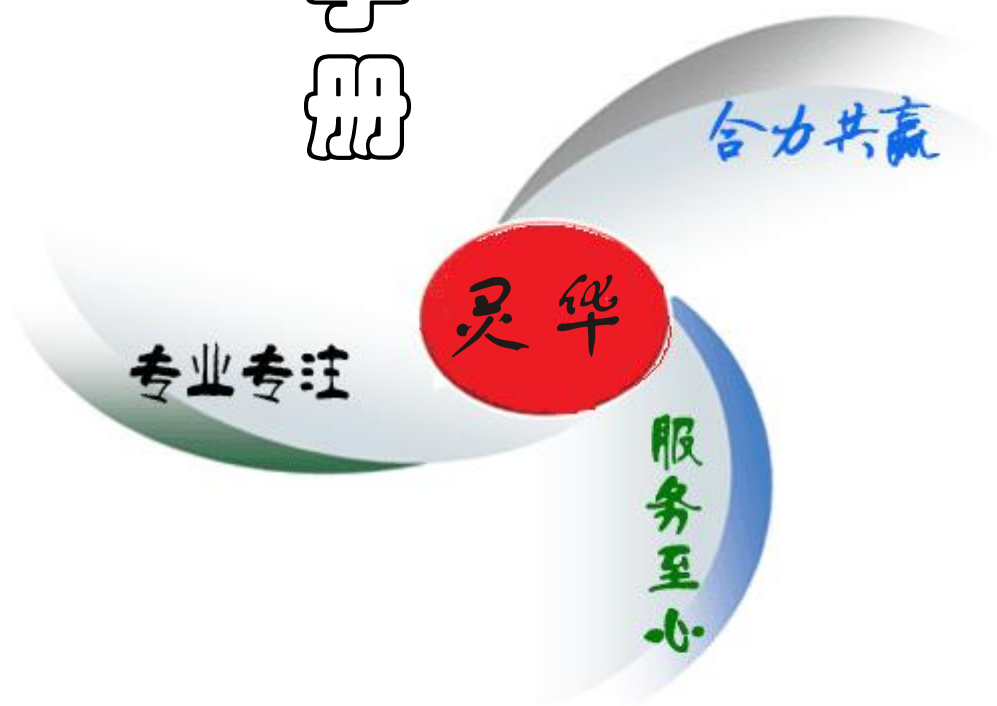


# GC-9890 系列气相色谱仪

## 使用手册



\* 安装使用产品  
前请阅读使用  
手册



上海灵华仪器有限公司

# 上海灵华仪器有限公司简介

上海灵华仪器有限公司是专门从事气相色谱仪的制造及各类色谱应用技术研究的高新技术企业。公司已通过 ISO9001-2008 国际质量体系标准，具有完善的质量保证体系。生产设备先进、技术力量雄厚，在国内具有较高的声誉，多年来以产品质量可靠、售后服务周到，受到用户的一致好评。

我公司有由中科院、石油部、卫生部、公安部等行业专家组成的专家组及分析实验中心，致力于为广大用户提供全面的气相色谱分析解决方案，解决用户的实际问题。目前我公司与清华大学、中国石油大学、北京石油学院、北京化工大学、复旦大学、华南师范大学、石油化工科学研究院等科研院校均有良好的项目开发及合作关系。此外，我公司与可口可乐（中国公司）联合开发的 PET 瓶片中乙醛残留的专用“AA 测试仪”也通过可口可乐的认证，并协助其在各地制瓶及罐装厂建立检测实验室。

我公司可根据用户的需求，提供分析解决方案，选配仪器及专用色谱柱，并负责分析解决方案的实验验证（用户可提供样品，由我公司实验中心分析、完成谱图），以及培训操作人员等完善的售前、售后服务。

我公司可提供的部分典型气相色谱分析解决方案有：

- 变压器油的测定
- 白酒（香精、香料）成分分析
- 高纯气体检测
- 水（饮料）中挥发性有机物的测定
- 血液中乙醇含量的检测
- 药品中溶剂残留的检测
- 室内环境的测定
- PET 瓶片乙醛残留含量测定
- 包装材料溶剂残留的测定
- 液化石油(天然)气测定

我公司还经营色谱仪配套产品，如：色谱工作站、色谱数据处理机、高纯氮气发生器、氢气发生器、无油静音空气泵、氮氢空三气一体机、气体净化器等系列外围设备，以及进口、国产气相色谱毛细管柱、液相色谱柱、进样垫、石墨垫等备品配件。

# 前言

(a) 本使用手册对 9890 系列气相色谱仪的操作和使用方法进行了介绍，请用户在操作使用仪器之前仔细阅读并充分理解，正确地操作使用仪器。

(b) 用户在使用 9890 系列气相色谱仪过程中涉及到的某些气体、样品若处置不当可能造成人体伤害或环境污染。请用户参照本说明书的有关介绍并遵守当地有关的法律法规，正确地使用、保管、处理可能造成人体伤害或环境污染的气体、样品等物品。

(c) 本使用手册中插图仅用于方便用户理解，具体以实物为准。

(d) 本使用手册可能在未经通知的情况下进行修改。

(e) 本说明书的版权归上海灵华仪器有限公司所有。

(f) 版本说明：2011 年 11 月 16 日修订，增加 E 型机参数、EPC 操作方法。



# 安全事项

## ▲氢气使用的安全事项

使用氢气时，需特别小心。为了防止事故，请严格遵守下述规章：

1. 气路连接好之后应再次确认正确无误。如不慎将氢气管道接到仪器的空气入口处，则氢气将大量泄漏，极易引发爆炸等危害。
2. 仪器不用时，必须将氢气气源（气瓶或发生器）的总阀关闭，同时要始终保证氢气气源本身无泄漏。
3. 注意定期检查整个氢气气路的密封性，避免出现漏气现象。
4. 为防止氢气泄漏引起的爆炸事故，放置仪器的房间必须通风良好，并遵守消防条例的规定。
5. 实验完毕后，请首先关闭氢气气源的总阀，然后再进行其它关机操作。

## ▲紧急情况下的关机步骤

当出现紧急情况而需立即关机时，请按下述步骤操作：

1. 关闭气相色谱仪主机电源开关。
2. 关闭所有辅助设备的电源开关。
3. 将氢气的气源总阀关闭。
4. 拔下仪器电源插头。
5. 紧急情况排除后，重新开启仪器，请参照有关“注意”事项。如果需要，请与上海灵华仪器公司取得联系。

## ▲安全注意事项

1. 本气相色谱仪是用于定性和定量分析的分析仪器。为了保证仪器的操作安全，请遵守下列注意事项。
2. 严格遵守本说明书所列出的操作步骤、警告和注意事项。
3. 请按照仪器的设计用途使用仪器。请不要自行拆卸或改装仪器。
4. 仪器的维修，请与所在地的上海灵华仪器公司办事处或代理商联系。

## ▲注意避免仪器高温部位、高热空气对人员可能造成的伤害

1. 仪器工作时，高热空气会从仪器后部的柱箱排气口排出，请勿在排气口周围放置可燃物品。
2. 仪器工作时，进样器、检测器和顶部盖板均处于较高的温度，请勿触摸，否则有烫伤危险。

## ▲注意高压危险

卸取仪器后盖板之前，必须切断仪器电源。



# 目录

第一章 概 述 .....	1
1.1 主要性能特点 .....	1
1.2 系列产品技术性能 .....	1
1.3 主要用途 .....	2
1.4 安装条件的准备工作 .....	2
1.5 仪器尺寸和重量 .....	4
第二章 整机结构及安装 .....	5
2.1 整机结构 .....	5
2.2 整机安装 .....	6
第三章 色谱柱的安装 .....	8
3.1 安装填充色谱柱 .....	8
3.2 安装毛细管色谱柱 .....	12
第四章 键盘操作 .....	14
4.1 键盘介绍 .....	14
4.2 程序升温/升压使用方法 .....	18
4.3 加热单元的设定、开启和关闭 .....	18
4.4 信号输出的操作 .....	18
4.5 单柱补偿的输出 .....	19
4.6 进样清洗的应用 .....	20
4.7 键盘的锁定 .....	21
4.8 秒表的应用 .....	21
4.9 柱箱温度的校正 .....	21
4.10 EPC 的使用方法 .....	22
4.11 事件表格的设置 .....	23
第五章 进样系统 .....	24
5.1 进样器概述 .....	24
5.2 填充柱进样器 .....	24
5.3 气体进样器 .....	24
5.4 毛细管柱分流/不分流进样器 .....	25
5.5 毛细管柱进样器的流量设置 .....	27
5.6 毛细管系统的日常维护 .....	29
第六章 检测器的原理和使用 .....	30
6.1 氢火焰检测器 .....	30
6.2 热导池检测器 .....	33
6.3 电子捕获检测器 .....	35
6.4 火焰光度检测器 .....	37
6.5 氮磷检测器 .....	39
第七章 仪器显示信息及故障排除 .....	41
7.1 错误信息 .....	41
7.2 故障排除 .....	42
7.3 常见检测器及分析故障 .....	43
第八章 仪器的维护保养 .....	47
8.1 仪器的清洗 .....	47
8.2 色谱柱的老化 .....	47
8.3 进样器 .....	47
8.3 火焰离子化检测器(FID)的清洗 .....	49

8.4 运输与贮存.....	50
8.5 质量保证.....	50
第九章 附录.....	51
10.1 阀刻度-流量曲线图 .....	51

# 第一章 概述

GC-9890 系列气相色谱仪是由微机控制的多用途高性能气相色谱仪，可配有氢火焰离子化检测器（FID）、热导检测器（TCD）、火焰光度检测器（FPD）、电子捕获检测器（ECD）以及其它类型检测器；可安装填充柱和毛细管柱；可以进行恒温及程序升温操作。

## 1.1 主要性能特点

- 主机自带四路阀件控制系统，方便实现在线自动进样（需加配件）；
- 单柱补偿电路使程序升温运行期间基线的漂移得到电子补偿，减少了由第二根柱子、检测器和辅助流量系统带来的复杂性；
- 检测器信号、加热器数值、加热炉温度、流量传感器读数或储存的柱补偿基线信号都可以分配到一个模拟的输出通道；
- 自动检测及故障诊断、断电保护储存实验数据、秒表、运转定时和键盘锁定功能；
- 智能后开门系统无级可变进出风量，缩短了升/降温后系统稳定平衡时间，柱箱温由 300℃降至 50℃所用时间 < 5min；
- 可安装美国 HP-5890 气相色谱仪微型热导检测器，实现完全对接；
- 流量系统可采用 EPC 控制，流量精度更高，使保留时间复性更好；
- 能安装两个流量传感通道，两个单柱补偿通道；
- 多阶程序升温，升温速率 0~70℃/min；增量 0.1℃/min，控温精度 ±0.1℃；
- 可以由用户重新校正炉温，并设定最高温度；
- 输入信号可进行对数放大，减少了干扰，灵敏度高，线性好，量程宽；
- 可实现电脑反控，操作更方便快捷；可远程操作，实现网络化；
- 根据需要，可以装配顶空进样器、自动进样器及热解析仪等周边设备。

## 1.2 系列产品技术性能

### ● GC-9890 系列温度控制指标

#### （1）色谱柱室温度

控温范围：室温+5~450℃

控温精度：在 200℃ 以内为 ±0.1℃

在 200℃ 以上为 ±0.2

温度梯度：柱有效区域内相对偏差不大于 1%

设定温度与指示温度之间偏差不大于 0.5℃

设定温度与实际温度之间相对偏差不大于 2%

程序色谱柱室温度：室温+5~450℃

#### （2）程序升温

程升阶数：3 阶；升温速率：0.1~40℃/min

（3）进样器温度：室温+5~450℃

（4）检测器温度：室温+5~450℃

## ● 系列产品检测器指标

FID

基线噪声 (A):  $\leq 1.6 \times 10^{-13}$       基线漂移 (A/30min):  $\leq 6 \times 10^{-12}$

检测限 (g/s 正十六烷):  $\leq 5 \times 10^{-11}$  (9890A);  $\leq 5 \times 10^{-12}$  (9890B)  $\leq 3 \times 10^{-12}$  (9890E)

TCD

基线噪声 (mV):  $\leq 0.03$       基线漂移 (mV/30min):  $\leq 0.15$

灵敏度 (mv · ml/mg):  $\geq 2500$  (9890A);  $\geq 5000$  (9890B);  $\geq 10000$  (9890E)

FPD

基线噪声 (A):  $\leq 5 \times 10^{-13}$       基线漂移 (A/30min):  $\leq 5 \times 10^{-12}$

检测限 (g/s 甲基对硫磷): 硫磷  $\leq 1 \times 10^{-12}$

ECD

基线噪声 (mV):  $\leq 0.03$       基线漂移 (mV/30min):  $\leq 0.15$

灵敏度 (g/ml  $\gamma$ -666):  $\leq 1 \times 10^{-13}$

NPD

基线噪声 (A):  $\leq 5 \times 10^{-13}$       基线漂移 (A/30min):  $\leq 5 \times 10^{-12}$

检测限 (g/s): 对氮  $\leq 5 \times 10^{-12}$  (偶氮苯)

对磷  $\leq 5 \times 10^{-12}$  (乙基-1605)

## 1.3 主要用途

- 环境保护, 大气、水源等污染地的痕量物分析、监测和研究;
- 生物化学, 临床应用, 病理和毒理研究;
- 食品发酵, 微生物饮料中微量组分的分析研究;
- 中西药物, 原料、中间体及成品分析;
- 卫生检查, 劳动保护公害检测的分析和研究;
- 有机化学, 有机合成领域内的成分研究和生产、控制;
- 尖端科学, 军事测控和研究;
- 石油加工, 石油化工, 石油地质, 油品组分等分析、控制和研究。

## 1.4 安装条件的准备工作

### 1. 环境条件

气相色谱仪应该在温度和相对湿度分别为 5~25℃ 和 0~85% 的范围内使用。这样, 仪器才能发挥最佳的性能, 仪器的使用寿命也最长。

如仪器暴露在腐蚀性物质 (不管是气体、液体还是固体) 中, 可能会损坏仪器的材料和零部件, 仪器的使用寿命会受到影响。

安装仪器的房间应当保证室内空气的流通, 同时应采取措施控制空气对流对检测器的不良影响。

### 2. 安装场地

安装气相色谱仪, 需要一张安放仪器的工作台, 至少能够承受 60kg 的重量, 试验台必须水平、稳固。此外, 为了方便柱温箱中的高热空气排放, 在气相色谱仪与墙面之间应留出至少 30cm 的空间。工作台与墙面之间应留有 30—40cm 的通道, 便于安装、保养或检修仪器。

仪器上方不可放置、悬挂任何其它的物品、搁板等。若有阻挡物, 会影响仪器顶部的散热, 妨碍仪器的正常使用。

如果其它设备（如记录仪，积分仪，工作站等）也放置在同一张工作台上，则工作台的台面和载荷根据需要适当增大。

### 3. 气源要求

为了获得最佳的色谱性能，对于气源我们推荐如下的纯度值。

#### 3.1 载气和毛细管柱尾吹气的纯度

N <sub>2</sub>	99.995%
H <sub>2</sub>	99.995%
He	99.995%
Ar/CH <sub>4</sub>	99.995%

▲注意：使用电子捕获检测器时，载气的纯度必须大于 99.9995%。

#### 3.2 检测器用辅助气的纯度

H <sub>2</sub>	99.99%
干燥空气	无水、无油（经过脱水、脱烃处理）

#### 3.3 载气的选择

选择什么气体作为载气（或毛细管柱尾吹气），取决于色谱柱和检测器的需要。下表是对气体选择的一些建议，供参考。

通常选择气体除了取决于色谱柱和检测器的需要之外，可能还要考虑价格因素及购买是否方便。比较常见的载气选择为：FID、ECD、NPD、FPD 检测器选择氮气（N<sub>2</sub>），TCD 检测器选择氢气（H<sub>2</sub>）。

检测器	载气	说明
TCD	He	通用
	H <sub>2</sub>	灵敏度最高（注 1）
	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> 检测（注 2）
	Ar	H <sub>2</sub> 灵敏度最高
FID	N <sub>2</sub>	灵敏度最高
	He	可用于替换
ECD	N <sub>2</sub>	灵敏度最高
	Ar/CH <sub>4</sub>	最大动态范围

▲注意：

- 1、H<sub>2</sub>灵敏度比 He 更高，但 H<sub>2</sub>在高温下有还原性，会损害 TCD 热导钨丝上的钝化物质致使漂移率偏高，一直要等到钝化物还原完毕为止。与某些化合物不能兼容。
- 2、N<sub>2</sub>适于分析 H<sub>2</sub>或 He，但会大大地降低分析其它化合物的灵敏度，对某些组分还可能出反峰。

#### 3.4 净化器

一般来说，我们建议在载气和辅助气的气路上均装上净化器。同时您也可以根据您的分析需要和成本控制来选择是否使用气体净化器。气体净化器在使用了一段时间后，应将气体净化器内的分子筛和硅胶进行活化处理。

#### 3.5 脱氧管

痕量氧气也会使 ECD 检测器的性能下降。氧气也会损害色谱柱，尤其是毛细管色谱柱。在净化器的气体出口（载气）和仪器的气体入口接头之间可以装一个脱氧管，以去掉痕量的氧气，提高 ECD 检测器的性能，保证 ECD 检测器的正常工作。

### 4. 电源的要求

#### 4.1 电源

气相色谱仪需要一个合适的电源。无论是改造现存的电器设备，还是安装全新的设备时都要求如此。为了防止出现安全事故，按照国际电工技术协会的要求，请使用三芯电源线，面板和机壳均与三芯电源线中的接地端连接。为气相色谱仪供电的电源必须按照有关规定，将接地端进行良好的接地。电源输入线路的承受功率应大于 2.5kW，电源接线板应接触可靠，电源应满足仪器使用条件，否则应加 3kW 以上的稳压电源。

#### 4.2 电源的意外情况

在某些地区，仪器系统所用的电源线可能会出现过份的电压下降现象，或出现冲击电压，瞬变电压，断电或其它意外情况，这样，仪器系统的操作就不可靠了。因此，必须对供电的质量进行检查。

#### 4.3 电源噪声

气相色谱仪的结构设计是能耐受合理的输入线噪声的。但也不排除特殊情况下，其他设备或环境会产生超出仪器耐受能力的噪声，此时需要消除噪声。

#### 4.4 噪声的消除

如果要消除现有电器设备或将来安装的电器设备的噪声，我们坚持这样的建议，即在主配电盘与仪器分配电盘之间要装一根合格的馈线。要检查中线接触和接地是否良好。

如果在装上合格的馈线之后，仍有不良的瞬变现象，那就要装一台能降低输入电噪声的设备了。

### 5. 接地

要想使仪器能安全可靠地运行，仪器的接地良好是非常重要的。一般来说，大多数国家和地区都要求给电器设备安装地线，以确保人身的安全和仪器的可靠运行。

为保证仪器性能及人身安全，仪器必须和大地可靠相连。埋设地线建议用铜网或铜板埋入一米深以下的湿土中，不允许用电源中线代替地线，不允许接在自来水管或暖片上。

## 1.5 仪器尺寸和重量

尺 寸：9890A/B 600mm×450mm×450mm; 9890E 500mm×450mm×450mm

重 量：约 52 kg

# 第二章 整机结构及安装

## 2.1 整机结构

GC-9890 系列气相色谱仪由气路、柱温室、检测器、汽化室及电器部分组成。

### 2.1.1 主机结构

主机由三部分组成：气路部分，柱室及检测器、汽化(进样)室，电器部分。

气路部分：载气、氢气和空气由调节阀调节，调节阀前均有稳压阀，稳压阀出厂前已定值，用户不需调节，侧面压力表显示稳压阀出口压力，阀件配有流量、刻度曲线表。仪器可选配填充柱和毛细管柱气路系统。

