、样品被柱或进样器衬套吸附	7、更换衬套。如不能解决问题，就从柱进口端去掉 5-10 以 CM，并重新安装



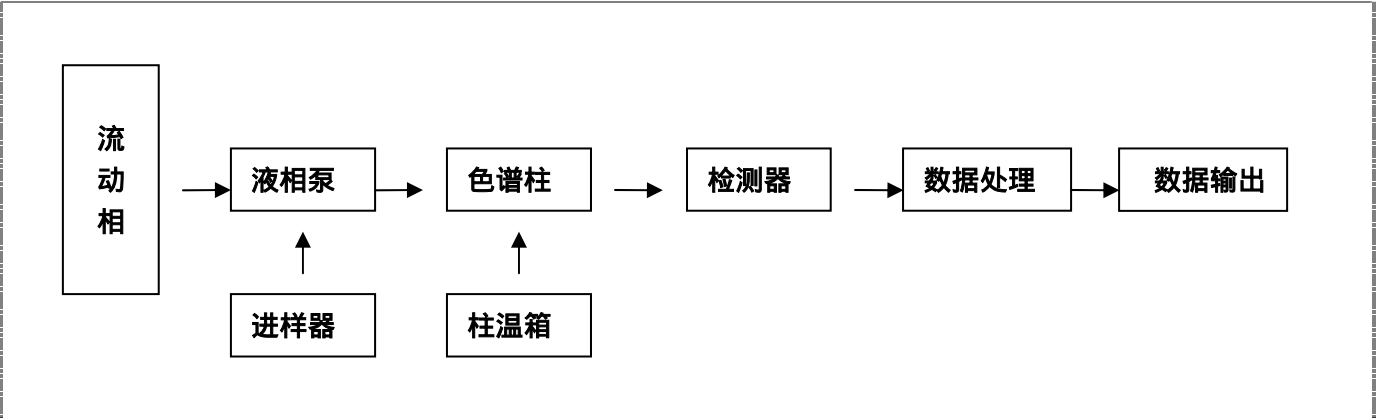
五、宽溶剂峰	
可能的原因	可采用的排除方法
1、由于柱安装不当，在进样口产生死体积。	1、重新安装柱。
2、进样技术差（进样太慢）	2、采用快速平稳进样技术
3、进样器温度太低	3、提高进样器温度
4、样品溶剂与检测相互影响（二氯甲烷/ECD）	4、更换样品溶剂
5、柱内残留样品溶剂	5、更换样品溶剂
6、溶剂量太大	6、调整
7、分流比不正确（分流排气流速不足）	7 调整流速
六、假 峰	
可能的原因	可采用的排除方法
1、柱吸附样品，随后解吸	1、更换衬管，如不能解决问题，就从柱进样口端去掉 5-10CM，再重新安装并老化柱子。
2、注射器污染	2、用新注射器及干净的溶剂试一试，如假峰消失，就将注射器冲洗几次。
3、样品量太大	3、减少进样量
4、进样技术差（进样太慢）	4、采用快速平稳的进样技术
七、过去工作良好的柱出现未分辨峰	
可能的原因	可采用的排除方法
1、柱温不对	1、检查并调整温度
2、不正确的载气流速	2、检查并调整流速
3、样品进样量太大	3、减少样品进样量
4、进样技术水平太差（进样太慢）	4、采用快速平稳进样技术。
5、柱和衬套污染	5、更换衬套。如不能解决问题，就从柱进口端去掉 5-10CM，并重新安装
八、基线不规则或不稳定	
可能的原因	可采用的排除方法
1、柱流失或污染	1 更换衬套，如不能解决问题，就从柱进口端去掉 1-2 圈，并重新安装
2、检测器或进样器污染	2、清洗检测器和进样器
3、载气泄漏	3、更换隔垫，检查柱泄漏
4、载气控制不协调	4、检查载所源压力是否充足，如压力 1MPa, 请更换气瓶。
5、载气有杂质或气路污染	5、更换气瓶，使用载气交货装置清洁金属管。
6、载气流速不在仪器最大/最小限定范围之内( 包括 FID 用氢气和空气 )	6、测量流速，并根据使用手册技术指标，予以验证
7、检测器出毛病	7、参照仪器使用手册进行检查
8、进样器隔垫流失	8、老化或更换隔垫

