



沪制 02270208 号

INSTRUCTION MANUAL

MODEL GC7900 GAS CHROMATOGRAPHY SYSTEM

GC7900 气相色谱仪 使用说明书

请认真阅读并妥善保管本使用说明书。
• 在操作使用仪器之前，请认真阅读本使用说明书，充分理解与安全有关的注意事项。 • 为了让本使用说明书在需要时进行参照，请保管在方便取用的就近场所。

上海天美科学仪器有限公司
TECHCOMP

前 言

首先十分感谢您购买并使用本公司生产制造的 GC7900 气相色谱仪。

本仪器是专门用于气相色谱分析的设备，请不要用于其他的目的、用途。

本仪器是对掌握了化学分析方法基础知识的人员为对象而设计制造的产品。在生产制造过程中所使用的材料均符合环境保护标准，在使用过程中仪器操作或样品使用方法上的操作错误，不仅的不到正确的分析结果，可能造成人体伤害或环境污染的问题，请予以注意。

在操作使用仪器之前，请仔细阅读本说明书，充分理解与安全有关的注意事项。

本说明书的著作权和解释权属于上海天美科学仪器有限公司。禁止私自将本说明书的一部分或全部复印、出版。本说明书可能在未经通知的情况下进行修改。

关于本使用说明书的使用

本说明书是为 GC7900 气相色谱仪的操作做人员编制的，对仪器的操作方法及操作使用注意事项进行了介绍，使用仪器前请务必认真阅读。特别是注意事项的内容，与人体和仪器本身的安全、保护有关，必须认真阅读，从而正确的对仪器进行操作。

本说明书的版本号为 V0712。

目 录

前言

关于产品的质量保证	1
关于安装、移位和售后服务	2
关于对客户的技术培训	2
关于废弃	2
关于样品、试剂的使用与保管	2
注意事项	3
有关安全的通用注意事项	3
关于高压储气瓶的注意事项	5
关于氢气的注意事项	6
关于工作电源的注意事项	7
关于高电压触电的注意事项	8
关于 ECD 检测器放射源的注意事项	9
关于分析有毒有害样品的注意事项	9
关于锂电池破裂的注意事项	9
关于重物落下导致受伤的注意事项	9
关于高温烫伤的注意事项	10
关于火源及灭火器的注意事项	10
关于毛细管色谱柱损伤眼睛的注意事项	10
关于仪器上的警告标志	10
关于长时间操作使用引起的疲劳	11
关于室内空气的流通	11
关于换气装置的注意事项	11
关于电磁波干扰的注意事项	12
仪器使用注意事项	13
定期检查	16
电脑使用注意事项	17

第一章 仪 器 安 装

1.1 安装场所	18
1.2 开箱	19
1.2.1 开箱步骤	19
1.2.2 附件清点	19
1.3 气路管道的安装	20
1.3.1 气体供应	20
1.3.2 气体输入接头	22
1.3.3 气路管道的连接方式	24
1.3.4 外部气路的安装连接	26
1.3.5 气体净化器	27
1.3.6 高效脱氧管	27
1.3.7 载气管道的安装连接	28
1.3.8 氢气、空气管道的安装连接	29
1.3.9 探漏试验	31
1.4 电源的连接	32
1.4.1 电源	32
1.4.2 电源线的连接	32
1.5 信号线的连接	33

第二章 功 能 结 构

2.1 总体构成	34
2.2 色谱柱箱	36
2.2.1 概要	36
2.2.2 温度控制的原理	36
2.3 进样器	37
2.3.1 进样器概述	37
2.3.2 毛细管柱进样器	38
2.3.3 填充柱进样器	42
2.3.4 气体进样器	43

2.4	检测器	45
2.4.1	FID 氢火焰离子化检测器	46
2.4.2	TCD 热导检测器	49
2.4.3	ECD 电子捕获检测器	52
2.4.4	NPD 氮磷检测器	55
2.4.5	FPD 火焰光度检测器	58
2.5	流量调节部分	60
2.5.1	毛细管柱进样器流量调节组合	62
2.5.2	填充柱进样器载气流量控制组合	62
2.5.3	FID 检测器流量调节组合	63
2.5.4	TCD 检测器流量调节组合	63
2.5.5	ECD 检测器流量调节组合	64
2.5.6	NPD 检测器流量调节组合	64
2.5.7	FPD 检测器流量调节组合	65
2.5.8	稳压调整部分	65
2.6	显示与键盘操作部分	66
2.6.1	键盘功能	67
2.6.2	主菜单	68
2.6.3	温度设定与显示	69
2.6.4	检测器设定	70
2.6.5	流量压力的显示	74
2.6.6	信号输出通道选择	75
2.6.7	图谱显示	76
2.6.8	柱箱程序升温	77
2.6.9	隔膜清洗和外部事件	79
2.7	色谱工作站操作部分	81
2.8	技术指标	85
2.8.1	温度控制	85
2.8.2	FID 氢火焰检测器	85

2.8.3	TCD 热导池检测器	85
2.8.4	ECD 电子捕获检测器	85
2.8.5	FPD 火焰光度检测器	85
2.8.6	NPD 氮磷检测器	85
第三章 操 作 使 用		
3.1	电源开启	86
3.2	色谱柱箱门的开关方法	87
3.3	毛细管柱进样器石英玻璃衬管的安装与更换	88
3.4	进样垫的安装与更换	89
3.5	毛细管色谱柱的安装	90
3.5.1	毛细管柱架的安装	90
3.5.2	安装毛细管色谱柱的准备	91
3.5.3	毛细管色谱柱与毛细管柱进样器的连接安装	92
3.5.4	毛细管色谱柱与 FID 检测器的连接安装	93
3.6	不锈钢填充色谱柱的安装	95
3.6.1	不锈钢填充色谱柱用进样器过渡接头的安装	95
3.6.2	不锈钢填充色谱柱用的 FID 检测器过渡接头的安装	96
3.6.3	不锈钢填充色谱柱的安装	97
3.6.4	玻璃填充色谱柱的安装	99
3.7	气体流量的设定	100
3.7.1	分流进样时载气流量的设定	100
3.7.2	不分流进样时载气流量的设定	105
3.7.3	填充柱进样时载气流量的设定	108
3.7.4	检测器气体流量的设定	109
3.8	温度的设定	110
3.8.1	检测器温度的设定	110
3.8.2	进样器温度的设定	111
3.8.3	色谱柱箱温度的设定	111
3.8.4	色谱柱箱温度程序的设定	112

3.9 检测器的设定	113
3.9.1 FID 检测器的设定方法	113
3.9.2 FID 检测器的点火	114
3.9.3 基流值的确认	114
3.9.4 FID 检测器量程的设定	115
3.9.5 FID 检测器输出信号的调零	115
3.9.6 TCD 检测器的设定方法	116
3.9.7 TCD 检测器输出信号的调零	117
3.9.8 TCD 检测器电流的设定	118
3.9.9 ECD 检测器的设定方法	119
3.9.10 ECD 检测器输出信号的调零	120
3.9.11 NPD 检测器的设定方法	121
3.9.12 NPD 检测器输出信号的调零	122
3.9.13 FPD 检测器的设定方法	123
3.9.14 FPD 检测器输出信号的调零	124
3.10 分流/不分流进样模式的时间程序的设定	125
3.10.1 分流进样模式的设定	125
3.10.2 分流进样模式的时间程序	125
3.10.3 不分流进样模式的设定	126
3.10.4 不分流进样模式的时间程序	126
3.11 分析条件文件的保存和执行	127
3.12 进样分析	128
3.12.1 分流方式进样分析	128
3.12.2 不分流方式进样分析	129
3.12.3 填充柱进样方式进样分析	130
3.13 数据处理	131
3.13.1 色谱图的有关概念	131
3.13.2 峰处理参数	131
3.13.3 数据采集的含义	131

3.13.4	D-7900 工作站对计算机要求	134
3.13.5	D-7900 工作站反控功能介绍	135
3.13.6	色谱工作站操作的一般步骤	138
3.13.7	再处理	160
3.13.8	校正	170
3.14	仪器运行的结束	175
3.14.1	FID 检测器的运行结束	175
3.14.2	TCD 检测器的运行结束	175
第四章 维 护 保 养		
4.1	电源部分	176
4.1.1	检查项目	176
4.2	流量调节部	177
4.2.1	检查项目	177
4.3	进样器	178
4.3.1	检查项目	179
4.3.2	进样垫的更换方法	180
4.3.3	玻璃衬管与过渡接头的清洗方法	180
4.3.4	过滤器的检查	181
4.4	FID 检测器	182
4.4.1	结构	182
4.4.2	日常保养	182
4.4.3	气体流量的确认	183
4.4.4	清洗方法	184
4.5	TCD 检测器	185
4.5.1	结构	185
4.5.2	日常保养	185
4.5.3	气体流量的确认	186
4.6	错误信息	187
4.7	易损易耗零配件	188
4.7.1	主机的易耗零配件	188

4.7.2 毛细管柱进样器的易耗零配件	188
4.7.3 填充柱进样器的易耗零配件	188
4.7.4 有使用寿命的零配件	189
第五章 故障排除	
5.1 仪器的故障	190
5.1.1 电源启动不正常	190
5.1.2 不出现初始化完成的显示	190
5.1.3 温度不能上升	190
5.1.4 温度失控	190
5.1.5 FID 检测器不能点火	191
5.1.6 流量调节不正常	191
5.1.7 电流无法加到 TCD 检测器上	191
5.2 与基线有关的故障	192
5.2.1 基始电流太大	192
5.2.2 噪声大	195
5.2.3 基线扭动	198
5.2.4 基线漂移	201
5.3 与出峰有关的故障	205
5.3.1 进样不出峰	205
5.3.2 只出溶剂峰或主要成分的样品峰	208
5.3.3 所有的峰均为反峰	210
5.3.4 部分峰为反峰	211
5.3.5 基线位置变化	213
5.3.6 出现怪峰	215
5.4 与峰的形状有关的故障	216
5.4.1 出钝峰	216
5.4.2 出刀形峰	217
5.4.3 出拖尾峰	218
5.4.4 出开叉峰	219

5.4.5 垂直出峰、回峰	220
5.5 其他分析过程中的故障	221
5.5.1 峰高重现性差	221
5.5.2 保留时间重现性差	222
5.5.3 色谱柱性能迅速退化	223
联系我们	224

关于产品的质量保证

本公司的 GC7900 气相色谱仪的质量保证，仅限于按照使用说明书上所记载的内容，进行正确操作的情况，并以使用说明书上记载的技术指标为基准。

(1) 保修范围

- (a) 本公司在制造上的缺陷所造成的故障，只对仪器本体进行免费维修。
- (b) 在修理时，可能使用一部分零部件替代品，也可能用相同部件与用户更换已损坏的部件来代替上门修理。
- (c) 被使用在仪器上的专用电脑、打印机等在市场上频繁被淘汰的产品，会有不能供应同一形式产品的时候。
- (d) 已被废弃的仪器，或者未征得本公司同意自行转卖的仪器、选配件、零配件等，即使在保修期内也不能提供免费维修。

(2) 保修期限

从安装之日起计算，一年以内。

(3) 不保修的项目

下列情况即使在保修期内，也不能进行免费保修。

- (a) 由于在不符合本公司规定的工作环境中使用仪器而造成的故障。
- (b) 由于没有按照本公司规定的电源要求（电压、频率、接地）使用仪器，以及电源的异常所造成的故障。
- (c) 由于样品中混入不纯物、以及空气杂质等造成腐蚀、老化的故障。
- (d) 由于空气中含有腐蚀性气体，导致机械零件、电路元件腐蚀或其它专用器件老化的故障。
- (e) 由于没有使用本公司提供的电脑软件以及零配件所造成的故障。
- (f) 由于用户的操作不当或保养、保管不当所造成的故障。
- (g) 由于未被本公司认可的维修人员的修理不当所造成的故障。
- (h) 被废弃的仪器以及未与本公司联系而转卖的仪器。
- (i) 安装完成后，由于自行移动或运输所造成的故障。
- (j) 未经本公司的认可，自行分解、改造或装拆所造成的故障。
- (k) 易耗品以及被限定有保证期的零部件的故障。
- (l) 在使用说明书等上面被记载的，保修对象以外的零部件故障。
- (m) 由于火灾、地震、台风、洪水、雷电、骚乱、暴动、犯罪、恐怖活动、战争、放射性污染、有害物质的污染以及其他不可抗拒的原因造成的故障。
- (n) 由于雷电、意外停电等原因，引起电源电压的突变，并因此导致的电脑操作系统、应用软件、电脑数据、以及电脑硬件等受到损害所造成的故障。
- (o) 由于电脑病毒原因导致的故障，即电脑操作系统、应用软件、电脑数据、以及电脑硬件等受到损害所造成的故障。
- (p) 由于未按规定正确操作电脑，如强行关闭电脑电源等，并因此导致的电脑操作系统、应用软件、电脑数据、以及电脑硬件等受到损害所造成的故障。

(4) 保修的限制

- (a) 在上述(3)项中列举的被明确指明在保修范围以外的不予保修。
- (b) 商品性以及特定目的适合性的暗示保证等，不予保修。由明示或暗示的此类保证所产生的直接或间接的损害不予补偿。
- (c) 非本公司认可的、无承认手续的销售商、特约商及其工作人员在口头或书面传达的情报和本产品的性能不一致的不予保修。

关于安装、移位和售后服务

仪器交付时的安装，应由本公司负责安装的技术服务人员或本公司认可的技术服务人员实施。

在安装之前，请客户参照本使用说明书，负责做好满足仪器安装条件的准备工作。仪器交付后，如果发生需要移动安装位置的情况，为避免由此产生的故障，请务必与销售商或者离客户最近的本公司技术服务部门联系。

关于对客户的技术培训

为了能安全和正确的使用本仪器，可利用本公司的设施和场地，也可前往客户处，举办技术培训讲座。参加手续请与销售商或本公司技术服务部门联系。

技术培训讲座属于有偿服务，需要收取一定费用。

关于废弃

由于本仪器使用含放射性物质的 ECD 检测器和锂电池，在废弃时必须与普通废弃物加以区别。因此在废弃本仪器时，请务必对相关的法律、法规进行确认，或向本公司技术服务部门进行咨询。

在处理废弃的 ECD 检测器和锂电池时，必须请有资质的部门、机构进行处理，必要时也可由本公司代为处理。禁止随意丢弃 ECD 检测器和锂电池，避免造成对人体的伤害和对环境的污染。

关于样品、试剂的使用与保管

- (a) 在使用本仪器做日常分析时，所使用的样品、试剂应按照规定的操作规程，请用户负责正确地使用、保养及处理。
- (b) 各种样品、标准液、精度管理用试剂的使用、保管和废弃的方法等，请分别按照各有关经销商的指示进行，并对相关的法律、法规进行确认。
- (c) 样品、试剂请储存于阴凉、干燥、通风的场所，储存场所不宜超过 30℃，并应根据化学物品的性质做好标记进行分类存放，并保持容器的密封性。
- (d) 如果发生泄漏，应先切断泄漏源，防止进入下水道、排洪沟等限制性空间。少量触及皮肤时，可以用大量清水冲洗稀释。废弃时应根据化学物品的特性进行处理后，才能进行处置。



为了安全地操作使用

注意事项

在使用 GC7900 气相色谱仪之前，请认真阅读以下叙述的有关安全和使用上的说明，并充分理解其内容。



有关安全的通用注意事项

- 仪器的操作使用，请按照使用说明书中所指示的顺序进行。
- 进行安装及保养作业，限于受到本公司训练并得到资格认可的人员。
- 请务必遵守仪器及使用说明书上提示的注意事项。疏忽这些话，可能会有引起人体伤害或仪器损坏的危险。
- 有关安全的注意事项，有（危险）、（警告）、（注意）等较为醒目的提示字样、注意符号和短语配合出现，如下所示。



危险：这是提醒用户，存在引起死亡或者重大伤害的极大可能性，是有异常危险存在的标记。

（本仪器没有此类标记）。



警告：这是提醒用户，存在可能会引起死亡或者人体重大伤害的潜在危险的标记。



注意：这是提醒用户，存在可能引起比较轻度的人体伤害或者仪器的重大损伤的潜在危险的标记。



：这个注意符号通常和短语一同出现，一般记载的是与安全及正确使用仪器有关的事项，目的是使其较为醒目。

此外，还有与人体安全无直接关系的“留意事项”的提示字样，如下所示。

△ 留意事项：指与人体安全无直接关系，仅用于提示防止、避免仪器出现损伤的标记。

◇ 注：为了正确的操作使用仪器和测定样品等目的，进行补充说明的标记。



为了安全地操作使用



与安全有关的通用注意事项（续）

- 请不要自行对仪器进行装拆改造、更换部件、使用非指定的零配件或在使用时取下安全保护装置，因为从安全角度上讲这是危险的。
- 仪器交付时的安装、保养、移动安装位置等，请让本公司认可的技术服务人员操作实施。
- 请不要进行使用说明书上所记载的内容以外的操作和使用。仪器如果出现问题，请与有关的销售商或本公司的技术服务部门联系。
- 需要使用可能对人体、环境有害的样品、试剂等时，请客户负责对房间进行充分的换气。如果换气不够充分，不仅可能影响仪器的正常使用，还可能影响操作人员安全或对环境造成污染。
- 仪器或使用说明书上所提示的注意事项，虽然经过了充分的研究，但是未被考虑到的超出预想的事态的发生，也不是不可能的。所以在操作使用仪器时，不仅要按照使用说明书上所提到的注意事项进行操作，操作者自己也请随时小心，注意安全，避免意外发生。



为了安全地操作使用

本使用说明书中记载的比较重要的安全注意事项归纳如下：



危险

本仪器没有此类标记。



警告

关于高压储气瓶的注意事项

- 使用高压储气瓶时，请务必遵守有关的规定。在启动 GC7900 气相色谱仪之前，请充分检查所有的管道连接是否正常，有没有漏气现象。特别是对可燃性气体（氢气等），务必严格检查。在使用中发生漏气时，请立即关闭仪器，排除泄漏后才能继续使用。
- 装满气体的高压储气瓶，请放置在没有火源的室外荫凉处，通风必须良好、温度在 40℃ 以下，没有阳光直射的地方。
- 请不要让高压储气瓶达到 40℃ 以上的高温，距离 2 米以内不得有明火存在。与其他易燃易爆物品及氧化性气体的容器和气瓶的间距不得小于 8 米。
- 请用铁链、铁圈等将高压储气瓶固定，防止倾倒。每个气瓶都要直立放置。不得对气瓶敲击、碰撞。气瓶不得靠近热源，夏季应防止暴晒。
- 在安装高压储气瓶的减压阀时，如果发现螺纹有损伤现象，不可勉强安装，在这种情况下请更换气瓶或减压阀。
- 打开高压储气瓶总阀时，请把阀门充分打开，若不充分打开的话，气流量会有变化。开启时操作者应站在阀门侧后方，动作要轻缓。不容易打开时请不要用榔头等敲打把手或总阀。
- 高压储气瓶总阀打开之后，请在气体输出的连接部、以及总阀的接口处涂上肥皂水，以确认没有漏气。如果发现漏气，应立即关闭阀门，检查并解决了漏气现象后，方可重新打开阀门。
- 各种气体必须分别使用各自的气体减压阀。气体还未完全用光之前（应该保留 0.5Mpa 左右的余压），就应该进行更换。