柱室：柱室由风扇、电炉丝、铂丝电阻、不锈钢室体及智能后开门组成。汽化室分为选配进样器 A、进样器 B；检测器可选配检测器 A、检测器 B。

电器部分：由主板、显示板、键盘板、放大板、触发板及变压器组成。

### 2.1.2 气路流程

气路流程如图 2-1、2-2、2-3 所示：

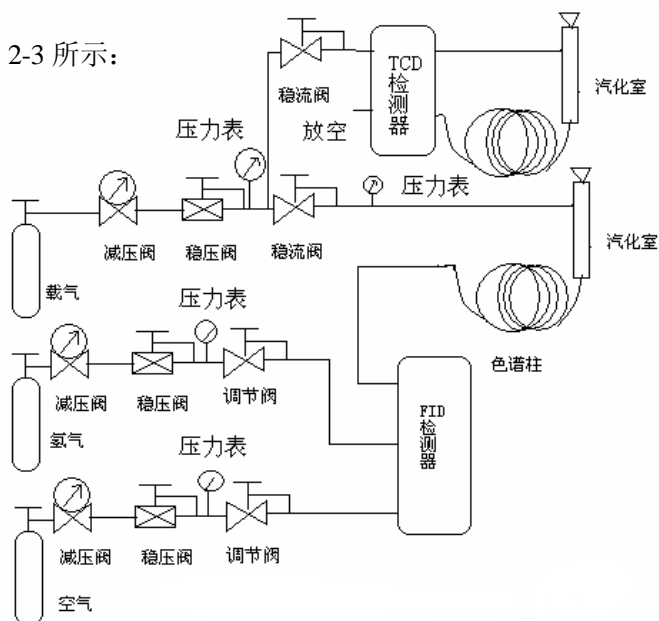


图 2-1 填充柱气路流程

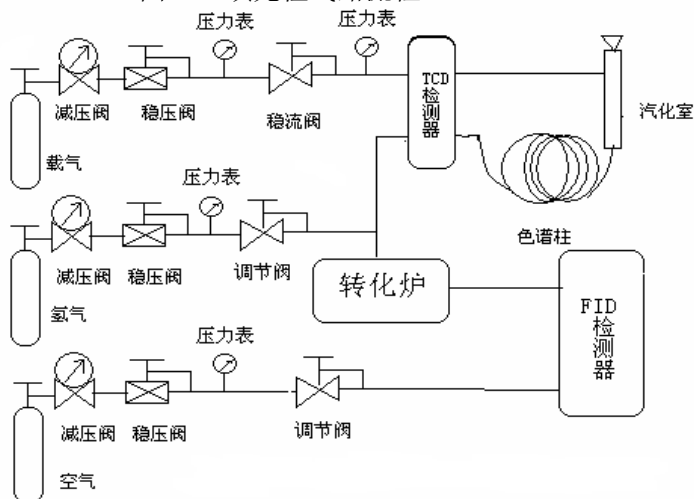


图 2-2 反应色谱气路流程

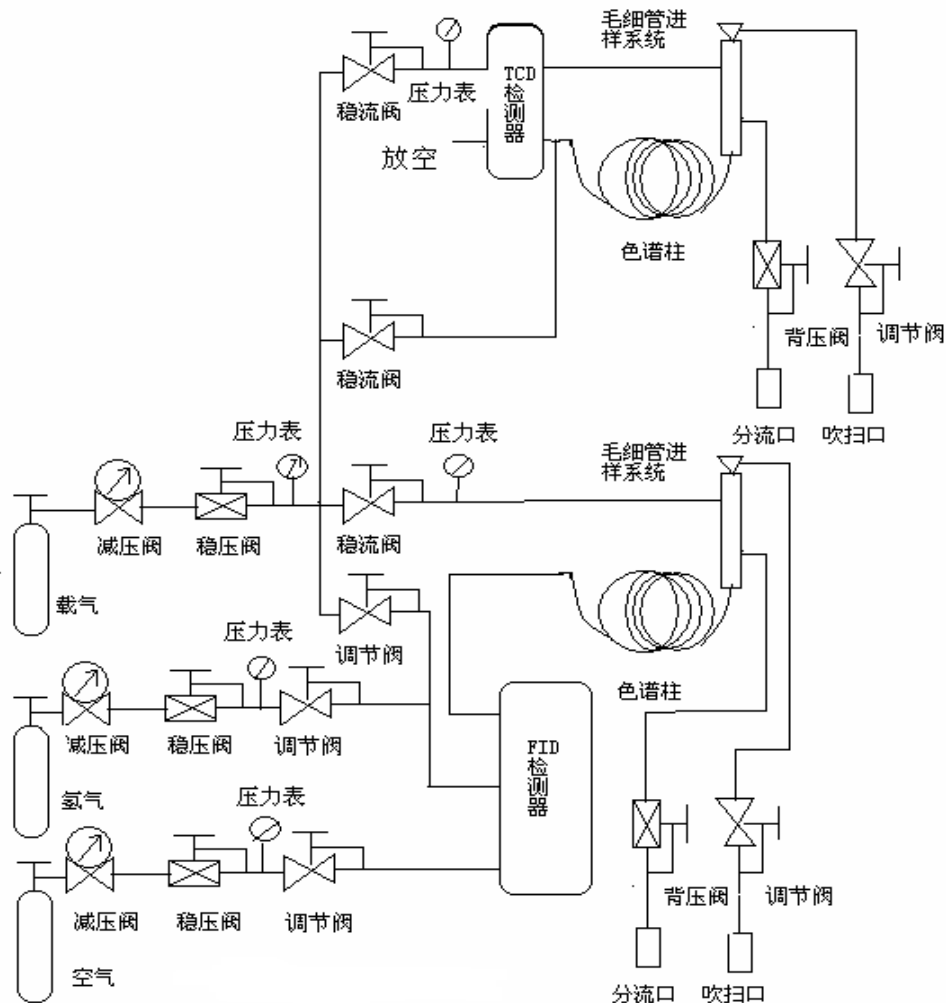


图 2-3 毛细管柱气路流程

## 2.2 整机安装

1. 用万用表电阻档测量仪器的绝缘，即测量主机电源，插座对机壳绝缘要大于  $20M\Omega$ 。
2. 气路安装：将装好减压阀的钢瓶接上净化器（如用发生器，则无需减压阀），用仪器带的气路管，连接在仪器进气接头上，连接后将接头用肥皂水试漏，保证不漏气，使用氢气时一定要杜绝外界火源。

气相色谱仪的外部气路管道，用户可以根据实际需要选用聚乙烯管、紫铜管、不锈钢管中的一种。

采用外径  $\Phi 3 \times 0.5$ （壁厚）的聚乙烯管， $\Phi 2 \times 0.5$  不锈钢衬管、磷铜圈（铜碗）、O 型圈 2 个，M8  $\times$  1 螺纹密封螺母、M8  $\times$  1 螺纹接头来进行连接。

连接方法如图 2-4 所示。

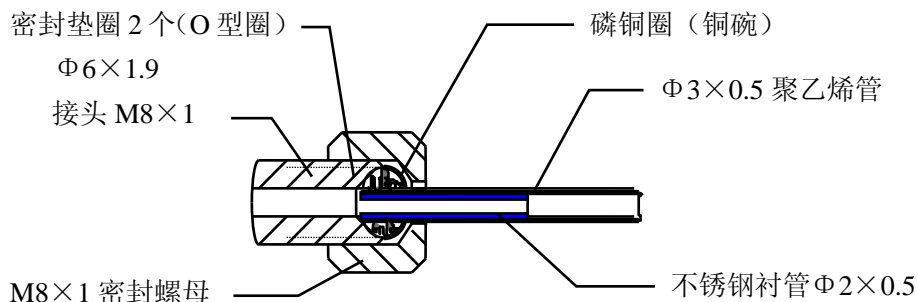


图 2-4 聚乙烯管气路连接示意图

气相色谱仪的外部气路管道，亦可采用  $\Phi 3 \times 0.5$  外径的不锈钢管或紫铜管、密封磷铜圈（铜碗）、

O 型圈 2 个，M8×1 螺纹密封螺母、M8×1 螺纹接头来进行连接。

连接方法如图 2-5 所示。

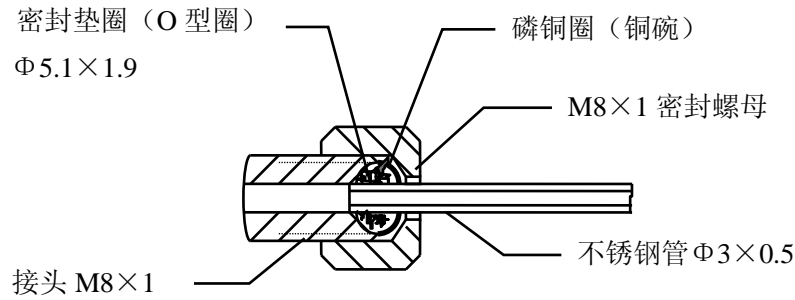


图 2-5 金属管气路管道连接示意图

连接步骤如下所述（以连接气源钢瓶与气体净化器为例）：

- 截取适当长度的聚乙烯管，并在其两端各插入一根  $\Phi 2 \times 0.5$  的不锈钢衬管。
- 将 M8×1 密封螺母、磷铜圈和 2 个 O 型圈装入聚乙烯管的一端。
- 将 M8×1 密封螺母旋在钢瓶接头（M8×1）上，并旋紧，保证密封良好。
- 将 M8×1 密封螺母、磷铜圈和 2 个 O 型圈装入聚乙烯管的另一端。
- 将 M8×1 密封螺母旋在净化器的相应接头（M8×1）上，并旋紧，保证密封良好。
- 其他气路管道的连接步骤与上述步骤相同。
- 如果使用不锈钢管或紫铜管等金属管气路管道，则  $\Phi 2 \times 0.5$  不锈钢衬管不必使用，其它步骤相同。

▲注意：

- 载气输入到气相色谱仪的压力必须在 0.35Mpa—0.45Mpa 范围内
- 空气输入到气相色谱仪的压力必须在 0.35Mpa—0.45Mpa 范围内
- 氢气输入到气相色谱仪的压力必须在 0.20Mpa—0.25Mpa a 范围内
- 如果使用氢气为载气时，输入到 9890A 气相色谱仪的载气入口压力应为 0.35Mpa(相当于  $3.5\text{kg}/\text{cm}^2$ )。

▲注意：氢气减压阀要选用最大输出压力为 0.4 Mpa（相当于  $4\text{kg}/\text{cm}^2$ ）以上的氢气减压阀。

3. 连接地线：主机、色谱数据工作站（处理机）的接地端连接在一起，然后与大地线牢固相连。
4. 连接信号输出线：将信号输出线与主机信号输出口相连，再将另一端与记录设备相连，注意极性，如果出反峰可以调换一下接头顺序。
5. 如配有净化器，连接之前需先通气流，将里面的粉末吹出，防止其进入气路损坏阀件。净化器中的填料一般为 5A 分子筛和硅胶，要定期更换填料。分子筛可以重新活化后再使用（马弗炉内加热至  $400 \sim 600^\circ\text{C}$ ，活化 4~6h）；硅胶可根据颜色变化判断是否失效，当颜色变红，就需要重新活化（烘箱中  $140^\circ\text{C}$  加热 2h）。
6. 安装色谱柱：具体见安装色谱柱章节。

# 第三章 色谱柱的安装

## 3.1 安装填充色谱柱

### 3.1.1 安装填充色谱柱的准备工作

填充柱在进样器和检测器两处的安装是类似的。将涂好固定液的担体灌入填充柱时，进样器一端应留出足够的一段空柱(至少 50mm)，以防插入的注射器针触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。在检测器一端，也应留出足够的一段空柱(至少 4mm)，以防喷嘴底端触到填在色谱柱内的玻璃纤维或色谱柱填充物。

填充色谱柱两端留空柱如图 3-1 所示。

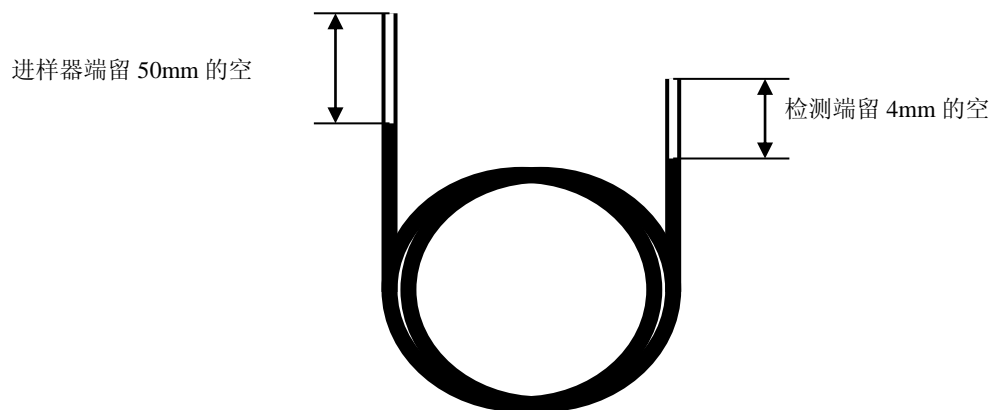


图 3-1 填充柱两端留空柱示意图

### 3.1.2 $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$ 填充色谱柱与进样器的连接安装

$\Phi 3\text{mm}$  和  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱与进样器的连接安装如图 3-2 所示。

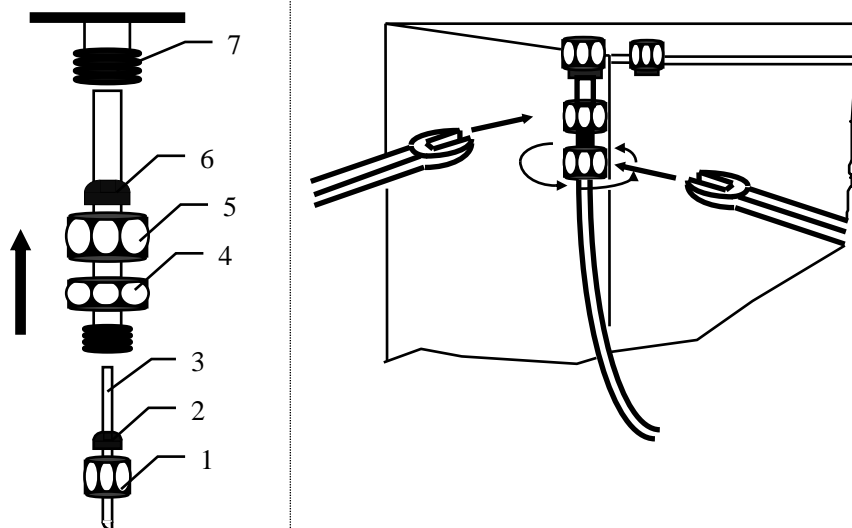


图 4-2  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱的安装（进样器）

1.  $\Phi 3\text{mm}$  柱螺母、 $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母
2.  $\Phi 3\text{mm}$  石墨垫圈、 $\Phi 4\text{mm}$  石墨垫圈
3.  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱
4.  $\Phi 3\text{mm}$  衬管、 $\Phi 4\text{mm}$  衬管
5.  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母
6.  $\Phi 6\text{mm}$  石墨垫圈
7. 汽化管

**$\Phi 3\text{mm}$  和  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱与进样器的连接安装步骤如下所述：**

1. 将  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 6\text{mm}$  石墨垫圈装上  $\Phi 3\text{mm}$  衬管或  $\Phi 4\text{mm}$  衬管。
2. 将  $\Phi 3\text{mm}$  衬管或  $\Phi 4\text{mm}$  衬管从进样器的汽化管底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止。
4. 用  $17\text{mm}$  扳手加旋拧紧  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母。
5. 将  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  石墨垫圈，装上  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  外径的填充色谱柱的进样端。
6. 将进样器的散热帽旋下，并用镊子从汽化管内取出进样垫和导向件。
7. 将色谱柱插入到相应衬管内，此时可从汽化管内可看到色谱柱。重新装上导向件，并使导向件插入到色谱柱中，然后嵌入进样垫并旋上散热帽。
8. 用手旋  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止。
9. 用两把  $12\text{mm}$  扳手，一把  $12\text{mm}$  扳手固定衬管、另一把  $12\text{mm}$  扳手加旋拧紧  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母。
10. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。
11. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：填充柱的进样端应保持有长度约  $50\text{mm}$  的空管，不至于在进样时发生困难，色谱柱的进样端不能和检测器端搞混，应当在灌装填充柱时做上标志。在检测器一端，也应留出足够的一段空柱(至少  $4\text{mm}$ )，以防喷嘴底端触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。

### 3.1.3 $\Phi 5\text{mm}$ 、 $\Phi 6\text{mm}$ 填充色谱柱与进样器的连接安装

$\Phi 5\text{mm}$  和  $\Phi 6\text{mm}$  填充色谱柱与进样器的连接安装如图 3-3 所示。

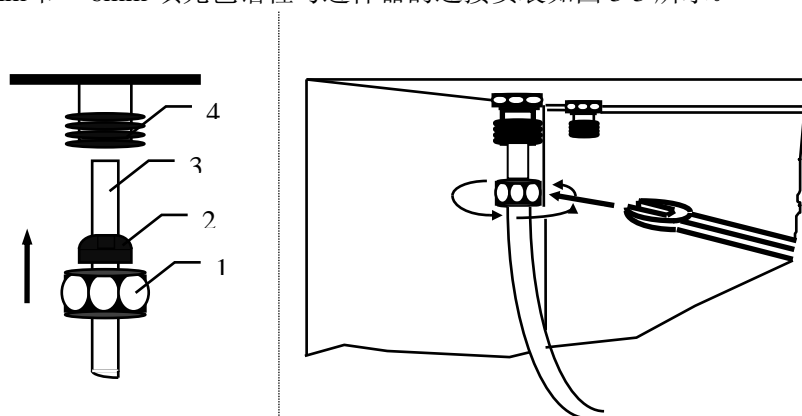


图 4-3  $\Phi 5\text{mm}$  或  $\Phi 6\text{mm}$  填充色谱柱的安装（进样器）

1.  $\Phi 5\text{mm}$  柱螺母、 $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母
2.  $\Phi 5\text{mm}$  石墨垫圈、 $\Phi 6\text{mm}$  石墨垫圈
3.  $\Phi 5\text{mm}$  或  $\Phi 6\text{mm}$  填充色谱柱
4. 汽化管

**Φ5mm 和 Φ6mm 填充色谱柱与进样器的连接安装步骤如下所述：**

1. 将Φ5mm 或 Φ6mm 柱螺母和 Φ5mm 石墨垫圈或 Φ6mm 石墨垫圈装上 Φ5mm 或 Φ6mm 外径的填充色谱柱进口端。
2. 将进样器的散热帽旋下，并用镊子从汽化管内取出进样垫和导向件。
3. 从进样器的汽化管底部将 Φ5mm 或 Φ6mm 填充色谱柱插入。
4. 此时从汽化管内可看到色谱柱，重新装上导向件，并使导向件插入到色谱柱中，然后嵌入进样垫并旋上散热帽。
5. 用手旋将 Φ5mm 或 Φ6mm 柱螺母直到旋紧为止。
6. 用 17mm 扳手加旋拧紧 Φ5mm 或 Φ6mm 柱螺母。
7. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。如果有漏气现象，则旋紧密封螺母，直到不漏气为止。
8. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：填充柱的进样端应保持长度约 50mm 的空管，不至于在进样时发生困难，色谱柱的进样端不能和检测器端搞混，应当在灌装填充柱时做上标志。在检测器一端，也应留出足够的一段空柱(至少 4mm)，以防喷嘴底端触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。

### 3.1.4 Φ3mm、Φ4mm 填充色谱柱与检测器的连接安装

Φ3mm 和 Φ4mm 填充色谱柱与检测器的连接安装如图 3-4 所示。

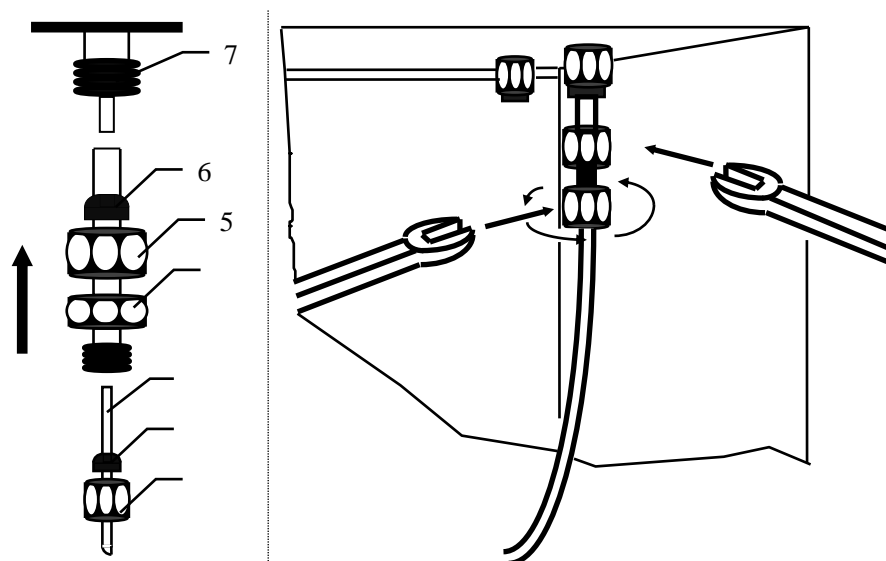


图 3-4 Φ3mm 或 Φ4mm 填充色谱柱的安装（检测器）

1. Φ3mm 柱螺母、Φ4mm 柱螺母
2. Φ3mm 石墨垫圈、Φ4mm 石墨垫圈
3. Φ3mm、Φ4mm 填充色谱柱
4. Φ3mm 衬管、Φ4mm 衬管
5. Φ6mm 柱螺母
6. Φ6mm 石墨垫圈
7. 检测器

**Φ3mm 和 Φ4mm 填充色谱柱与检测器的连接安装步骤如下所述:**

1. 将Φ6mm 柱螺母和Φ6mm 石墨垫圈装上Φ3mm 或Φ4mm 内径的衬管。
2. 将衬管从 FID 检测器底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋Φ6mm 柱螺母直到旋紧为止。
4. 用 17mm 扳手加旋拧紧Φ6mm 柱螺母。
5. 将Φ3mm 或Φ4mm 柱螺母和Φ3mm 或Φ4mm 石墨垫圈装上Φ3mm 或Φ4mm 外径的填充色谱柱连接检测器的一端，然后垂直插入Φ3mm 或Φ4mm 内径的衬管，喷嘴底部的引导管应插入到填充色谱柱内。
6. 用手旋Φ3mm 或Φ4mm 柱螺母直到旋紧为止。
7. 分别用两把 12mm 扳手，一把 12mm 扳手固定Φ3mm 或Φ4mm 衬管、另一把 12mm 扳手加旋拧紧Φ3mm 或Φ4mm 柱螺母。
8. 使用中性皂液检漏，在柱螺母处不应有漏气现象。如果有漏气现象，则旋紧密封螺母，直到不漏气为止。
9. 擦干皂液留下的痕迹。