### 九、同一根柱保留时间长短不一

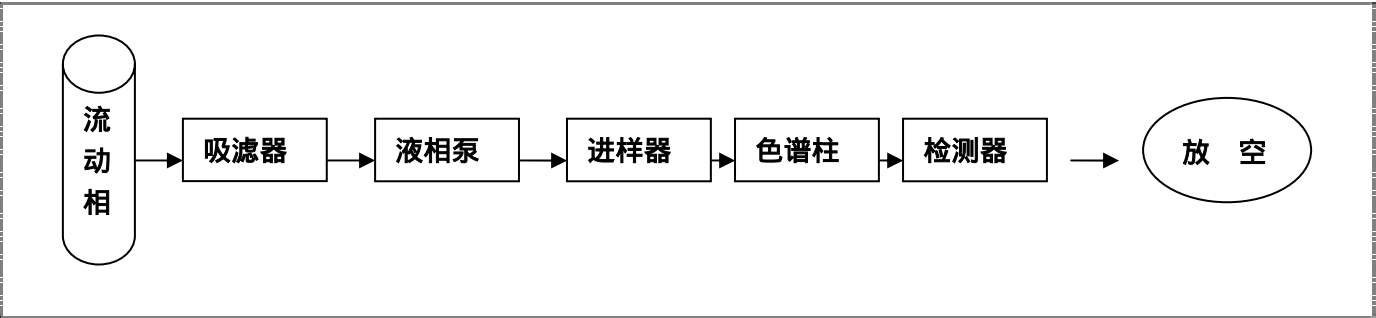
可能的原因	可采用的排除方法
1、柱温太低和太高	1、检查并调整柱温
2、载气流速太低或太高	2、在柱出口处用适当的，经标定气源测量流速
3、样品器隔垫或柱泄漏	3、如必要，请检查并修复
4、柱污染或损坏	4、重新老化或更换柱
5、样品超载	5、减少样品进样量
6、记录仪出问题	6、检查记录仪
7、载气控制不协调	7、检查载气源，看压力是否足够，如压力 500psi，请更换气瓶。

# 液相色谱仪基本配置和注意事项

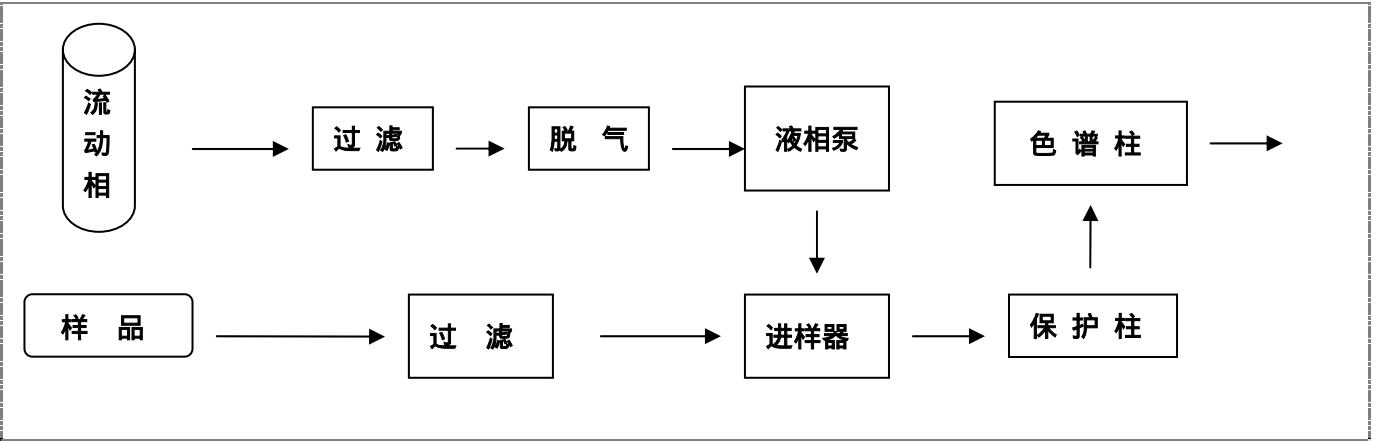
## 一、液相色谱仪的基本配置和构成



液相色谱仪的基本配置示意图



液相色谱仪流路示意图



流动相和样品前处理示意图

## 二、液相基本组成

- 1、输液泵
- 2、进样单元
- 3、分离单元（色谱柱）
- 4、检测器

## 三、常用液相单元的故障及解决

- 1、输液泵
- 2、7725i 手动进样阀
- 3、色谱柱
- 4、检测器

### （一）输液泵的操作

液相色谱输液泵一般由入口单向阀、出口单向阀、柱塞杆、泵密封圈等组成，是液相色谱的重要组成部分，要保持泵的良好操作规程。必须维护系统的清洗，保证溶剂的纯度：

- （1）用高纯度的试剂和 HPLC 级溶剂
- （2）过滤流动相和溶剂
- （3）脱气
- （4）再次使用前放空脱气，工作结束从泵中洗去缓冲液（最好另外清洗柱塞）
- （5）不让水或腐蚀性溶剂滞留泵中
- （6）定期更换泵垫圈
- （7）查阅有关泵的操作手册