为了安全地操作使用



警告（续）

关于氢气的注意事项

- 请不要使用氢气作为载气。如果把氢气作为载气使用，万一发生故障是不能保修的。不得已的情况下，如果使用氢气作为 TCD 检测器的载气，则必须将 TCD 检测器放空处排出的氢气体通过管道引到室外。
- FID、NPD、FPD 检测器把氢气作为燃烧气使用。由于氢气是易燃、易爆气体，在使用时请充分注意安全。任何时候都要注意检查整个氢气气路的密封性，避免出现漏气现象。
- 在使用氢气时，必须使用专门的气体减压阀。氢气管道连接时，请不要使用橡胶管等不符合安全要求的管道，尽可能使用不锈钢材料制成的管道。
- 请在关闭了氢气的总阀门后进行管道连接，管道连接完毕之前，请不要打开总阀门。管道连接完毕后，必须用高泡肥皂水涂在从气瓶到气相色谱仪的所有管连接部上，进行探漏试验，确认没有氢气泄漏现象。
- 气路连接应正确无误。千万不可将氢气管道接到仪器的空气入口处，否则氢气将大量泄漏，造成危险。
- FID、NPD、FPD 等使用氢气的检测器未连接色谱柱，而氢气旋钮处于打开状态的话，氢气会进入色谱柱箱内，有爆炸的危险。因此不使用检测器时，必须将流量控制部的相关氢气控制阀关闭。
- 为了防止爆炸，在使用肥皂膜流量计等测量流量时，请不要在氢气和空气混合的状态进行测量。
- 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。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。
- 为防止氢气泄漏引起的爆炸事故，放置氢气气源及仪器的房间必须通风良好，不得出现明火，并严格遵守消防条例的有关规定。



为了安全地操作使用



警告（续）

关于工作电源的注意事项

- GC7900 气相色谱仪的电源线为 3 线式电缆，为了确保安全，请配置使用正确接地、装有漏电保护器的专用电源。连接电网电压的电源线、接地线等工作，请委托专门的电气工程师按有关规定进行操作。
- 配置多台气相色谱仪时，为了避免万一的触电事故，请给各台气相色谱仪均装上漏电保护器。
- 请确认提供给 GC7900 气相色谱仪的工作电源为 AC220V(50Hz 或者 60Hz)，功率为 2KVA 以上。如果电源有波动，或是供电电源线上有被干扰的现象时，则不仅影响气相色谱仪的正常工作，还可能造成事故。
- 请配置 GC7900 气相色谱仪的专用电源，不要与其他可能影响电源稳定的装置共用电源。请使用动力电源作为 GC7900 气相色谱仪的工作电源，禁止借用照明电源作为仪器的工作电源，避免发生安全事故，或对仪器的正常工作造成不利影响。
- GC7900 气相色谱仪使用 220V 的电源电压，该电压可能会引起触电伤亡事故。连接仪器的电源线之前，请先确认电网电压的控制开关和仪器的电源开关处于关闭状态。
- 仪器的良好接地是非常重要的。接地方式必须规范、合理，以确保人身的安全和仪器的可靠运行。禁止使用煤气管、暖气管或自来水管等作为仪器的接地线，可能会导致爆炸或触电等事故发生。
- 在连接安装电源线时，必须同时安装接地线，并确认该地线的接地电阻在 10 欧姆以下。如果仪器接地不良，不仅降低仪器抗外部干扰的能力，并且气相色谱仪主机还会产生浮游电压，形成触电的危险。



为了安全地操作使用



警告（续）

关于高电压触电的注意事项

- 为了防止触电，在安装色谱柱以及进行清洗、更换等仪器的日常保养时，请关闭 GC7900 气相色谱仪的主机电源，并放置 3 分钟以上之后再进行，不要将电源关闭之后就马上开始工作。
- 柱箱加热丝挡板的背面有风扇、加热丝等，带有 220V 工作电源。安装色谱柱（尤其是金属部分）时请务必小心，安装不准确的话，色谱柱等物体有被风扇卷进去的可能，甚至引起触电事故。
- FID、NPD、FPD 检测器的发射极/点火极上有 250V 的极化高压或较高的点火电流；各个检测器上均有 220V 的加热电压。进行仪器的操作使用时，请注意不要触摸这些部位；进行清洗、更换等仪器日常保养工作时，请注意先关闭仪器的工作电源。
- 主体背面的排气管道附近，请绝对不要放置易燃、易爆物品或金属类物品，防生火灾或触电等意外事故。
- 在气相色谱仪的内部，使用高电压电路。为了避免发生触电的危险，除了操作时允许打开的盖子（流量控制部的门盖）以外，请不要打开其他的盖子。
- 仪器如果出现电路方面的故障，请与有关的销售商或本公司的技术服务部门联系，一般情况下不要自行打开仪器的电路部分盖板。如果确实需要打开仪器盖板进行检查、整理时，必须先关闭仪器的工作电源并拔下电源线插头。检查、整理完毕后，必须先盖上仪器的盖板，然后才能通电开机。



为了安全地操作使用



警告（续）

关于 ECD 检测器放射源的注意事项

- GC7900 气相色谱仪的 ECD 检测器使用 ^{63}Ni 放射源，直接面对时，会对人体造成伤害。使用 ECD 检测器时，排出的废气必须接到室外，管子出口的高度应在实验室建筑物顶 2 公尺以上，避免载气带出的放射性物质伤害人体或污染环境。
- 如果 ECD 检测器发生故障，必须送回本公司处理。请不要自行打开 ECD 检测器，避免受到放射性物质的伤害。在处理废弃的 ECD 检测器时，必须请有资质的部门、机构进行处理，禁止随意丢弃，避免造成对人体的伤害和对环境的污染。

关于分析有毒有害样品的注意事项

- 使用分流方式进行有毒有害样品的分析时，分流放空处排出的有毒、有害样品可能会对人体造成伤害或对环境造成污染。请将分流放空处排出的气体通过过滤装置收集，或者引到室外，避免伤害人体或污染环境。
- 使用 TCD、ECD 检测器进行有毒、有害样品的分析时，由于 TCD、ECD 是浓度型检测器，不会破坏样品的分子结构，所以该有毒、有害样品可能会对人体造成伤害或对环境造成污染。请将 TCD、ECD 检测器放空处排出的气体通过过滤装置收集，或者引到室外，避免伤害人体或污染环境。

关于锂电池破裂的注意事项

- GC7900 气相色谱仪使用锂电池，锂电池的处理方法如果错误的话，会有破裂的危险，请绝对不要将锂电池充电、分解、放入火中等。锂电池的废弃必须与普通废弃物分别处理。需要更换锂电池时，请与销售商或者离客户最近的本公司技术服务部门联系。更换工作应该让本公司认可的技术服务人员进行。

关于重物落下导致受伤的注意事项

- GC7900 气相色谱仪重约 50kg（不同配置的情况下，重量会有所差异），一旦掉落，可能会砸伤人体，因此搬运时请务必小心。



为了安全地操作使用



警告（续）

关于高温烫伤的注意事项

- 仪器工作时，进样器、检测器、顶部盖板、色谱柱恒温箱等均处于较高的温度，请勿触摸，否则有烫伤危险。
- 仪器背部的排气口有热风吹出，请不要将脸或手靠近排气口，避免烫伤。此外，在排气口的附近，请不要放置易燃、易爆物品和容易受热变形的物品。
- 安装或更换进样垫、玻璃衬管、过渡接头、色谱柱等，以及对进样器、检测器、色谱柱恒温箱进行故障检查时，请在充分确认进样器、检测器、色谱柱恒温箱的温度已冷却到接近室温后再进行，否则会有被烫伤的可能。
- 打开色谱柱箱的大门之前，请先确认色谱柱箱的温度已冷却到接近室温，在高温状态下打开门的话，会有被吹出的热风烫伤的可能。
- 在检测器的出口处测定气体流量时，请将检测器和色谱柱箱的温度，冷却到接近室温的状态后进行。必须在高温状态下测定流量时，请充分注意，不要被烫伤。

关于火源及灭火器的注意事项

- 请避免在分光光度计附近吸烟或使用明火，避免发生安全事故。
- 请在气相色谱仪的附近配置备用灭火器。普通火灾用、电气火灾用、油火灾用等灭火器都能使用，但粉末灭火器更为合适。

关于毛细管色谱柱损伤眼睛的注意事项

- 切割毛细管色谱柱时，可能会有碎片飞起。为不让其进入眼睛，请戴好安全眼镜进行操作。另外，请注意不要被切割刀具或色谱柱的尖端划伤。

关于仪器上的警告标志

- 在 GC7900 气相色谱仪的主机上，贴有与高电压、高温有关的警告标志。在操作使用仪器的过程中请务必加以注意，避免引起安全事故。



为了安全地操作使用



注意

关于长时间操作使用引起的疲劳

- 一面观察显示屏、一面进行仪器操作或数据处理时，如果长时间以相同姿势观察显示屏，会积累眼睛和身体的疲劳。

如果需要长时间进行仪器操作或数据处理，为了保持身体健康，请每工作一小时后，休息 10 分钟～15 分钟，调整一下眼睛和身体，去除疲劳。

关于室内空气的流通

- 如果长时间在一个较小的房间中使用仪器，有可能会造成室内有害气体浓度上升，或氧气浓度下降，会影响人体健康。此种情况下，请安装排气扇或经常打开窗户，保持室内通风良好。

关于换气装置的注意事项

- 气相色谱仪产生的各种生成物、废弃物一般都是有害的。此外，用于配置样品的无机酸（盐酸、硝酸等）以及一些有机溶剂不仅对人体有害，还会使仪器的电子零件性能退化，缩短寿命，因此请务必准备必要的换气装置。
- 使用化学药品或样品进行分析时，对爆炸性、可燃性、毒性、有害性等，要充分进行注意。对于这些化学药品或样品的废弃物，请进行稳定化、无害化的之后，才能废弃到指定的地方。特别是对有毒物，请务必按照有关规定执行，将其送到有资质的机关部门进行处理，不得随意排放，造成环境污染或人体伤害。
- 排气装置的罩、导管及换气扇，请使用金属制的，最好是不锈钢制的。使用不锈钢以外的金属制成的排气装置时，会有受到腐蚀的可能。在开始样品进行分析之前，请确认排气装置是否已正常工作。



为了安全地操作使用



关于电磁波干扰的注意事项

关于本仪器产生的电磁波干扰影响其他设备

本仪器在操作使用过程中，可能产生电磁波干扰影响其他设备，如电视机、收音机等。

仪器内外部所使用的各种电路部分连接线，请选用指定的产品，这样可以将干扰其他设备的电磁波降至最小。

但是本仪器无法保证不产生影响其他设备的电磁波。

如果怀疑是本仪器产生电磁波干扰，可将本仪器的电源开关关闭，并观察电视机、收音机等信号接受状况，加以确认。

如果确认是本仪器对电视机、收音机等信号接受形成了干扰，可以尝试采用下述方法加以改善。

- 将电视机、收音机等设备安装到其他场所。
- 将本仪器的电源线与电视机、收音机等设备的电源线所使用的电网电源插座分开，避免使用同一组电网电源。

关于本仪器容易受到的电磁波影响

本仪器在操作使用过程中，如果附近有其他大型设备，则此类设备所产生电磁波、噪音、震动等也会影响本仪器的正常工作状态。

仪器内外部所使用的各种电路部分连接线，请选用指定的产品，这样可以将其他设备的电磁波干扰降至最小。

但是本仪器无法保证不受其他设备的影响。

如果怀疑本仪器受到其他设备产生电磁波干扰，可将被认为是干扰源的设备的电源开关关闭，并观察本仪器的工作状况是否有所改善，加以确认。

如果确认是该设备对本仪器形成了电磁波干扰，可以尝试采用下述方法加以改善。

- 改变该设备的安装方向。
- 将该设备上可能产生电磁波干扰的部分安装到其他位置。
- 将该设备的电源线与本仪器的电源线所使用的电网电源插座分开，避免使用同一组电网电源。
- 确认与该设备安装在一起的其他设备是否受到电磁波干扰。



为了安全地操作使用



仪器使用注意事项

- 应该保持使用环境和仪器内部、外部的干净、整洁。积灰、污染现象严重的仪器，其性能和使用寿命也会大大降低。
- 仪器内部有各种电路板。由于对仪器内部进行清理、检修等原因需要打开仪器盖板时，请注意不要触摸电路板部分。用手触摸电路板或零件的话，可能影响仪器的性能或使用寿命。
- 连接气路管道时，应避免将密封螺帽拧紧过头，否则可能造成密封螺帽、管道、密封垫圈等咬死、损坏，反而容易造成泄漏并损坏管道或仪器，请予以注意。
- 气路管道内部如果有污染，会引起基线不稳、基流增大等故障，影响样品分析，请注意保持管道内部的清洁。
- 载气请尽可能使用高纯度的气体。如果载气中有空气或水混入，会缩短色谱柱的寿命，有机物等不纯物的混入会影响分析数据的正确性。
- 载气对仪器及色谱柱等是有保护作用的。在准备使用仪器时，应该首先打开载气，让载气先进入仪器系统；在停止使用仪器时，应该先关闭辅助气源、电源、数据处理装置等其他部分，并等待一段时间，最后才关闭载气。
- 色谱柱的故障与载气有密切的关系，在载气中含有氧、水或其他杂质时，会引起色谱柱性能退化。请充分注意载气中不要混入不纯物，必要时请使用过滤装置。
- 如果仪器不能调零或进样不出峰，要考虑载气没有进入仪器，是可能的原因之一。为避免造成色谱柱的损伤或检测器的污染等危险，请立即降低柱箱温度进行冷却。
- 检测器用的各种辅助气体也和载气一样，请尽可能使用高纯度的气体，如果使用纯度较低的气体的话，会影响分析数据的正确性，或使检测器过早退化。
- 请使用干燥的空气，如果水分较多的话，在气路内部就会有水分附着，影响正常工作。使用空气压缩机时请配置干燥过滤器进行除湿，并每天对空气压缩机进行排水清扫。



为了安全地操作使用



仪器使用注意事项（续）

- 开机使用仪器时，应该先设置进样器、检测器的温度。待进样器、检测器的温度恒定以后，再设置色谱柱恒温箱的温度，避免色谱柱中的溜出物对检测器等造成污染。
- 进样器和检测器的温度在上升前，应确保载气进入进样器和检测器。如果载气处于停止状态的情况下升温，空气会进入进样器和检测器，污染、氧化进样器和检测器内部的器件，影响性能和寿命。例如 ECD 检测器的放射源有可能被污染；TCD 检测器的钨丝有可能被氧化。
- 进样器和检测器的温度下降到 100℃ 以下之前，请保持载气进入进样器和检测器。如果在高温状态下停止载气供应，进样器和检测器内部的器件也有被污染或氧化的可能，影响性能和寿命。
- 进行进样器的检查时，首先确认进样器、柱箱、检测器的温度是否已接近室温，以及检测器的燃烧是否停止之后，再取下色谱柱。若不遵守这个步骤的话，可能会有污染物混进分析系统，不仅给分析带来坏影响，还会损坏价格昂贵的色谱柱。
- 进样器内的进样垫如果污染或破损，应该及时进行更换。新的进样垫在使用之前，最好先放在柱箱等处进行一下老化，避免可能有的杂质进入仪器的气路系统或色谱柱。
- 进样器内的玻璃衬管如果污染或破损，应该及时进行清洗、更换。清洗好的玻璃衬管应该充分干燥后，再装入进样器，避免可能有的杂质进入仪器的气路系统或色谱柱。
- 清洗进样器和检测器时，请不要使用刷子类工具。酸、碱等可能会对高精度零件造成损伤或对人体造成伤害，请绝对不要使用。



为了安全地操作使用



仪器使用注意事项（续）

- 使用 FID、NPD、FPD 检测器时，氢气的流量必须合适。较大的氢气流量虽然有可能提高响应值，但是噪声也会随之增加。太大的氢气流量还有可能使检测器饱和，甚至影响检测器的性能和寿命。
- 使用 FID、NPD、FPD 检测器时，在点火之前必须先确认检测器的温度已升至 100℃ 以上。如果在检测器的温度低于 100℃ 时点火（NPD 检测器是设置电流），燃烧产生的水蒸气有可能残留在检测器内，影响检测器的性能和寿命。
- 设置 TCD 检测器的钨丝电流之前，请先确认载气是否已进入 TCD 检测器。TCD 检测器中没有载气的情况下加钨丝电流，会导致钨丝性能退化，甚至导致钨丝烧断。
- TCD 检测器的灵敏度与钨丝电流的大小成正比。但是为了提高灵敏度，而把钨丝电流设置太大，钨丝会由于异常的高温而性能退化，甚至导致钨丝烧断。请选择合适的钨丝电流值，延长钨丝的使用寿命。
- ECD 检测器比较容易被空气、杂质等污染，因此必须使用高纯气源，同时还要使用高效脱氧管，对检测器进行保护。如果气源不纯，可能导致出现灵敏度下降甚至没有响应等故障。
- ECD 检测器即使不是在在高温状态下，如果有空气进入检测器，也会对检测器内部的放射源造成污染或氧化，导致基线不稳定、灵敏度下降，甚至不能调零、进样不出峰等故障。请在不使用 ECD 检测器时，维持一个较小的载气流量，或将检测器的气体输入、输出端密封，保护检测器。
- NPD 检测器的灵敏度与铷珠电流的大小成正比。但是为了提高灵敏度，而把铷珠电流设置太大，铷珠会由于异常的高温而性能退化，甚至导致铷珠烧断。请选择合适的铷珠电流值，延长铷珠的使用寿命。
- FPD 检测器由于火焰较大，燃烧产生的水蒸气也较多，有可能残留在检测器内，影响检测器的性能和寿命。请定期对 FPD 检测器的内部以及滤色片等进行检查、清理。
- 必须避免 FPD 检测器的光电倍增管受到强光照射，可能导致光电倍增管的性能、寿命下降，甚至损坏光电倍增管。



为了安全地操作使用



定期检查

■ 对 GC7900 气相色谱仪的外部气路管道，请根据下表所述，进行定期检查。

期间	检查项目	检查方法	保养方法
根据使用的情况	由于气路管道的损伤及老化引起的漏气	用肥皂水或泄漏检测装置进行漏气检查。	损伤、退化导致漏气时，更换新配件。或者再紧固，排除泄漏现象。
	接地线的状态	检查接地线是否按规定的方法连接，或有无中途断开的情况。	接地线断开时，将断开的地方重新连接好之后再开始使用（尽可能使用烙铁、套管等）。
	换气	对换气用的排风扇、空调器等进行检查。	根据换气设备的技术指标，检查其工作状态。
	仪器内部气路系统探漏	根据本说明书介绍的探漏方法，设定气源的输出压力，对从气源输入口到放空出口的整个气路系统进行探漏检查。	根据漏气部位及其原因，决定是用力紧固还是更换新配件。
气瓶或管道更换时	管道连接部探漏	把气源设定为使用压力，用肥皂水探漏	损伤、退化导致漏气时，更换新配件。或者再紧固，排除泄漏现象。
每月一次	全部气路系统探漏	把气源设定为最大使用压力，进行耐压及泄漏检查（氢气流路如果漏气，会有着火的危险）。	损伤、退化导致漏气时，更换新配件。
每年一次	接地电阻的检查	测定地线电阻，确认在 10 欧姆以下。	在 10 欧姆以上时，重新进行接地线的连接，使接地电阻小于 100 欧姆。



为了安全地操作使用



电脑使用注意事项

关于电脑的数据备份

如果发生电脑受到干扰或出现操作失误，可能会造成数据丢失。建议每隔一段时间，将电脑硬盘中的数据保存到光盘或软盘，进行备份。

另外，为了避免发生误操作，请在电脑的硬盘上，设置 100 MB 左右的空间，作为 GC 应用软件的工作区域。

关于电脑的病毒

程序或数据被突然破坏、电脑无故出现误动作、显示屏出现不正常的画面、等等。出现上述现象时，电脑有可能感染了病毒。所谓电脑病毒，是指侵入电脑中，恶意破坏电脑正常工作的一些程序、软件。