### 3.1.5 Φ5mm、Φ6mm 填充色谱柱与检测器的连接安装

Φ5mm 和 Φ6mm 填充色谱柱与检测器的连接安装如图 3-5 所示。

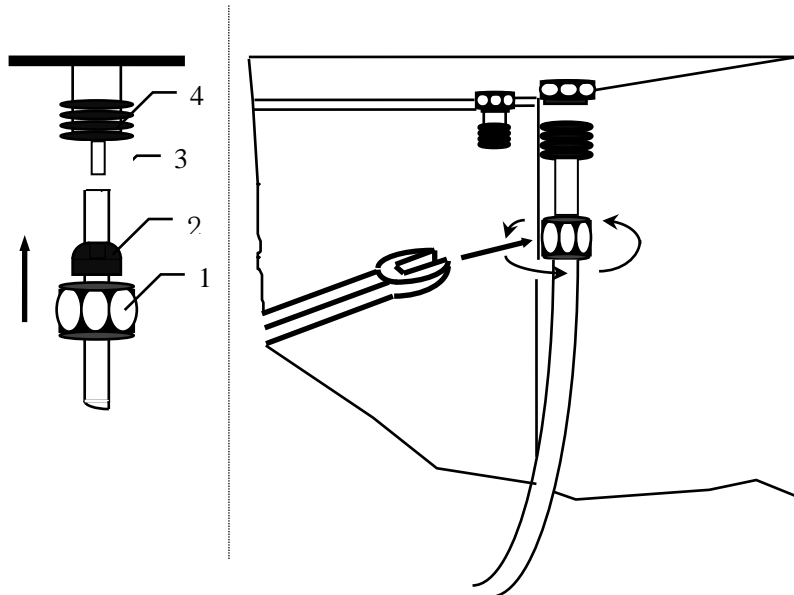


图 3-5 Φ5mm 或 Φ6mm 填充色谱柱的安装 (检测器)

1. Φ5mm 柱螺母、Φ6mm 柱螺母
2. Φ5 石墨垫圈、Φ6mm 石墨垫圈
3. Φ5mm、Φ6mm 填充色谱柱
4. 检测器

**Φ5mm 和 Φ6mm 填充色谱柱与检测器的连接安装步骤如下所述:**

1. 将Φ5mm 或Φ6mm 柱螺母和Φ5mm 或Φ6mm 石墨垫圈装上Φ5mm 或Φ6mm 外径的填充色谱柱。
2. 将Φ5mm 或Φ6mm 外径的填充色谱柱从检测器的底部插入直到遇阻为止，喷嘴底部的引导管应插入到填充色谱柱内。
3. 用手旋Φ5mm 柱螺母或Φ6mm 柱螺母直到旋紧为止。
4. 用 17mm 扳手加旋拧紧Φ5mm 柱螺母或Φ6mm 柱螺母。

5. 使用中性皂液检漏，在柱螺母处不应有漏气现象。如果有漏气现象，则旋紧密封螺母，直到不漏气为止。
6. 擦干皂液留下的痕迹。

### 3.1.6 玻璃填充柱的安装

由于玻璃的刚性，玻璃填充柱两端的距离必须与进样器和检测器两端的距离一致，并且必须同时在进样器和检测器两端进行安装。

玻璃填充柱的安装方法、步骤与不锈钢填充柱的安装方法、步骤一样，但安装时必须留意不可用力过大，避免折断玻璃填充柱。

## 3.2 安装毛细管色谱柱

### 3.2.1 安装毛细管色谱柱的准备工作

柔性石英毛细管柱很规整，不需要加以整理。但柱端应新切、无毛口、边缘齐整，除掉来自色谱柱、固定相、密封垫圈的微粒物质，这些很重要。

为此，请用一适宜的玻璃切割工具，在欲切断的部位划痕并轻轻掰断。通常先装上柱螺母和垫圈以后再进行切割。

**▲注意：**戴上防护眼镜以防在切割玻璃或柔性石英毛细管柱时，产生的飞扬颗粒物对眼睛的可能伤害。在处理毛细管柱时应小心防止皮肤被扎伤。由于毛细管柱具有一定的刚性，因此在处理毛细管柱时，事先注意这些十分重要。

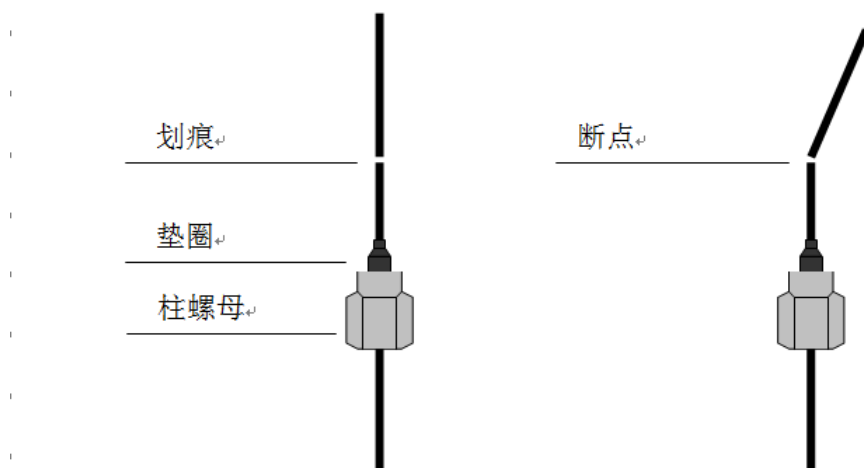


图 3-6 准备柔性石英毛细管柱

### 3.2.2 毛细管柱在柱箱内的安装

毛细管柱通常绕在金属框上，此框应悬挂在柱箱内的毛细管柱架上。悬挂位置取决于框的直径，最好使柱位于柱箱中央。柱两端由框的底部伸出，弯曲朝向进样器接口和检测器接口。不要让柱的任何部位碰到柱箱内壁。

### 3.2.3 毛细管色谱柱与进样器的连接安装

毛细管进样系统的安装如图 3-7 所示。

1. 毛细管柱螺母
2. 石墨垫圈
3. 毛细管柱
4. 进样器汽化管

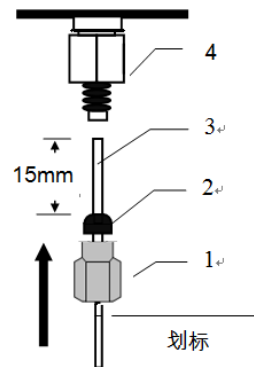


图 3-7 毛细管柱进样器端的安装

毛细管柱及分流进样系统的安装步骤如下：

1. 将毛细管柱螺母（开槽）和 $\Phi 0.3\text{mm}$ 或 $\Phi 0.4\text{mm}$ 、 $\Phi 0.6\text{mm}$ 毛细管石墨垫圈装上 $\Phi 0.25\text{mm}$ 或 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$ 毛细管柱，并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 15mm(穿过的那端)，在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记，打字修改液是很好的标记材料。
2. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入分流不锈钢衬管底部，同时保持标记与柱螺母底端齐平。
3. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
4. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
5. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。如果有漏气现象，则旋紧密封螺母，直到不漏气为止。
6. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：毛细管应悬挂在气相色谱仪毛细管专用挂架上。

### 3.2.4 毛细管色谱柱与检测器的连接安装

毛细管色谱柱与检测器的安装连接如图 3-8 所示。

1. 毛细管柱螺母
2. 毛细管石墨垫圈
3. 毛细管柱
4. 柱螺母
5. 石墨圈
6. 衬管
7. 检测器

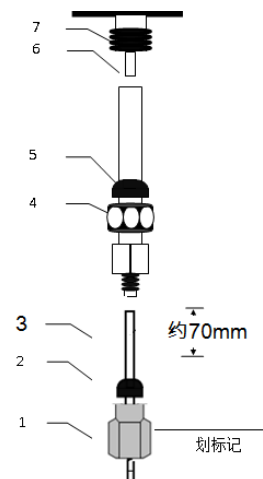


图 3-8 毛细管柱检测器端的安装

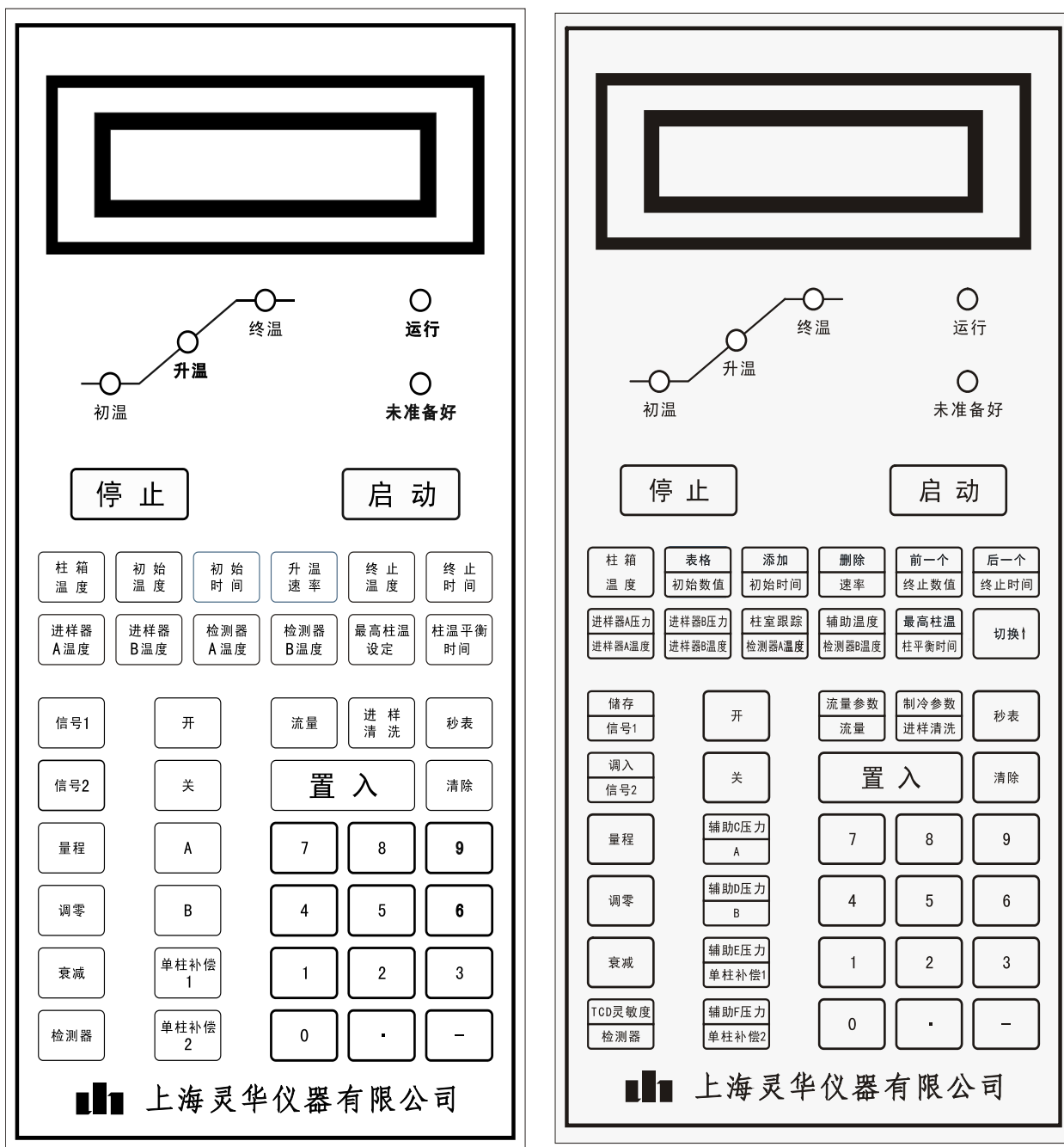
毛细管色谱柱及衬管与检测器的安装连接步骤如下：

1. 将柱螺母和石墨垫圈装上衬管。
2. 将衬管从检测器的底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋柱螺母直到旋紧为止。分别用两把 10mm、17mm 扳手，一把 10mm 扳手固定衬管、另一把 17mm 扳手加旋拧紧 $\Phi 6.6\text{mm}$ 柱螺母。
4. 将毛细管柱螺母毛细管石墨垫圈装上毛细管柱，并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 70mm(穿过的那端)。在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记。打字修改液是很好的标记材料。
5. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入衬管，同时保持标记与柱螺母底端齐平，毛细管应插入喷嘴底部的引导管内。
6. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
7. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
8. 使用中性皂液检漏，在柱螺母处不应有漏气现象。
9. 擦干皂液留下的痕迹。

# 第四章 键盘操作

## 4.1 键盘介绍

键盘采用性能稳定可靠的轻触单键，操作方便。具体如图 4-1 所示：



GC-9890A

GC-9890B\E

图 4-1 键盘面板

- A. 显示屏
- B. 状态显示灯
- C. 仪器运行控制

停止—升温停止

启动—升温启动

- D. 温度控制

柱箱温度 (OVEN TEMP)

设置柱室加热单元目标温度

例如：要求柱室的温度为 60℃

		实际值	设定值
按	<b>柱温</b>	XXX	XXX
按	<b>6 0</b>	*	60
按	<b>置入</b>	XXX	60

注：XXX 代表某一数值或字符，出现\*后必须按置入键或清除键，以下相同

**初始温度** (INITIAL TEMP) / **初始数值** (INITIAL DATE) 设置程序参数的初始数值

**初始时间** (INITIAL TIME) 初温保持时间

**升温速率/速率** (RATE) 变动速率

**终止温度** (FINAL TEMP) / **终止温度数值** (FINAL DATE) 程序参数的终止温度数值

**进样器 A 温度** (INJ A TEMP) 设置进样 A 加热单元目标温度

**进样器 B 温度** (INJ B TEMP) 设置进样 B 加热单元目标温度

**检测器 A 温度** (DET A TEMP) 设置检测 A 加热单元目标温度

**检测器 B 温度** (DET B TEMP) 设置检测 B 加热单元目标温度

**辅助温度** (AUX TEMP) 设置辅助加热单元目标温度 (适用于 9890B/E)

**最高柱温设定** (OVEN MAXIMUM) 设置柱箱最高加热温度 最高柱温设定后，柱温、终温的设定值要小于最高柱温值。

**柱温平衡时间** (EQUIB TIME) 柱箱的平衡时间 即设定当柱温改变时，再达到设定值后所需要的时间。是从实际柱箱温度达到与设定值相差不 1℃ 开始计算的。范围：0~200min，增量 0.01min。

**切换** 进行双色键功能切换，按下切换键后，双色键上与该键颜色相同的功能起作用 (9890B/E)

注意：如果某一加热单元未安装, 查看, 则会显示:

XXX X NOT INSTALLED

不允许设定数值。

设定小窍门:

1. 设定数字时一般步骤为：**功能单元键** + **数字键** + **置入**;
2. 在输入新设定值时，显示屏上会有一个“\*”号，按下**置入**后“\*”号立即消失，该加热单元自动开启，开始加热；
3. 如果该加热单元界面已经出现，可以直接输入新的设定值；
4. 输入设定值的过程中，在按**置入**之前可以按**清除**来抹去正在进行的输入；
5. 在按下**置入**后，仪器就对设定值进行校对，如果没有问题，该值就成为一个新的功能值，如果对输入的值不满意（超出范围或其它有关值不一致），即会显示出适当信息，需重新输入另一个设定值；
6. 在按下**启动**后，正在进行的输入设定将不予接受；
7. 在进行某一功能输入时，按其它功能键是不起作用的，要等到当时的输入终止后（按过**置入**或**清除**），才能起作用；
8. 为方便起见，可以用**加热单元键** + **开** (**关**)，开启（关闭）加热单元，而设定值不变，如果柱箱单元被关闭，柱箱风扇也会同时被关闭。
9. 需要操作双色键上与切换键颜色相同的功能时，一定要先按一下**切换**再按该功能键。

## 加热单元设定范围及增量

表 4-1 加热单元参数

加热单元	9890A 有效设定范围	9890B/E 有效设定范围	增量值	功能
柱箱温度	室温+5~400℃	室温+5~450℃	1℃	柱箱加热单元
初始温度	室温+5~400℃	室温+5~450℃	1℃	柱箱加热单元
初始时间	0~650.00min	0~650.00min	0.01min	柱箱加热单元
升温速率	0~70℃	0~70℃	0.1℃	柱箱加热单元
终止温度	室温+5~400℃	室温+5~450℃	1℃	柱箱加热单元
终止时间	0~650.00min	0~650.00min	0.01min	柱箱加热单元
最高柱温	400℃	450℃	1℃	柱箱加热单元
平衡时间	0~200.00min	0~200.00min	0.01min	柱箱加热单元
进样器 A 温度	室温+5~400℃	室温+5~450℃	1℃	进样器 A 加热单元
进样器 B 温度	室温+5~400℃	室温+5~450℃	1℃	进样器 B 加热单元
检测器 A 温度	室温+5~400℃	室温+5~450℃	1℃	检测器 A 加热单元
检测器 B 温度	室温+5~400℃	室温+5~450℃	1℃	检测器 B 加热单元

### E. 功能键

**信号 1** 信号显示键

以数字形式显示，范围：-830000~+830000

**信号 2** 信号显示键

以数字形式显示，范围：-830000~+830000

具体操作见本章节

**储存** 储存参数, 本机可储存两个参数文件

**调入** 调入已储存好的参数文件

**量程** 检测器信号输出衰减键

每高一档设定值，就按 2 的因数降低输出信号电平，即为前一电平的 1/2。

例如：欲使信号 1 的信号输出衰减为 3

按 **信号 1** **量程** **3** **置入**

调零—检测器信号零点调节

从检测器信号中减去背景信号。

例如：欲使信号 1 的信号输出下移 300

按 **信号 1** **调零** **3** **0** **0** **置入**

欲使信号 1 的信号输出上移 300

按 **信号 1** **调零** **-** **3** **0** **0** **置入**

例：以当时的背景信号为零点偏移：

按 **调零** **置入**

**衰减** 检测器信号衰减（记录仪信号输出用）

该功能为选配功能，使用方法同量程。

**单柱补偿 1** 空柱补偿程序 1

**单柱补偿 2** 空柱补偿程序 2

**检测器** 检测器状态选择键

通过**开**、**关**可以开启、关闭相应的检测器。如果是 TCD 检测器，可以变换信号极性（须技术支持），极性可以通过按“**□**”予以切换。

例如：检测器 A 是 FID，关闭检测器 A

按 **检测器** **A** **关** 显示: DET A FID OFF

例如: 检测器 B 是 TCD, 开启检测器 B

按 **检测器** **B** **开** 显示: DET B TCD ON [ + ]

如果某一检测器没有安装, 则会显示: DET A (B) NOT INSTALLED

## F. 数字键

## G. 特殊功能键

**开** 功能的开启

**关** 功能的关闭

**A** 检测器信号单元的选择; 程序升温第二阶的选择; 时间控制的选择。

**B** 检测器信号单元的选择; 程序升温第三阶的选择; 时间控制的选择。

**流量** 显示柱流量信

连续按流量键则会依次显示流量信息表中信息:

流量信息表

显示信息	意义及用途	说明
COLUMN A(B) XXX cm/sec	线流速	显示当前色谱柱线流速
Split Ratio A(B) XXX:1	分流比	分流口流量与柱流量的比值
COLUMN A XX.XML/Min	柱流速	可以设置, 同时和压力相转换

**流量参数** 用于毛细色谱柱参数设置

连续按流量参数键会依次显示流量参数信息表中信息:

流量参数信息表

显示信息	意义及用途	说明
EPP A CONST FLOW OFF	压力模式/流量模式选择	关为压力模式, 开为流量模式
EPP A He	载气类型选择	1 He; 2 N <sub>2</sub> ; 3 H <sub>2</sub> ; 4 ArCH <sub>4</sub>
EPP A VAC comp OFF	控制	
A:column Dia .530 μm	柱径	输入所使用色谱柱柱径, 单位为 μm,
A:column Len 10.00M	柱长度	输入所使用色谱柱长度, 单位为米
A:split 64 ml/min	分流口流量	输入实测分流口的流量

**制冷参数** 采用制冷剂进行低温控制

制冷参数信息表

显示信息	意义及用途	说明
CRYO ON(OFF)	降温模式选择	关为自然降温模式, 开为采用制冷剂
CRYO BLAST OFF(ON)	制冷模式	开为快速制冷
CRYO AMBIENT XX	环境温度	输入工作场所的环境温度
CRYO FAULT ON	制冷错误信息	开为显示制冷错误信息
CRYO TIMEOUT XXMin	制冷超时时间	输入制冷报错超时时间

**进样清洗** 事件控制键。

**秒表** 时间显示键。可显示分析周期、已运行时间等等时间信息。

**置入** 对设置数值的确认。

**清除** 在设置数值的过程中, 按清除键可清除掉正在进行的输入。在没有设置数值的过程中, 按**清除**键可显示仪器运行的状态。

**柱室跟踪** 当仪器配有程序升温冷柱头进样器时, 将该功能打开, 可控制该进样器的温度在柱箱温度的基点上加 3 度并随之变化而变化。

## 4.2 程序升温/升压使用方法

先按 $\boxed{\text{柱箱温度}}$ 在温度显示界面，再按以下操作则进入程序升温设置；如果在压力显示界面，即先按一次 $\boxed{\text{切换}}$ 键，再按一次 $\boxed{\text{进样器 A 压力}}$ 或 $\boxed{\text{进样器 B 压力}}$ ，则进入程序升压设置。

一阶 以下 X 为数字键)

按	$\boxed{\text{初始温度}}$ (数值)	数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{初始时间}}$	数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{升温速率}}$ (速率)	数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{终止温度}}$ (数值)	数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{终止时间}}$	数字键	$\boxed{\text{置入}}$

二阶：（如果仅进行一阶升温，须将二阶的升温速率设为 0）

按	$\boxed{\text{升温速率}}$ (速率)	$\boxed{\text{A}}$ 数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{终止温度}}$ (数值)	$\boxed{\text{A}}$ 数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{终止时间}}$	$\boxed{\text{A}}$ 数字键	$\boxed{\text{置入}}$

三阶：（如果仅进行二阶升温，须将三阶的升温速率设为 0）

按	$\boxed{\text{升温速率}}$ (速率)	$\boxed{\text{B}}$ 数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{终止温度}}$ (数值)	$\boxed{\text{B}}$ 数字键	$\boxed{\text{置入}}$
按	$\boxed{\text{终止时间}}$	$\boxed{\text{B}}$ 数字键	$\boxed{\text{置入}}$