### （二）7725i 手动进样阀

- 1、正确的进样方式
  - （1）手动进样阀在 INJECT 位置：把取存试液的进样针导入进样孔，直到插入为止（必须穿过转子密封圈聚四氟乙烯套管）；
  - （2）转动手柄到 load 位置：把试液放入阀体中的定量环里；
  - （3）同时转动手柄到 INJECT 位置：试液进入液路。
- 2、进样前样品处理及注意事项
  - （1）须用专用平头液相专用注射器进样（禁用气相尖头进样针）；
  - （2）进样试液应无颗粒、浑浊和乳化，使用前先用超声波溶解后，须用 0.45um 的过滤膜过滤；
  - （3）部分装取样时 取样体积一般小于定管的 50% 完全装液相取样体积取必须是定量环的 5 倍以上（特别是高要求分析中外标定量）；
  - （4）如流动相使用缓冲盐（或酸性、碱性）在使用结束时必须用蒸馏水在 load 和 INJECT 位置 反覆冲洗干净，因盐析出会损害转子、定子密封圈；
- 3、进样阀故障及维护
  - （1）在进样针与进样阀不相配（针外径偏小）情况，可以用铅笔的橡皮头将针导管压入少许，使密封环变小达到严格密封；
  - （2）转子密封圈漏液的维护：

转子密封圈少量漏液，拧松手柄六角螺钉，手柄沿轴方向送进，使手柄里的突出部

嵌入压力调整螺钉缺口，旋转手柄 1/20 圈，直到不漏液为止；

转子密封圈损坏，通过方法 还漏液则需要更换转子密封圈。

拧下三个定子螺钉，从主体上卸下转子密封圈，用手柄拧松压力调整螺钉半圈（ ）安装上三个定子螺母均等地牢牢拧紧，再来调整压力螺丝拧到原来红色标记位置。

### （三）液相色谱柱

#### 1、正确的使用方法

- （1）进样的试样最好称量，超声波溶解，样品过滤器过滤后进入色谱；
- （2）在有条件情况下，最好一个样品使用一支色谱柱，可延长柱使用寿命；
- （3）色谱柱在使用后必须冲洗干净后方可保存过夜；
- （4）对于使用酸、碱、缓冲盐的流动相，柱子必须用蒸馏水（含 5% 有机溶剂）冲洗干净，再用甲醇、乙腈冲洗保护（对反相柱）。

#### 2、色谱柱的维护

- （1）流动相所用试剂尽可能是色谱纯试剂，水最好是超纯水或全玻璃双重蒸馏水；
- （2）流动相使用前用溶剂过滤器除去可能存在的微粒，流动相应现用现配。对含盐的流液尤其应注意长时间会产生细菌或出现沉淀；
- （3）柱子在使用过程中会产生：塔板数下降 峰形变差 压力增加 保留时间变化。为使柱子使用寿命延长
  - A 每天使用完后必须当天冲洗干净；
  - B 压力增大时，可能是过滤筛板污染，可以将柱头螺母卸下取出滤片并将其在 20% 的硝酸溶液里超声波清洗约 15 分钟，再用纯水超声波清洗 10 分钟，重新装入色谱柱；
- （4）色谱柱的再生
  - A. 反相柱 分别用甲醇：水=90：10，纯甲醇，二氯甲烷做流动相依次冲洗，每次冲洗体积为柱体积的 30 倍，然后以相反顺序冲洗；
  - B. 正相柱 分别用正己烷，异丙醇，二氯甲烷，甲醇做流动相依次冲洗，每次为柱体积的 30 倍，甲醇冲洗完以后再以相反的次序冲洗，至正己烷。注意使用流动相必须严格脱水。

### （四）紫外检测器

紫外检测器是应用最广泛的检测器，可测 190-350nm 光吸收变化，其结构基本部件：氙灯流通池和传感器等等。应注意事项：

#### 1、氙灯的注意事项

- （1）在开动液相色谱仪时最好先开泵，等流入大致平衡后再开检测器，可以缩短氙灯使用时间，冲洗关机也一样。先关检测器，后冲洗；
- （2）在分析中没有较长时间间隔，可以不关检测器。

#### 2、流通池检测事项

- （1）流通池是各分离组分经色谱柱分离到检测器的通道。流通池应定期清洗检查，定期更换池垫圈；
- （2）流通池常见故障是产生气泡，噪音较大，流动相必须严格脱气，其次在检测器出口加一较长背压管；
- （3）不相互溶的溶剂没有中间过渡会产生气泡，以及噪音变大，故必须用异丙醇过渡后再换上新的溶剂；