使用含有病毒的程序、软件，以及上网、通信时接触含有病毒的程序、软件、电子文档，均有可能感染电脑病毒。因此，请务必对需要使用的程序、软件、电子文档等进行确认，不要使用来历不明的程序、软件等，尽量避免感染电脑病毒。有些情况下，可以使用杀毒软件将病毒予以清除，但是有些病毒可能杀毒软件也无法清除。此种情况下，有可能需要重装操作系统或对电脑硬件进行维修。

请客户自行进行杀毒软件的准备、以及感染电脑病毒后的处理工作。

关于电脑的电源关闭

与仪器一起正在使用中的电脑，如果强行关闭或强行切断电脑的工作电源，有可能造成电脑损坏或操作系统、应用软件、数据等遭到破坏，或者数据无法保存。关闭电脑之前，请先退出控制 GC 应用软件，然后在操作系统中按正确步骤进行关机操作。

关于电脑的突然停电

与仪器一起正在使用中的电脑，由于电网电压故障、断电、以及雷电等因素，有可能导致突然停电、工作电压瞬间跌落，造成电脑损坏或操作系统、应用软件、数据等遭到破坏。

推荐使用防止交流电源突然停电的装置，作为保护电脑系统的对策。

第一章 仪器安装

1.1 安装场所

为了让 GC7900 气相色谱仪能够在最佳状态下长久使用，并方便使用者操作，请将仪器安装在满足下述条件的场所：

- (1) 安装仪器的场所应有足够的空间，让使用者能够方便地操作。
- (2) 避免让仪器处于阳光直射或风口的位置。
- (3) 湿气、温度变化较少的场所。
- (4) 无震动的场所。
- (5) 安装仪器的场所禁止出现明火。
- (6) 灰尘较少的场所，保持使用环境的清洁。
- (7) 避免安装仪器的场所存在腐蚀性物质。
- (8) 仪器的安装场所附近不能有大容量变压器、大型机械、微波炉等可能使电网电源产生波动和突变的装置。
- (9) 仪器的安装场所附近不能有电视天线、电台天线、手机发射天线、小灵通发射天线等可能发出较强电磁波的装置。
- (10) 安装仪器的场所必须通风状况良好（由于仪器使用氮气、氢气、空气等各种气体，为了避免上述气体达到可能形成危险的浓度，请安装排风扇等换气装置）。

GC7900 气相色谱仪的宽度为 58cm 左右、深度为 50cm 左右。仪器安装时，需要宽度 70cm 以上、深度 60cm 以上、能够承受 60kg 以上重量并且水平度良好、可靠的工作台。如果准备将电脑等设备安装在同一工作台上，则工作台的宽度和承重量还应适当增加。

仪器的高度为 450cm 左右，为了方便进行注入样品等工作，请选择适当的工作台高度。仪器左侧有电源开关，请在电源开关旁边留出一定的操作空间。

由于仪器后部在降温时有热空气排出，因此工作台与墙面之间的距离，最好留有 25cm 以上的空间，尽量避免紧贴墙面。

**警告**

仪器背部的排气口可能有热风排出，请不要将脸或手靠近排气口，避免烫伤。此外，请不要在排气口的附近放置易燃、易爆物品或容易受热变形的物品，树脂性的气路管道或干燥管也请尽量避免放置在排气口附近。

△ 留意事项

在仪器背部的空间较少的情况下，推荐使用专门的排气装置。安装了该排气装置后，从排气口出来的空气会向上方排出。

1.2 开箱

由于 GC7900 气相色谱仪是精密仪器，因此请不要将包装箱随意横放、倒置，以及不要将包装箱粗心随意地搬运、移动和堆放。

开箱时请避免对包装箱进行过度激烈的敲击，并且请慎重小心地将仪器搬出。

仪器的包装箱中，除 GC7900 气相色谱仪以外，还装有仪器的附件。

1.2.1 开箱步骤

- (1) 打开包装箱夹头，取下包装箱盖。
- (2) 取出包装材料及仪器的各种附件。
- (3) 搬出仪器，放置在事先准备好的工作台上。

 警 告
搬运 GC7900 气相色谱仪时，请不要用手抬色谱柱箱大门的下端，否则可能导致柱箱大门脱落，造成事故。
GC7900 气相色谱仪的重量约为 50kg 左右，一旦掉落，可能会砸伤人体，因此搬运时请务必小心。

- (4) 打开并撕去仪器的包装用塑料薄膜。
- (5) 检查仪器外观，有无明显损伤。
- (6) 打开仪器附件的包装，检查有无缺损。
- (7) 将安装仪器要用的高效净化器、脱氧管附件等放置在工作台上。
- (8) 解开捆住电源线的捆线带。
- (9) 清理并按环境卫生要求处置包装箱和包装材料。

1.2.2 附件清点

开箱完毕之后，请根据合同及仪器的附件清单，对 GC7900 气相色谱仪的配置及附件进行清点，如果发现破损、缺漏、发错等问题，请与有关的销售商或本公司营业部门联系。

附件清单会有未经事先预告而变更的可能，清点时以仪器所附的清单为准。

1.3 气路管道的安装

1.3.1 气体供应

使用 GC7900 气相色谱仪进行样品分析时，需要以下种类的气体：

需要的气体		推荐使用的氣體
FID 用氣體	載氣	氮氣（氦氣）（99.995%以上）
	燃燒氣	氫氣（99.95%以上）
	助燃氣	空氣（無油、無水、無雜質）
	尾吹氣	氮氣（氦氣）（99.995%以上）
TCD 用氣體	載氣	氮氣（氫氣、氮氣）（99.995%以上）
	尾吹氣	氮氣（氫氣、氮氣）（99.995%以上）
ECD 用氣體	載氣	高純度氮氣（99.9995%以上）
	尾吹氣	高純度氮氣（99.9995%以上）
NPD 用氣體	載氣	氮氣（氦氣）（99.995%以上）
	燃燒氣	氫氣（99.95%以上）
	助燃氣	空氣（無油、無水、無雜質）
	尾吹氣	氮氣（氦氣）（99.995%以上）
FPD 用氣體	載氣	氮氣（氦氣）（99.995%以上）
	燃燒氣	氫氣（99.95%以上）
	助燃氣	空氣（無油、無水、無雜質）
	尾吹氣	氮氣（氦氣）（99.995%以上）

選擇什麼氣體作為載氣（或毛細管柱尾吹氣），取決於色譜柱和檢測器的需要，還要考慮價格因素以及購買是否方便。

關於載氣的種類，對於 FID、ECD、NPD、FPD 檢測器而言，使用氮氣（N₂）時的靈敏度較高，氮氣的價格也比較合理，購買也比較方便。樣品分析要求比較高的情況下，也可以使用氦氣（He），但是氦氣（He）價格比較貴，購買也不是很方便。由於安全等方面的原因，不推荐使用氫氣（H₂）做為上述檢測器的載氣。

對於 TCD 檢測器而言，使用氦氣（He）應該是比较理想的，靈敏度較高而且比較安全，缺點是價格比較貴，購買也不是很方便。氫氣（H₂）靈敏度比氦氣（He）更高，但會沖掉 TCD 熱導鎢絲上的鈍化物質，致使漂移率偏高，一直要等到鈍化物還原完畢為止，而且與某些化合物不能兼容。TCD 檢測器使用氮氣（N₂）作載氣，適合於分析 H₂ 或 He，但是會大大地降低分析其它化合物的靈敏度，對某些組分還可能出反峰。

綜合樣品檢測、分析需要，在一般情況下，FID、ECD、NPD、FPD 檢測器的載氣選擇氮氣（N₂），TCD 檢測器的載氣選擇氫氣（H₂）較多。FID、NPD、FPD 檢測器的燃燒氣選擇氫氣（H₂），助燃氣一般選擇空氣（Air）。



警告

请不要使用氢气作为检测器的载气，万一发生故障将不能保修。
请不要使用氧气作为助燃气，会造成检测器灵敏度下降、噪声增大，甚至在点火时损坏检测器，或对人体造成损伤。

为了保证仪器的工作性能，请选用 99.995% 以上纯度的氮气(N₂)作为载气气源、99.95% 以上纯度的氢气(H₂)作为燃烧气气源、无油无水的空气(Air)作为助燃气气源。

如果配置 ECD 检测器，则必须选用 99.9995%以上纯度的氮气(N₂)作为载气气源；使用毛细管色谱柱进行样品分析，也最好选用 99.9995%以上纯度的氮气(N₂)作为载气气源。

如果使用氢气发生器作为氢气气源，必须选择能够提供 99.95% 以上纯度的氢气发生器(气相色谱仪专用)，并配备过滤装置进一步去除可能的杂质。

如果使用空气压缩机作为空气气源，必须选择无油无水无杂质的空气压缩机(气相色谱仪专用)，并配备干燥过滤器进一步去除可能的油分和水分。

△ 留意事项

- (1) 载气请尽可能使用高纯度的气体，特别是在样品分析要求比较高的情况下。
- (2) 如果载气中有空气或水混入，会缩短色谱柱的寿命，有机物等不纯物的混入会影响分析数据的正确性。
- (3) 检测器用的各种辅助气体也和载气一样，请尽可能使用高纯度的气体，如果使用纯度较低的气体，会影响分析数据的正确性，或使检测器过早退化。
- (4) 请使用干燥的空气，如果水分较多的话，在气路内部就会有水分附着，影响正常工作。使用空气压缩机时请配置干燥过滤器进行除湿，并每天对空气压缩机进行排水清扫。

1.3.2 气体输入接头

气体输入接头在 GC7900 气相色谱仪的背面，气源提供的气体，通过气路管道在这里连接，输入气体供仪器使用，如图 1-1 所示。输入接头旁的标注含义如下：

标注	含义	输入/输出范围
ECD 废气排出	ECD 废气放空出口	—
载气输入	载气气源输入接头	$3.5\text{kg} / \text{cm}^2 \sim 4\text{kg} / \text{cm}^2$
空气输入	空气气源输入接头	$3\text{kg} / \text{cm}^2 \sim 4\text{kg} / \text{cm}^2$
氢气输入	氢气气源输入接头	$2\text{kg} / \text{cm}^2 \sim 4\text{kg} / \text{cm}^2$
载气调节阀	载气稳压输出调节阀	$3.0\text{kg} / \text{cm}^2$
空气调节阀	空气稳压输出调节阀	$1.5\text{kg} / \text{cm}^2$
氢气调节阀	氢气稳压输出调节阀	$1.0\text{kg} / \text{cm}^2$

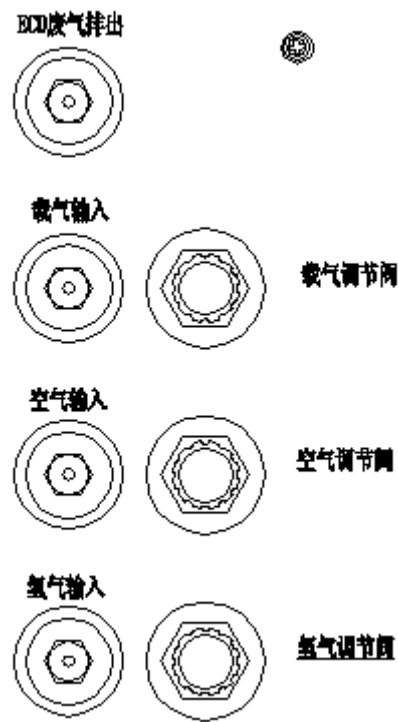


图 1-1 气体输入接头



注 意

- (1) 载气、空气、氢气调节阀的输出压力，在仪器出厂时已调整好，请用户不要自行调节，会有影响气体流量准确性的可能。
- (2) 如果 TCD 检测器使用氢气作为载气，氢气减压阀要选用最大输出压力为 $4\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上的氢气减压阀，输入到载气入口的压力应为 $3.5\text{kg}/\text{cm}^2$ 左右。
- (3) 如果条件允许，请尽量使用氦气作为 TCD 检测器的载气。

1.3.3 气路管道的连接方式

GC7900 气相色谱仪的气路管道，可以采用 $\Phi 3\text{mm}$ 聚乙烯管，不锈钢衬管、密封铜碗、O 型密封圈、以及密封螺母、接头等来进行连接，如图 1-2 所示。

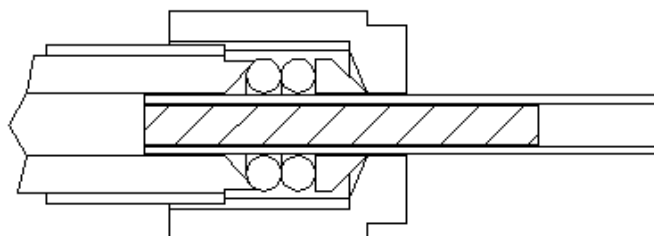


图 1-2 聚乙烯气路管道连接示意图

GC7900 气相色谱仪的气路管道，也可以采用 $\Phi 3\text{mm}$ 不锈钢管或铜管、密封铜碗、O 型密封圈、以及密封螺母、接头等来进行连接，如图 1-3 所示。

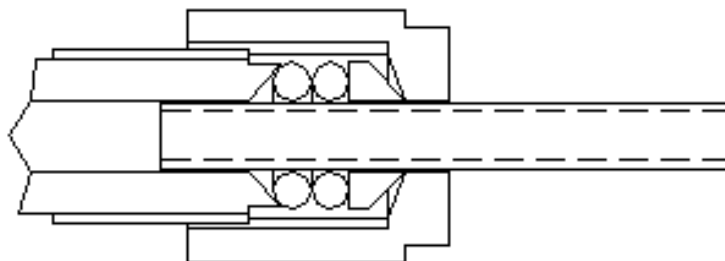


图 1-3 金属气路管道连接示意图

GC7900 气相色谱仪的气路管道连接方式非常简便，只需根据简单的说明，不需要特殊工具，就能方便、迅速、安全、可靠地完成。安装时请尽量保持清洁，避免垃圾或异物进入，影响密封效果或对管路造成污染。

气路管道连接步骤如下所述：

- (1) 根据气源、净化器（脱氧管）、仪器的相应位置，截取适当长度的气路管道。
- (2) 如果使用聚乙烯气路管道，在聚乙烯管道内插入一根不锈钢衬管，不锈钢衬管应插到与聚乙烯管道的顶端齐平的深度。
- (3) 如果使用不锈钢管或铜管等金属气路管道，则不锈钢衬管不必使用。
- (4) 将一个密封螺母穿入气路管道，密封螺母的螺纹端朝向相应的气路接头。
- (5) 将一个密封铜碗穿入气路管道，密封铜碗的凹面朝向相应的气路接头。
- (6) 将两个 O 型密封圈装入气路管道，O 型密封圈装入的深度约为 8mm 左右。
- (7) 将装好密封螺母、密封铜碗、O 型密封圈的气路管道插入相应的气路接头。
- (8) 将密封螺母旋在相应的气路接头上，并用手拧紧。
- (9) 用扳手将密封螺母紧固半圈至一圈左右，确保接头处密封良好。

△ 留意事项
(1) 如果气源与仪器之间的距离较远，请事先准备好足够长度的连接管道。
(2) 使用聚乙烯管道时，不锈钢衬管的作用是增加强度，避免拧紧密封螺母时聚乙烯管道变形，造成漏气。
(3) 用扳手紧固密封螺母时，不必用力过大，否则可能造成 O 型密封圈损坏，反而容易漏气。

1.3.4 外部气路的安装连接

在仪器外部的气路部分，一般称为外部气路，主要是指气源与仪器之间的气路连接部分，如图 1-4 所示。外部气路根据不同的检测器配置会有所不同，FID、NPD、FPD 检测器需要使用氢气和空气作为辅助气，而 TCD、ECD 检测器不需要使用氢气、空气等辅助气，但是 ECD 检测器需要加接一根高效脱氧管，以剔除载气中痕量的氧气。高效脱氧管应连接在气体净化器与仪器的气体输入接头之间。

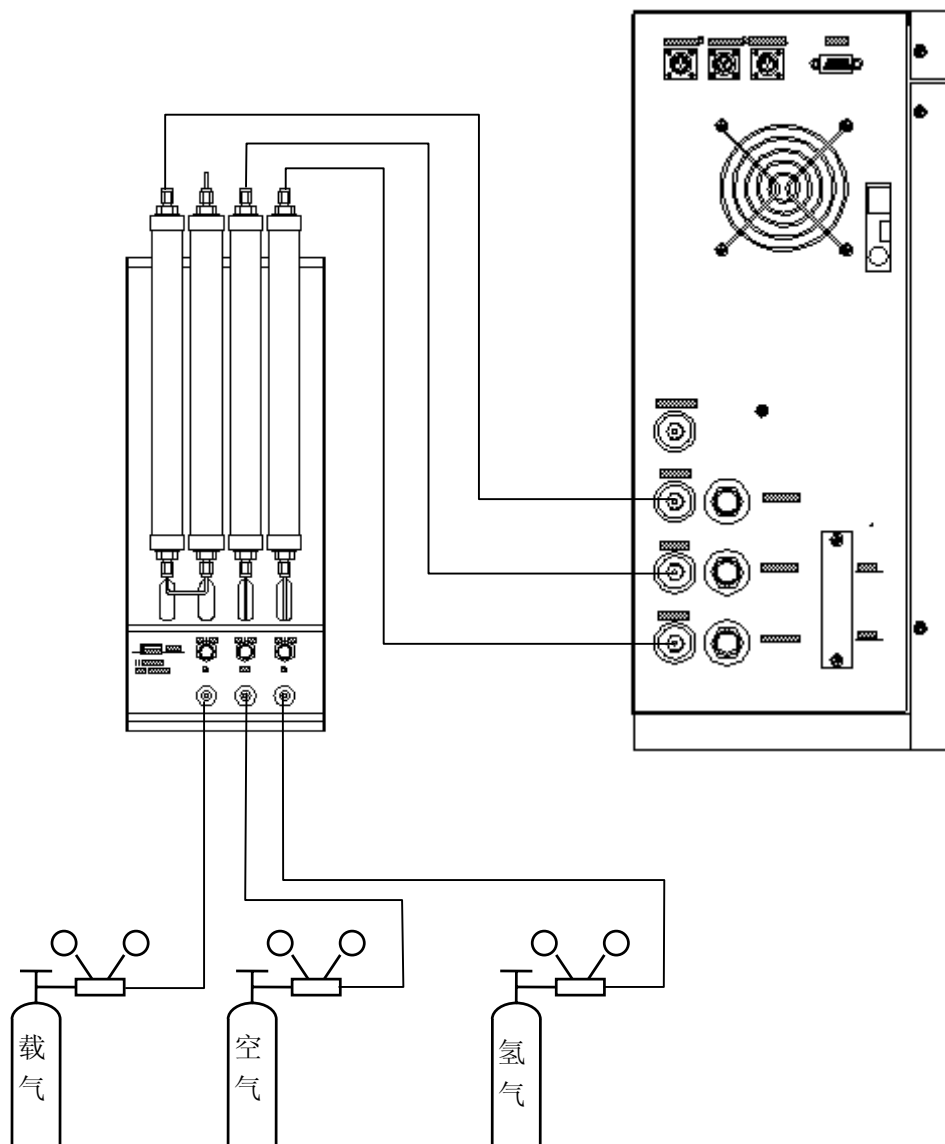


图 1-4 外部气路连接示意图

△ 留意事项

- (1) ECD 检测器的附件中配有高效脱氧管，TCD 检测器没有高效脱氧管。
- (2) TCD 检测器和 ECD 检测器均需要在相应出口处安装连接放空管道。