参数输入完毕，等温度恒定后按 $\boxed{\text{启动}}$ 键即可，绿色的运行指示灯亮；黄色的指示灯显示程升状态；在运行期间，只有当整个操作系统的某些部分还没有准备好的时候，红色指示灯(没有准备好)才会亮；如果中途想停止程升，只要按 $\boxed{\text{停止}}$ 键即可。按下 $\boxed{\text{启动}}$ 键，不管正在进行什么键盘操作，仪器立即开始运行，正在进行的键盘操作无效。

程序升温（压）的总时间不能超过 650.00min。

## 4.3 加热单元的设定、开启和关闭

加热单元的设定一般步骤为： $\boxed{\text{加热单元键}} + \text{数字键} + \boxed{\text{置入}}$

按加热单元的键名和 $\boxed{\text{开}}$ ，可以开启加热单元；按加热单元的键名和 $\boxed{\text{关}}$ 可以关闭加热单元；而设置的数值不发生改变。

例如：

按	$\boxed{\text{进样器 A}}$	$\boxed{\text{开}}$	进样 A 加热单元开始加热；
按	$\boxed{\text{进样器 A}}$	$\boxed{\text{关}}$	进样 A 加热单元停止加热；
按	$\boxed{\text{柱箱温度}}$	$\boxed{\text{开}}$	柱箱加热单元开始加热，炉膛风扇开始转动；
按	$\boxed{\text{柱箱温度}}$	$\boxed{\text{关}}$	柱箱加热单元停止加热，炉膛风扇停止转动。

在加热单元关闭状态下输入一个新的设定值，加热单元会自动开启。按相应加热单元键名，可以观察温度的设定值与实际值。

如果某一加热单元未配置，按下该键名后会显示：XXX X NOT INSTALLED (X 代表某一字符)。

如果柱箱的后开门关闭失败或柱箱门打开，而令其加热，会显示：WARN: OVEN SHUT OFF，柱箱加热单元停止加热，炉膛风扇停止转动。

## 4.4 信号输出的操作

输出信号包括检测器信号、加热单元温度信号、柱补偿运行数据、检测谱图。如果仪器提供两个信号通道，每个通道可同时输出来自同一信号源的信号或是两个不同信号源的输出信息，具体功能分配见表 3-2。

一般操作步骤为：（以欲从信号 1 通道输出检测器 A 的信息为例）

操作	显示	注释
按信号键 (信号 1)	SIGNAL 1 XXXXX	调出信号显示界面
按组合键 (A)	SIGNAL 1 * A	选择输出信号的功能
按置入	SIGNAL 1 A	确认
按信号键 (信号 1)	SIGNAL 1 XXXXX	观察信号显示信息

注：温度信号折算为：摄氏度×64+12800 (64=1℃)

例如：欲从信号 1 通道输出柱箱温度实际值为 200℃的信息

按 信号 1 0 置入 信号 1

显示：SIGNAL 1 25600 (左右)

例：从信号 1 输出测试信号

此测试信号包括三个峰，每个峰大约为前峰的 1/10。在衰减=0，量程=0 时，第一个峰信号为 125mV。

按 信号 1 9 置入 显示：SIGNAL 1 TEST PLOT

再键入 开 测试信号一直循环运行直到键入 关，每一个周期约为 1.5min。再按一次 信号 1，可以观察测试信号显示值。

量程和衰减两个给定值影响测试信号输出电平。必须建立柱箱程序升温(升温速率设定值不是 0)。通过测试信号，可以判断故障产生在积分仪上还是在色谱仪上。

**注意：观察检测器信号必须按 信号 1 (信号 2) A (B) 置入 信号 1 (信号 2)**

表 3-2 信号输出键及功能

信号键	组合键	功 能
信号 1	A	从检测器 A 或检测器 B 输出信号。如果检测器 A (或 B) 不存在，信息显示为：DET A (或 B) NOT INSTALLED
	B	
	A-B	输出两个同类型的检测器输出信号之差。如果检测器 A (或 B) 不存在，信息显示为：DET A (或 B) NOT INSTALLED；如果检测器 A (或 B) 不是同一类型的，信息显示为：UNLIKE DETECTORS
	B-A	
或 信号 2	A-单柱补偿 1	输出一个给定的检测器和柱补偿之间的信号差并存储检测器和柱子的”空运行”信号。如果检测器 A (或 B) 不存在，信息显示为：DET A (或 B) NOT INSTALLED
	B-单柱补偿 1	
	A-单柱补偿 2	
	B-单柱补偿 2	
	0	输出柱箱温度
	1 或 2	输出存贮的单柱补偿 1 或单柱补偿 2 的数据
	3 或 4	输出进样器 A 温度或进样器 B 温度
	5 或 6	输出检测器 A 温度或检测器 B 温度
	7 或 8	输出 A 或 B 的载气流速
	9	输出一个测试信号(存储的谱图)

## 4.5 单柱补偿的输出

### 1. 单柱补偿数据的存储

单柱补偿是指色谱柱空白运转 (没有样品注入的运行)，所记录的数据作为基流补偿。

假定运转与运转之间的基流补偿是一致的，它就可以从样品运转的数据中扣除，以抵消基线漂移(通常是由于柱流失而引起的)。因此单柱补偿数据仅适用于在一定温度和气体流速条件下操作特殊的检测器和色谱柱的组合。如果空白运转数据收集的条件与样品运转数据收集的条件不同，则会导致结果的不

正确。

本机可以存储两个独立的基流补偿信号（通过单柱补偿 1 和单柱补偿 2 及  $\bullet$  三个键来设定），这两个独立的补偿信号可以是两个不同的检测器，或者是相同的检测器，但使用不同的色谱条件。

操作：输入柱箱的程序升温数据后，按单柱补偿 1 或单柱补偿 2 键，选取要存储的信号来源于哪个检测器（A 或 B 或  $\bullet$ ），再按置入，柱补偿运转就开始了，显示：COMP 1 (2) BLANK RUN A (B)。按  $\bullet$  键是开始两个平行的柱补偿运行，使用相同的柱温程序，对每一个选用的检测器同时储存相应的基流补偿数据。柱补偿运行在完成了柱箱程序升温以后会自动结束，原有的任何基流补偿数据被抹去，而收集和贮存新的基流补偿值，显示：COMP 1 (2) — DATA OK A (B)。如果按停止，使柱补偿运行中途作废，则由于柱箱温度程序还没有达到时间的设定值，因此储存的基流补偿值很可能不合适，会显示：COMP 1 (2) WRONG TIME A (B)

例如：在单柱补偿 1 中存储检测器 A 的基流补偿信号

先设定程升条件（略）

按 单柱补偿 1 如果已经存在基流补偿信号，显示：

COMP 1 — DATA OK A (B)

如果没有存储过基流补偿信号，显示：

COMP 1 — NO DATA A (B)

如果存储的其它错误信息，显示：

COMP 1 — TOO STEEP A (B) 或：

COMP 1 WRONG TIME A (B)

按 A 显示的检测器信息是所要选用的检测器，则只要按置入即可；如果检测器信息不正确，则按 A (B) 选取希望使用的检测器；

如按  $\bullet$  键，则开始两个平行的柱补偿运行，使用相同的温度程序，对每个选取的检测器同时存储相应的基流补偿数据。

按 置入 单柱补偿开始运行，在完成了柱箱温度程序以后会自动结束，原先的数据被新的数据所取代，并显示：COMP 1 — DATA OK A

## 2. 单柱补偿的应用

对于给定的检测器（A 或 B），在单柱补偿 1 或单柱补偿 2 中存储了合适的基流补偿数据以后，对于同一个检测器，可以从以后的样品运行数据中扣除柱补偿数据。

操作步骤为：

按 信号 1 (或信号 2) + A (或 B) +  $\bullet$  + 单柱补偿 1 (或单柱补偿 2) + 置入，显示：

SIGNAL 1 (2) A (B) — COMP 1 (2)

## 4.6 进样清洗的应用

按进样清洗键可以通过配置的电磁阀用时间程序控制毛细进样口的分流/不分流操作。通过进样清洗、开、关及秒表，可以编制时间程序进行电磁阀的控制。

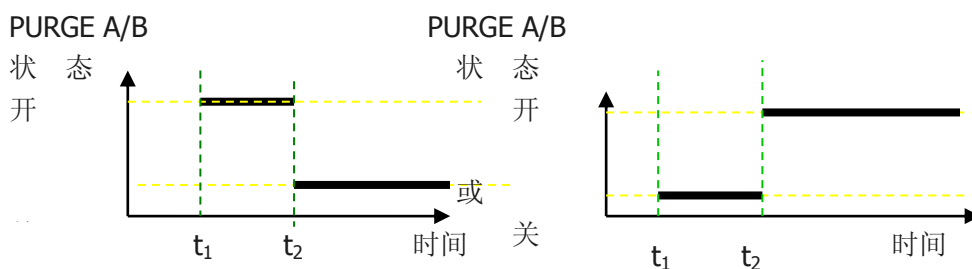








图 4-2 时间程序状态图







## 编制时间程序

- 按  显示: PURGE A (B) ON (OFF)
- 按  选择时间程序 A 或时间程序 B
- 按  选择状态
- 按  显示: PURGE A(B) ON (OFF) XX. XX (X 代表某一数字)
- 按  显示: PURGE A(B) ON(OFF) \* XX. XX
- 按  显示: PURGE A(B) ON(OFF) XX. XX

如此反复操作即可完成时间程序的编制。

上图中  $t_1$  可以为 0.00 分钟,  $t_2$  必须大于  $t_1$ 。  $t_2$  之前时间内保持原状态不变。  
具体操作请参考相关部分说明。

## 4.7 键盘的锁定


- 按    显示: KEYBOARD LOCK
- 按  显示: KEYBOARD LOCK ON (OFF)
- 如果要锁定仪器的设定值
- 按  显示: KEYBOARD LOCK ON
- 如果要解锁
- 按  显示: KEYBOARD LOCK OFF


锁定状态显示如下:

KEYBOARD LOCKED


此时, 只能显示而不能改变原来设定值。

## 4.8 秒表的应用

连续按下 , 即可显示出与所进行分析有关的时间, 也可以作为秒表来测定各类事件所消耗的时间。





 在不进行分析时或不在单柱补偿运转中具有三个功能, 每按一下就进入下一个功能。

- 1、显示: NEXT RUN XXX. XX MIN 下一次运行时间
- 2、显示:  $t=xx: xx. x$   $1/t=x. xx$  作为气体流速测定时的秒表定时器
- 3、显示: LAST RUN XXX. XX MIN 上一次运行时间。

 在进行分析时或在单柱补偿运转中具有三个功能, 每按一下就进入下一个功能。





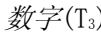

- 1、显示:  $t=xx: xx. x$   $1/t=x. xx$  作为气体流速测定时的秒表定时器
- 2、显示: ELAPSED XXX. XX MIN 已运行时间
- 3、显示: REMAINING XXX. XX MIN 剩余运行时间

下一次运行时间和上一次运行时间的显示都不包括柱箱平衡时间, 也不包括柱箱程序升温完成后的冷却时间。这个时间只是分析过程所用的整个时间。

 在作为秒表定时器时, 按 , 计时开始; 再按 , 计时停止; 按 , 则重新设定时间。

## 4.9 柱箱温度的校正

用高精度温度计实测柱箱温度, 并记录下来为  $T_1$ 。设定柱箱温度, 待仪器温度稳定后显示温度为  $T_2$ ,  $T_3=T_1-T_2$ 。

- 按    显示: CALIBRATE OVEN
- 按  显示: CALIB XXX. XX (柱箱温度显示值) XX. XX(校正值)
- 按  显示: CALIB DELTA \* XX. XX ( $T_3$ )
- 按  显示: CALIB XXX. XX (柱箱温度显示值  $T_1$ ) XX. XX(校正值  $T_3$ )

## 4.10 EPC 的使用方法

### 1. EPC 硬件设置

EPC 的功能和控制板上 S200 拨动开关的设置有关，具体如下：

IN B1: B 路，永远拨到右边。

IN B0: B 路，使用程序升温冷柱头进样器拨到左边；分流/不分流进样器、填充柱进样器拨到右边。

MODE B: B 路，使用前压控制结构时，即控制载气总流量时拨到左边；

使用背压控制结构进，即接分流口控制柱前压时拨到左边。

IN A1: A 路，永远拨到右边。

IN A0: A 路，使用程序升温冷柱头进样器拨到左边；分流/不分流进样器、填充柱进样器拨到右边。

MODE A: A 路，使用前压控制结构时，即控制载气总流量时拨到左边；

使用背压控制结构进，即接分流口控制柱前压时拨到左边。

### 2. 压力单位设置

按 **切换** 和 **1** 进入压力单位选择界面，显示：SELECT PRESS. UNITS

再按 **置入** 进入。压力单位和数字关系为：

PSI 1

BAR 2

KPa 3

本机型所设压力数值单位默认为 Psi

压力换算关系：

1MPa=1000KPa=1000000Pa≈145.038Psi

1Bar=0.1MPa=100KPa=100000Pa≈14.5Psi

1Kgf/cm<sup>2</sup>≈98.066KPa≈0.098MPa≈14.22Psi

1Psi≈6894.745Pa≈6.895KP≈0.00689MPa≈0.0689Bar

### 3. EPC 零点校准

本机共可同时控六路 EPC 操作，使用时为保证数值的真实性需要进行零点校准。零点的校准需要在未有气体经过 EPC 控制器的情况下进行。按 **切换** 和 **数字键** 进入该单元的校准界面，对应关系为：

进样器 A 压力	进样器 B 压力	辅助 C 压力	辅助 D 压力	辅助 E 压力	辅助 F 压力
2	3	4	5	6	7

进入零点校准界面，显示：SET EPP A ZERO （以进样器 A 压力为例）

再按 **置入**，显示：ZERO A X.XX Y.YY

将 X.XX 的显示值输入进去即可。显示：ZERO A X.XX X.XX

### 4. 进样器 EPC 操作

#### a. 压力控制模式

按 **切换**、**流量参数**，显示 EPP A(B) CONST FLOW OFF(ON)

按 **A** 或 **B**，选择需要设置的 EPC 单元，按关，显示 EPP A(B) CONST FLOW OFF，如果已经在该显示状态，则不需要设置。

按 **切换**、**进样器 A 压力** (**进样器 B 压力**) 显示 EPP A (B) XX.X YY.Y，如果该位置未安装 EPC 装置，则显示：EPP A(B) NOT INSTALLED

根据需要，设置所需要的压力值。

**注意一定要按置入，所输的数据才会被接受。**

如需要程序升压操作，请参照本单 4.2 项进行操作。

#### b. 流量控制模式

按 **切换**、**流量参数**，显示 EPP A(B) CONST FLOW OFF(ON)

按 **A** 或 **B**，选择需要设置的 EPC 单元，按开，显示 EPP A(B) CONST FLOW ON，如果已经在该显示状态，则不需要设置。

### 5. 辅助压力设置

辅助 C 压力	设置辅助气源压力，一般用来设置总流量压力。
辅助 D 压力	设置辅助气源压力，一般用来设置总流量压力。
辅助 E 压力	设置辅助气源压力，一般用来设置氢气压力。
辅助 F 压力	设置辅助气源压力，一般用来设置空气压力。

## 4.11 事件表格的设置

事件表格功能是在色谱运行的周期内可以由用户设定一系列的相关动作。通过 **表格**、**添加**、**删除**、**前一个**、**后一个** 按键来设置事件表格，该功能可以是以下的动作：

- 电磁阀门（开、关）
- 色谱信号的开，关
- TCD 检测器的灵敏度变化
- TCD 检测器的极性变化
- 分流不分流清扫的开关控制

此表格序列可以包含最多 37 个定时操作的事件。

### 1、进入表格操作界面

键入 **切换**、**表格** 后进入表格操作的界面，以下是相关的操作：

**添加**：在表格中添加一个新的事件

**删除**：在表格中删除一个存在的事件

**前一个**：在表格中往前跳一个事件

**后一个**：在表格中往后跳一个事件

### 2、表格事件建立规则

以下是事件建立的格式：

**切换** + **表格** + **添加** + **功能键** + **操作** + **时间** + **时间参数** + **置入**

**功能键**：表示要操作的功能，比如：进样清洗（阀 1, 2, 3, 4），信号 1，信号 2，TCD 灵敏度 等。

**操作**：要进行的操作，如：ON（开），OFF（关）

**时间参数**：输入时间，表示在这个时间进行相应的操作。

举例说明：

如下的操作是在序列列表里添加一个在 1 分钟处使阀 2 进行开操作。

**切换** + **表格** + **添加** + **进样清洗** + **2** + **开** + **时间** + **1** + **置入**

如下的操作是在序列列表里添加一个在 4 分钟处使阀 2 进行关操作。

**切换** + **表格** + **添加** + **进样清洗** + **2** + **关** + **时间** + **4** + **置入**

如下的操作是在序列列表里添加一个在 2 分钟处使信号 1 进行开操作。

**切换** + **表格** + **添加** + **信号 1** + **开** + **时间** + **2** + **置入**

如下的操作是在序列列表里添加一个在 1 分钟处使 TCD 检测器的极性反转：

**切换** + **表格** + **添加** + **检测器** + **A 或 B** + **—** + **时间** + **1** + **置入**

注意：所有的表格中的动作在色谱周期完成后就会到它们的初始状态。

### 3、修改表格事件

用户可以对已经存在的表格里的内容进行修改，但是只能修改它的时间参数。创建和修改示例：

创建：添加一个在 1 分钟处使阀 2 进行开操作。

**切换** + **表格** + **添加** + **进样清洗** + **2** + **开** + **时间** + **1** + **置入**

修改：修改上一个创建的命令中的时间参数为 3 分钟。

**切换** + **表格** + (**上一个** 或者 **下一个**)，找到要修改的项目，然后再输入：

**时间** + **3** + **置入**

就将其中本来的 1 分钟改成 3 分钟。

# 第五章 进样系统

## 5.1 进样器概述

9890 系列气相色谱仪的填充柱进样器、气体进样器、毛细管柱进样器等均安装在柱箱顶部的左侧，填充柱进样器、毛细管进样器由控制电路器设置并控制其温度，可以进行液体样品的汽化进样。一般情况下，液体进样器温度应设置在样品沸点以上  $20^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。气体进样器（平面六通阀），可以进行气体样品的进样。

9890 系列气相色谱仪有两个进样口位置可供安装不同的进样口，用户可以根据需要选择不同的进样组合。填充柱进样器可以直接安装外径为  $\Phi 5\text{mm}$ 、 $\Phi 6\text{mm}$  的不锈钢填充柱和玻璃填充柱。通过安装不同的衬管，填充柱进样器还可以安装外径为  $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$  的不锈钢填充柱。

9890 系列气相色谱仪的填充柱进样器也可以通过安装毛细管柱分流衬管附件或毛细管柱不分流衬管附件，组成毛细管柱分流进样器系统或毛细管柱不分流进样器系统。毛细管柱分流进样器系统可以安装使用  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱，毛细管柱不分流进样器系统可以安装使用  $\Phi 0.53\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。

气相色谱仪还可以安装一个专用的毛细管柱进样器即分流/不分流进样器，来实现毛细管柱分流、不分流、或分流/不分流进样模式，毛细管柱分流/不分流进样器可以安装  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。

进样器的载气输入端与气路控制系统中的稳流阀输出端相连接。填充柱进样器、毛细管柱进样器的最上部是一个散热帽，散热帽的下部嵌装有硅橡胶进样垫。

▲注意：进样垫多次注射进样后密封性能下降，会导致系统漏气，请定期及时更换此进样垫，以免进样垫漏气而造成仪器工作不正常。

## 5.2 填充柱进样器

填充柱进样器的结构如图 5-1 所示。填充柱进样器由控电路器设置并控制其温度，液体样品被注射器注入填充柱进器后，在填充柱进样器的汽化管中汽化，然后被载气带入填充色谱柱，完成进样过程，载气流量由载气稳流阀进行设置，气压力表指示的是填充色谱柱的柱前压力。

1. 载气输入端
2. 散热帽
3.  $\Phi 10\text{mm}\times 5\text{mm}$  进样垫
4. 填充柱进样器体
5.  $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$  衬管
6. 石墨垫圈 ( $\Phi 6$ )、柱螺母 ( $\Phi 6.2$ )
7.  $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$  石墨垫圈、柱螺母
8.  $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$  (外径) 填充柱

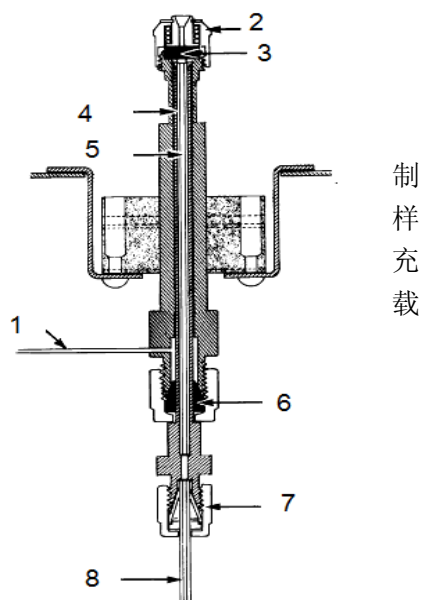


图 5-1 填充柱进样器 ( $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$  填充柱)

## 5.3 气体进样器

气体进样器（平面六通阀）是 9890 系列气相色谱仪的选配件，用于气体样品的进样分析。气体进

样器（平面六通阀）的结构及工作状态如图 5-2、图 5-3 所示。在采样状态下，气体样品进入气体进样器（平面六通阀）的定量管；在进样状态下，载气将定量管中的样品带入填充色谱柱，完成进样过程。载气流量由载气稳流阀进行设置，载气压力表指示的是填充色谱柱的柱前压力。由于样品处于气体状态，气体进样器通常不必进行温度控制。