(4) 流通池本身污染程度可以在 UV-254nm 处检查，样品池和参比池的两处的光能量结果来判断。

### 3、氙灯的更换

(1) 必须关闭检测器电源，等灯基本冷却后再操作；

(2) 氙灯使用可以通过检查实际使用时间和结合光能量来办；

(3) 氙灯更换必须戴手套，以防污染灯的表面产生噪声。

(4) 灯座位置必须安装到位

### 4、流通池的清洗必须按照操作规程来处理

(1) 下池入口、出口、液路路管

(2) 用带金属接头的注射器连接池进口端、出口端注入异丙醇。

(3) 回抽 10 毫升异丙醇通过池去掉残留流动相。

(4) 回抽 10 毫升蒸馏水

(5) 回抽 10 毫升 60mol/L，磷酸通过池去掉沉积物。

(6) 回抽 20 毫升蒸馏水

(7) 用至少 100 毫升蒸馏水正向通过池入口

## 五、液相色谱仪常见故障的检查

液相色谱仪根据目前市场情况，主要分进口和国产两大类液相色谱仪。进口主要有美国产 Waters、安捷伦、赛尔泰、戴安、日本岛津等系列液相色谱仪；国产有大连依利特、大连江申、上海上分、上海伍丰、浙江温岭、北京温分等系列液相色谱仪。各生产厂家生产的液相色谱仪性能也各有差别。但液相色谱仪主要包括三个系统：即输液泵、进样器和检测器系统。输液泵系统主要有泵体、吸滤头、入(出)单向阀、柱塞杆、压力传感器、在线过滤器、排空阀等组成；进样系统主要阀体、定量环、进样针等组成；检测器主要由电路系统、光路系统、光源、检测池等组成。

要分析和判断色谱仪的故障所在，就必须熟悉液相色谱工作输液和进样、检测这三大系统，特别是构成这三个系统部件的结构、功能。色谱仪的故障是多种多样的。而且某一故障产生的原因也是多方面的。

以下是液相色谱仪在使用过程中经常出现的故障现象以及解决方法，供大家参考和借鉴。

1、液相泵不输液	
可能的原因	可采用的排除方法
1、吸滤头堵塞。	1、清洗或更换吸滤头
2、吸入管接口漏液	2、重新安装或更换管路密封螺丝
3、入口、出口单向阀失灵	3、用超声波清洗或更换单向阀
4、泵腔内有气体	4、用 10ML 注射器抽出其中气体
5、柱塞杆磨损	5、更换柱塞杆
6、泵头漏液	6、检查泵密封圈或清洗、更换密封圈

## 2、系统压力偏高或压力波动大

可能的原因	可采用的排除方法
1、管路在线过滤片污染	1、清洗在线过滤片或更换
2、管路堵塞	2、重新剪切，重新安装
3、手动进样器堵塞	3、检查进样器转子、定子及定量环，清洗或更新
4、保护柱污染	4、清洗或更换保护柱芯
5、色谱柱污染	6、清洗或更换
7、混合器污染(双泵)	7、清洗混合器(内过滤片)或更换

## 3、仪器使用基线漂移较大

可能的原因	可采用的排除方法
1、系统流动相未平衡好	1、稳定时间长一点
2、色谱柱使用后期污染	2、清洗再生色谱柱或更换
3、样品没走完	3、清洗管路或液路
4、检测器污染	4、清洗检测器和检测池。
5、流动相污染、不纯、未脱气、未过滤	5、使用 HPLC 级试剂，充分过滤。
6、系统污染	6、清洗整个流路系统
7、氘灯能量不足	7、更换氘灯
8、电源(电压)不稳定	8、安装稳压电源
9、室内环境较差	9、改善室内环境，保持一定温度和湿度
10、系统漏液	10、检查液路，确保流路不漏液、不堵塞。

## 4、保留时间重现性不好

可能的原因	可采用的排除方法
1、样品进样量相差较大	1、样品进样量保持一致
2、系统未平衡	2、系统平衡时间长一点
3、分析方法不合理	3、重新筛选色谱柱或流动相
4、色谱柱选择不合理或使用后期	4、清洗或更换色谱柱
5、流动相混合不均匀或试剂质量不好	5、混合时间长一点，选择 HPLC 试剂
6、系统漏液	6、检查流路，确保流路不漏液、不堵塞

## 5、测试样品出现分叉峰

可能的原因	可采用的排除方法
1、保护柱污染	清洗或更换
2、色谱柱污染	清洗或更换
3、进样阀污染	清洗或更换
4、检测器污染	清洗检测池、更换垫片或透镜
5、溶解样品的试剂选择不合理	重新选择合适的试剂