1.3.5 气体净化器

GC7900 气相色谱仪附有一套高效气体净化器，可以装在载气和辅助气的气路上，对各种气体作进一步的净化和过滤，保证仪器能够正常的工作。气体净化器有三个气体管道，载气管道有两个净化管、氢气管道和空气管道各有一个净化管，能同时过滤、净化三种气体，有时也可以将几个管道串联起来使用，以进一步提高净化效果。

载气管道的两个净化管，一个净化管内装有 5A 分子筛，用来过滤气体中的杂质；另一个净化管内装有硅胶，用来过滤气体中的水份。

氢气管道和空气管道两个净化管内均为硅胶，也是为了过滤气体中的水份。

当净化器使用一段时间（通常为半年左右）后，要进行一次活化。活化时，应该把净化管内的 5A 分子筛、硅胶分别倒入两个干净、耐高温的容器内，在 260℃温度左右的烘箱内，烘烤 6 小时左右，取出冷却 2 小时后，再按原样装入净化管中。这样高效气体净化器又可以重新使用了。

1.3.6 高效脱氧管

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。GC7900 气相色谱仪如果配置 ECD 检测器，随仪器附有一个高效脱氧管。可以将该脱氧管装在气体净化器的载气气体出口和仪器的载气入口接头之间，以剔除载气中痕量的氧气，提高 ECD 检测器的性能，保证 ECD 检测器的正常工作。

△ 留意事项
(1) 未作好高效脱氧管的安装准备时，请不要拧下高效脱氧管两端的闷头。 (2) 安装高效脱氧管时，应在载气气源开启的状态下，先连接高效脱氧管的输入端，再连接高效脱氧管的输出端。 (3) 安装 ECD 检测器的高效脱氧管时，动作应尽量快，减少外部空气对高效脱氧管的污染。

1.3.7 载气管道的安装连接

载气气源通常使用高压储气瓶，管道的安装连接方法如下所述：

- (1) 安装之前，请先确认载气高压储气瓶的总阀处于关闭状态。
- (2) 确认气体减压阀的阀门处于关闭状态，然后将气体减压阀安装到高压储气瓶上，使用扳手将密封螺母用力拧紧，确保没有漏气现象。
- (3) 拆下减压阀上用于连接橡胶管的气体输出接头，换上 GC7900 气相色谱仪附件中的减压阀专用输出接头，使用扳手将密封螺母用力拧紧。
- (4) 确认气体净化器的载气开关阀处于关闭状态，使用事先准备好的气路管道，将载气减压阀的气体输出接头与气体净化器的载气输入接头连接起来。
- (5) 使用事先准备好的气路管道，将气体净化器的载气输出接头与仪器背后的载气输入接头连接起来。
- (6) 如果配置 ECD 检测器，在气体净化器与仪器之间，还要加接一根高效脱氧管。
- (7) 气路管道的连接方法请参照 1.3.3 小节。
- (8) 依次打开气瓶的总阀、减压阀的阀门、气体净化器的开关阀，对载气气路逐段进行探漏试验。发现气体泄漏立即关闭相应的阀门，排除气体泄漏后再重新打开阀门。
- (9) 使用高压储气瓶时，记录下每个气瓶的原来压力，也是发现泄漏的一个方法。



警告

- (1) 请不要使用氢气作为检测器（TCD 除外）的载气，万一发生故障将不能保修。
- (2) 以氢气作为 TCD 检测器的载气时，可以将氢气气源的输出管道接到气体净化器的载气管道输入接头上。
- (3) 由于氢气是易燃、易爆气体，使用时请充分注意安全。
- (4) 进行管道连接时，请关闭各气源的总阀门，结束之前请不要打开总阀门。
- (5) 气路管道连接好之后，必须进行探漏检查，确认无漏气现象，避免发生危险。
- (6) 请尽量不要使用橡胶管等容易老化的管道，并选择能够避免受到仪器背面排热影响的地方进行管道连接。



注意

管道内部如果污染，会出现基线扭曲、基流增大等现象，影响分析数据的正确性。请避免管道内部混入油分、有机物等杂质。

△ 留意事项

- (1) 载气请尽可能使用高纯度的气体。如果载气中有空气或水混入，会缩短色谱柱的寿命，有机物等不纯物的混入会影响分析数据的正确性。
- (2) 检测器的配置确定之后，尾吹气管道一般在仪器内部已连接好。尾吹气的气体通常使用 N₂。
- (2) 使用毛细管色谱柱进行样品分析时，不使用尾吹气会使检测器的灵敏度下降及峰宽变大。请将尾吹气流量控制在 20~30ml/min 左右。

1.3.8 氢气、空气管道的安装连接

氢气、空气气源可以使用高压储气瓶，也可以使用氢气发生器和空气压缩机。

使用高压储气瓶时管道的安装连接方法如下所述：

- (1) 安装之前，请先确认氢气、空气高压储气瓶的总阀处于关闭状态。
- (2) 确认氢气、空气减压阀的阀门处于关闭状态，然后将氢气、空气减压阀安装到高压储气瓶上，使用扳手将密封螺母用力拧紧，确保没有漏气现象。
- (3) 氢气的气体减压阀是专用的，减压阀的阀门有两个。安装氢气减压阀之前，应确认两个阀门均处于关闭状态。
- (4) 拆下减压阀上用于连接橡胶管的气体输出接头，换上 GC7900 气相色谱仪附件中的减压阀专用输出接头，使用扳手将密封螺母用力拧紧。
- (5) 确认气体净化器的氢气、空气开关阀处于关闭状态，使用事先准备好的气路管道，将氢气、空气减压阀的气体输出接头与气体净化器的氢气、空气输入接头连接起来。
- (6) 使用事先准备好的气路管道，将气体净化器的氢气、空气输出接头与仪器背后的氢气、空气输入接头连接起来。
- (7) 气路管道的连接方法请参照 1.3.3 小节。
- (8) 依次打开气瓶的总阀、减压阀的阀门、气体净化器的氢气、空气开关阀，并对氢气、空气气路逐段进行探漏试验。发现气体泄漏立即关闭相应的阀门，排除气体泄漏后再重新打开阀门。
- (9) 使用高压储气瓶时，记录下每个气瓶的原来压力，也是发现泄漏的一个方法。
- (10) 连接氢气导管请使用不锈钢管。不应认为不锈钢就不会生锈、不会松动，仍需认真进行漏气检查。

使用氢气发生器和空气压缩机时管道的安装连接方法如下所述：

- (1) 安装之前，请先确认氢气发生器和空气压缩机的电源开关处于关闭状态。
- (2) 确认气体净化器的氢气、空气开关阀处于关闭状态，使用事先准备好的气路管道，将氢气发生器和空气压缩机的气体输出接头与气体净化器的氢气、空气输入接头连接起来。
- (3) 使用事先准备好的气路管道，将气体净化器的氢气、空气输出接头与仪器背后的氢气、空气输入接头连接起来。
- (4) 气路管道的连接方法请参照 1.3.3 小节。
- (5) 依次打开氢气发生器和空气压缩机的电源开关、气体净化器的氢气、空气开关阀，

并对氢气、空气气路逐段进行探漏试验。发现气体泄漏立即关闭相应的开关、阀门，排除气体泄漏后再重新打开。

(6) 连接氢气导管请使用不锈钢管。不应认为不锈钢就不会生锈、不会松动，仍需认真进行漏气检查。

(7) 定期对氢气发生器和空气压缩机进行清洁和保养，保养方法请参照氢气发生器和空气压缩机的有关说明书。

(8) 空气压缩机的排水接头和空气输出接头，形状比较相似并且位置相近，注意不要接错。空气压缩机要定期排水，长时间不进行排水的话，不仅稳定性变差，也是造成相关阀门被腐蚀的原因。



警告

- (1) 由于氢气是易燃、易爆气体，使用时请充分注意安全。
- (2) 连接 FID、NPD、FPD 检测器的外部气路时，不可将氢气管道与载气、空气管道接错，否则可能造成危险。
- (3) 请不要使用氧气作为助燃气，会造成检测器灵敏度下降、噪声增大，甚至在点火时损坏检测器，或对人体造成损伤。
- (4) 进行管道连接时，请关闭各气源的总阀门，结束之前请不要打开总阀门。
- (5) 气路管道连接好之后，必须进行探漏检查，确认无漏气现象，避免发生危险。
- (6) 请尽量不要使用橡胶管等容易老化的管道，并选择能够避免受到仪器背面排热影响的地方进行管道连接。



注意

管道内部如果污染，会出现基线扭曲、基流增大等现象，影响分析数据的正确性。请避免管道内部混入油分、有机物等杂质。

△ 留意事项

- (1) 检测器用的各种辅助气体也请尽可能使用高纯度的气体，如果使用纯度较低的气体的话，会影响分析数据的正确性，或使检测器过早退化。
- (2) 请使用干燥的空气，如果水分较多的话，在气路内部就会有水分附着，影响正常工作。使用空气压缩机时请配置干燥过滤器进行除湿，并每天对空气压缩机进行排水清扫。

1.3.9 探漏试验

对于气路系统进行探漏试验时，可以使用探漏液（例如肥皂水）检查漏气情况，也可以根据气体压力是否下降来检查漏气情况。

推荐使用根据气体压力是否下降来检查漏气的方法，因为该方法清洁、直观、快速，而且检查的范围可以是整个载气、氢气、空气的气路系统，也可以是某一段的气路系统。

检查方法如下所述：

（1）GC7900 气相色谱仪的正面右下方是流量调节部，将流量调节部的载气流量控制阀的旋钮顺时针旋到底，关闭该阀门。

（2）将流量调节部的氢气、空气、尾吹气等阀门的旋钮均顺时针旋到底关闭。

（3）打开高压储气瓶的总阀，按仪器正常工作所需，调整高压储气瓶的输出压力（参见 1.3.2 小结），使气路管道内充满气体。

（4）根据压力是否下降进行的探漏试验，按以下步骤进行。

A.关闭高压储气瓶的总阀，停止供气。此时从气瓶到 GC7900 气相色谱仪的流量调节部处于密封状态，并且充满气体。

B：记录下此时高压储气瓶的输出压力值。

C：在此状态下放置一段时间（15 分钟左右），观察此时的压力值，并与（B）所记录的压力值比较，如果压力下降，就是气路管道有泄漏。

D：如果有泄漏，首先确认各连接处有无松动。

E：用（D）方法还是无法找到泄漏处时，可以使用探漏液（例如肥皂水）来寻找泄漏处。

（5）在泄漏处增加密封螺母的紧固度或更换密封垫圈，并再次进行探漏试验。

（6）根据需要，也可以选择某一段的外部气路系统，根据气体压力是否下降来进行检查。例如将气体减压阀输出接头封堵，可以检查高压储气瓶、气体减压阀的漏气情况；将气体净化器的输出接头封堵，可以检查高压储气瓶、气体减压阀、气体净化器这一段气路的漏气情况。

△ 留意事项
(1) 为了安全起见，也可以利用载气（N2）高压储气瓶对氢气气路系统进行探漏试验，但是检查完毕后，必须将气路更换回来。
(2) 增加密封螺母的紧固度也不能止住泄漏时，请查看密封螺母、密封垫圈等的安装方法是否准确，并确认密封螺母、密封垫圈等是否损坏，必要时请予以更换。
(3) 如果 GC7900 气相色谱仪进行了移位，应该再次进行探漏试验。

1.4 电源的连接

1.4.1 电源

GC7900 气相色谱仪的电源线上必须安装漏电保护器和符合安全规范的接地线。如果没有安装正规的接地线，可以在潮湿的土层里，另外打一根深度为 1 米左右的专用地桩，并用导线将该专用地桩和仪器的外壳连接起来。请保证接地电阻为 10 欧姆以下。

电源电压： 单相 AC 220V $\pm 10\%$

电源频率： 50/60HZ

最大功耗： 2000VA (max)

1.4.2 电源线的连接



警告

- (1) GC7900 气相色谱仪的电源线是 3 线式电缆线。为确保安全，请使用正确接地并有漏电保护器的电源，在连接电源线之前，先确认被使用的漏电保护器是否已可靠接地，如果没有接地，请委托专业人员按照有关标准进行施工。
- (2) 为了防止万一的漏电事故，如果配置多台气相色谱仪则应每台都装上漏电保护器。
- (3) 绝对不要将地线与暖气管或自来水管等连接，可能会引起爆炸或触电等事故。

电源线应按照下列步骤连接：

(1) 确认 GC7900 气相色谱仪的电源开关处在关闭状态。电源开关在仪器的左侧后下方，开关旁标有{开}和{关}的字样，{关}的一侧按下为电源关闭状态。

(2) GC7900 气相色谱仪的电源线在背面右下方，旁边有保险丝座。漏电保护器应确实可靠的安装在电源线的末端。

(3) 确认电源插座、接地线、漏电保护器等已经可靠的安装好，并确认所提供的电源电压符合要求仪器之后，将仪器的电源插头以正确方法插进电源插座。

(4) 将电源开关往{开}的一侧按下即可接通主机电源。

1.5 信号线的连接

GC7900 气相色谱仪可以有两种信号输出方式，即数据信号输出方式和模拟信号输出方式。

(1) 数据信号输出方式：

参见图 1-4，在仪器背面的上部，有 RS232 数据通讯专用接口。使用仪器附件中的数据通讯线，将该 RS232 数据通讯接口与 PC 电脑的 COM 通讯口连接起来，并在 PC 电脑中安装好 GC7900 气相色谱仪专用的 D-7900 工作站，则可实现 PC 电脑对仪器进行控制，同时对仪器输出的数据信号进行处理。

(2) 模拟信号输出方式：

参见图 1-4，在仪器背面的上部，还有三个模拟信号输出接口。使用仪器附件中的信号输出线，将仪器的模拟信号输出接口与积分仪或记录仪连接起来，则可实现利用积分仪或记录仪对仪器输出的模拟信号进行处理。

△ 留意事项
GC7900 气相色谱仪最多可以同时安装三个检测器，但是仪器最多只能同时输出两路信号。

第二章 功能结构

2.1 总体构成

GC7900 气相色谱仪如图 2-1 所示，主要由色谱柱箱、进样器、检测器、流量调节部分、键盘操作/显示部分等构成。

仪器正面的左侧为色谱柱恒温箱及其大门机构，右侧上方为键盘操作/显示部分，右侧下方为流量调节部分。

电源开关在仪器左侧的后下方。仪器左侧还有用于安装如六通阀（选配件）、十通阀（选配件）等附属设备的位置，未安装附属设备时，该位置用盖板盖住。仪器右侧装有检测器输出信号的调零电位器，可以对仪器所安装的检测器的输出信号进行零点调整。

进样器和检测器均安装在 GC7900 气相色谱仪的顶部，仪器在正常使用时，应盖上顶部盖板，并用四个特殊螺钉加以固定，请用户在一般情况下不要取下顶部盖板。



图 2-1 GC7900 气相色谱仪



注 意

- (1) 开机通电之前，请先确认载气已进入仪器（安装好色谱柱的情况下），以及流量控制部的氢气开关阀处于关闭状态。
- (2) 请不要在色谱柱恒温箱设置高温的状况下打开恒温箱门，有造成人员烫伤、损坏仪器的控温系统或损伤色谱柱性能的可能。
- (3) 在开机状态下，仪器的进样器和检测器上均有高温。请不要将脸或手靠近该处，以免烫伤。在进样器和检测器的附近也不要放置易燃易爆的物品或容易受热变形的物品，避免造成事故或损坏物品。
- (4) 进样器和检测器的加热器件、以及离子化检测器的点火器件也在仪器顶部。在仪器通电的情况下，这些器件及其引线（白色）上均有大电流或高电压，请不要触摸这些部分，避免造成事故。
- (5) 仪器顶部禁止放置物品，避免损伤仪器或影响使用。

GC7900 气相色谱仪背面的右侧为仪器后开门机构的排风口，中部上方为主机电源部分以及仪器顶部的散热风扇，中部下方为主机电源线以及保险丝座等，如果打开仪器的后盖板，则仪器主要的工作电源部分及柱箱搅拌风扇的马达等均在此处。



注 意

- (1) 在气相色谱仪的内部，使用高电压电路。为了避免发生触电的危险，除了操作时允许打开的盖子（流量控制部的门盖）以外，请不要打开其他的盖子。
- (2) 仪器如果出现电路方面的故障，请与有关的销售商或本公司的技术服务部门联系，一般情况下不要自行打开仪器的电路部分盖板。如果确实需要打开仪器盖板进行检查、整理时，必须先关闭仪器的工作电源并拔下电源线插头。检查、整理完毕后，必须先盖上仪器的盖板，然后才能通电开机。

GC7900 气相色谱仪背面的左侧上方为模拟信号输出接口、RS232 通讯口、以及主机电路板部分的散热风扇等，左侧下方为载气、空气、氢气气源的输入接头以及稳压阀（如图 1-4）。各个稳压阀的输出压力在仪器出厂时已经调整好，请用户在一般情况下不要随意调节。必须进行调节时，请使用螺丝刀调节。

2.2 色谱柱箱

2.2.1 概要

打开 GC7900 气相色谱仪正面的大门，就能看到色谱柱恒温箱（也称柱箱）。开门时，先用左手轻轻往里按住门的右侧，同时用右手将门右侧下方的抬板向上抬起，门锁就会松开。关门时，把门往色谱柱恒温箱方向轻轻推上，门锁就会扣住。

GC7900 气相色谱仪采用的是强制循环空气恒温方式。设定高温时，利用加热丝将柱箱内部的空气加热，并用风扇高速搅拌使温度保持均匀。进行接近室温的低温控制时，柱箱背面的两扇风门会自动打开，上面一扇把柱箱内部的热空气向外排放，下面一扇把外部的空气吸进，使柱箱内部的空气形成循环。

在柱箱内的顶部，有进样器和检测器的接头，这是安装色谱柱的位置。使用填充色谱柱时，直接与进样器和检测器的接头连接即可。使用毛细管色谱柱时，必须先将毛细管柱架安装在柱箱内部，用于悬挂毛细管色谱柱，然后通过相应的过渡接头将毛细管色谱柱与进样器和检测器的接头连接即可。

色谱柱箱的温度设置范围为室温以上 5°C ~ 399°C ，色谱柱箱的加热丝功率大约 1500W，色谱柱箱升温速度非常迅速。

色谱柱箱在进行程序升温操作时，程序结束后仪器自动打开柱箱后门，让柱箱内温度迅速下降。当柱箱内温度降至比初始温度低 25°C 时，仪器自动关闭柱箱后门，使柱箱温度恢复到初始温度，等待第二次程序升温开始。

如果色谱柱箱内温度超过设定温度 20°C 时，微机控制器会自动切断加热电源，同时关闭叶轮电机的电源，并在显示器上显示出错信息。当色谱柱箱内温度超过 420°C 时，色谱柱箱内的熔断片即熔化，以切断色谱柱箱加热电源，保护柱箱。重新开机前必须更换熔断片，仪器的附件中备有熔断片。



警告

- (1) 请不要在色谱柱恒温箱设置高温的状况下打开恒温箱门，有造成人员烫伤、损坏仪器的控温系统或损伤色谱柱性能的可能。
- (2) 安装或更换色谱柱时，请先确认进样器、检测器、色谱柱恒温箱的温度已下降到接近室温，否则会有烫伤的危险。
- (3) 仪器背面的排风口有热风吹出，请不要将脸或手靠近该处，以免烫伤。此外在排气口的附近也不要放置易燃易爆的物品或容易受热变形的物品，避免造成事故或损坏物品。