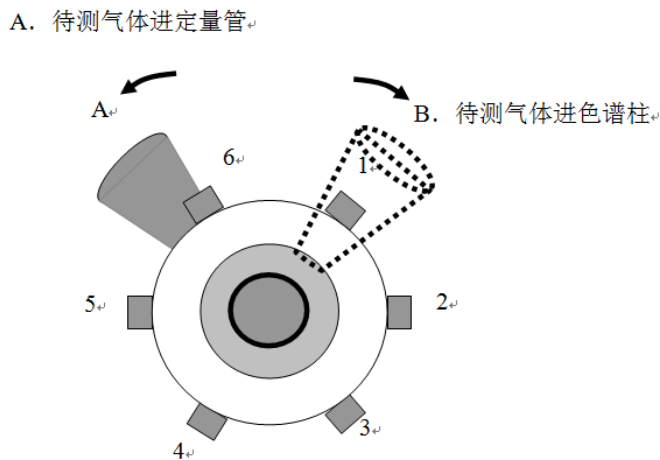


图 5-2 气体进样器采样及进样状态

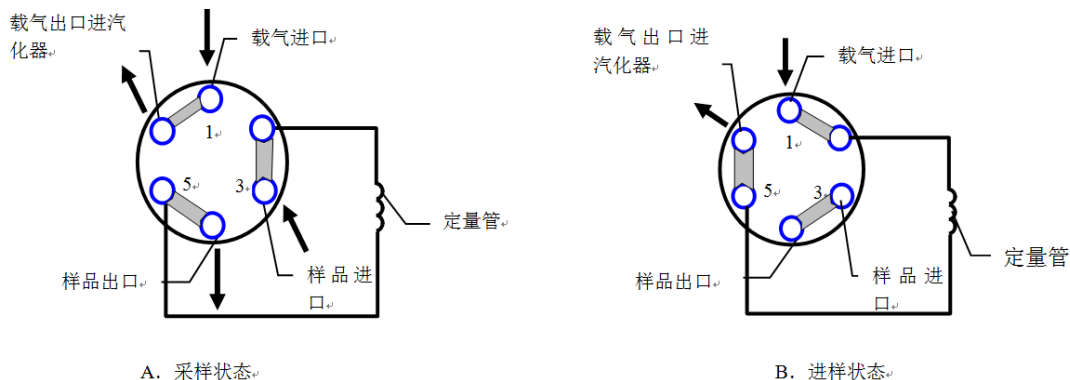


图 5-3 气体进样器（平面六通阀）功能结构示意图

气体进样器（平面六通阀）安装步骤如下：

1. 平面六通阀安装板用螺钉固定在仪器上。
  2. 在平面六通阀上装上所需的定量管。
  3. 参照图 5-2 及图 5-3 连接好载气管道和样品气管道。
  4. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。
  5. 擦干皂液留下的痕迹。
- ▲注意：样品出口的管道应连接到室外，避免污染室内伤害操作人员。

## 5.4 毛细管柱分流/不分流进样器

9890 系列气相色谱仪可以安装毛细管柱分流/不分流进样器，来实现毛细管柱分流、不分流、或分流/不分流进样模式，毛细管柱分流/不分流进样器可以安装  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。

## 5.4.1 分流/不分流进样器的工作状态

毛细管柱分流/不分流进样器的分流进样工作状态及不分流进样（需加选配件）工作状态请参见图 5-4 和图 5-5。

在分流进样工作状态下（图 5-4），仪器的液晶显示屏显示（PURGE OFF），此时两位三通电磁阀打开接汽化管的一端，关闭接隔膜清洗的一端，除隔膜清洗流量外（图示为 2ml/min），大部分载气进入汽化管内石英玻璃衬管，并在石英玻璃衬管下端分流，所以石英玻璃衬管的下端即为分流点。

样品在石英玻璃衬管内汽化后，根据设置的分流比（图示为 100/1），少量样品进入毛细管色谱柱，大部分样品随分流流量放空。分流比可以利用分流背压阀进行设置。

由于分流点上为高流速区，分流点下为低流速区，所以毛细管色谱柱安装时应高于分流点，提高样品进入色谱柱的效率。

在不分流进样工作状态下（图 5-5），仪器的液晶显示屏显示（PURGE ON），此时两位三通电磁阀打开接隔膜清洗的一端，关闭接汽化管的一端，除隔膜清洗流量外（图示为 2ml/min），大部分载气通过电磁阀直接放空，少量载气（图示为 2ml/min）进入石英玻璃管。

样品在石英玻璃衬管内汽化后，大部分样品随此少量载气（图示为 2ml/min）进入毛细管色谱柱，因此不分流进样模式适宜分析低浓度样品，不适宜分析高浓度样品，并且进样量也不可太大，否则可能导致毛细管色谱柱饱和，损坏色谱柱。

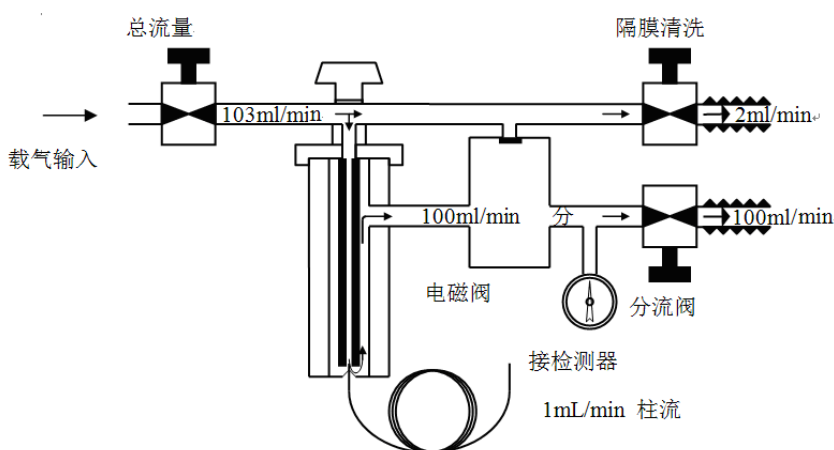


图 5-4 分流/不分流进样器的分流工作状态（PURGE OFF）

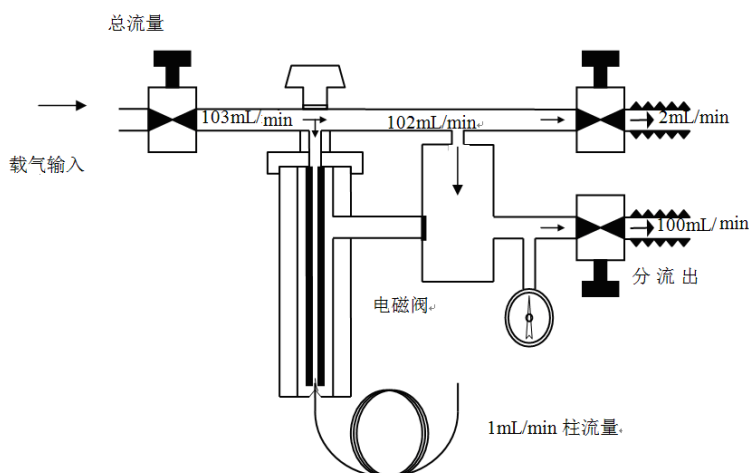


图 5-5 分流/不分流进样器的不分流工作状态（PURGE ON）

## 5.4.2 分流/不分流进样器的工作模式

分流/不分流进样模式主要是消除低沸点溶剂对样品峰的干扰。假定有一个待测的低浓度样品，如果选择分流进样模式，则样品峰的反应可能太小；如果选择不分流进样模式，则低沸点溶剂进入毛细管柱的量太多，可能损坏毛细管柱或溶剂峰对样品峰形成干扰。

此种情况下可以使用分流/不分流进样模式。其工作方式是：先设置不分流进样模式，让样品冷凝在毛细管柱的柱头，之后转为分流进样模式，让低沸点溶剂挥发并随分流流量放空，而较高沸点的待测低浓度样品在低温时不会汽化，这样待测样品能够较多的进入毛细管柱。

因此，使用分流/不分流进样模式需要设置时间程序，即设置不分流进样模式的时间和分流进样模式的时间。同时分流/不分流进样模式通常需要温度程序进行配合，即低温状态时让低沸点溶剂挥发放

空，然后随着温度升高，使冷凝在毛细管柱的柱头的待测样品汽化并进入毛细管柱。另外，分析不同的样品，其时间程序和温度程序也不相同。

9890 系列气相色谱仪的毛细管分流/不分流进样系统是通过电磁阀的切换来实现的，电磁阀的切换是由控制电路器来控制。即可以通过控制电路部分的键盘，设置时间程序和温度程序，达到利用分流/不分流进样模式分析较低浓度样品的目的。

### 5.4.3 分流/不分流的选择

本系统为全玻璃系统，具有样品吸附小、安装清洗方便、操作简单等特点。有效的隔垫清洗功能，不仅减小了溶剂的拖尾，而且避免了进样垫对样品的干扰。

分流进样方式是对样品的主要组分进行定量分析的优选方法。分流比一般在 10~100 范围内是线性的，它适用于大多数样品，但对特别宽沸点样品，易产生非线性分流，使样品失真。对分流方式的进样体积一般为 0.1~1  $\mu\text{L}$ 。

不分流进样方式适用于样品痕量组分分析，特别适用于高纯物质或稀溶液中痕量组分的分析。它适用于靠近溶剂峰的组分，但对于一般浓度样品需要稀释。不分流进样主要用于大口径毛细管分析，进样体积一般为 0.5~3  $\mu\text{L}$ 。

## 5.5 毛细管柱进样器的流量设置

### 5.5.1 毛细管柱流量的测定及柱前压力的设定

通过查阅刻度~流量表，并调节载气稳流阀可以确定毛细管柱进样器的载气总流量，也可以用皂膜流量计在载气稳流阀的出口处进行实际测量。分流阀用来确定分流流量的大小，可以将皂膜流量计接在气路面板上的 SPLIT VENT 分流出口接头上，实际测量分流流量的大小，也可以查阅刻度~流量表来确定。载气总流量减去分流流量即可得到毛细管柱的柱流量。

毛细管柱的流量也可以由进一个含有不滞留成分样品来测量（典型样品是  $\text{CH}_4$  或空气），测得不滞留成分的保留时间后，由下式计算出线速度

$$\text{线速度}(\text{cm}/\text{sec}) = \frac{\text{柱长}(\text{cm})}{\text{保留时间}(\text{sec})}$$

毛细管柱子的体积流速用下式计算：

$$\text{体积流速}(\text{mL}/\text{min}) = 0.785 \times \frac{D^2 L}{t_r}$$

式中：D 是柱内径，L 是柱长， $t_r$  是已获得的需要的线速度的那个不滞留成分的保留时间。使用毛细管时，通过柱的线速度必须设定，该值由柱前压控制，需要的压力是由柱长和内径以及柱箱温度决定的。

下面这张表列出了对应于一些毛细管柱的内径和长度的柱前压力，供使用时进行参考。

表 1 推荐的毛细管柱前压力:

		载气 (Carrier)			
		He		H <sub>2</sub>	
柱内经 (mm)	柱长 (m)	Mpa	psi	Mpa	Psi
0.20	12	0.085~0.140	12-21	0.048-0.084	7-12
0.20	25	0.145~0.235	21-34	0.087-0.145	13-21
0.20	50	0.235~0.360	34-52	0.145-0.230	21-34
0.32	12	0.029~0.053	4.2-7.7	0.017-0.032	2.5-4.7
0.32	25	0.055~0.095	7.9-14	0.033-0.060	4.8-8.7
0.32	50	0.095~0.160	14-23	0.060-0.105	8.7-15
0.53	10	0.0085~0.016	1.2-2.4	0.005-0.097	0.7-1.4
0.53	30	0.022~0.044	3.5-6.3	0.014-0.027	2.1-3.9

在每个范围中, 柱前压力是大多数分析开始点的推荐值, 是由高效和快速分析而得出的。当使用 5M \*Φ0.53mm 内径的测试毛细管柱时, 最佳的柱前压力为 0.015Mpa, 相当于载气流量 20mL/min。

## 5.5.2 设定分流流量

使用分流进样方式时, 在测试剧毒化学药品时, 分流出口处应接一个收集或捕获装置以保护工作人员安全。为确保正常操作, 载气钢瓶的输出压力为 0.4Mpa。

确定毛细管柱安装正常后, 请按下述步骤进行分流流量设置:

1. 预设置一定量的总流量;
2. 设置初始柱前压力, 满足所需要的柱流速;
3. 调节总流量使分流量符合预期的流量输出。

## 5.5.3 设定隔膜清洗流量

1. 调节气路控制面板上的隔膜清洗控制阀, 设置隔膜清洗流量。
2. 设置完柱前压后, 调节气路控制面板上的隔膜清洗控制阀, 在隔膜清洗出口处测定隔膜清洗流量进行确定。

表 2 设置隔膜清洗流量

载气	清洗流量 (mL/min)
H <sub>2</sub>	3.5-6.0
He	1.5-3.5
N <sub>2</sub>	1.5-3.5
Ar	1.5-3.5

▲注意: 隔膜清洗流量是独立于柱流量的, 改变清洗流量也不会影响柱流量。但是在分流进样方式中, 改变隔膜清洗流量可能会影响分流比。为避免隔膜清洗流量对分流比可能的影响, 一般隔膜清洗流量设定好后, 尽量不要改变。

## 5.5.4 分流比的测量及计算

必须为要做的分析选一个合适的分流比，用皂沫流量计在分流出口测定流量，以获得一个所需要的流量，如果有必要，调节气路控制面板上的载气稳流阀，以获得一个合适的分流比。

分流比的定义如下式所述：

$$\text{分流比} = \frac{\text{分流出口流速} + \text{柱流速}}{\text{柱流速}}$$

上式中流速是体积流速（单位：mL/min）。根据分流比的定义，用下面公式可从所需的分流比求得相应的流量。

$$\text{分流口流 (mL/min)} = \frac{\text{柱体积流 (mL/min)}}{\text{适当的分流比}}$$

## 5.5.5 设定尾吹气流量

毛细管尾吹气是用以补偿毛细管柱低载气流量的一路气体，使检测器达到最佳工作状态。这是因为检测器处于最佳工作状态，需要的载气流量至少 20ml/min。而使用 0.25mm 口径的毛细管柱时，载气流量只有 1ml/min-5ml/min(毛细管色谱应用的典型值)，此时就需要增加毛细管尾吹气，以确保总流量(载气+尾吹气)至少为 20ml/min。

对于 FID 可以在没有尾吹气的情况下使用 0.53mm 口径的毛细管柱，只要载气流量是在 5-10 ml/min 之间，但检测器灵敏度会降低。

对于 TCD，即使用 0.53mm 口径的毛细管柱也需要尾吹气，这是因为 TCD 的池体积较大，需要的总流量较高(至少 25 ml/min)。

FID、NPD 的尾吹气在检测器中与 H<sub>2</sub> 直接混合。ECD、TCD、FPD 的尾吹气加在柱后检测器入口处。

尾吹流量可以通过各个检测器相应的尾吹针形阀进行设置，尾吹流量的大小可以通过查阅相应的刻度~流量表得到，也可用皂膜流量计接在尾吹针形阀的出口处实际测得。

**注：以上值仅供参考**

## 5.6 毛细管系统的日常维护

在用毛细管分析时，应选用 99.999%的 N<sub>2</sub> 为载气，使用时间较长的毛细管系统，除了定期对柱子老化之外，还需对玻璃内衬管定期清洗。用可溶解样品的溶剂清洗衬管。重点清洗衬管内壁和内径的微粒。

清洗后按卸下的相反顺序安装好汽化室系统。注意整个汽化室系统要检漏，完全正常后，重新安装好毛细管的柱入口。

# 第六章 检测器的原理和使用

## 6.1 氢火焰检测器

### 6.1.1 氢火焰检测器的原理

含碳有机物，在氢火焰的扩散焰内燃烧，由于氢火焰的高温（2100℃）作用，使有机物电离生成正离子和电子，在外加电场的的作用下，正离子被离子室的负极吸收，电子被正极捕获，形成微弱的离子流，经放大器放大后送到记录设备记录下来。

### 6.1.2 氢火焰检测器的结构

氢火焰检测器的结构如下图 6-1 所示：

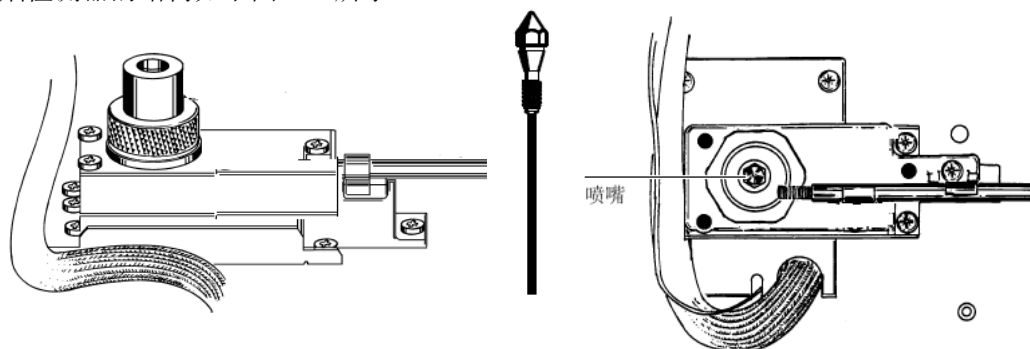


图 6-1 氢火焰检测器结构

### 6.1.3 使用注意事项

1. 严格注意气源及气路的清洁。
2. 气源一定要接正确，千万不能接错，否则仪器不能正常工作。
3. 为防止水蒸汽的冷凝，检测器的温度应设为 200℃ 以上。
4. 氮气，氢气，空气的流速比值一般为 1：1：10 时灵敏度较高。
5. 若仪器配有两套或两套以上进样系统，而实际使用时仅使用某一进样系统，务必将未使用进样系统的载气关闭（当接有色谱柱时除外），为毛细管进样系统时还需要将尾吹关闭。
6. 使用氢火焰检测器时，严防色谱柱未接入检测器而打开气路系统的氢气，以防氢气充入柱箱，一旦开机可能引起爆炸！
7. 关机前一定要先灭火！方法是：将氢气阀关闭，用手指放在氢火焰检测器的烟囱处，轻轻一按，观察检测器信号显示为 0 左右，说明火焰已灭。再降温。
8. 积水后的处理：如果发生检测器积水情况，一般表现为开机后检测器信号显示为：SIGNAL 1(2) 830000，可以将收集部件取下，将积水擦拭干净，重新安将好后，将检测器的温度设置高一点（例如 300℃ 左右），老化一定时间即可。

**注意：拆卸时一定要在关机状态下进行，先将放大板拆除。**

9. 安装完色谱柱后一定要试漏，保证气路系统的气密性良好，不漏气。
10. 如果出反峰，请调换信号输出线与记录设备的连接顺序，即将接线端对调一下。

11. FID 检测器对所有的有机物都有响应，对无机物无响应或响应很小。

## 6.1.4 使用方法

1. 根据需要安装好色谱柱，并用试漏液试漏（可用肥皂水替代试漏液）。
2. 打开氮气气源开关，调节气源出口压力为 0.4MPa。
3. 调节色谱仪上载气阀旋钮，通载气。若为毛细管进样系统时，还需要调节分流流量、清扫流量以及尾吹气的流量，具体见 § 4.2。
4. 打开色谱仪电源开关，色谱仪经过内部电路自检后(整个过程约为 20 秒)，显示屏上将显示 PASSED SELF TEST，并且红灯亮而不是闪烁，设置温度条件，例如：

按 

检测器 A (B) 温度	2	3	0	置入
进样器 A (B) 温度	2	3	0	置入
柱箱温度	1	8	0	置入

5. 按 

检测器	A (B)	开
-----	-------	---

 显示: DET A (B) FID ON

6. 按 

信号 1 (信号 2)	A (B)	置入	信号 1 (信号 2)
-------------	-------	----	-------------

显示: SIGNAL 1 (2) 0.X

按 

量程	3 (或其它数值)	置入
----	-----------	----

按 

信号 1 (信号 2)
-------------

A(B) 根据配置的检测器位于仪器的位置定的。

7. 等温度恒定约 0.5h 后，打开空气气源开关，调节气源出口压力为 0.4MPa，调节色谱仪上所使用气路的空气阀，旋至 8 圈左右（流速约 400ml/min）。
8. 打开氢气气源开关，调节气源出口压力为 0.25MPa，调节色谱仪上所使用气路的氢气阀，先旋至 7~8 圈左右，用点火枪点火，待火点着后（具有一定的信号值），再将氢气阀旋至 3~4 圈（流速约 30ml/min 左右），此时检测器信号显示为：  
SIGNAL 1 (2) 20.X~80.X 注意信号显示值不要太大。
9. 打开记录设备，观察基线情况，仪器的稳定时间一般不大于 2 小时。待基线平稳后，准确抽取待测样品进行分析。

## 6.1.5 关机操作

1. 灭火。详情见本章第三节第七条。
2. 关闭辅助气源。关闭氢气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。关闭空气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。
3. 降温。将检测器、进样器加热单元关闭，将柱温设置为一个比较低的温度值（如 10℃），待各加热单元温度降至 80℃ 以下时关闭仪器电源开关。
4. 关闭载气。关闭载气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。
5. 关闭主机电源，将电源线插头拔掉。

## 6.1.6 影响氢焰检测器灵敏度的几个因素

### 1. 氢气流速对响应值的影响

在载气流速固定时，随着氢气流速的增加，检测器的响应值将逐渐增至最大后，然后降低。氮气：氢气=1：1 时生成的离子信号最高，但基流随氢气的增加而有所上升，因此采用氮气：氢气=1：0.95 较佳。图 6-2 表示了固定载气的流量下，氢气流量与灵敏度的对应关系，过大的氢气流量会使噪声提高而影响灵敏度。