## 1102 型气相色谱仪的某些经验

**摘要** 介绍了使用上海分析仪器厂 1102 型气相色谱仪的某些经验,主要在汽化室导管的改装,微量注射器的保护以及氢焰离子化检测器的清洗。采用以上方法可使分析结果准确,延长仪器使用寿命。

**关键词** 气相色谱仪 使用 维修

**分类号**: TH

上海分析仪器厂 1102 型气相色谱仪以微处理机控制,可配用多种检测器,色谱柱和数据处理机,用途广泛,性能很好。但应用中常会遇到各种问题,若解决不当,则分析难如人意。下面谈谈氢焰离子化检测器和毛细管柱相配时的一些使用和维修技巧。

### 1、汽化室导管的改装

汽化室采用石英导管,管内填充直径 1.5mm 玻璃珠(使用前以二甲基二氯硅烷处理,消除表面吸附性),填充长度为 3cm。导管两端填充少许硅烷化石英玻璃棉以固定玻璃珠的位置,确保样品均匀迅速汽化,否则测定结果的重现性、精密度均会大为下降。样品中高沸点杂质容易在填充物处沉积,污染导管玻璃珠,故应及时清洗导管,更换玻璃珠,以防污染色谱柱、检测器,出现鬼峰。

清洗汽化室时,需拧开汽化室下端接头,取出导管,但接头附近设有分流流路,阻碍导管上下活动,装卸导管时,易使导管口部折断,或使分流管根部断裂。这此我们做了如下改装:将分流管中部截断,在此用一接头连接。清洗汽化室时,首先拆开此接头,导管便可活动自如。汽化室导管改装示意图 1。

### 2、微量注射器的保护

微量注射器使用方便,进样准确,价格低廉,应用广泛。但测定某些易水解、分解物、氧化物常堵塞并腐蚀针头。由于微量注射器针头很细,一旦堵塞,很难清除,应当特别注意。若连续测定多份易分解样品,进样完毕应将针尖立即插入硅橡胶垫内(用仪器上废弃的进样垫圈即可),隔绝空气,水分避免分解。测完样品立即以相应溶剂彻底清洗,保护进样器针头。

### 3、氢焰离子化检测器(FID)的清洗

FID 使用一段时间后,不可避免会受到污染,使得噪声加大,灵敏度下降。出现这种情况,可取下 FID 外罩,拆下电极和绝缘圈,以丙酮浸泡,清洗 3-5 次,以 N<sub>2</sub> 气流吹干即可。如污染严重,可在浸泡后超声洗涤一定时间,再按上述方法清洗。

样品组分在氢焰上燃烧,某些产物会聚集于喷口,天长日久,喷口变小,氢气、空气比失调,灵敏度下降。如果喷口堵死时,火焰就不能正常燃烧。解决办法是,首先以适当的溶剂浸泡,用 2.5-3mm 细金属通针将喷口捅开。如此举无效时,可用细油石砂纸或 W14 细金相砂纸水平轻磨喷口,再以 0.8 钻头将孔口的毛刺去掉,用通针捅喷口,最后依次用丙酮、酒精、蒸馏水彻底清洗, N<sub>2</sub> 气流吹干, FID 便完好如初。



## 色谱分析常见问题解决(摘录)

问：用 HPLC 进行分析时保留时间有时发生漂移，有时发生快速变化，原因何在？如何解决？

答：

关于漂移问题：

- 1、温度控制不好，解决方法是采用恒温装置，保持柱温恒定
- 2、流动相发生变化，解决办法是防止流动相发生蒸发、反应等
- 3、柱子未平衡好，需对柱子进行更长时间的平衡

关于快速发生变化问题

- 1、流速发生变化，解决办法是重新设定流速，使之保持稳定
- 2、泵中有气泡，可通过排气等操作将气泡赶出。
- 3、流动相不合适，解决办法为改换流动相或流动相在控制室内进行适当混合

问：色质联用中毛细柱的选择应注意什么问题？

答：

- 1、柱效要高
- 2、热稳定性好
- 3、化学惰性强

具体选择应注意

- 1、柱极性。根据分析样品选择不同极性的柱子进行分析
- 2、柱子内径。内径大小决定柱容量
- 3、液膜厚度。分析样品温度不一样，对膜厚度有不同要求，温度高液膜要厚，温度低液膜要薄
- 4、柱长度。柱越长，柱效越高，分离效果越好，但也存在吸附问题，柱子过长，分析时间长，因此要根据样品考虑柱子长度
- 5、外涂层（柱体）的选择
- 6、另外还有仪器型号、分析对象等因素