2.2.2 温度控制的原理

GC7900 气相色谱仪的柱箱、进样器部分、检测器部分的温度是分别独立控制的。各部分的温度控制，采用的是相同原理。首先由设置在各部分的铂电阻进行温度检测，然后利用多路调制器测量铂电阻的端子电压，并进行 A/D 转换，再用线性化电路分别修正铂电阻的误差使之变换成正确的温度数据，该温度数据用 CPU 进行各种演算处理，再把数据送往驱动电路，进行零交叉方式的温度控制。

2.3 进样器

2.3.1 进样器概述

GC-7900 气相色谱仪可以同时安装一个毛细管柱进样器和两个填充柱进样器。毛细管柱进样器、填充柱进样器等均安装在柱箱顶部的左侧，进样器由微机控制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 $20^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$ 。

毛细管柱进样器能够实现毛细管色谱柱的分流进样方式、不分流进样方式、以及分流/不分流进样方式。毛细管柱进样器可以安装 $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$ 等各种规格的毛细管色谱柱。

填充柱进样器通过安装相应的不锈钢衬管，可以安装外径为 $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$ 的不锈钢填充柱。也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。由于可以同时安装两个填充柱进样器，使填充柱双柱相互补偿的使用方法成为可能。

填充柱进样器上还可以安装毛细管柱不分流附件（选配件），组成毛细管柱不分流进样器系统，实现毛细管色谱柱不分流进样方式。由于可以同时安装两个填充柱进样器，所以毛细管柱不分流附件也可以同时安装两套。在使用不分流进样方式时，使毛细管色谱柱双柱相互补偿的使用方法也成为可能。

GC-7900 气相色谱仪可以通过安装气体进样器，实现气体样品的进样分析。气体进样器有多种规格，比较常用的是平面六通阀气体进样器。

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，载气是通过稳流调节阀输入进样器。进样器需要进行加热控制，所以在加热块体上装有控温元件（铂电阻）和加热元件（加热管）。

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。进样垫是易耗件，更换进样垫时只需将散热器和导向器取下，即可方便地取出进样垫。

2.3.2 毛细管柱进样器

使用毛细管色谱柱进行样品分析时，能够得到与填充色谱柱相比较为尖锐的样品峰，因而定量更准确。

在 GC7900 气相色谱仪毛细管柱进样器中，载气是通过稳流调节阀输入毛细管柱进样器的，进入毛细管柱进样器后被分为毛细管色谱柱、分流、隔膜清洗三个流路。

进入毛细管色谱柱的分流流量由背压阀进行调节。

进入隔膜清洗部分的气体，是为了清除进样器内的进样垫由于进样器加热而分解出来的成分，并将该成分吹扫出系统外，避免对样品分析产生不良影响。隔膜清洗的气体流量是通过隔膜清洗专用的稳流调节阀进行调节并排出系统外的。

最后，把稳流调节阀提供的载气总流量，减去毛细管色谱柱流量和隔膜清洗流量后，剩下的就是分流流量。为了切换毛细管柱进样器的分流流路和不分流流路，仪器内部设置了性能可靠的两位三通电磁阀。

为了尽量避免样品在进样器中被吸附，毛细管柱进样器中必须装入石英玻璃衬管。石英玻璃衬管的选择根据进样方式决定。

(1) 分流进样时，由于是高流量（色谱柱流量+分流流量）的载气带着样品移动，所以应该选用能够短时间内将样品搅拌均匀的非直通式石英玻璃衬管。

(2) 不分流进样时，由于是低流量（只有色谱柱流量）的载气带着样品移动，为了尽可能的使样品不扩散，而应该选用内径较小直通式石英玻璃衬管。

(3) 为了防止在进样过程中，进样垫的细小碎屑掉落，导致毛细管色谱柱堵住或进样效率降低，可以选用放入了经过处理的硅烷化石英棉的专用石英玻璃衬管（选配件）。

分流进样方式

分流进样方式是指注入的样品仅有一小部分进入毛细管色谱柱，其余的残留部分均被排出系统外的进样方式，这种进样方式适用于浓度较高的样品。

毛细管色谱柱和填充色谱柱相比，样品量的体积要小得多，因此如果像填充柱那样把全部的样品都注入色谱柱，就会导致分离效能下降，不能发挥毛细管色谱柱的优越性能，所以使用分流进样方式必须调节进入色谱柱的样品量不能超过容许的程度。

图 2-2 显示的是分流进样时的流路，图中的箭头所示是分流气体的流动路线。根据电磁阀的设定，分流气体通常经过进样器的石英玻璃衬管内，再被排出仪器外。注入的样品在进样器的石英玻璃衬管内被加热气化，并在石英玻璃衬管下端分流。其中一部分随色谱柱流量进入色谱柱，大部分随分流流量排出仪器外。

所以石英玻璃衬管的下端即为分流点。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。

为了确定进入色谱柱的样品量，把分流流量和色谱柱流量的比值称为分流比。

$$\text{分流比} = \text{分流流量} / \text{色谱柱流量}$$

在分流进样工作状态下，仪器的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，此时除隔膜清洗流量外（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调节。

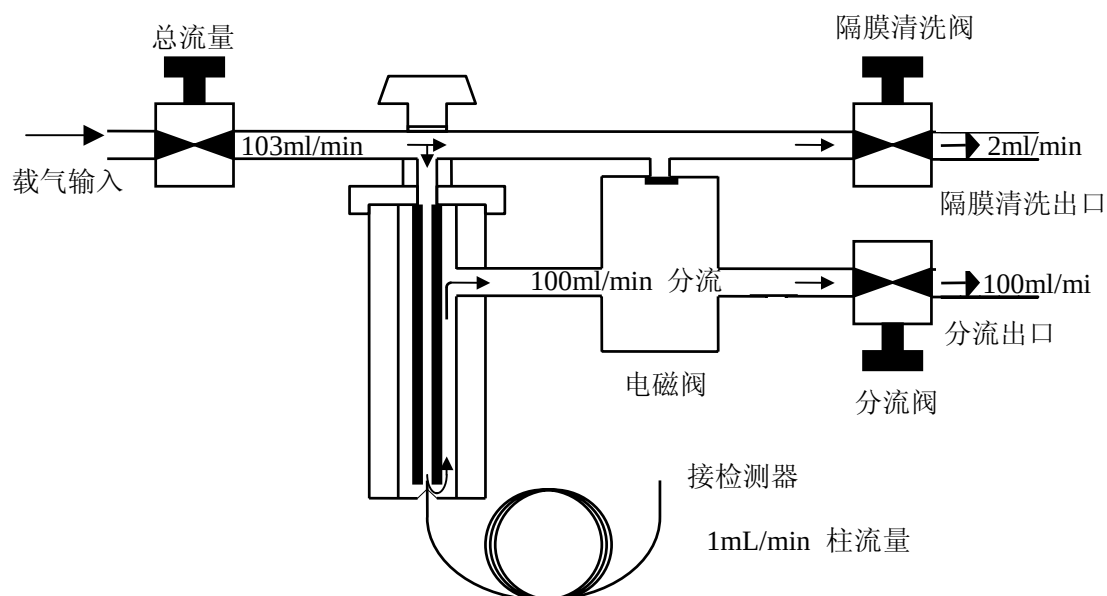


图 2-2 毛细管进样器的分流工作状态

不分流进样方式

不分流进样方式是指把差不多全部的样品注入毛细管色谱柱的方法，适用于浓度较低、在分流进样方式中不能得到充分的检测灵敏度的样品。

图 2-3 显示的是不分流进样时的流路，图中的箭头所示是分流气体的流动路线。根据电磁阀的设定，分流气体（不经过石英玻璃衬管）和隔膜清洗气一起排出仪器外，因此在石英玻璃衬管中只有色谱柱流量。注入的样品在进样器的石英玻璃衬管中被加热气化，大部分样品被载气带往色谱柱。

不分流进样方式和填充柱一样把全部的样品都注入毛细管色谱柱，没有样品被分流。如前所述毛细管色谱柱的样品量体积（柱容量）比较小，因此进样量不宜太多（一般 0.2 μ l~0.3 μ l），否则可能导致分离效能下降。此外，采用不分流进样方式时应尽量选择较大口径的毛细管色谱柱，例如 0.53mm 的毛细管色谱柱。

在不分流进样工作状态下，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）进入石英玻璃衬管。

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。

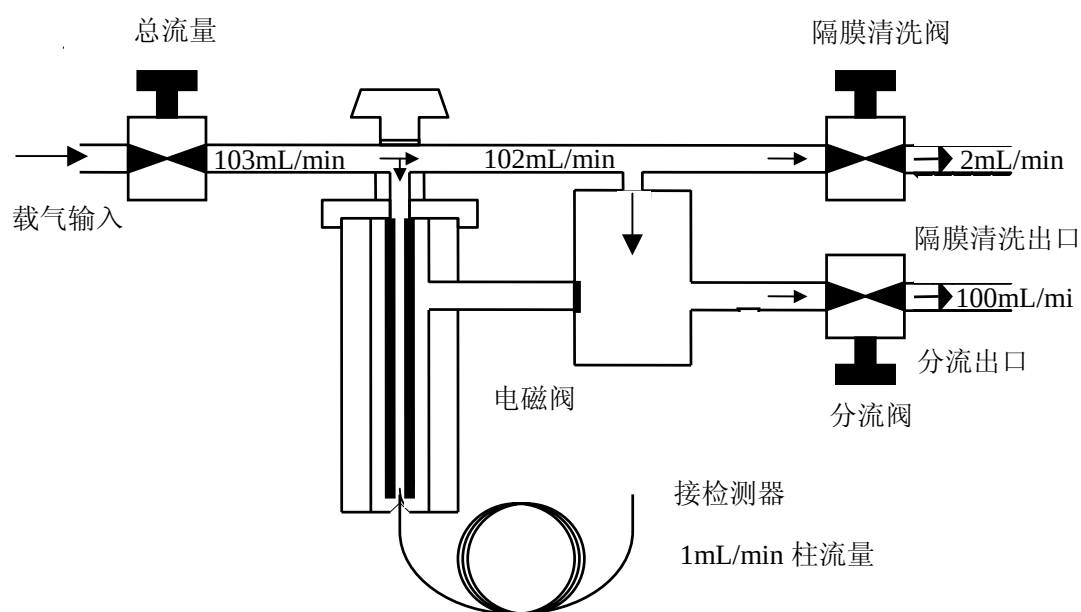


图 2-3 毛细管进样器的不分流工作状态

分流/不分流进样方式

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，溶剂峰可能对样品峰形成干扰，甚至可能损坏毛细管柱。

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。

GC7900 气相色谱仪的毛细管进样器是通过电磁阀的切换来实现分流/不分流进样方式的，电磁阀的切换是由微机控制器来控制，即可以通过键盘设定外部事件中的隔膜清洗“开”和“关”的时间程序，达到利用分流/不分流进样模式分析较低浓度样品的目的。

根据电磁阀的设定，在初始的不分流进样模式下（如图 2-2），分流气体（不经过石英玻璃衬管）和隔膜清洗气一起排出仪器外，因此在石英玻璃衬管中只有色谱柱流量。注入的样品在进样器的石英玻璃衬管中被加热气化，大部分样品被载气带往色谱柱。

注入开始之后经过一段时间（通常是 0.3~1 分钟），再让电磁阀转换成分流进样模式（如图 2-3），这样进样器内残留的溶剂将蒸发（清除），被排出仪器外，可以抑制溶剂峰的拖尾现象。

从注入开始，到转换成分流模式的时间，称为不分流时间。不分流时间的变化，会使进入毛细管色谱柱的样品量也起变化。

2.3.3 填充柱进样器

填充柱进样器的结构如图 2-4 所示，载气是通过稳流调节阀输入进样器的。液体样品被注射器注入填充柱进样器后，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，载气压力表指示的是填充色谱柱的柱前压力。

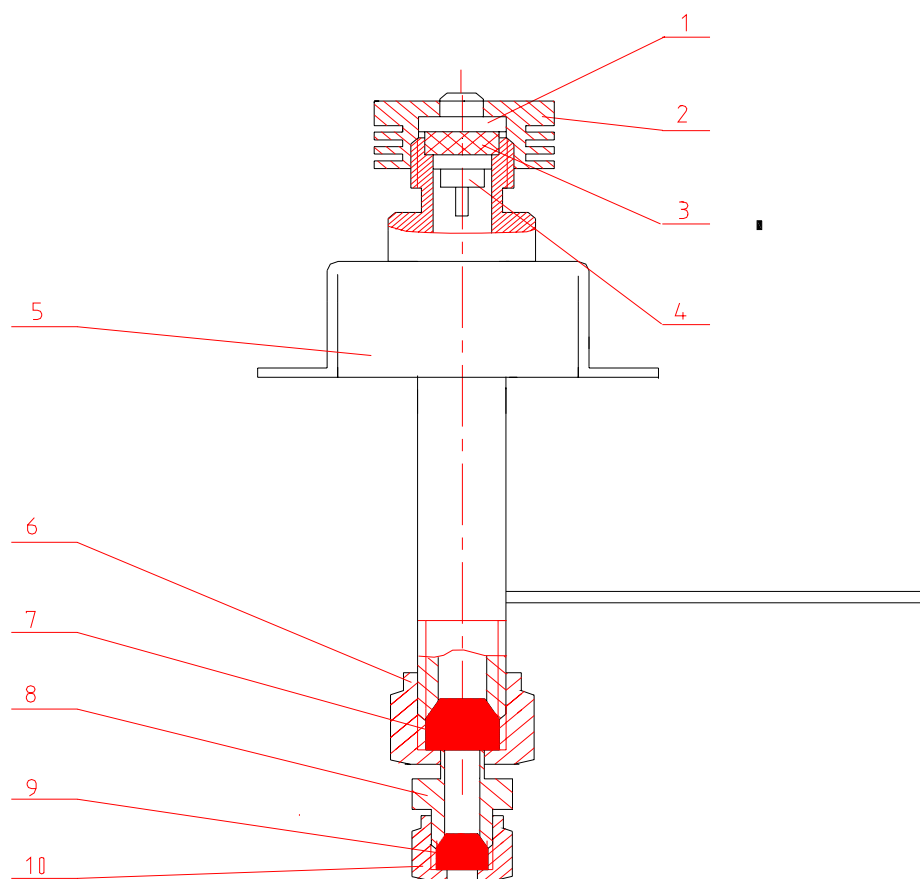


图 2-4 直接进样器的结构和流路

图中：

- 1，散热帽导向件 2，散热帽 3， $\Phi 10\text{mm} \times 5\text{mm}$ 进样垫
- 4，填充柱导向件 5，罩盖 6，柱螺母（ $\Phi 6.2$ ）
- 7，石墨垫圈（ $\Phi 6$ ） 8，过渡衬管
- 9，石墨垫圈（ $\Phi 3$ ） 10，柱螺母（ $\Phi 3.2$ ）

2.3.4 气体进样器

气体进样器（平面六通阀）是 GC7900 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 2-5、图 2-6 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。

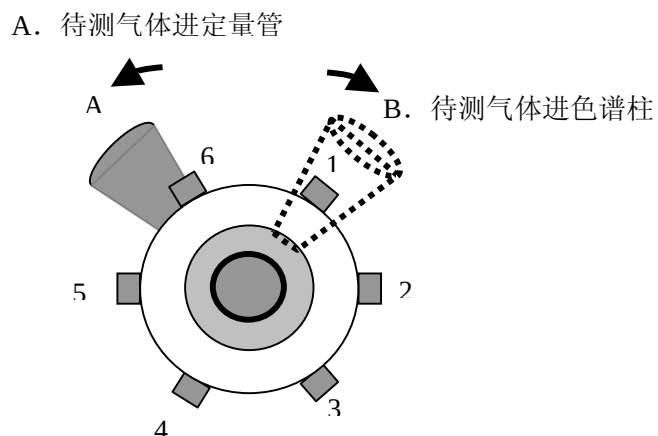
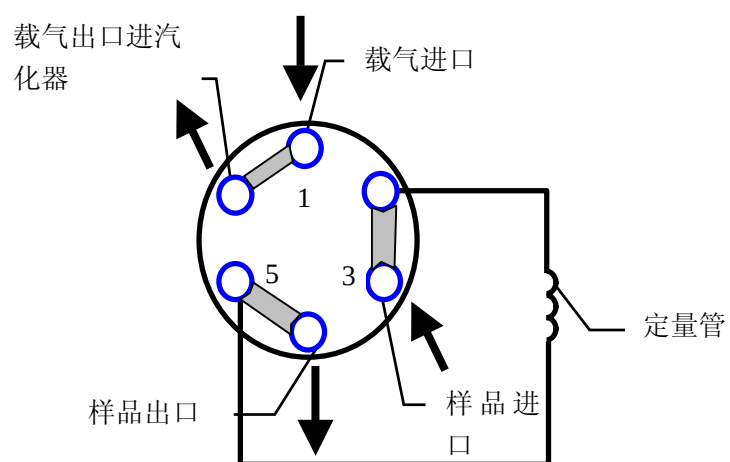
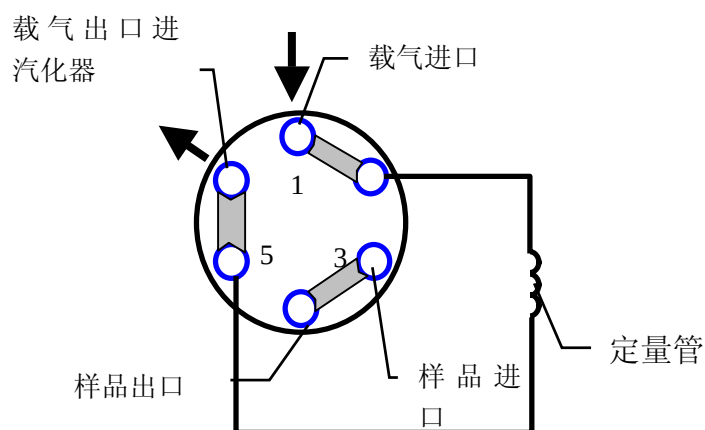


图 2-5 气体进样器采样及进样状态



A. 采样状态



B. 进样状态

图 2-6 气体进样器（平面六通阀）功能结构示意图



注 意

使用气体进样阀时，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。

2.4 检测器

GC7900 气相色谱仪可以配置五种检测器：

- (1) FID（氢火焰离子化检测器）
- (2) TCD（热导检测器）
- (3) ECD（电子捕获检测器）
- (4) FTD（氮磷检测器）
- (5) FPD（火焰光度检测器）