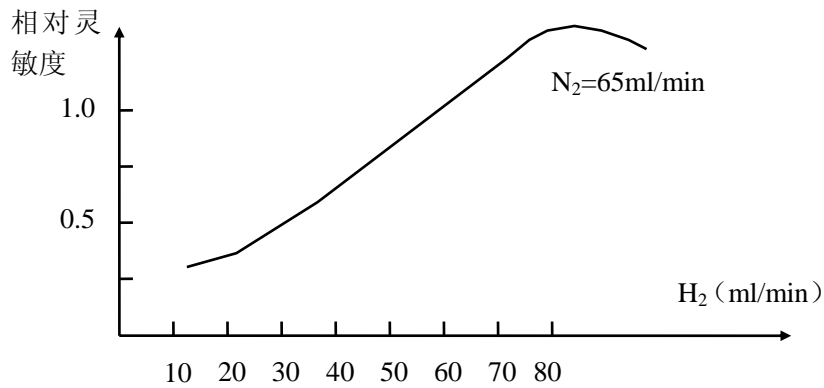


图 6-2 氢气流量与灵敏度的关系

## 2. 空气流速对响应值的影响

响应值随空气流速的增大而增大，达到某一点后稳定，再增加空气量，响应值也不变化，但流速过大噪声增加。但是较大的进样量必须要较大的空气流量才能使氢气完全燃烧，并使燃烧产物顺利排出离子室外。例如：2 毫升的丙烷气体样品需要 700ml/min 的空气流量才能使氢气和丙烷完全氧化。空气流量太小时，氢气和样品燃烧不完全会降低 FID 检测器的灵敏度，空气流量过大时（大于 500ml/min）也会出现噪声。空气流量与灵敏度的关系如图 6-3 所示。

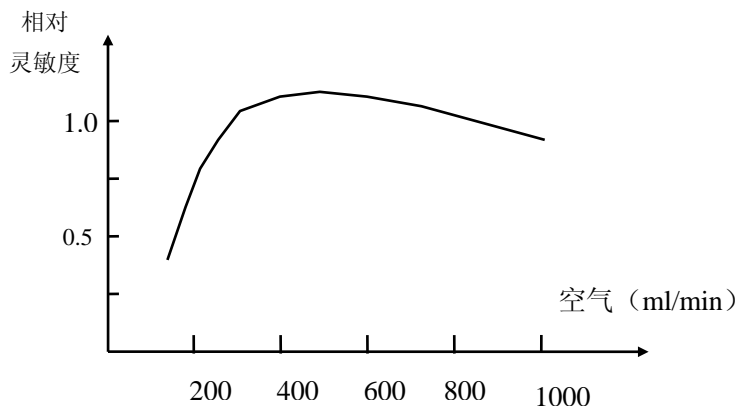


图 6-3 空气流量与灵敏度的关系

## 3. 喷嘴口径对响应值的影响

FID 检测器的喷嘴口径不同，对线性和灵敏度的关系相当密切。一般情况下，喷嘴口径粗，则检测器的灵敏度低，对流量波动的影响较小，可以得到较高的线性范围；喷嘴口径细，则检测器的灵敏度高，对流量波动的影响较大，但线性范围较窄。小口径喷嘴可以得到较尖锐的氢火焰，离子化效率比较高。

### 6.1.7 测试

测试条件：

柱温：140℃~180℃

检测器温度：180℃~220℃

进样器温度：180℃~220℃

载气：经干燥处理的 N<sub>2</sub>，纯度不低于 99.99%，流量为 15~50ml/min（柱后）

氢气：经分子筛净化，纯度不低于 99.95%，流量为 15~70ml/min

空气：空气中不应含有影响仪器正常工作的灰尘，水油及污染性气体，流量为 200~500ml/min

色谱柱：内径为 Φ2mm，长 0.6m，OV-101 不锈钢柱

放大器：灵敏度与衰减置适当值

样品：正十五烷，正十六烷，溶剂为正辛烷

进样量：0.5 μl ~ 1 μl

灵敏度公式

$$D_t = \frac{2N \cdot W}{S}$$

式中  $D_t$ —灵敏度 (g/s)

$N$ —实测噪声 (mV)

$W$ —进样量 (g)

$S$ —正十六烷的峰面积 (mV · s)

## 6.2 热导池检测器

### 6.2.1 热导池检测器的原理

一个被气体包围的发热导体散失的热量和它周围气体的导热性能有关。而不同气体的导热性能不同，热导池检测器就是利用这一原理制造的。如图 6-4 所示：

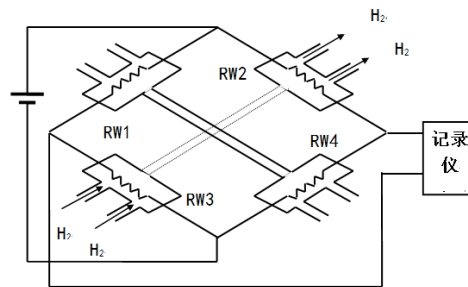


图 6-4 TCD 检测器工作原理示意图

TCD 检测器为一不锈钢块体，内部加工成对称的两个腔室，两个腔室内安装一组热敏元件（钨丝），并组成惠斯顿电桥，电桥上加有恒定的电流。两个腔室其一为参比池，另一为测量池。参比池仅通过载气气流，从色谱柱馏出的样品组份，由载气携带进入测量池。

参比池和测量池仅流转载气时，由于热敏元件的电阻值相等，并且热敏元件上的电流也相同，所以惠斯顿电桥处于平衡状态，这时输出电压差为零。记录仪或积分仪上画出一条零位直线，这条直线称为基线。

进样时，样品经色谱柱分离后，由载气携带进入测量池。由于样品组分的导热系数与载气的导热系数不同，使测量池热敏元件的温度、电阻值发生变化。由于电流恒定，所以参比池的热敏元件电压与测量池的热敏元件电压就会产生一个电压差值，此差值由记录仪或积分仪进行记录，在记录纸上就画出了相应的峰形曲线，这就是由 TCD 检测器检测到的样品色谱峰。

载气的热导系数与被测组分的热导系数相差越大，被测组分的响应值就越大。如需了解各种化合物的热导率和响应值可查看有关专业手册获取。对大多数样品来讲，选择氢气或氦气作载气时，TCD 检测器的灵敏度较高。但是如果检测氢气或氦气时，选择氮气作载气，TCD 检测器的灵敏度较高。

TCD 检测器为浓度型和通用型检测器，不破坏样品，可串联其它检测器一起使用，但在串接时需尽量减小死体积，降低峰展宽。TCD 线性范围为  $10^4$ ，它的检测上限是目前所有检测器中最高的

## 6.2.2 热导池检测器的结构

热导池检的基本结构如右图 6-5:

- 1 - 钨丝; 2 - 池体; 3 - 加热棒  
4 - 铂电阻; 5 - 保温材料; 6 - 保温盒

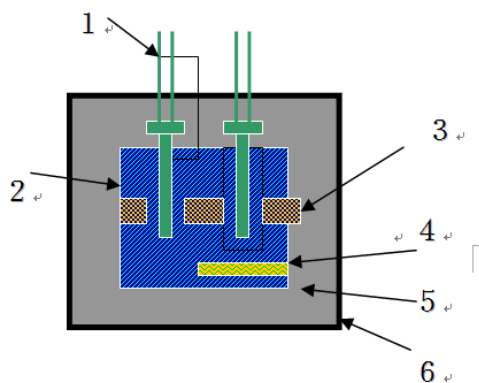


图 6-5 热导池检测器结构简图

## 6.2.3 使用注意事项

1. 载气中应无腐蚀性物质, 注意气路净化。
2. 使用时先通载气 10~30min, 将管路中的残余空气赶净, 防止热敏元件氧化。
3. 不能用载气直接吹 TCD 或用较大的气流冲击。
4. 不允许有强烈的震动。
5. 不能将 TCD 处于风口处。
6. 关机时先将 TCD 检测器关闭, 然后将仪器降温, 等到 TCD 检测器的温度降至 60℃ 以下时, 再关闭气源, 这有利于延长钨丝的使用寿命。
7. 在灵敏度足够的情况下, 应尽可能降低桥电流使用值。这样可提高仪器稳定性, 延长使用寿命。
8. 做完高温分析后, 需要拆换色谱柱时, 一定要等柱温降到 60℃ 以下 (最好降至室温), 方可拆卸色谱柱, 以防损坏柱接头丝扣。
9. 在换接色谱柱后一定要检查是否漏气。一般载气流速在 50ml/min 时灵敏度较高。
10. 使用不同的载气时, 不同温度下桥流允许的最大值如下表:

表 6-1 不同温度下桥流值

桥流 (mA) \ 温度 (°C)	100	150	200	250	300
载气					
H <sub>2</sub>	175	150	125	100	75
N <sub>2</sub>	125	100	75	50	25

## 6.2.4 使用方法

1. 根据需要安装好色谱柱。
2. 打开气源开关, 调节气源出口压力为 0.4MPa。
3. 调节色谱仪上载气阀旋钮, 通载气。一般载气流速在 50ml/min 时灵敏度较高。打开色谱仪电源开关, 设置温度条件。
4. 待温度升到设定值后, 按 **检测器**, 将 TCD 检测器打开。通过前面板上、下键增减桥电流值, 桥电流的设定以满足分析需要为准, 在灵敏度够的情况下尽量降低桥电流值, 以延长钨丝使用寿命。按 **确认**, 此时桥流指示灯亮。  
**注: 该机型有自动记忆功能, 在有桥流设定值的情况下, 直接按确定键即可。**
5. 待基线平稳后, 进样分析。

## 6.2.5 关机

待所有的分析结束后要关机。

1. 按[检测器]，将 TCD 检测器关闭，此时桥流指示灯灭。
2. 将柱箱温度设定一个比较低的值，进行降温；将进样口、检测器温度关闭。待检测器的温度降至 50℃ 以下时，关掉仪器电源。
3. 关掉气源。

## 6.2.6 灵敏度及稳定性测试

### 测试条件

色谱柱：内径为  $\Phi 2\text{mm}$ ，长 0.6m，OV--101 不锈钢柱

柱温：120~160 °C

进样器温度：180~220 °C

TCD 温度：180~220 °C

载气：氢气(经分子筛净化处理)，流量为 15ml/min~50ml/min

桥路电流：150mA~170mA

样品：正十五烷，正十六烷，溶剂为正辛烷

进样量：0.3  $\mu\text{L}$ ~1  $\mu\text{L}$

### 稳定性

记录仪置于 5mV 档，桥流为 160mA，量程为 1 时，基线漂移  $\leq$  记录仪量程 3% / h。

### 灵敏度

$$S = \frac{A \cdot K \cdot F}{W} (mv \cdot ml/mg)$$

式中 A—峰面积 ( $mv \cdot \text{min}$ )

F—载气流速 (ml/min)

W—进样量 (mg)

K—记录色谱峰时的输出衰减数和记录基线时输出衰减数之比。

## 6.3 电子捕获检测器

### 6.3.1 电子捕获检测器的原理

ECD 检测器中有一个放射源 (Ni)，它所产生的  $\beta$  射线将载气离解成为自由电子和正离子，在施加电场的情况下，由电子奔向阴极，形成了检测器的基流。当负性物质进入检测器时，样品分子便捕获自由电子形成负离子后又与载气正离子复合，引起基流的下降，产生对应的负信号——“倒峰”。在一定范围内，检测器的响应值与样品组分的浓度成正比，故可利用其负信号对样品进行定性定量分析工作。

### 6.3.3 使用注意事项

1. 必须使用纯度为 99.99% 以上的高纯氮气作载气。
2. 使用时应先通氮气 4 小时以上，将管路中的残余空气赶净，才充许升温分析。
3. 进样浓度不宜过大，防止放射源污染，特别是对于电负性物质，进样的浓度一定要控制在

0.1ppm~0.1ppb 范围内。

4. 利用氮气老化色谱柱时，一定要堵死 ECD 进气口，将柱出口的 N<sub>2</sub> 直接放空在柱室中，升温老化即可。以防将检测器污染。
5. 长期连续使用，一旦需要中途短时停机，不要断载气，可将气流速调小（保持 1~5ml/min 载气流速）。
6. 检测器长期不使用时，可将检测器从仪器上拆下，并将其进气口、出气口用螺帽密封，放置包装盒内，保持周围干燥。
7. 为防止色谱柱流出物沾污管路及放射源，操作时先升检测器、进样口温度，待温度达到后再升柱室温度。若放射源污染，则基流大幅度下降，应清洗放射源。方法如下：通 H<sub>2</sub>，流速 50ml/min，ECD 检测器温度升高至 300 度以上，12 小时后可清洗干净。此时基流大大增加。
8. 放空必须引出室外，防止 Ni 放射性污染。

### 6.3.4 使用方法

1. 根据需要安装好色谱柱。使用填充柱时检测器一端直接插入检测器底部；如使用毛细管柱，则检测器一端需要加装专用接头，毛细管伸入长度为露出接头 1~2mm。
2. 打开供给气源开关，调节供给气源出口压力为 0.4MPa。调节色谱仪上载气阀旋钮，通载气。一般载气流速在 40~60ml/min，尾吹气流速在 20~50ml/min，气体流速可从放空口处测量。通氮气 4 小时以上，将管路中的残余空气赶净。
3. 打开色谱仪电源开关，设置温度条件。先升检测器、进样口温度，待温度达到后再升柱室温度。
4. 待温度平衡后，从面板上按“**检测器**”，将 ECD 检测器打开。
5. 待基线平稳后，进样分析

### 6.3.5 关机

待所有的分析结束后要关机。

1. 按**检测器**，将 ECD 检测器关闭。
2. 将柱箱温度设定一个比较低的值，进行降温；将进样口、检测器温度关闭。待检测器的温度降至 50℃ 以下时，关掉仪器电源。
3. 将载气或尾吹气流速调小。

### 6.3.6 灵敏度及稳定性测试

#### 测试条件

色谱柱：内径为  $\Phi$ 2mm，长 0.6m，0V--101 不锈钢柱

柱温：190~220 °C

进样器温度：200~240 °C

检测器温度：200~240 °C

载气 (N<sub>2</sub>) :50 ml/min，尾吹气 (N<sub>2</sub>) :流量为 30ml/min

样品： $\gamma$ -666/正己烷，浓度 1ng/ $\mu$ L

进样量：1 $\mu$ L

#### 稳定性

记录仪置于 5mV 档，基线漂移  $\leq$  记录仪量程 3% / h。

#### 灵敏度

$$S = \frac{2N \cdot W}{A \cdot K \cdot F} (g/ml)$$

式中 N—实测噪音 (mV)

A—峰面积 ( $mv \cdot min$ )

Fc—检测器气体流速 (ml/min), 柱后流速+尾吹流速.

W—进样量 (g)

K—记录色谱峰时的输出衰减数和记录基线时输出衰减数之比。

## 6.4 火焰光度检测器

### 6.4.1 火焰光度检测器的原理

火焰光度检测器 (FPD) 是利用富氢火焰能使硫\磷杂原子的有机物分解, 形成激发态分子, 当他们回到基态时, 发射出一定波长的光, 这些特征光分别用不同的滤光片过滤 (对硫用 399nm, 磷用 526nm 滤光片), 然后经过光电倍增管把光强度变为电讯号进行测量。该检测器主要用于含硫、磷化合物的定性定量分析。

### 6.4.2 使用注意事项

1. 因火焰光度检测器 (FPD) 是选择性检测器, 选择最佳操作条件对分析尤为重要。
2. 使用时应先通载气, 将检测器和进样口温度升到设定值后再加热柱箱温度。
3. 点火前一定要将检测器关闭, 防止点火螺帽取下后, 以免强光进入使光电倍增管损坏。
4. 检测器温度要足够高, 以防检测器积水; 检测器温度达到设定值半小时后才允许点火。
5. 以噻吩和 1605 为样品, 对 S、P 成分的分析条件提供一参考数据

参 数	硫	磷
柱箱温度	70~90° C	190~210° C
进样口温度	120~200° C	70~90° C
检测器温度	250~300° C	250~300° C
载气 (N2) 流速	25~60ml/min	50~100ml/min
H2 流速	60~140ml/min	60~100ml/min
空气流速	20~100ml/min	40~100ml/min

### 6.4.3 使用方法

1. 根据需要安装好色谱柱。使用填充柱时检测器一端直接插入检测器底部; 如使用毛细管柱, 则检测器一端需要加装专用接头, 毛细管伸入长度为露出接头 1~2mm。
2. 打开供给气源开关, 调节供给气源出口压力为 0.4MPa。调节色谱仪上载气阀旋钮, 通载气。
3. 打开色谱仪电源开关, 设置温度条件。先升检测器、进样口温度, 待温度达到后再升柱室温度。
4. 待温度平衡后一段时间后, 调节氢气、空气阀至合适流速, 将点火罩取下, 用点火枪
5. 点火。火着后从面板上按“**检测器**”, 将 FPD 检测器打开。
6. 待基线平稳后, 进样分析。

## 6.4.4 关机操作

1. 按检测器键，勿必将 FPD 检测器关闭，此时指示灯灭。
2. 关闭辅助气源。关闭氢气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。关闭空气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。
3. 降温。将检测器、进样器加热单元关闭，将柱温设置为一个比较低的温度值（如 10℃），待各加热单元温度降至 60℃ 以下时关闭仪器电源开关。
4. 关闭载气。关闭载气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。
5. 关闭主机电源，将电源线插头拔掉。

## 6.4.5 灵敏度及稳定性测试

### 测试条件

测试条件 (S)

滤光片：399nm

色谱柱：内径为  $\Phi$  2mm，长 0.6m，OV-101 不锈钢柱

柱温：75~85 °C

进样器温度：200~240 °C

检测器温度：250~300 °C

载气 (N<sub>2</sub>) : 25 ml/min, 氢气: 90 ml/min, 空气: 20 ml/min

样品：噻吩/丙酮, 浓度 5ng/ $\mu$ L

进样量：1  $\mu$ L

稳定性

记录仪置于 5mV 档，量程为 1 时，基线漂移  $\leq$  记录仪量程 3% / h。

### 灵敏度

$$S = \frac{2N \cdot W}{A \cdot K \cdot F} (g/ml)$$

式中 Dt S — 检测限 (g/s)

N—实测噪音 (mV)

h—峰高值 (mV)

Wh 4—试样峰高 1/4 处峰宽 (s)

W—进样量 (g)

n<sub>s</sub>—硫原子在试样中所占百分比

$$n_s = \frac{\text{硫原子数} \cdot \text{硫原子量}}{\text{分子量(试样)}}$$

本例中 n<sub>s</sub> = 38%

测试条件 (P)

滤光片：526nm

色谱柱：内径为  $\Phi$  2mm，长 0.6m，OV-101 不锈钢柱

柱温：200~220 °C

进样器温度：240~300 °C

检测器温度：250~300 °C

载气 (N<sub>2</sub>) :70 ml/min, 氢气: 90 ml/min, 空气: 80 ml/min

样品: 乙基-1605/无水乙醇, 浓度 20ng/μl

进样量: 1 μL

稳定性

记录仪置于 5mV 档, 量程为 1 时, 基线漂移 ≤ 记录仪量程 3% / h。

灵敏度

$$Dt(P) = \frac{2N \cdot W \cdot np}{A} (g/s)$$

式中 Dt (P) —检测限 (g/s)

N—实测噪音 (mV)

A—试样峰面积(mV·s)

W—进样量(g)

np—磷原子在试样中所占百分比

$$n_p = \frac{\text{磷原子数} \cdot \text{磷原子量}}{\text{分子量(试样)}}$$

本例中  $n_p = 10\%$

## 6.5 氮磷检测器

### 6.5.1 氮磷检测器的原理

氮磷检测器(NPD)为电离型检测器,专用于痕量氮、磷化合物的检测。其电离源和喷嘴为负电位,收集极为正电位,调节氢气流量 8ml/min 左右,如此小的氢气流量在喷嘴处还不足以形成正常燃烧的氢火焰,低浓度的氢气只能在电离源表面附近形成一层化学活性很高的“氢焰”,电离源表面温度 600~800 度。当氮、磷化合物进入“冷氢焰”区发生热化学分解,产生 CN 和 PO、PO<sub>2</sub> 等电负性基团。这些基团从电离源表面或其周围的气相中得到电子,变成负离子,在高压电场的作用下产生信号。烃类在“冷氢焰”中不发生电离,因而不产生对氮磷化合物的专一性检测。

### 6.5.2 使用注意事项

- 1、铷珠易受潮,储存须放在干燥器中。新铷珠应先老化后使用,老化时间为 4~8H。
- 2、在安装中不得有手直接触摸铷珠,以防污染。
- 3、铷珠在喷嘴上方约 1~1.5mm,和喷嘴在同一轴线上。
- 4、调整位置时不得从根部扩张,弯曲铂金丝,以防破碎。
- 5、铷珠供电电流应缓缓增加,当听到爆鸣声后再将电流略为降低,铷珠以暗红色为佳。在达到灵敏度条件下,尽量使用小电流,以延长铷珠寿命。
- 6、应避免使用卤素有机物作为溶剂,以保证铷珠寿命和重复性。
- 7、流速配比直接影响灵敏度,要细心选配。NPD 为质量型检测器,基流和响应值随载气流速增加而增大,但载气还起着冷却电离源表面温度的作用,因此,流速越大,降温越大,基流和响应值降低,因此应选择最佳值。氢气、空气流速对电离源周围气体成分影响极大,特别是氢气。一般 N<sub>2</sub> 作为载气时, H<sub>2</sub> 流速为 3~10ml/min, NPD 表现出高灵敏度和专一性响应,当 H<sub>2</sub> 流速大于着火点以后,氮磷化合物灵敏度和专一性消失, NPD 成了 FID。空气流速影响有两方面:一是维持氢的“冷氢焰”具有一定的活性;二是降低电离源表面温度,总的影响结果与载气相似,随空气流速增加,基流明显下降,故通常选择在 60~200ml/min。