问：液相色谱中峰出现拖尾或出现双峰的原因是什么？

答：

- 1、筛板堵塞或柱失效，解决办法是反向冲洗柱子替换筛板或更换柱子。
- 2、存在干扰峰，解决办法为使用较长的柱子，改换流动相或更换选择性好的柱子

问：从哪些方面可以简单判别毛细管柱子的热稳定性好坏？

答：

- 1、分配容量（或容量因子） $K$ ，好的柱子在高温运行后，分配容量  $K$  不应有明显的下降，否则，说明柱子的热稳定性不好。
- 2、理论塔板数  $n$ ，热稳定性好的柱子经受高温后，理论塔板数应数基本保持恒定
- 3、柱子的极性。热稳定性好的柱子，高温前后极性变化不大，具体表现为保留指数  $I$  值没有大的变化。
- 4、噪声。热稳定性好的柱子在高温下使用后，噪声不能增加。
- 5、柱子的去活层，毛细管柱子涂固定液前内部一般要用去活性试剂去活以增加惰性。质量好的毛细管柱子高温后，去活层不应该变化，表现在对强极性样品或酸碱性样品的吸附性不能增加。

问：为什么进样器内的玻璃衬套会对色谱行为造成影响？

答：

进样器内的玻璃衬套主要有下列作用：

- 1、提供一个温度均匀的汽化室，防止局部过热。
  - 2、玻璃的惰性不如不锈钢好，减少了在汽化期间样品分解的可能性。
  - 3、易于拆换清洗，以保持清洁的汽化室表面，一些痕量非挥发性组分会逐渐积累残存于汽化室，高温下会慢慢分解，使基流增加，噪声增大，通过清洗玻璃衬套可以消除这种影响。
  - 4、可根据需要选择管壁厚度及内径适宜的下衬套，以改变汽化室的体积，而不用更换整个进样加热块。
- 从以上几个方面可以知道玻璃衬套对色谱行为造成影响的原因。

问：毛细管色谱分流进样时，非线性分流的主要原因是什么？

答：

- 1、进样器温度太低，样品汽化不完全，发生分级分流。
- 2、进样器温度太高，某些组分可能发生热分解，也有的样品可能发生催化分解，或样品部分地被吸附在进样器内表面上。
- 3、在分流点以前样品没有混合均匀或混合不充分。
- 4、系统的进样垫，柱接头等地方漏气。

问：HPLC 灵敏度不够的主要原因及解决办法

答：

- 1、样品量不足：解决办法为增加样品量
- 2、样品未从柱子中流出：可根据样品的化学性质改变流动相或柱子
- 3、样品与检测器不匹配：根据样品性质调整波长或改换检测器
- 4、检测器衰减太多：调整衰减即可。
- 5、检测器时间常数太大：解决办法为降低时间参数
- 6、检测器池窗污染：解决办法为清洗池窗。
- 7、检测池中有气泡：解决办法为排气。
- 8、记录仪测压范围不当：调整电压范围即可。
- 9、流动相流量不合适：调整流速即可。
- 10、检测器与记录仪超出校正曲线：解决办法为检查记录仪与检测器，重作校正曲线。

问：做 HPLC 分析时，柱压不稳定，原因何在？如何解决？

答：

原因可能有：

- 1、泵内有空气，解决的办法是清除泵内空气，对溶剂进行脱气处理；
- 2、比例阀失效，更换比例阀即可。
- 3、泵密封垫损坏，更换密封垫即可。
- 4、溶剂中的气泡，解决的办法是对溶剂脱气，必要时改变脱气方法；
- 5、系统检漏，找出漏点，密封即可。
- 6、梯度洗脱，这时压力波动是正常的。

问：做 PGS/MS 分析时，如何防止焦油状污染物进入毛细柱？

答：聚合物，尤其是一些含氮、硫及卤素的高分子裂解时，常有焦油状物质产生。为防止这种焦油状物质进入毛细柱造成污染而使柱性能下降，可采用保护预柱，即在裂解器与毛细柱之间接一填充预柱，通过

控制预柱温度而使焦油状物质滞留在预柱内，预柱可置于 GC 气体室内，这样既容易控制温度，又减少了系统的死体积，当然，预柱填料需经常更换。

问：我最近更换了另一种牌号的 ODS 柱，虽然分离情况仍可以，但保留时间不能重现，为什么？

答：

这是因为被分析物可能具有形成氢键的能力。尽管过去几年来，填料的制造技术有了极大的提高，但不同的厂商的 ODS 填料表面硅醇基的浓度不同。正是这些硅醇基可能与样品发生相互作用。因此，同一被分析物中和各组分在不同牌号的 ODS 柱上的相对保留时间就可能不同。在流动相中加入少量竞争物，如三乙胺（TEA），将会使硅醇基的在键能力饱和，从而保证不同牌号柱子上的相对保留时间具有较好的重现性。