仪器可以同时安装三种检测器，每种检测器都有相应的电路部分，检测器电路部分的更换非常方便。

2.4.1 FID 氢火焰离子化检测器

FID 检测器的结构如图 2-7 所示：

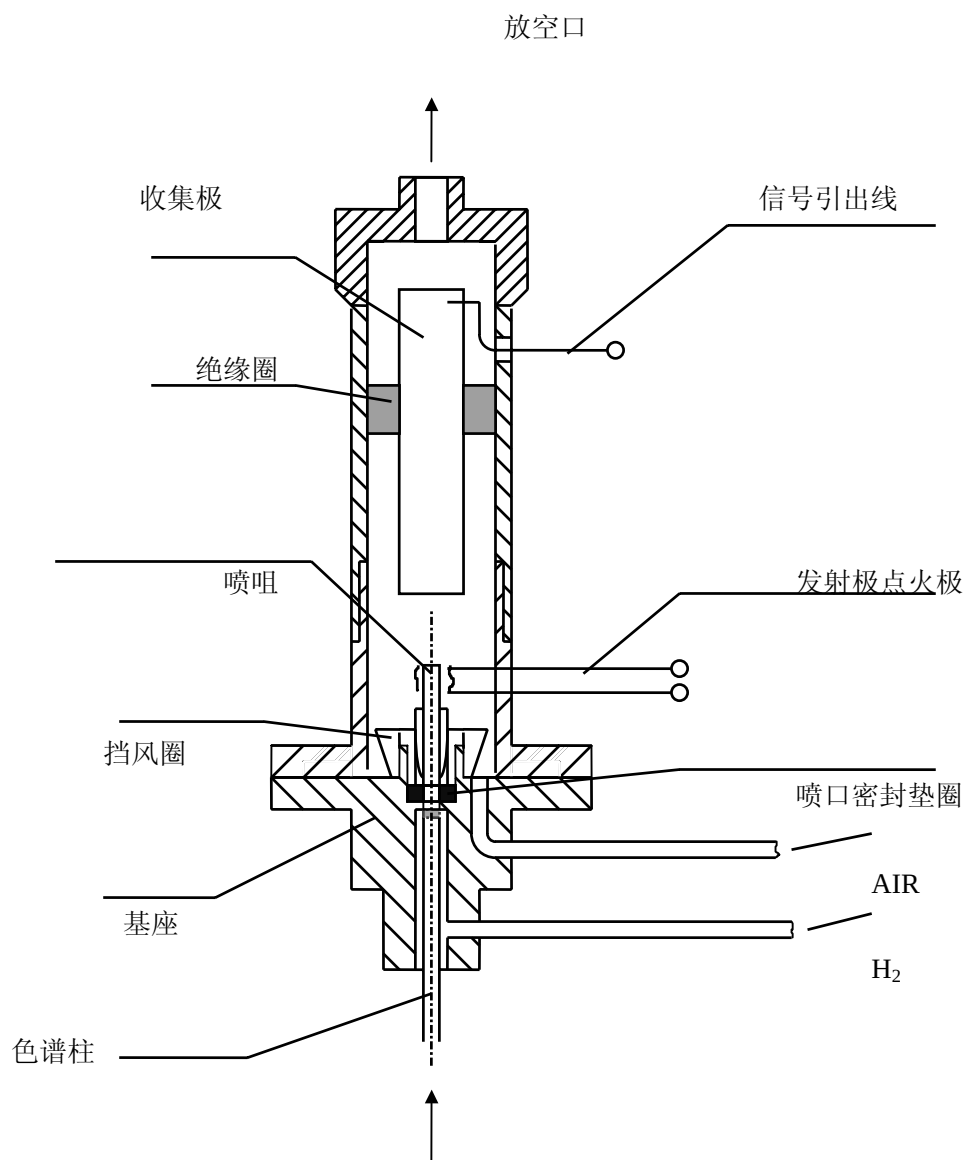


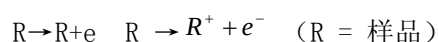
图 2-7 FID 检测器结构示意图

图 2-7 显示的是 FID 检测器的结构。FID 检测器是由让氢火焰燃烧，使样品成分离子化所需的喷嘴、使离子化电流能够定向流动而加在喷嘴上的极化电压、提供极化电压的电极、收集离子化电流所需的收集极、将收集的离子化电流输入到放大器所需的信号输出接头、把收集极和检测器外壳（接地）绝缘的聚四氟乙稀绝缘体、以及让温度保持均匀的加热块体等部分组成。

此外为使氢火焰燃烧还必须提供氢气（燃烧气）和空气（助燃气），以及在使用毛细管色谱柱时，防止由于载气流量太低引起检测器灵敏度下降和色谱柱出口处样品的扩散而增加的尾吹气。

FID 检测器安装在仪器主机顶部的右侧，微电流放大器安装在主机右侧的机箱内。离子信号线把离子室收集的离子流信号送到微电流放大器进行放大，输出到色谱数据处理机或色谱工作站。

在 FID 检测器中，载气和氢气混合后从喷嘴中喷出，空气则由喷嘴旁边的空气出口提供。点火之后，喷嘴上将有氢火焰燃烧，如果色谱柱中分离出来的样品也加进去燃烧，样品就会被分成离子和电子。



这样氢火焰上就有离子和电子存在，如果在收集极和喷嘴之间设置极化电压，离子和电子就会在极化电压的作用下作定向移动，形成微小电流，将该微小电流通过信号线送到放大器进行放大，再送到积分仪上就能得到色谱数据。

一般来讲 FID 检测器对有机化合物有较高的灵敏度，对氧气、一氧化碳、二氧化碳、水等物质则基本没有响应。



警告

FID 检测器的发射极/点火极上有 250V 的极化高压或较高的点火电流；检测器加热块上有 220V 的加热电压。进行仪器的操作使用时，请注意不要触摸这些部位；进行清洗、更换等仪器日常保养工作时，请注意先关闭仪器的工作电源。

FID 检测器已经成为气相色谱仪最常用的一种检测器。由于 FID 检测器有灵敏度高、线性范围宽、响应速度快、结构简单、维修简单等优点，很受广大分析者的欢迎。这种检测器的优点是在使用水或二硫化碳作溶剂时，不会产生溶剂峰或溶剂峰很小。

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。氢气与载气流量之比影响到 FID 检测器灵敏度和线性，氢气流量大约应该是载气流量的 85%~90%，过大的氢气流量会使噪声提高而影响灵敏度。

空气流量对灵敏度的影响不像载气和氢气那样明显，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，才能保证火焰的正常燃烧，并使燃烧产物顺利排出离子室外。空气流量太小时，氢气和样品燃烧不全会降低 FID 检测器的灵敏度，空气流量过大时也会出现噪声。

GC-7900 气相色谱仪的氢气流量和空气流量在出厂时均已好，用户在使用时一般无须进行流量调整，只须打开或关闭组合阀上的开关阀即可。

FID 检测器是质量型检测器，对样品具有破坏性。检测器的柱外效应几乎为零，所以响应时间只有几个毫秒。对碳氢化合物的敏感度很高，但信号的响应受化合物结构的影响较大。带杂原子化合物的响应信号低，但具有非常宽的线性范围。

筒形的检测器基座在结构上保证了色谱柱与喷口间有极小的柱后死体积，氢火焰喷嘴对地绝缘良好且不易烧裂，由铂丝绕制而成的发射极兼作点火之用，此发射极不应与喷口接触。不锈钢圆筒状收集极对地绝缘良好，且具有较高的收集效果。

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。FID 检测器的喷嘴结构如图 2-8 所示。

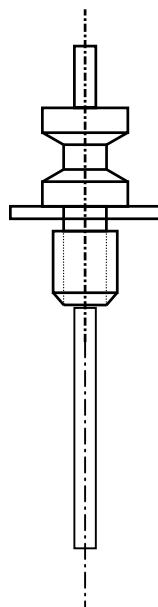


图 2-8 FID 检测器的喷嘴结构

2.4.2 TCD 热导检测器

TCD 检测器有悠久的发展历史。早在气相色谱仪发明以前就被应用于作气体分析了。TCD 检测器灵敏度高、结构简单、操作方便，几乎对所有物质都能产生信号，所以 TCD 在气相色谱仪中作为一种最常用的检测器，得到了最广泛的应用。

GC-7900 气相色谱仪的 TCD 检测器安装在仪器顶部。TCD 检测器是一个不锈钢热导块体，内部加工成对称的两个腔体。四根经过配对选择的钨丝，分别插入 TCD 热导块的两个腔体内，再将装好钨丝的热导块装入保持均匀温度的加热部件内。

两个腔体分别为参比池和测量池，参比池仅通过载气气流，色谱柱溜出的样品组份由载气携带进入测量池。

TCD 检测器的内部结构如图 2-9 所示：

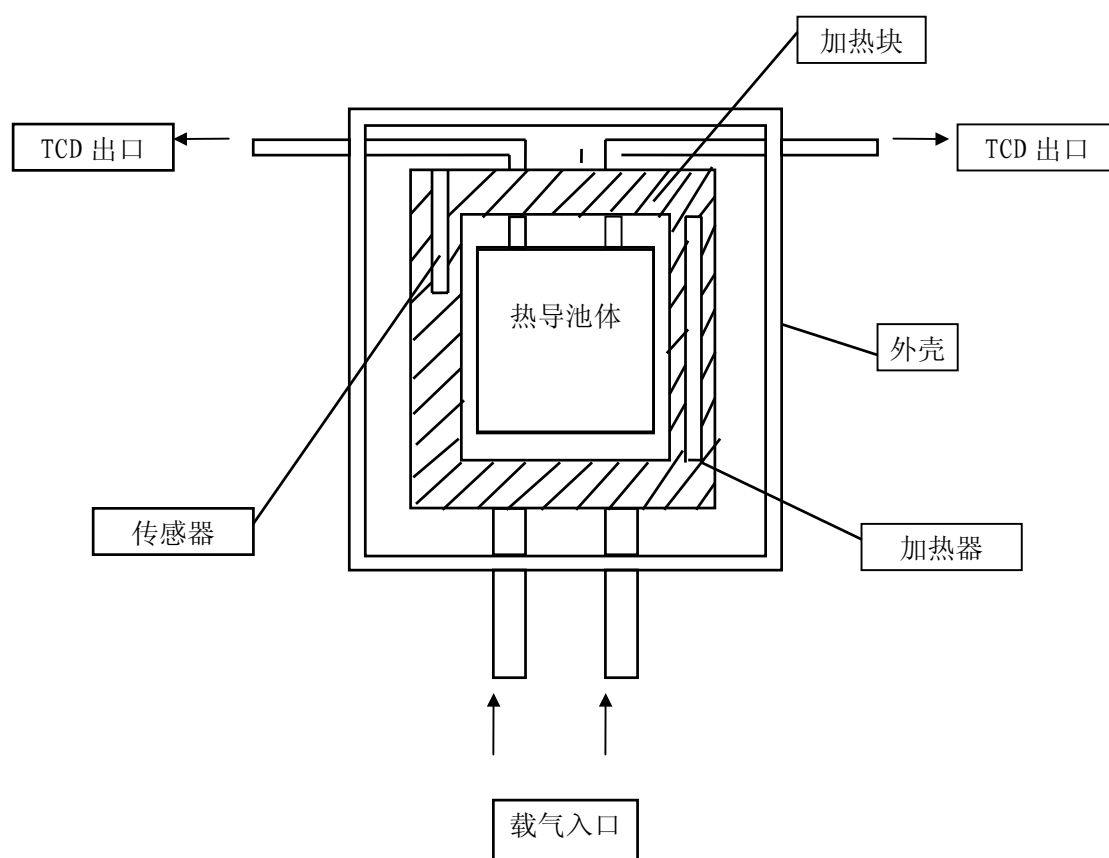


图 2-9 TCD 检测器内部结构

TCD 检测器的工作原理，是以惠斯登电桥的原理为基础的。图 2-10 显示的是 TCD 检测器的工作原理。

在 TCD 检测器的热导块上，有仅流过载气的参比池腔体，和流过色谱柱分离出来的样品 + 载气的测量池腔体。两个腔体内插入 4 根钨丝组成惠斯登电桥，并根据流过钨丝组成的惠斯登电桥上的电流变化，可以测得钨丝表面温度的变化。

物质的热导系数是固定的，并且每种物质的热导系数是有差异的。在样品进入 TCD 检测器之前，参比池腔体和测量池腔体流过相同的载气，因此钨丝组成的惠斯登电桥保持平衡状态，电桥的输出信号是一个恒定值，通常可以通过调零装置使其为零。此时记录仪或积分仪上画出一条零位直线，这条直线称为基线。

如果载气携带样品进入测量池腔体，则由于样品与载气的热导系数不一样，测量池腔体内的钨丝表面温度会起变化，于是钨丝的电阻也起变化，惠斯登电桥的平衡被破坏，电桥的输出信号成为变量，通过积分仪对此变量进行记录，即为样品的色谱峰。

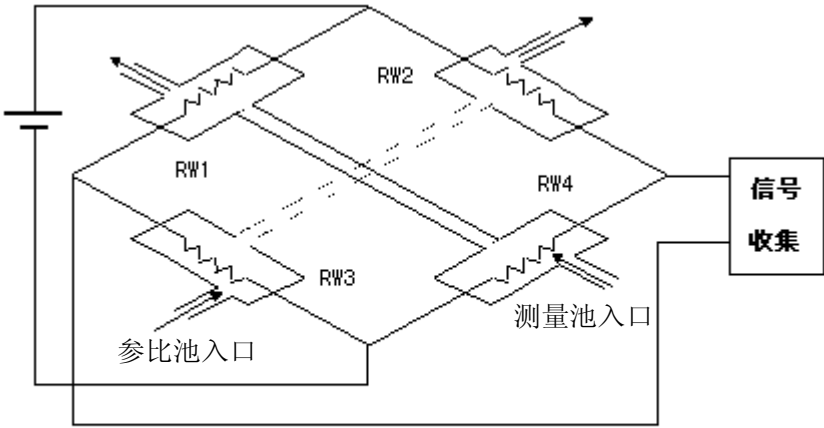


图 8-3 TCD 检测器工作原理示意图

GC7900 气相色谱仪的 TCD 检测器，采用双流路方式。即在 TCD 检测器的两个端口上，分别连接相同规格（固定相的种类、色谱柱的口径和长短尺寸等）的色谱柱，载气流量的设定也相同，这样惠斯登电桥可以获得较好的平衡。

样品注入测量池一侧色谱柱，如果得到的是反峰，可以转换信号的极性（GC7900 的极性切换需要特别安装）。

在 TCD 检测器中, 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, 样品的检测灵敏度也就越高, 下表显示的是几种具有代表性的化合物的热导系数。

表 2-1: 气体和有机蒸汽的热导率 $[10^{-3}\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})]$

化合物		工作温度		化合物		工作温度	
		0℃	100℃			0℃	100℃
无机气体	空气	24	32	卤化物	四氯化碳	——	9
	氢气	174	224		氯仿	7	10
	氦气	146	174		二氯甲烷	7	11
	氮气	24	31		氯甲烷	9	17
	氧气	25	32		溴甲烷	6	11
	氩气	17	22		碘甲烷	5	8
	一氧化碳	23	30		二氟二氯甲烷	8	——
	二氧化碳	15	22		氯乙烷	10	17
	氧化氮	24	——		溴乙烷	7	——
	二氧化硫	8	——		碘乙烷	6	——
	硫化氢	13	——	胺	甲胺	16	——
	二硫化碳	15	——		二甲胺	15	——
	氨	22	33		乙胺	14	——
碳氢化合物	甲烷	30	46		丙胺	13	——
	乙烷	18	31		三甲胺	14	——
	丙烷	15	26		二乙胺	13	——
	正丁烷	13	23		异丁胺	13	——
	异丁烷	14	24		正戊胺	12	——
	正戊烷	13	22		二正丙胺	11	——
	异戊烷	13	——		三乙胺	11	——
	正己烷	13	21	醚	甲乙醚	——	24
	正庚烷	——	18		甲丁醚	——	21
	环己烷	——	18		乙丙醚	——	23
	环己烯	11	20		乙丁醚	——	20
	乙烯	18	31		丙醚	——	19
	乙炔	19	28		异丙醚	——	20
	苯	9	18		丙丁醚	——	18
					丁醚	——	17
醇	甲醇	14	23	酯	醋酸甲酯	7	——
	乙醇	——	22		醋酸乙酯	——	17
酮	丙酮	10	18				

从表中可以看出, 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, 这是因为氢气和氦气与氮气的热导系数差异较大。如果检测氦气时用氢气作载气, 灵敏度反而不高, 因为氢气与氮气的热导系数差异并不大。

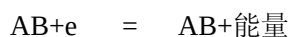
TCD 检测器为浓度型和通用型检测器, 不破坏样品, 可串联其它检测器一起使用。

2.4.3 ECD 电子捕获检测器

ECD 检测器是目前气相色谱仪比较常用的一种检测器，是具有高选择性和高灵敏度的检测器。高选择性是指它只对具有电负性的物质，如含有卤化物，以及过氧化物、硝基化物、金属有机物、甾类化合物、多环芳烃和共轭羰基化合物等，有很高的信号，样品的电负性越强，则所给出的信号越大。ECD 检测器在医药、食品检验、动植物的农药残留量、大气及水质污染等领域得到日益广泛的应用。

GC-7900 气相色谱仪的 ECD 检测器使用 ^{63}Ni 作放射源，封装在电极室里，当载气 (N_2 或 Ar 气) 进入检测器的电极室时，在 β 粒子的轰击下被电离，形成正离子和自由电子。当一个脉冲电压加到这一电极室里的电极上时，就有电离电流流出，形成了基流 (这一基始电流经控制器变换后就成为基频 f_0)。当对电子有亲和力的化学组分进入这一电极室时，形成基流的电子就会被样品组分所捕获而形成负离子。ECD 为浓度型检测器，灵敏度随载气的增大而减小，随脉冲频率的增大而增大。

样品组分捕获电子有以下两种反应机理：



AB 表示样品分子，e 表示电子。

由于这些负离子迁移速度比自由电子的小，因此它们比起自由电子来就更有可能会和载气正离子结合，这样就使电极室里的离子浓度降低，从而电子被一个脉冲所捕获的数量就要降低，因此为了使电室里的电流保持恒定，脉冲频率就增高了 (见下图)。

这样脉冲频率就将与对电子有亲和力的化学组分的浓度成正比

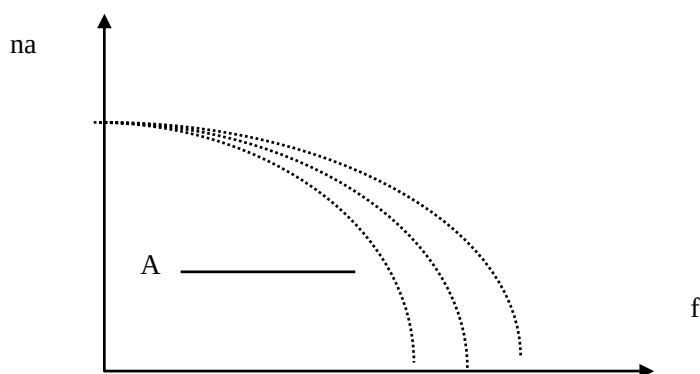
$$\Delta f = f - f_0 = kc$$

f 为脉冲频率

f_0 为载气中不含对电子有亲和力的化学组分时的脉冲频率 (基频)

K 为和电子捕获几率等等有关的一个常数。

C 为对电子有亲和力的化学组分的浓度。



ECD 检测器对亲电子的化合物才有信号，因此更是对电负性的化合物具有选择性，如卤素化合物，硝基化合物，芳烃等，而对一般链状烃无响应。由于电负性化合物包括许多类型，即使同一类型化合物响应也无规律，故对未知的复杂混合物的定性能力不强，在定量分析中一定要用自身的纯物质校正。