### 6.5.3 关机操作

1. 按检测器键，勿必将 NPD 检测器关闭，将钨珠加热器关闭。
2. 关闭辅助气源。关闭氢气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。关闭空气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。
3. 降温。将检测器、进样器加热单元关闭，将柱温设置为一个比较低的温度值（如 10℃），待各加热单元温度降至 60℃ 以下时关闭仪器电源开关。
4. 关闭载气。关闭载气阀，关闭气源开关，如使用钢瓶，请将减压阀关闭。
5. 关闭主机电源，将电源线插头拔掉。

### 6.5.3 测试

测试条件：

柱温：180℃

检测器温度：230℃

进样器温度：210℃~230℃

载气：经干燥处理的 N<sub>2</sub>，纯度不低于 99.99%，流量为 30~80ml/min（柱后）

氢气：经分子筛净化，纯度不低于 99.95%，流量为 5~20ml/min

空气：空气中不应含有影响仪器正常工作的灰尘，水油及污染性气体，流量为 80~200ml/min

色谱柱：内径为 Φ2mm，长 0.6m，OV-101 不锈钢柱

放大器：灵敏度与衰减置适当值

样品：偶氮苯，浓度 10ng/μL；马拉硫磷，浓度 10ng/μL

进样量：1 μl

灵敏度公式

$$Dt(N) = \frac{2N \cdot W \cdot n_N}{A}$$

式中 Dt—灵敏度 (g/s)

N—实测噪声 (mV)

W—注入的样品中所含偶氮苯的质量 (g)

A—偶氮苯峰面积 (mV·s)

K—偶氮苯峰面积 (mV·s)

$$n_N = \frac{\text{偶氮苯分子中氮原子的个数}}{\text{偶氮苯的摩尔质量}} \times \text{氮的原子量} = 0.154$$

$$Dt(P) = \frac{2N \cdot W \cdot n_P}{A}$$

式中 Dt—灵敏度 (g/s)

N—实测噪声 (mV)

W—注入的样品中所含马拉硫磷的质量 (g)

A—马拉硫磷峰面积 (mV·s)

$$n_P = \frac{\text{马拉硫磷分子中磷原子的个数}}{\text{马拉硫磷的摩尔质量}} \times \text{磷的原子量} = 0.0938$$

# 第七章 仪器显示信息及故障排除

## 7.1 错误信息

### A. 仪器的开机正常显示

仪器接通电源，正常情况下先后进行如下四个程序

1. 面板上的显示屏和显示灯将亮几秒钟。
2. 显示 TESTING MEMORY。
3. 显示 TEST SIGNAL PATH。
4. 显示 PASSED SELF TEST (自检通过)。

### B. 仪器的故障信息

仪器开机进行自动检测。如果仪器存在故障，则故障信息重复出现在显示屏上。自动检测信息将分三个级别：

#### 1. FATAL ERR (严重出错)

该级信息表示色谱仪实质上不工作，仪器始终是“NOT READY”状态，甚至键盘也不起作用。

FATAL ERR: BAD RAM 表示主板上 CPU 部分的 RAM 片和它的电路有问题。

FATAL ERR: BAD ROM 表示主板上 CPU 部分的 ROM 片和它的电路有问题。

FATAL ERR: >25MS 表示主板 CPU 或时钟部分有问题。

FATAL ERR: STACK ERR 表示堆栈有问题或主板 CPU 有问题。

#### 2. FAULT (故障)

表明仪器的主要系统不能正常工作，但色谱仪还是能正常工作。当 FAULT 存在时，仪器状态灯 READY 可能不亮。

FAULT: ADC OFFSET 表示 ADC 热失调读数有问题。

FAULT: LINE SENSE 表示实际电源电压或传感器电路有问题。

FAULT: OVEN>MAX+20 表示柱箱超出了设定值 20°C 以上。问题可能出现在柱箱传感器部分或柱箱控制电路，如果显示柱箱温度高于 800°C 可能传感器开路（断了）。

FAULT: \*\*\* TEMP RDG 这里的\*\*\*可能是 OVEN, INJA, INJB, DETA, DETB。这表明这些加热区内的传感器有问题。

FAULT: \*\*\*TEST \*\*\*可能是 DAC1、DAC2、ATTN1 或 ATTN2。这里的 DAC1 和 ATTN1 表示主电路的 D/A 部分。

#### 3. WARN (警告)

此信息表示某种情况需要引起注意，通常除了在显示屏上出现的功能外，仪器仍然在运转，按下任何一个仪器功能键将会擦掉 WARN 信息。

WARN: MEMORY RESET 这可能是操作人员用键盘输入引起的或是由更换 RAM 造成的，或是由取出电池造成的。

WARN: SIGNAL CHANGED 表示预先分配的特定信号通道的那个检测器不再被承认，仪器将重新配置信号。在修理期间，检测器板被拆掉时会发生这种现象，如果板没有被拆掉有这种情况，应怀疑是板坏了。

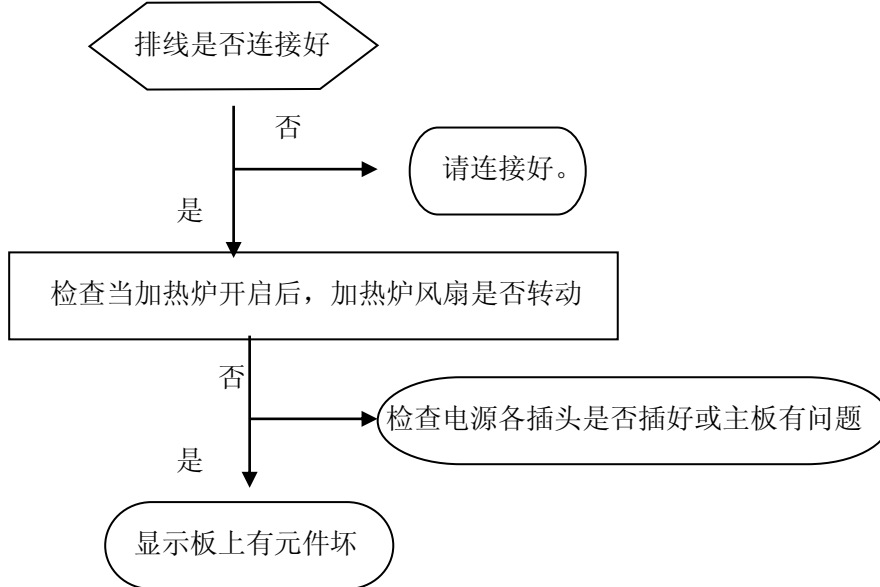
WARN: NO DETECTORS 表示没有装检测器板或者是处理器没有辨认出板已装上。如果检测器板已经装好而不能辨认，就要怀疑主板上 I/O 或主板上的 CPU 有问题。

WARN: OVEN SHUT OFF 表示柱箱停止加热，可能是柱箱门没有关。通过 OVEN TEMP 以及 ON 键再启动柱箱加热。如果同时存在多个问题，则按清除键，可从头到尾显示所有的错误信息。

## 7.2 故障排除

### 7.2.1 键盘/显示板的故障

①在仪器的显示屏上无显示信息，也无 LED 显示。



②显示的某些部分丢失，显示屏上的某些字符显示不完全。

显示板有问题，予以更换。

按 **清除** **·** **5** **置入** 使仪器进行自检，可以验证，因自检时所有的光亮点都要有显示。

③指示灯不亮，但液晶屏是好的。

显示板上连接排线出现故障或显示板上有故障。

④指示灯亮，但液晶屏无显示。

显示屏坏，或者连接排线出现故障，或显示板上有故障。

⑤显示键盘控制失灵，显示屏和指示灯是好的。

检查主电路板，或者连接排线出现故障。显示板上有故障。

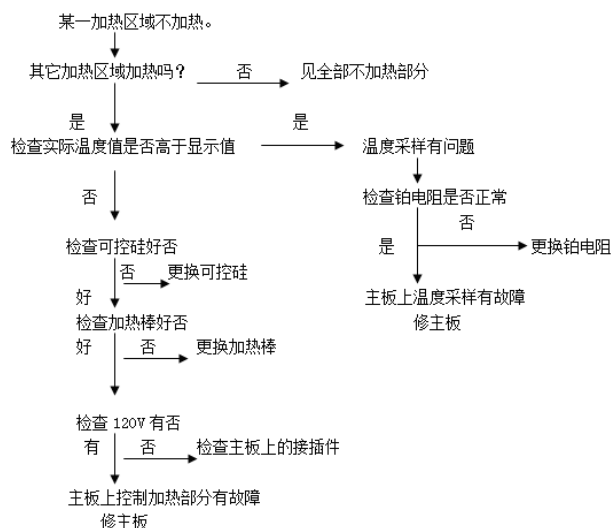
### 7.2.2 加热区域温度故障

①某一加热部分温度失控。加热器引线与底板局部短路；可控硅击穿；主板上控制加热电路有故障。

②某一加热区域不加热。首先检查该加热单元是否被打开，处于加热控制状态。然后按下列步骤检查。

③仅柱箱加热，其它加热单元都不加热。检查保险丝、主板上可控硅控制部分有故障，修主板。

④所有的加热单元都不加热。检查 120V 有否。插头是否连接好。或主板有故障。



### 7.2.3 柱箱温度故障

- ①加热炉失控，没有可见信息。主板上零点跨越电路有故障。
- ②加热炉温度消失。加热炉可控硅击穿，予以更换。或加热丝局部接地，检查加热丝的绝缘性，确保加热丝任一部分都没有同周围构件相接触。
- ③柱箱不加热，有“WARN OVEN SHUT OFF”信息出现。
  - 保险丝熔断，予以更换，如果继续被熔断，应检查 DC 电源；
  - 柱箱加热丝开路，予以更换；
  - 可控硅坏，予以更换；
  - 触发板上的继电器不能正常吸合。应检查触发板。

### 7.2.4 加热区域温度故障

- ①某一加热部分温度失控。可控硅击穿，或加热器与外壳短路。
- ②某一加热区域不加热。主电路板上可控硅坏，或可控硅控制电路内部元件坏。
- ③没有一个区域能加热，但柱箱加热是好的。主电路板上可控硅控制电路内部元件坏。
- ④所有区域和柱箱都不加热。在楞失硅控制部分、DC 电源、CPU 部分有坏元件。

## 7.3 常见检测器及分析故障

故障	故障判断	检查方法及修理
1. 没有峰	(1) 放大器电源断开 (2) 没有载气流过  (3) 记录器接触不良 (4) 记录器故障 (5) 进样温度太低，样品没有汽化 (6) 微量注射器堵塞 (7) 进样器硅橡胶漏 (8) 色谱柱连接松开 (9) 无火 (FID) (10) FID 极化电压没接或接触不良	(1) 检查放大器，保险丝 (2) 检查载气流路，是否阻塞，或气瓶中气源用完 (3) 检查记录器接线 (4) 看仪器说明书，排除记录器故障 (5) 增加进样器温度 (6) 更换注射器 (7) 更换硅橡胶 (8) 拧紧层柱析 (9) 点火 (10) 接上极化电压，或排除极化电压连接不良现象
2. 正常滞留时间而灵敏度下降	(1) 衰减太大 (2) 没足够样品量 (3) 样品进样过程中的损耗 (4) 注射器漏或者堵 (5) 载气漏特别是进样器漏 (6) 氢气和空气流量选择不当 (FID) (7) 检测器没有高压 (FID)	(1) 降低衰减 (2) 增加进样量 (3) 进样过程中尽可能保证样品全部进入系统 (4) 更换注射器或通注射器 (5) 探漏 (6) 调整氢气和空气流量 (7) 检查或者装上高压电
3. 拖尾峰	(1) 进样温度太低 (2) 进样管污染 (样品或者硅橡胶残留)	(1) 重新调节进样器温度 (2) 用溶剂清洗进样器管子

	(3) 层析柱炉温太低 (4) 进样技术过低 (5) 层析柱选择不当(样品与柱担体或固定液起反应)	(3) 增加层析柱温度 (4) 提高进样技术, 做到进针快、出针快 (5) 重新选择适当色谱柱
4. 伸舌峰	(1) 柱超地负荷, 样品量太大 (2) 样品凝集在系统中	(1) 降低进样量 (2) 先提高柱温, 再选择适当的进样器, 色谱柱, 检测器温度
5. 没分离峰	(1) 柱温太高 (2) 柱过短 (3) 固定液流失 (4) 固定液或者担体选择不正确 (5) 载气流速太高 (6) 进样技术太差	(1) 降低柱温 (2) 选择较长色谱柱 (3) 更换层析柱或老化色谱柱 (4) 选择适当色谱柱 (5) 降低载气流速 (6) 提高进样技术
6. 圆顶峰	(1) 超过检测器线性范围 (2) 记录器阻尼太大	(1) 降低样品量 (2) 重新调节记录器阻尼
7. 平顶峰	(1) 放大器输入饱和离子化检测器 (2) 记录器传动装置零点位置变化	(1) 降低样品量 (2) 检查记录器零点位置, 或者用其他记录对比使用
8. 锯齿型基线	(1) 稳流阀膜片疲劳 (2) 载气瓶压阀输出压力变化	(1) 换膜片或者修理阀 (2) 调节载气瓶减压阀的压力在另一位置
9. 没进样而基线单方向变化(FID)	(1) 检测器温度太低 (2) 色谱柱温停止加温或失控	(1) 提高检测器温度(超过 100℃) 清洗检测器或把检测器温度升在 200℃ 赶走水蒸气 (2) 检修控温系统和加热丝铂电阻
10. 出峰到固定位置记录笔抖动	(1) 记录器滑线电阻玷污	(1) 清洗滑线电阻
11. 基线突变	(1) 电源插头接触不良 (2) 外电场干扰 (3) 氢气、空气流量选择不当(FID)	(1) 把电源插头座安装牢靠 (2) 排除足以影响仪器正常工作的外电场干扰 (3) 重新调整氢气、空气流量特别是空气流量
12. 基线突偏移	(1) 记录器灵敏度低 (2) 记录器接触不良	(1) 调整记录器, 把放大器灵敏度提高 (2) 保证记录器及整机有良好接地
13. 滞留时间延长灵敏度低	(1) 载气流速太慢 (2) 进样后载气流量变化 (3) 进样器硅橡胶漏	(1) 增加载气流速, 如载气流路中有阻塞现象, 则设法排除 (2) 换进样硅橡胶 (3) 换进样器硅橡胶
14. 反峰	(1) 样品进到另一根柱中 (2) 正负开关位置放错	(1) 样品进到适当层析柱中 (2) 改变正负开关放在正确位置
15. 恒温操作时有不规则基线波动	(1) 仪器安放位置不好 (2) 仪器接地不好 (3) 柱固定液流失	(1) 把仪器安放在无强烈振动强空气对流处, 并把仪器安放水平, 最好把仪器放在水泥台上或垫有橡皮的桌子上 (2) 仪器及记录器应良好接地 (3) 固定液选择适当, 柱子应充分老化, 不

	<p>(4) 载气漏</p> <p>(5) 检测器污染</p> <p>(6) 载气流量选择不当</p> <p>(7) 氢气、空气选择不当(FID)</p> <p>(8) 放大器本身不稳</p> <p>(9) 记录器不好</p>	<p>能把柱温升到固定液使用极限 (特别是高灵敏度检测器)</p> <p>(4) 探漏</p> <p>(5) 清洗检测器</p> <p>(6) 调节载气稳流阀, 使载气流量调节适当, 保证载气流量调节适当, 保证载气瓶总压力在 <math>50\sim 150\text{kg}/\text{cm}^2</math></p> <p>(7) 适当调节氢、空气流量</p> <p>(8) 检查放大器, 并照线路修理放大器</p> <p>(9) 断开记录器讯号线, 用金属丝把讯号线短路, 此时记录器不好, 则照记录器说明书修理记录器</p>
<p>16. 额外峰</p> <p>峰半高宽度突然增大</p>	<p>(1) 前一样品的高组分峰</p> <p>(2) 当柱温升高时, 冷凝在层析柱中的水分或其它不纯物在出峰</p> <p>(3) 空气峰</p> <p>(4) 样品分解</p> <p>(5) 样品玷污</p> <p>(6) 样品与固定液, 担体或吸附剂反应</p> <p>(7) 色谱柱头玻璃棉玷污或注射器玷污</p> <p>(8) 进样硅橡胶污染或低分子组分溜出</p>	<p>(1) 待前一次样品全部溜出后再进样</p> <p>(2) 安装或调配或再生净化器选择适当的操作条件</p> <p>(3) 排除注射器内的空气</p> <p>(4) 降低进样器温度 (不用易催化易分解固定液或担体)</p> <p>(5) 保证样品干净, 无杂质与其它组分混合</p> <p>(6) 利用其它层析柱, 以免样品及固定相起反应</p> <p>(7) 调换柱头玻璃棉或清洗注射器</p> <p>(8) 把硅橡胶头在 <math>200^\circ\text{C}</math> 中烘 16 小时再使用</p>
<p>17. 出峰时记录笔突然回到低于基线并且灭火 (FID)</p>	<p>(1) 样品量太大</p> <p>(2) 氢气或空气流量太低</p> <p>(3) 载气流速太高</p> <p>(4) 火焰喷口污染 (或堵塞)</p> <p>(5) 氢气用完</p>	<p>(1) 降低样品量</p> <p>(2) 重新调节氢气, 空气流速</p> <p>(3) 选择合适的载气流速</p> <p>(4) 清洗火焰喷口 (或通火焰喷口)</p> <p>(5) 保证氢气源有足够的氢气</p>
<p>18. 台阶峰不回零 (峰平头) 记录笔手动会左右移动</p>	<p>(1) 记录器增益, 阻尼调节不适当</p> <p>(2) 仪器没合适接地</p> <p>(3) 有极低交流讯号反馈到记录器中</p>	<p>(1) 校正记录器增益及阻尼 (直到手动记录笔左右移动后仍回原处)</p> <p>(2) 仪器和记录器需要良好接地</p> <p>(3) 根据需要接一只 <math>0.25\mu\text{f}/250\text{V}</math> 的电容从正或负的输入端与地端相接, 正或负的接法根据试验决定, (注意: 不要使电容接在讯号线的正负处)</p>
<p>19. 基线不回零</p>	<p>(1) 记录器零点调节位置不正常</p> <p>(2) 由于柱的过多量的流失 (FID)</p> <p>(3) 检测器污染</p> <p>(4) 记录器故障</p>	<p>(1) 用金属丝使记录器讯号输入短路, 校到零</p> <p>(2) 利用流失少的色谱柱</p> <p>(3) 清洗检测器</p> <p>(4) 照记录器说明书, 修理记录器</p>
<p>20. 不规则距离中有尖毛刺峰</p>	<p>(1) 灰尘粒子或外来物质不规则地在火焰中燃烧 (FID)</p> <p>(2) 放大器故障</p>	<p>(1) 保证检测器没有玻璃棉分子筛灰尘微粒进入, 分子筛过滤器使用前必须活化, 并在通 <math>\text{N}_2</math> 气流或用真空泵抽气的情况下冷却</p> <p>(2) 修理放大器</p>

21. 在相等间隔中有一定短毛	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 水冷凝在氢气管路中(水一般从氢气源来 FID)</li> <li>(2) 漏气</li> <li>(3) 流路中有堵塞现象</li> <li>(4) 火焰跳动</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 从管路中消除水并换掉或活化氢气过滤器中的干燥剂。</li> <li>(2) 探漏</li> <li>(3) 流路中清除杂质, 如是色谱柱中有杂质, 则可适当提高柱温</li> <li>(4) 调节合适的氢气和空气流量</li> </ul>
22. 基线噪声大	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 色谱柱污染或色谱柱流失太大</li> <li>(2) 载气污染</li> <li>(3) 载气流速太高</li> <li>(4) 载气漏</li> <li>(5) 接地不良</li> <li>(6) 记录器滑线污染</li> <li>(7) 记录器不好</li> <li>(8) 进样器污染</li> <li>(9) 氢气流速太高或太低(FID)</li> <li>(10) 空气流速太高或太低(FID)</li> <li>(11) 空气或氢气污染</li> <li>(12) 水冷凝在 FID 中</li> <li>(13) 检测器绝缘变小(离子化检测器)</li> <li>(14) 检测器电极或喷口及底部污染</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 更换色谱柱</li> <li>(2) 更换或再生载气过滤器</li> <li>(3) 重新调节载气流速</li> <li>(4) 探漏</li> <li>(5) 保证仪器接地良好</li> <li>(6) 擦干净滑线电阻上污染污</li> <li>(7) 短路记录器讯号输入端如仍有噪声则检修检测器</li> <li>(8) 清洗进样器中进样管及清除硅橡胶残渣</li> <li>(9) 重新调节氢气流速</li> <li>(10) 重新调节空气流速</li> <li>(11) 更换氢气、空气过滤器</li> <li>(12) 增加 FID 温度清除水分</li> <li>(13) 清洗检测器绝缘子</li> <li>(14) 清洗检测器</li> </ul>
23. 周期性基线波动	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 检测器温控不良</li> <li>(2) 色谱柱炉控制不良</li> <li>(3) 载气流量调节不当</li> <li>(4) 载气瓶压力太低</li> <li>(5) 空气、氢气调节不当(FID)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 检查铂电阻, 调整温控灵敏度, 提高控制精度</li> <li>(2) 检查铂电阻, 提高控制精度</li> <li>(3) 重新调节载气流速</li> <li>(4) 更换载气瓶</li> <li>(5) 重新调节氢气、空气流量</li> </ul>
24. 单方向基线漂移	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 检测器温度大幅度增加或者减少</li> <li>(2) 放大器零点漂移</li> <li>(3) 柱温大幅度增加或者减少</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 稳定检测器温度, 如果是开机后温度变化, 属正常现象</li> <li>(2) 检修放大器</li> <li>(3) 稳定色谱柱温度, 如果是开机后温度变化, 属正常现象</li> </ul>
25. 程序升温后基线变化	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 温度上升时, 柱流失增加</li> <li>(2) 柱流速没校正好</li> <li>(3) 色谱柱污染</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 选用适当的色谱柱或老化色谱柱</li> <li>(2) 校正柱流速</li> <li>(3) 更换色谱柱</li> </ul>
26. 升温时不规则基线变化	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 柱流失过多</li> <li>(2) 没选择好合适的操作条件</li> <li>(3) 柱污染</li> <li>(4) 硅橡胶升温时出鬼峰</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 选择适当色谱柱, 使用温度应远低于固定液最高使用温度</li> <li>(2) 选择合适的操作条件</li> <li>(3) 更换色谱柱</li> <li>(4) 硅橡胶使用前放在 200℃ 中烘 16 小时</li> </ul>