问：我购买的 HPLC 柱验收测试时柱压过高，请问为什么？

答：

柱压过高是 HPLC 柱用户最常碰到的问题。其原因有多方面，而且常常并不是柱子本身的问题，您可按下面步骤检查问题的起因。

- 1、拆去保护柱，看柱压是否还高，否则是保护柱的问题，若柱压仍高，再检查
- 2、把色谱柱从仪器上取下，看压力是否下降，否则是管路堵塞，需清洗，若压力下降，再检查。
- 3、将柱子的进出口反过来接在仪器上，用 10 倍柱体积的流动相冲洗柱子，（此时不要连接检测器，以防固体颗粒进入流动性）。这时，如果柱压仍不下降，再检查：
- 4、更换柱子入口筛板，若柱压下降，说明你的溶剂或样品含有颗粒杂质，正是这些杂质将筛板堵塞引起压力上升。若柱压还高，请与厂商联系。一般情况下，在进样器与保护柱之间接一个在线过滤器便可避免柱压过高的问题，SGE 提供的 Rheodyne7315 型过滤器就是解决这一问题的最佳选择。

问：高温毛细柱的使用寿命一般为多长？

答：

毛细柱寿命除决定于柱子本身的性能外，在很大程度上取决于使用情况，比如使用温度、样品状态，进样量等，如果在其使用温度范围内，样品干净，色谱柱不被污染的情况下，柱子寿命一般在 2-3 年之间。

问：如毛细管柱被污染，柱效和分辨率降低，有何种方法使它恢复？是否可通过老化来解决？

答：

根据柱污染程度可采取不同的方法来解决，如果污染不严重，污染物沸点不是太高，可通过老化来解决，但老化温度不可超过柱子的最高使用温度，且一般要较长时间（8-30 小时），如果污染较重，或通过老化仍不能使柱性能恢复，那就必须采用溶剂清洗，通常是用 5 倍柱容积的溶剂（如正戊烷），二氯（甲烷等）通过色谱柱。当然，清洗溶剂用的越多，对柱性能的损坏越大，清洗完后，在通载气老化一定时间，如果柱性能恢复，便可继续使用。必须指出：只有交联柱才能清洗，对于非交联柱，清洗柱会彻底失效，因为固定液被洗掉了，至于清洗用溶剂的选择，可参考说明书。

问：BPX70 毛细管柱是否可用于 GC/MS 分析？

答：

完全可以，BPX70 为极性柱，使用温度范围宽（25-260），程序升温可达 290，流失低，适合于分析脂肪酸四甲酯的各种位置和几何异构体，药物异构体，碳小化合物等。因 BPX70 为交联柱，故用于 GC/MS 很稳定，污染后可清洗再生。

问：如何解决液相色谱仪管路故障？如何预防管路故障？

答：

液相管路阻塞是管路的主要故障。管路完全或部分阻塞是由以下主要原因引起的：

- 1、流动相没有经过很好的过滤；
- 2、测试样品中有细小的微粒；
- 3、泵或进样垫圈在工作过程中产生碎片；
- 4、预柱、保护柱和分析柱中漏出填料；
- 5、毛刺和锉屑进入；
- 6、流动相中存在结晶盐；
- 7、流动相中存在微生物；
- 8、系统中进入其它颗粒性物质。

系统中管路阻塞的情况很少见，常见的是烧结过滤片(玻璃砂芯)阻塞。管路完全阻塞，压力会突然升高，超压。部分阻塞开始不很明显，不断滞留在液体中的微粒压力会慢慢升高。最后完全阻塞。出现管路阻塞的情况后，我们可以用系统分段法检查阻塞的管路，从后向前分别松开接头检查，找到阻塞管路后，应立即拆下来疏通和更换。如果是非刚性物质阻塞，如生物样品中的生化物质(蛋白质)、微生物等，可以用极细的金属丝导通，也可以在火上烧一烧使有机物炭化，而后再导通。如果是刚性阻塞，则导通则十分困难，采用反冲的办法有时能成功，就是将管路用泵头冲洗；如不行的话，则要更换管路，注意更换的时候，新的管路要与旧的管路和口径相同。

另外，更换管路的时候要注意管路的切口，切口不平整或密封卡套不平滑都不能密封，大多数渗漏都是由接头引起的，而不是管路的问题。

几乎所有的管路故障都是可以避免的，按以下要求可以有效地预防管路接头的故障：

- 1、使用仪器设计时的部件(如同一厂商的部件)；
- 2、使用效果好的接头部件(如零死体积，即样品通过时  $V_0=0$ )；
- 3、按要求组装和拧紧接头，不可拧得过紧；
- 4、避免接头混淆使用，及时作好标记；
- 5、使用合格的工具；
- 6、组装和拆卸接头时要检查在密封面上有无微粒和无机结晶盐。这些污染物影响密封性能，更严重的使螺丝咬死。最后，旋紧接头时最好用死扳手，保证不咬坏接头。
- 7、平时要准备一些要能用到的各种接头备件。