ECD 检测器的内部结构如图 2-11 所示：

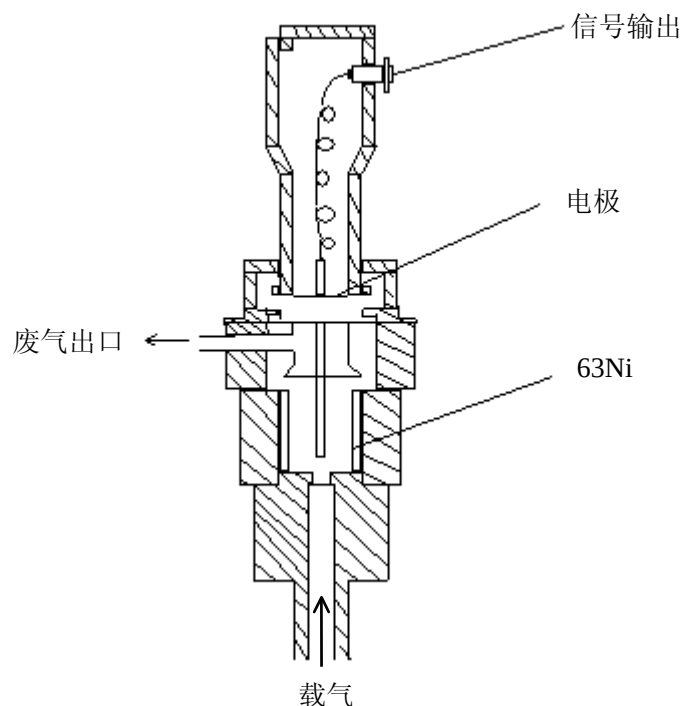


图 2-11 ECD 检测器的内部结构

如果第一次使用 ECD 检测器或长期未用，在使用前就应该接上色谱柱，通入载气，并将电子捕获检测器的尾吹气也打开，将 ECD 检测器进行加热老化（250℃ 以上，48 小时以上）。电子捕获检测器需要使用高纯氮，纯度应大于 99.9995%。ECD 检测器排出的废气必须接到室外，废气管出口的高度应在实验室附近最高建筑物顶 2 公尺以上，因为 ECD 检测器的放射源会产生 β 粒子，并随着载气流出检测器外。

ECD 检测器的灵敏度很高，所以载气中决不能含有氧气等杂质。如果检测器受到严重污染，可以对 ECD 检测器进行清洗，方法是用 100ml 左右的甲醇分三次流过检测室，然后用大量的载气吹干，再将 ECD 检测器加热到 300℃，并使载气流量在 70ml/min 左右对 ^{63}Ni 进行活化，直到 ECD 达到饱和基流。

ECD 检测器对载气的要求比一般检测器更为严格，不但需要纯的气体，有时还需要特殊配比的气体，如使用氩、氮等气体时需加淬灭性气体如：二氧化碳，甲烷等。

为了扩大 ECD 线性、增大基流和防止样品在柱后扩散，ECD 经常加一般辅助气（或称清洗气、冲洗气），辅助气的增加将损失一点灵敏度，但得到了比较理想的色谱图，通常是使用载气作辅助气，载气与辅助气比例为 2.5: 1 和 3: 1 之间。纯氮和氩气加 5% 甲烷都被

认为是最理想的载气，氩气加 5% 甲烷得到的基流与线性比较高，与氮气相比氩气加 5% 甲烷作 ECD 检测器载气的灵敏度也略高一点。

无论使用那一种载气和辅助气，都必须经过严格净化，通过 ECD 检测器的载气和辅助气必须除氧，因为电负性的氧随载气和辅助气进入 ECD 会影响 ECD 性能。氧的存在主要影响基流和灵敏度。

GC-7900 气相色谱仪的 ECD 检测器配有专用的脱氧管，使用 ECD 检测器时必须将脱氧管接在气体净化器后，对载气和尾吹气进行除氧。

2.4.4 NPD 氮磷检测器

NPD 检测器是一种微火焰离子化检测器，它对含氮或磷的有机化合物有很高的灵敏度，故称氮磷检测器或热离子检测器。NPD 检测器属于质量型、选择性检测器。

NPD 检测器基本原理是在 NPD 检测器的喷口上方，有一个被大电流加热的铷珠，铷珠（碱金属盐）受热而逸出少量离子，铷珠上加有-250V 极化电压，与圆筒形收集极形成直流电场，逸出的少量离子在直流电场作用下定向移动，形成微小电流被收集极收集，即为基流。

当含氮或磷的有机化合物从色谱柱流出，在铷珠的周围产生热离子化反应，使铷珠（碱金属盐）的电离度大大提高，产生的离子在直流电场作用下定向移动，形成的微小电流被收集极收集，再经微电流放大器将信号放大，再由积分仪处理，实现定性定量的分析。

NPD 检测器的铷珠在受热状态下发生离子逸出，并与载气、样品相互作用。NPD 检测器的使用过程也是铷珠不断损耗的过程，这与其他检测器有所不同。所以 NPD 检测器的铷珠通常不属于保修范围。

NPD 检测器的工作原理如图 2-12 的框图所示：

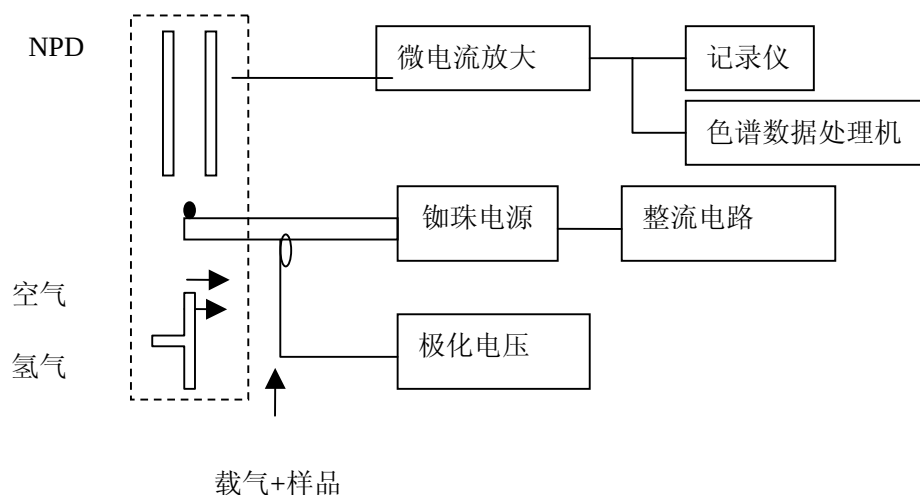


图 2-12 NPD 检测器原理框图

NPD 检测器的结构基本上与 FID 检测器相同，差别在于将 FID 检测器的点火极改变为铷珠，安装在喷口上约 2mm 位置。铷珠引出铂金丝为铷珠加热丝，由直流电源加热。另外铷珠上加有-250V 极化电压与圆筒形收集极形成直流电场。当样品进入离子室时，在极化电压作用下产生离子信号输出。

铷珠的直流电源和-250V 极化电压由 NPD 检测器的电源控制器提供，该电源控制器是一个独立于气相色谱仪的箱体。电源控制器直接由电网供电，并有一个 EL-6 对接插头与 NPD 检测器连接，为铷珠提供可调的直流电流和-250V 极化电压。工作时可以将 NPD 检测器的电源控制器放置于气相色谱仪微机控制器的上部。

NPD 检测器的结构如图 2-13 所示：

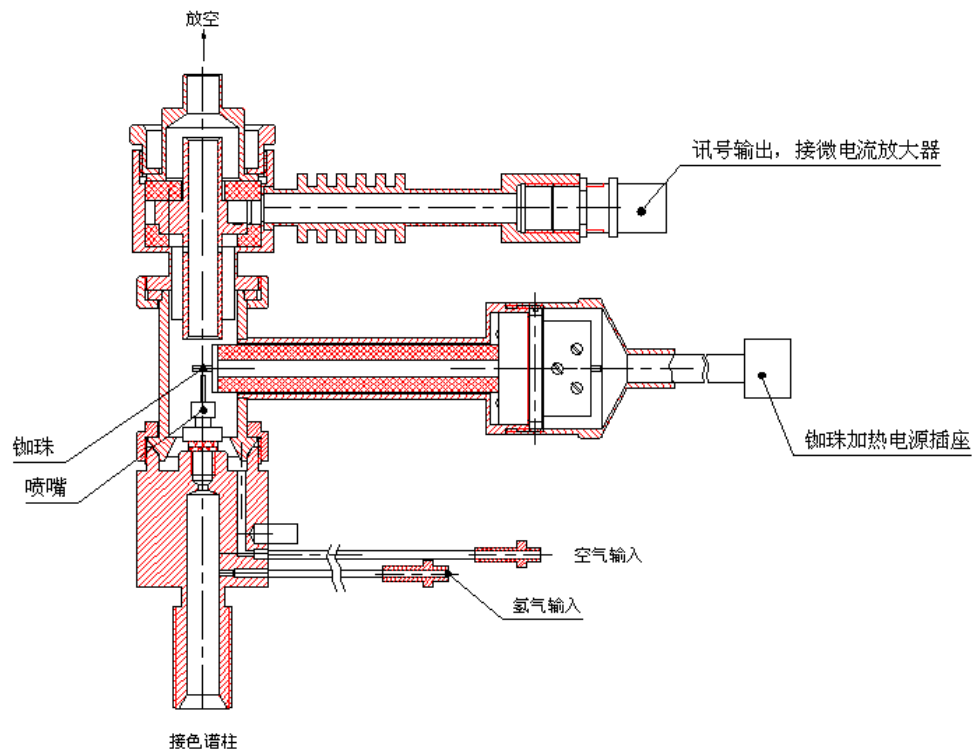
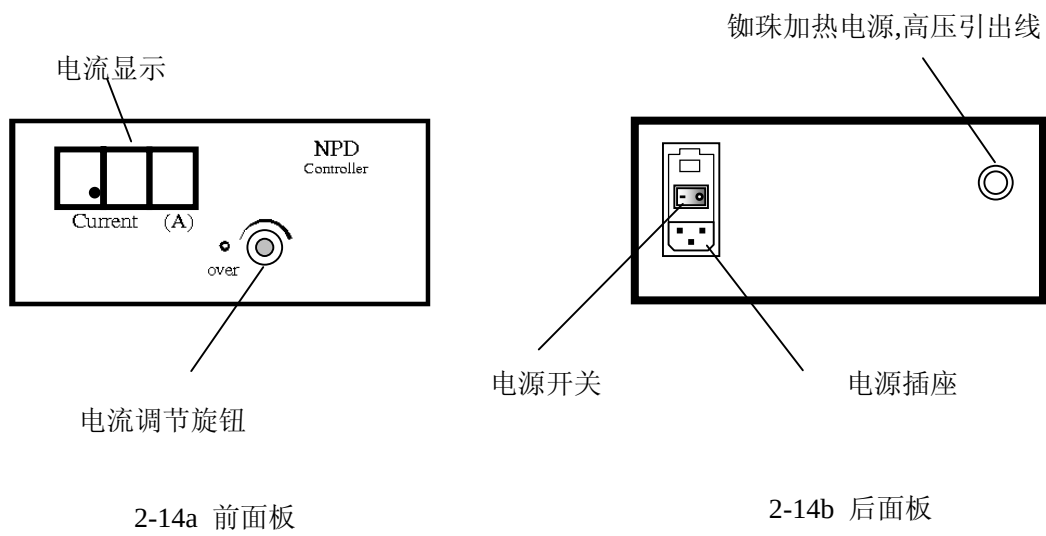


图 2-13 NPD 检测器的结构

NPD 检测器的电源控制器是一个单独部件，由可调式高稳定性铷珠稳压电源和-250V 极化电压组成。铷珠加热电流由电源控制器上的电位器来调节，最大范围在 0.5A~1.7A，该输出电流连续可调，可对铷珠进行老化，并可根据铷珠的损耗情况，调整相应的电流值，使 NPD 检测器的灵敏度处于较佳位置。铷珠的加热电流可以直接从电源控制器的显示屏上读出。如果显示为 1.30A，代表铷珠加热电流为 1.30A。

NPD 检测器的电源控制器结构如图 2-14 所示：



NPD 检测器的基流（未进样时的基始电流）与灵敏度（响应值）有很大关系。通常基流越大，NPD 检测器的灵敏度（响应值）也越高，这是因为 NPD 检测器的基流是由铷珠逸出的离子信号，经过微电流放大器放大后形成的信号。

基流和灵敏度（响应值）的大小与铷珠的损耗情况有关。新的铷珠一般基流较大，使用一段时间后，由于铷珠的不断损耗，基流也会逐渐降低，此时就必须增加铷珠加热电流以提高 NPD 检测器的基流和灵敏度（响应值）。

基流和灵敏度（响应值）的大小与氢气、空气的流量也有一定关系，图 2-15 所示的是基流和灵敏度（响应值）与氢气、空气流量的特性曲线(流速关系)。图中，氢气流量的单位是 mL/min、空气流量的单位是 100mL/min、灵敏度（响应值）的单位是 10^{-12} A。

尽管增加铷珠加热电流或增加氢气流量会提高 NPD 检测器的基流和灵敏度（响应值），但是也会加快铷珠的损耗。所以在使用过程中，应在灵敏度（响应值）足够的情况下，尽量选择较低的铷珠加热电流和氢气流量，降低铷珠的损耗速度。

基始电流的测试方法为：放大器置为 10^8 欧姆，从 NPD 检测器上拔下信号线，观察积分仪并读取电平，再将信号线重新接上，观察积分仪重新读取电平，并计算出两电平的差值。

$$\text{基始电流} = \frac{12 \times \text{电平差值} \times 2^2}{10^8}$$

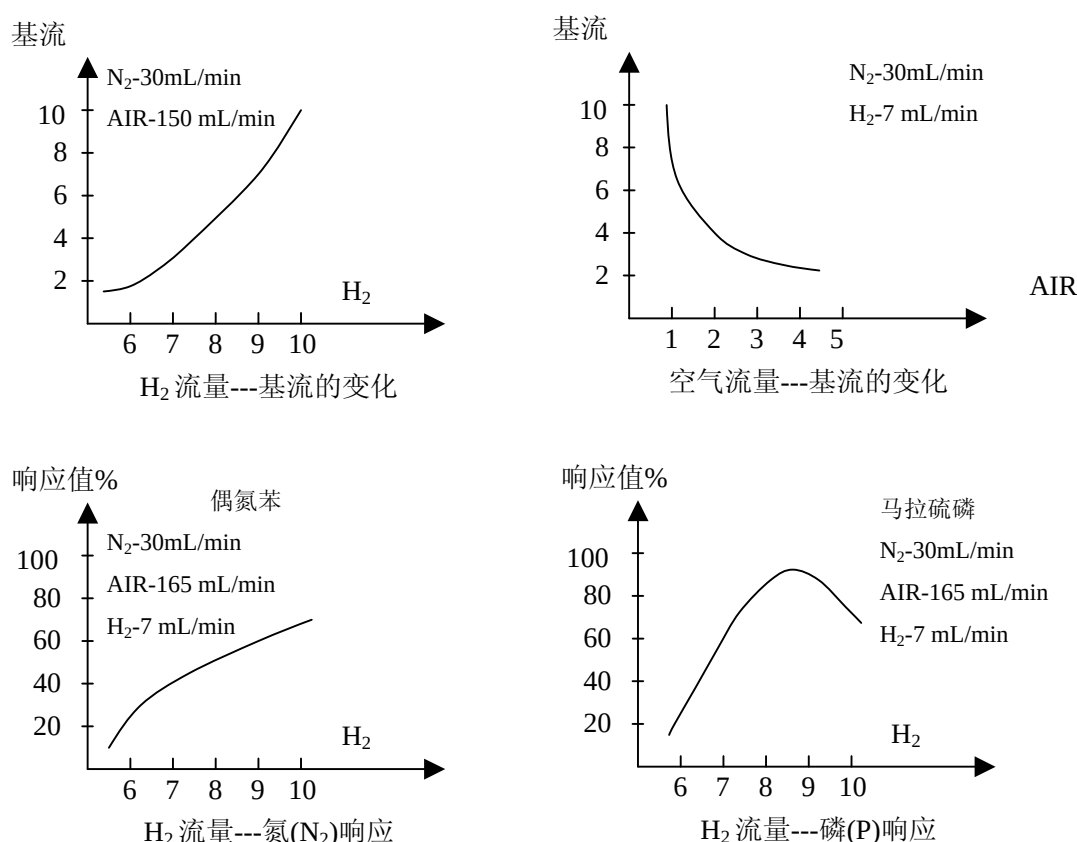


图 2-15 基流、灵敏度（响应值）与氢气、空气流量的特性曲线

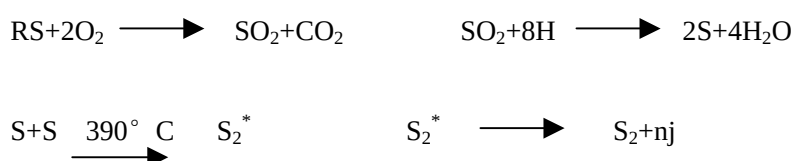
2.4.5 FPD 火焰光度检测器

FPD 检测器是一种高灵敏度和高选择性的检测器，主要用于含硫、磷化合物的检测。当含硫化合物进入火焰形成激发态的 S_2^* 分子，此分子回到基态发射出 320~480nm 的光，其最大发射波长为 394nm。当磷化合物进入火焰形成激发态的 HPO^* 分子，它回到基态发射出 480~580nm 的光，最大波长为 526nm。

FPD 检测器利用元素光谱的强弱与元素在物质中的含量有一定的比例关系来定量分析，并用干涉滤光片滤除干扰光，经过光电倍增管把光讯号转换成电讯号，再由微电流放大器放大，输出的讯号可由色谱数据处理机、色谱工作站等二次仪表进行计算。

在富氢焰中硫磷化合物充分还原，生成激发状态的 S_2^* 分子和 HPD^* 磷碎片，从而产生发射光谱，具体反映机理如下：

1. 硫的响应机理：

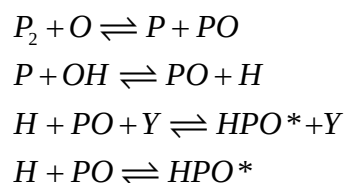


含硫化物在富氢火焰中达到 390° C 温度时，发射能生成激发态的 S_2^* 粒子，当其回到基态时，就发射出波长在 3500-4300Å 的特征光谱，利用相应的干涉滤光片可检测其特征光而进行测量。从反应式可知，发射光强度正比 $[S_2^*]$ ，而 $[S_2^*]$ 与 $[S]$ （即 SO_2 浓度平方）成正比，即 $R = K_1[SO_2]^2$ 。

对该式两边取对数，得 $\log R = \log [SO_2]^2 + K_1$ （R 为响应信号， K_1 为此例常数），证明 FPD 检测器在测硫时线形比较差。

2. 磷的响应机理：

一般认为测磷条件比硫的响应机理简单，也是在富氢焰中首先分解，然后通过以下反映形成激发态的 HPO^* 基团：



因为发射光强度正比于 HPO^* 度，即 $R = K_1(HPO^*)$ ，该式两边取对数得 $\log R = \log HPO^* + K_1$ 。在双对数坐标底上，响应信号对浓度作图即得一直线，其截距为 K_1 ，斜边近似等于 1，由此可见 FPD 检测器在测磷时是比较线性的检测器。