# 第八章 仪器的维护保养

## 8.1 仪器的清洗

为避免触电在仪器清洗前断开电源线用一块干布或微湿的布擦仪器的外部,不要去擦仪器的内部

## 8.2 色谱柱的老化

色谱柱中可能会有杂质,老化可以去除挥发性物质使色谱柱适合于分析使用,因为新的填充柱通常会含有从空气中吸收的挥发性物质,必须老化;如果一根已用过但放了一段时间而没有盖上帽子或塞子以隔绝空气的柱子也必须老化。

对于毛细管色谱柱来说老化不是一个很严重的问题因为毛细管中只有很少的固定相,老化只能是轻度的以避免柱中固定相的流失。

以下是老化的常规步骤

1. 关掉检测器断开检测器的支持气(特别是氢气)。
2. 如果需老化的色谱柱已经装上拆下其检测器的一端,如果需老化的色谱柱没有安装将其一端连到一进样器上千万不要将另一端接到检测器上。
3. 在检测器处盖上合适的帽盖以防止空气或杂质进入。
4. 使载气稳定地通过色谱柱,氮气是最好的,氮气对填充柱的老化非常好。不要用氢气因为老化时氢气将流入柱箱内,发生爆炸危险。载气流量在30ml/min ~50ml/min。对于刚性玻璃毛细管色谱柱(内径 0.25mm)使柱头压(psi)约等于柱长(m)的一半,例如50 m长的柱应使柱头压约为25psi(172kPa);对于熔融硅毛细管色谱柱使柱头压(psi)等于柱长(m)。
5. 设置炉温然后慢慢地使柱箱升高到老化所需的温度。  
(不要超过色谱柱的最高温度极限一般约比最高极限低20度)过热会缩短柱的使用寿命
6. 如果老化好的色谱柱不是立即用,应将其从柱箱中取出在两端盖上帽子防止空气水份或杂质的进入。

## 8.3 进样器

### 更换进样垫

进样垫的寿命是由使用的频率和针的质量决定的,针头的毛刺锋边粗糙的表面或钝的针尖会降低进样垫的寿命。长的保留时间低响应或柱头压降低还有检测器信号质量的降低(信号噪声增加)表明进样垫漏气,当仪器是正常的使用时最好每天更换进样垫。

关闭柱流量之前先关闭检测器(特别是TCD)。在更换进样垫时会影响柱流量,而某些色谱柱在没有载气流量时会因高温而损坏因此在操作前将柱箱降至室温。

小心柱箱或进样器或检测器接头可能因过热而灼伤皮肤

更换进样垫方法:

1. 关闭载气并将柱头压降至零。
2. 取下螺母和旧进样垫放上一个新进样垫。
3. 重新拧上螺母用手拧紧(不用任何工具只用手拧紧)不要过紧,螺母是提供弹力来起密封作用的。

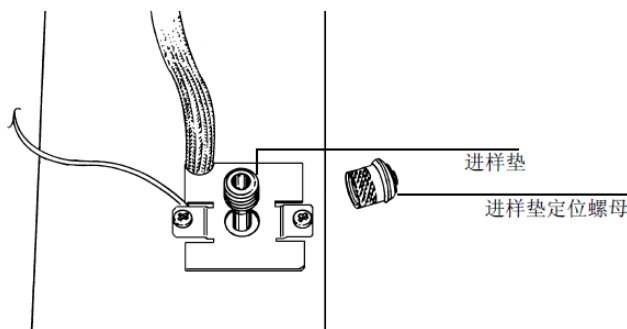


图8-1 填充柱进样器更换进样垫

#### 4、恢复载气流量

##### 衬管保护

衬管的清洁将在本章中的衬管保护中讨论。

##### 检漏

气路系统中有漏气会使色谱结果异常，按下面的步骤检查流路系统的气密性，但不包括色谱柱连接件。如果没有漏气再按本章后面讨论的检测器测漏步骤操作。

填充柱进样器的检漏：

1. 关闭检测器如有必要设置炉温和加热区温度到室温并等其冷却关闭气源。
2. 取下已安装的色谱柱在进样器的柱接头处盖上气帽。
3. 打开连接进样器的气源使气源压力在300kPa(45psi)。
4. 逆时针完全打开载气开关阀等1 到2 分钟使其平衡。
5. 关闭进样器气源。
6. 等10 分钟观察载气源压力如果下降的压力小于到14kPa(1 到2psi) 则系统( 通过进样器柱接头) 是不漏的。

如果有漏气必须测漏，重新增大气源压力到必要值并用适当的测漏液测漏气的接头，拧紧或更换漏气的接头。测漏液通常有杂质残留每次测漏过的地方必须用 $\text{CH}_3\text{OH}$ (甲醇)清洗晾干。

确定接头不漏后在进样器上还有两个可能发生漏气的地方进样垫、柱连接处。

柱连接处用检漏液检漏。

用皂膜流量计检查进样垫，将流量计的小橡皮接到进样针的入口或简单地换一个进样垫。

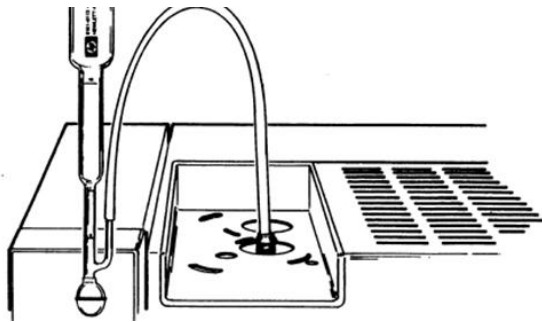


图8-2 进样垫检漏

毛细柱进样器的检漏：

1. 关闭检测器。
2. 在进样器接头处装一个象毛细柱样的塞子( 纸片或同样粗细的导线)。

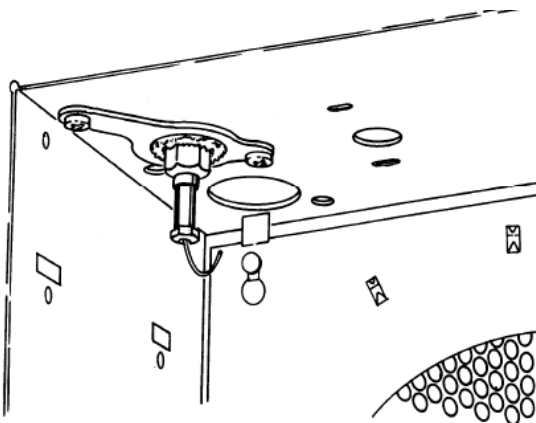


图8-3 进样器下端密封

3. 调节分流载气流量大约60ml/min
4. 调节或设置柱头压使柱压达到138kPa(20psi)
5. 关闭隔膜清洗或在隔膜清洗气出口拧上一个气帽，可以用皂膜流量计检查是否关闭了隔膜清洗。
6. 关闭载气流量( 完全用顺时针转动旋钮直到旋钮旋到不能再旋为止)
7. 顺时针调节背后的压力调节阀1/4 圈或设置电子压力控制到145kPa(21psi) 观察载气压力表10 分

钟，如果系统中没有漏气压力将保持在131 到138kPa 间(19 到20psi)；如果压力下降，则存在漏气。此时打开载气气源用适当的检漏液检查管道的连接，如有必要重接或更换接头。测漏液通常有杂质残留每次测漏过的地方必须用CH<sub>3</sub>OH( 甲醇) 清洗并晾干。

- 检查进样器的三个地方：进样垫、柱连接、内衬管螺母密封处(O 型圈)可以在通常操作的任何时候做以下的检查不用拆下色谱柱或密封进样器，只是简单地给系统供气而检查气密性。
- 用皂膜流量计检查进样垫气密性将小橡皮管接到进样螺母顶上使橡皮管与进样口顶同高，用皂膜流量计测漏，如果有漏气的话更换新的进样垫。
- 用测漏液检查柱螺母，如果有漏气先拧紧螺母，如果仍漏气再更换密封圈。
- 如果进样器是热的测漏液可能会蒸发造成漏气假象。
- 如果进样垫和柱螺母不漏气，更换进样器内衬管的密封圈(O 型圈)。
- 重新给系统供气再次检查气密性

### 衬管保护

无论何种类型进样器，为得到最佳的性能进样器内衬管必须保持清洁，特别是内壁必须保持清洁。因为杂质会进入色谱柱或与样品成份互相作用，避免内衬管上特别是内部留有过多的杂质，最好的情况是当需要时有干净的可替换的内衬管备用。

- 如果要清洁分流或内衬管( 分流/不分流或只分流毛细管进样系统) 应先去除其填充物。
- 因为杂质常以碳的形式存在( 不溶于有机溶剂) 清洗的第一步最好是浸于浓铬酸中(24 小时)，浓铬酸有强毒性和腐蚀性，参照正确的安全事项。
- 从铬酸中取出后用蒸馏水CH<sub>3</sub>OH( 甲醇) (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO( 丙酮) 清洗 然后在100度下烘干。
- 清洗和烘干后可用小的刷子或导线去除内壁上的颗粒用过滤过的干的压缩空气或氮气吹出衬管中的颗粒。
- 最后玻璃表面必须用推荐的操作程序使其去活化。

## 8.3 火焰离子化检测器(FID)的清洗

除了检测器本身外其它与检测器相连的系统也需日常维护。

火焰离子检测器用氢气作燃料，如果色谱柱没有接在进样器接头上而氢气流量开着，氢气会进入柱箱而造成爆炸危险，因此在检测器进口接头处必须接色谱柱或盖上气帽。

### 清洗

喷嘴和收集极内壁需时常清除沉积物( 通常包括柱流失引起的白色的硅黑色的积炭) ，这些沉积物降低灵敏度产生噪声和尖峰脉冲。

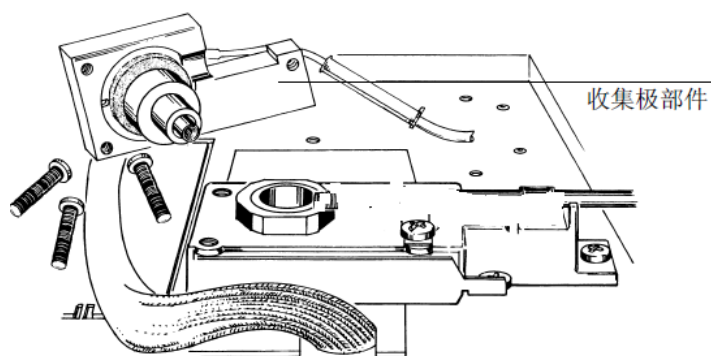


图8-4 检测器拆洗

关闭检测器和其加热区关闭气源( 特别是氢气) 等检测器块体冷却。打开仪器顶盖、侧盖板。

1. 将放大板取出。
2. 用螺丝刀拧下检测器顶盖上的三个螺丝取下顶盖。
3. 向上拔出FID 收集极部件

4. 用一干净的刷子擦净收集极内部。
5. 用压缩空气或氮气吹出收集极内部的颗粒。在用压缩气体过程中请戴上防护眼镜。
6. 用蒸馏水已烷或 $\text{CH}_3\text{OH}$ （甲醇）清洗收集极在70 度烘箱中烘至少 1/2 小时。
7. 清洗及更换喷嘴，用 6mm(1/4 英寸) 六角套筒拆下（逆时针）喷嘴。

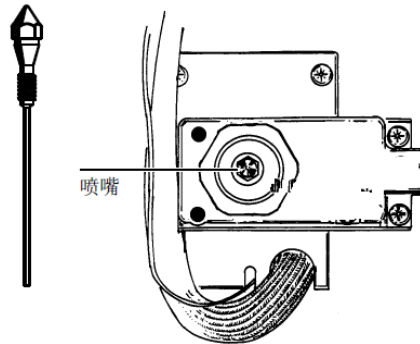


图8-5 喷嘴的拆卸

8. 用1:1 (V/V)  $\text{CH}_3\text{CH}$ （甲醇）和  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ （丙酮）溶液清洗喷嘴内外壁。
9. 用溶剂刷子和压缩空气或氮气清洗检测器块体内腔。
10. 重新装上喷嘴用手拧紧然后再拧1/8 圈，不要过紧否则会永久性地使喷嘴或块体变形和损坏。
11. 重新装上收集极。插入放大板，注意连接杆上的弹簧与收集极上的凹槽良好接触。
12. 装好侧盖板及盖上上盖板。

## 8.4 运输与贮存

### 1. 运输

产品在包装完整的状态下，允许用一般交通工具运输，运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业。

### 2. 贮存

产品在运输状态下，应贮存在温度  $5\sim 35^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $<85\%$ 的环境中，且空气中不含油性气体。

## 8.5 质量保证

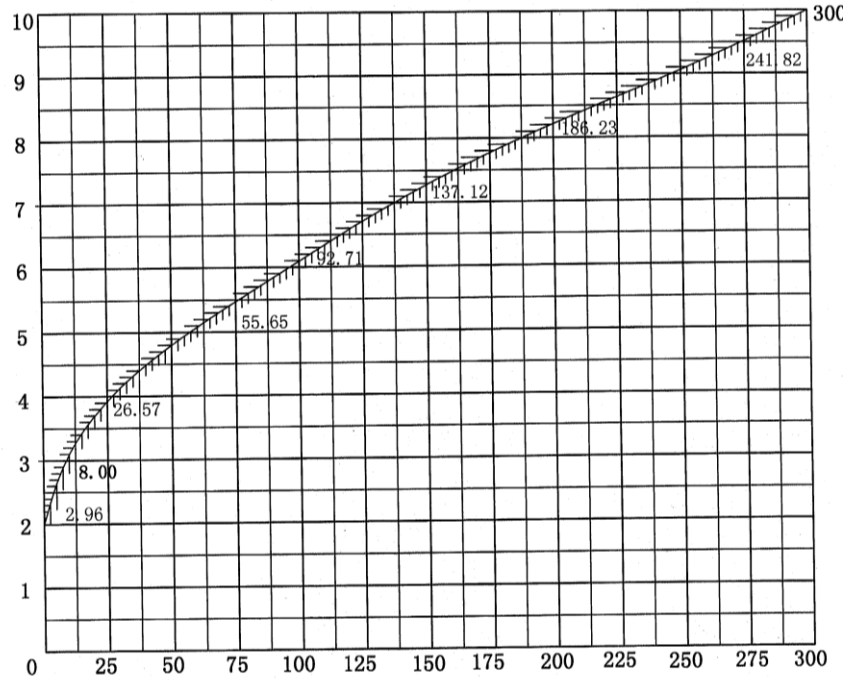
在用户遵守产品安装和使用规则的条件下，产品自安装调试日起 12 个月内，确因制造质量不良而不能正常工作时，本厂无偿为用户修理和调换（不包括易耗件的调换）。

# 第九章 附录

## 10.1 阀刻度-流量曲线图

### (氮气) 载气调节阀流量设定曲线

刻度 (圈)



ml/min

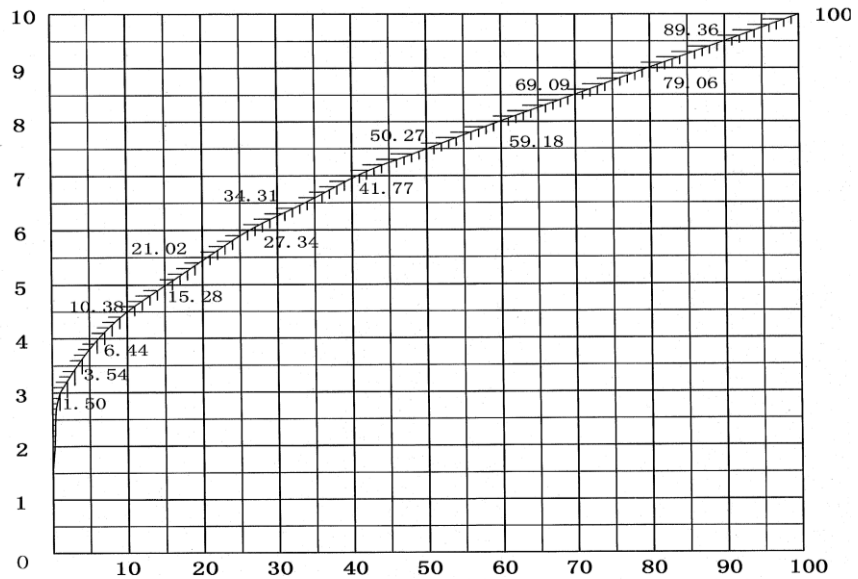
流量指示精度: 满量程 $\pm 0.5\%$ +指示值 $\pm 0.5\%$

输入压力: 0.3MPa 测定温度: 摄氏25度

注: 如输入压力有变动, 流量以实测为准, 本表仅供参考

### 尾吹、清扫调节阀流量设定曲线

刻度 (圈)



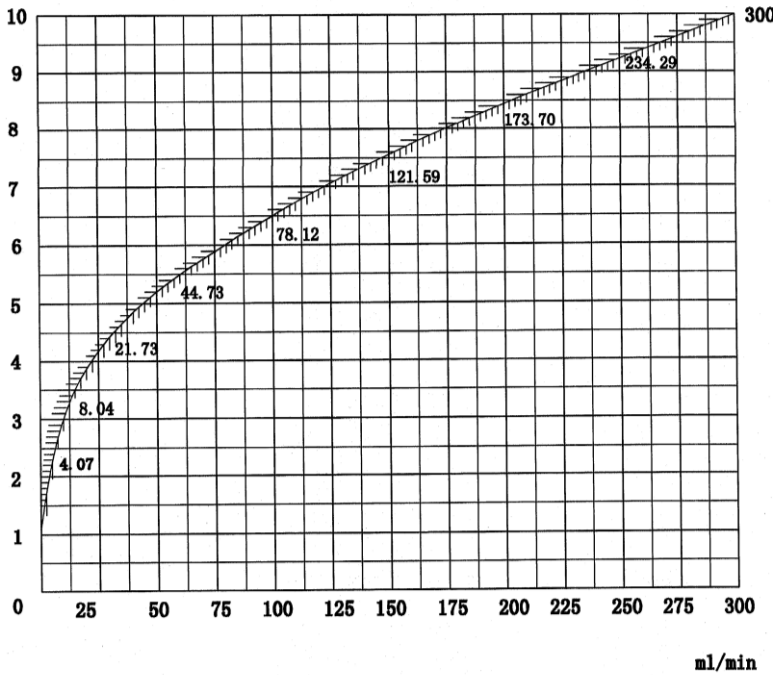
ml/min

流量指示精度: 满量程 $\pm 0.5\%$ +指示值 $\pm 0.5\%$

输入压力: 0.3MPa 测定温度: 摄氏25度

## 氢气调节阀流量设定曲线

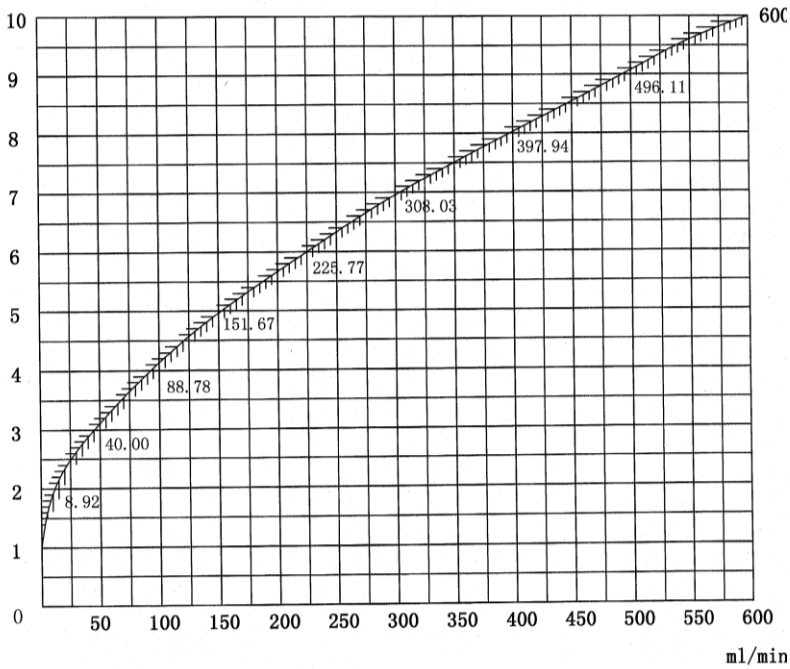
刻度 (圈)



流量指示精度: 满量程 $\pm 0.5\%$ 指示值 $\pm 0.5\%$   
 输入压力: 0.1MPa 测定温度: 摄氏25度  
 注: 如输入压力有变动, 流量以实测为准, 本表仅供参考

## 空气针形阀流量设定曲线

刻度 (圈)



流量指示精度: 满量程 $\pm 0.5\%$ +指示值 $\pm 0.5\%$   
 输入压力: 0.15MPa 测定温度: 摄氏25度  
 注: 如输入压力有变动, 流量以实测为准本表仅供参考。





沪制 01080049 号

产品标准 Q/SOFD 01-2007

地址：上海市周家嘴路 628 号 5 楼 A 座      电话：021—65352003  
网址： <http://www.Lhyiqi.com>      E-mail:sh-lhyq@163.com

传真：021—65351869 邮编：200082