## 常用色谱配件和消耗品

气相色谱仪				液相色谱仪			
产品名称	规格型号	优惠价	产地	产品名称	规格型号	优惠价	产地
气相进样针	0.5ul /1ul /5ul	38.00	上海	液相进样针	25ul /50ul /100ul	60.00	国产
气相进样针	10ul /25ul /50ul /100ul	20.00	上海	液相进样针	25ul /50ul	350.00	进口
气相进样针	10ul /25ul /50ul /100ul	300.00	进口	液相进样针	100ul	400.00	进口
进样垫	6.5/9.0/10.0/11.0mm	0.80	上海	保护柱	柱芯式(一套三芯)	650.00	天津
进样垫	GC9790/9160/1690 用	1.50	上海	保护柱	柱芯式(一套三芯)	1800.00	进口
进样垫	Agilent(25 粒/包)	350.00	美国	柱 芯	C18/C8...	60.00	天津
进样垫	岛津(20 只/包)	60.00	日本	袖珍真空泵	AP-01	1700.00	天津
气路管	PVC Φ3*0.55mm /米	1.00	国产	超声波清洗器	JL-60(2 升)	1480.00	天津
气路管	紫铜 Φ3*0.55mm /米	12.00	国产	流动相过滤器	M-50(1000ml)	600.00	天津
气路管	不锈钢 Φ3*0.55mm /米	20.00	国产	过滤膜	Φ50 水系/有机系	150.00	国产
铜碗型垫	Φ3	0.50	国产	针式滤器	Φ13 水系/有机系	180.00	国产
橡胶密封圈	Φ3	0.50	国产	手动进样阀	7725i	6200.00	美国
减压阀接头	色谱专用	8.00	浙江	转子密封圈	7725i	800.00	美国
脱氧管	RO - 1	900.00	兰州	柱 温 箱	AT-330	5200.00	天津
大气采样器	QC-2(双通道)	1980.00	北京	泵密封圈	岛津 228-35145	600.00	日本
喷墨头	HP51604	180.00	进口	泵密封圈	Waters 515 WAT26613	480.00	美国
玻璃衬管	国产各规格	60.00	国产	入口单向阀	岛津 228-32166-91	1000.00	日本
空气净化源	WJK - 6	3150.00	杭州	出口单向阀	岛津 228-34976-91	1100.00	日本
氢气发生器	SGH - 300	5440.00	北京	过滤白头	01018-22707(5 只/包)	280.00	美国
气体净化器	GPI - 2	650.00	杭州	保护针头	22 号	150.00	美国
毛细管色谱柱	SE-30、54/30m*0.32	1100.00	兰州	氙 灯	SPD-10AT	2900.00	日本
毛细管色谱柱	SE-30、54/30m*0.53	1640.00	兰州	氙 灯	安捷伦 HP1100	5500.00	美国
毛细管色谱柱	OV-17、1701/30m*0.32	1200.00	兰州	氙 灯	Waters 2487	7000.00	美国
毛细管色谱柱	OV-17、1701/30m*0.53	1800.00	兰州	液相色谱柱	C18、C8、NH <sub>2</sub> /150mm*4.6um	1350.00	大连
毛细管色谱柱	PEG-20M、FFAP/30m*0.32	1300.00	兰州	液相色谱柱	C18、C8、NH <sub>2</sub> /250mm*4.6um	1433.00	大连
毛细管色谱柱	PEG-20M、FFAP/30m*0.53	1920.00	兰州	液相色谱柱	C18 / 150mm*4.6um	1600.00	迪 马
毛细管色谱柱	AC-1、5、10、20/30m*0.32	1800.00	SGE	液相色谱柱	C18 / 250mm*4.6um	1700.00	迪 马
毛细管色谱柱	AC-1、5、10、20/30m*0.53	2780.00	SGE	液相色谱柱	C18 /150mm*4.6um	2200.00	YMC
<b>特别推荐：气相色谱仪 GC1690J、液相色谱仪 MODEL 500(美国原装)</b>							
产品名称	规格型号	相关配置		参考价	优惠价	产地	
气相色谱仪	GC1690J	双 FID + 毛细管系统		34800.00	29580.00	杭州	
液相色谱仪	MODEL 500	泵 + 紫外检测器 + 针 + 液相柱 + 进样阀 + 支架		98000.00	78000.00	美国	