FPD 检测器的内部结构如图 2-16 所示：

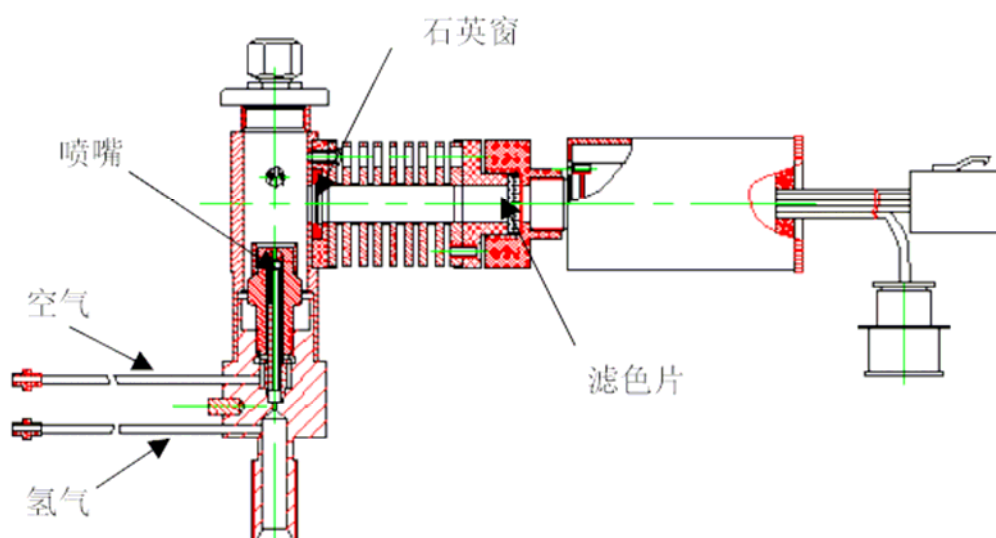


图 2-16 FPD 检测器的内部结构

FPD 检测器的结构可分为单氢火焰和光路系统两部分，喷嘴为不锈钢制成，喷嘴的密封用锥形紫铜密封圈密封，喷嘴上部装有点火极供点火之用。光路部分主要由光导纤维管干涉滤光片，光电倍增管等部件组成，在火焰窗口装有石英玻璃片，起密封、隔热、防水蒸气等作用。FPD 检测器的加热基座采用方形铝块，加热器采用 220V、70W 加热丝，控温组件采用铂电阻，印板的小型方盒内装有光电倍增管、微电流放大、高压源等关键元器件，切勿拆开，以免损坏。

2.5 流量调节部分

在仪器正面右下方，是流量调节部分，由进样器用的载气流量控制阀和检测器用的辅助气流量控制组合阀组成，如图 2-17 所示。

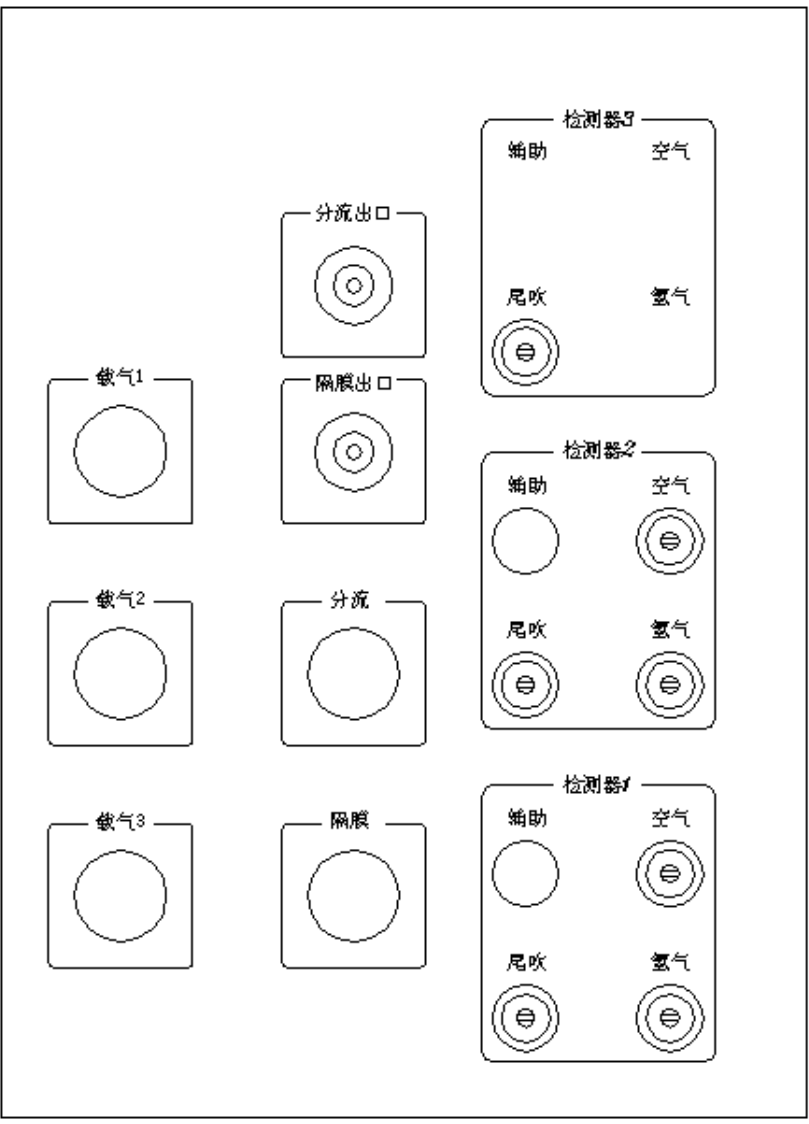


图 2-17 气路系统控制面板

△ 留意事项

GC7900 气相色谱仪根据不同的进样器和检测器配置，流量调节部分安装的气体控制阀也会有所不同。

各部分描述:

名称	描述
载气 1	填充柱进样器 1 的载气稳流阀, 用于调节载气总流量
载气 2	填充柱进样器 2 的载气稳流阀, 用于调节载气总流量
载气 3	毛细管柱进样器载气稳流阀, 用于调节载气总流量
分流	毛细管柱进样器分流控制阀, 用于调节分流流量
分流出口	分流流量放空出口, 可连接皂膜流量计测定分流流量
隔膜清洗	毛细管柱进样器隔膜清洗控制阀, 用于调节隔膜清洗流量
隔膜清洗出口	隔膜清洗流量放空出口, 可连接皂膜流量计测定流量
检测器 1	检测器 1 的组合阀
检测器 2	检测器 2 的组合阀
检测器 3	检测器 3 的组合阀
尾吹	相应检测器的尾吹气开关阀
氢气	相应检测器的氢气开关阀
空气	相应检测器的空气开关阀
辅助	按下时空气流量减少, 便于点火

仪器所配置的进样器和检测器不同, 流量调节部分上安装的控制阀也不同。GC7900 气相色谱仪最多可以配置三个进样器和三个检测器, 所以此处最多可以安装三套载气流量调节部分和三套氢气、空气、尾吹气的流量调节组合。

不同的进样器和检测器, 所配置的流量控制阀也不同。GC7900 气相色谱仪的流量调节部分, 根据相应的进样器和检测器, 有如下几种流量调节阀的组合:

- (1) 填充柱进样器 → 配置: 载气稳流阀
- (2) 毛细管柱进样器 → 配置: 载气稳流阀、分流控制阀 (含放空出口)、隔膜清洗控制阀 (含放空出口)
- (3) FID 检测器 → 配置: FID 组合阀 (含氢气阀、空气阀、尾吹阀、辅助阀)
- (4) TCD 检测器 → 配置: TCD 组合阀 (含尾吹阀)
- (5) ECD 检测器 → 配置: ECD 组合阀 (含尾吹阀)
- (6) NPD 检测器 → 配置: NPD 组合阀 (含氢气阀、空气阀、尾吹阀、辅助阀)
- (7) FPD 检测器 → 配置: FPD 组合阀 (含氢气阀、空气阀、尾吹阀、辅助阀)

△ 留意事项
(1) FID 组合阀和 NPD 组合阀由于配置相同, 所以是同样的阀。辅助阀的作用是为了方便点火。
(2) FPD 组合阀是专用的。

2.5.1 毛细管柱进样器流量调节组合

毛细管柱进样器也被称为分流/不分流进样器，其流量调节组合中包含载气流量控制阀、分流控制背压阀、隔膜清洗控制阀、以及分流放空出口和隔膜清洗放空出口。

使用毛细管柱进样器流量调节组合时，需要将组合中的各个调节旋钮配合起来使用。色谱柱流量使用分流调节旋钮来调节，分流流量使用载气 3 调节旋钮来调节，隔膜清洗流量使用隔膜清洗调节旋钮来调节。逆时针旋转调节旋钮时流量增大，反之减少。

毛细管柱进样器的载气总流量和柱前压力，可以在仪器的显示屏上直接读取，因此无需使用刻度旋钮及柱前压力表。

名称	描述
载气 3	毛细管柱进样器载气稳流阀，用于调节载气总流量
分流	毛细管柱进样器分流控制背压阀，用于调节分流流量。 控制色谱柱的输入压力（柱前压），调节毛细管色谱柱流量的背压阀。逆时针旋转压力、流量增大，反之减少。
分流出口	分流流量放空出口，可连接皂膜流量计测定流量。
隔膜清洗	毛细管柱进样器隔膜清洗控制阀，用于调节隔膜清洗流量。 调节隔膜清洗流量的稳流阀，逆时针旋转流量增大，反之减少。
隔膜清洗出口	隔膜清洗流量放空出口，可连接皂膜流量计测定流量。

2.5.2 填充柱进样器载气流量控制组合

填充柱进样器只需要载气流量控制阀，因此填充柱进样器载气流量控制组合中只包含载气流量控制阀。但是由于 GC7900 气相色谱仪可以同时安装使用两套填充柱进样器，所以在填充柱进样器载气流量控制组合中，有两个载气流量控制阀

载气 1 调节旋钮用来调节进入填充柱进样器 1 及色谱柱的载气总流量；载气 2 调节旋钮用来调节进入填充柱进样器 2 及色谱柱的载气总流量。逆时针旋转调节旋钮时流量增大，反之减少。

在填充柱进样器上安装毛细管柱不分流附件，可以组成不分流进样系统。该不分流进样系统也只需要载气流量控制阀，所以调节流量的方法与填充柱进样器是一样的。

填充柱进样器的载气总流量和柱前压力，均可以在仪器的显示屏上直接读取，因此无需使用刻度旋钮及柱前压力表。

名称	描述
载气 1	填充柱进样器 1 的载气稳流阀，用于调节载气总流量。
载气 2	填充柱进样器 2 的载气稳流阀，用于调节载气总流量。

2.5.3 FID 检测器流量调节组合

GC7900 气相色谱仪有五种检测器可以选配，仪器上有三个检测器流量调节组合的安装位置，即检测器 1、检测器 2、检测器 3，所以最多可以同时安装三套检测器流量调节组合。

FID 检测器的流量调节组合是一个组合阀，可以安装在检测器 1、检测器 2、检测器 3 中任意一个位置，通常情况下安装在检测器 1 的位置。

FID 检测器的流量调节组合阀上有氢气、空气、尾吹、辅助四个控制阀，如下表所述：

名称	描述
检测器 1	检测器 1 的组合阀。
检测器 2	检测器 2 的组合阀。
检测器 3	检测器 3 的组合阀。
氢气	是为 FID 检测器提供氢气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，氢气进入 FID，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
空气	是为 FID 检测器提供空气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，空气进入 FID，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
尾吹	是为 FID 检测器提供尾吹气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，尾吹气进入 FID，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
辅助	按下时空气流量减少，便于点火。 按下该按钮，空气流量减少一半，FID 点火时，按下该按钮会使点火更方便。

2.5.4 TCD 检测器流量调节组合

GC7900 气相色谱仪有五种检测器可以选配，仪器上有三个检测器流量调节组合的安装位置，即检测器 1、检测器 2、检测器 3，所以最多可以同时安装三套检测器流量调节组合。

TCD 检测器的流量调节组合是一个组合阀，通常情况下安装在检测器 3 的位置。

TCD 检测器的流量调节组合阀上有尾吹控制阀，如下表所述：

名称	描述
检测器 1	检测器 1 的组合阀。
检测器 2	检测器 2 的组合阀。
检测器 3	检测器 3 的组合阀。
尾吹	是为 TCD 检测器提供尾吹气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，尾吹气进入 FID，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。

2.5.5 ECD 检测器流量调节组合

GC7900 气相色谱仪有五种检测器可以选配，仪器上有三个检测器流量调节组合的安装位置，即检测器 1、检测器 2、检测器 3，所以最多可以同时安装三套检测器流量调节组合。

ECD 检测器的流量调节组合是一个组合阀，可以安装在检测器 1、检测器 2、检测器 3 中任意一个位置。

ECD 检测器的流量调节组合阀上有尾吹控制阀，如下表所述：

名称	描述
检测器 1	检测器 1 的组合阀。
检测器 2	检测器 2 的组合阀。
检测器 3	检测器 3 的组合阀。
尾吹	是为 ECD 检测器提供尾吹气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，尾吹气进入 FID，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。

2.5.6 NPD 检测器流量调节组合

GC7900 气相色谱仪有五种检测器可以选配，仪器上有三个检测器流量调节组合的安装位置，即检测器 1、检测器 2、检测器 3，所以最多可以同时安装三套检测器流量调节组合。

NPD 检测器的流量调节组合是一个组合阀，可以安装在检测器 1、检测器 2、检测器 3 中任意一个位置。

NPD 检测器的流量调节组合阀上有氢气、空气、尾吹、辅助四个控制阀，如下表所述。

名称	描述
检测器 1	检测器 1 的组合阀。
检测器 2	检测器 2 的组合阀。
检测器 3	检测器 3 的组合阀。
氢气	是为 NPD 检测器提供氢气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，氢气进入 NPD，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
空气	是为 NPD 检测器提供空气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，空气进入 NPD，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
尾吹	是为 NPD 检测器提供尾吹气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，尾吹气进入 NPD，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
辅助	按下时空气流量减少，便于点火，NPD 检测器一般不用。

2.5.7 FPD 检测器流量调节组合

GC7900 气相色谱仪有五种检测器可以选配，仪器上有三个检测器流量调节组合的安装位置，即检测器 1、检测器 2、检测器 3，所以最多可以同时安装三套检测器流量调节组合。

FPD 检测器的流量调节组合是一个组合阀，可以安装在检测器 1、检测器 2、检测器 3 中任意一个位置。

FPD 检测器的流量调节组合阀上有氢气、空气、尾吹、辅助四个控制阀，如下表所述。

名称	描述
检测器 1	检测器 1 的组合阀。
检测器 2	检测器 2 的组合阀。
检测器 3	检测器 3 的组合阀。
氢气	是为 FPD 检测器提供氢气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，氢气进入 FPD，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
空气	是为 FPD 检测器提供空气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，空气进入 FPD，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
尾吹	是为 FPD 检测器提供尾吹气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，尾吹气进入 FPD，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。
辅助	是为 FPD 检测器提供空气的开关和调节的控制阀。 外侧是开关阀，逆时针旋转打开，空气进入 FPD，顺时针旋转到底关闭。内侧可用起子调整流量。

2.5.8 稳压调整部分

稳压调整部分提供气压稳定的载气、空气和氢气给各个进样器及检测器使用，该部分的位置在 GC7900 气相色谱仪背面的左侧下部。仪器出厂时，载气、空气、氢气的稳压阀已调整到合适的输出压力值，一般情况下请用户不要自行调节，必须重新调整时可用一字螺丝刀进行调节。

稳压调整部分的阀的功能如下表所述：

旋钮（阀）	功 能
载气	是提供载气的稳压阀，顺时针旋转压力增加；逆时针旋转压力减少。
空气	是提供空气的稳压阀，顺时针旋转压力增加；逆时针旋转压力减少。
氢气	是提供氢气的稳压阀，顺时针旋转压力增加；逆时针旋转压力减少。

2.6 显示与键盘操作部分

GC7900 气相色谱仪正面右上方为显示与键盘操作部分，使用键盘可以进行各种分析条件的设定，显示部分是一个大型的液晶显示器，可以同时显示控制对象、设置参数、实际状态等大量信息，并可以用图形方式实时显示检测器信号

仪器具有友好的人机对话界面，采用了菜单操作模式，配合一些操作提示，使操作简单易懂。所有通过按键设置的参数，在关机后均会自动保存，不会丢失。再次开机时，仪器会自动按上次保存的参数进行加热和设置。

显示与键盘操作部分各个键的功能如图 2-18 所示。

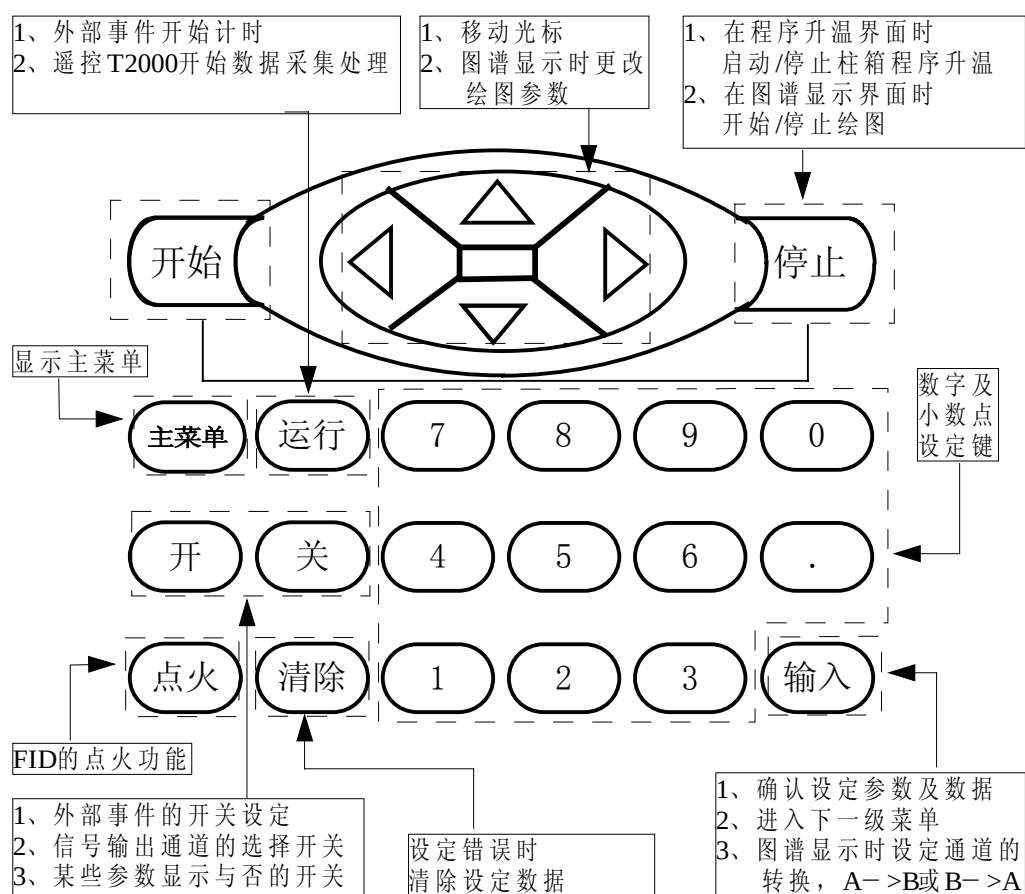


图 2-18 GC7900 控制面板以及各个键的功能

2.6.1 键盘功能

键盘操作部分中，各个按键的种类和功能如下表所述。

按键	功 能
开始	程序升温界面下，启动柱箱的程序升温控制程序。 谱图显示界面下，启动绘图功能。 D-7900 色谱工作站界面下，启动数据采集功能。
停止	程序升温界面下，解除柱箱的程序升温控制程序。 谱图显示界面下，解除绘图功能。
箭头键	移动光标上行、下行、左行、右行键。 在谱图显示界面下，更改绘图参数。
主菜单	显示主菜单的内容。
运行	外部事件开始计时。 色谱工作站开始数据采集。
开、关	外部事件的开关设定。 选择信号输出通道的开关设定。 某些参数是否显示的开关设定。
点火	FID、FPD 检测器点火按键。
清除	清除设定错误的数据。
数字键	输入设定的数据。
输入	确认设定的参数、数据。 进入下一级菜单。 在谱图显示界面下，设定通道的转换。

2.6.2 主菜单

开机或者按[主菜单]键，将进入主菜单界面，如图 2-19 所示：

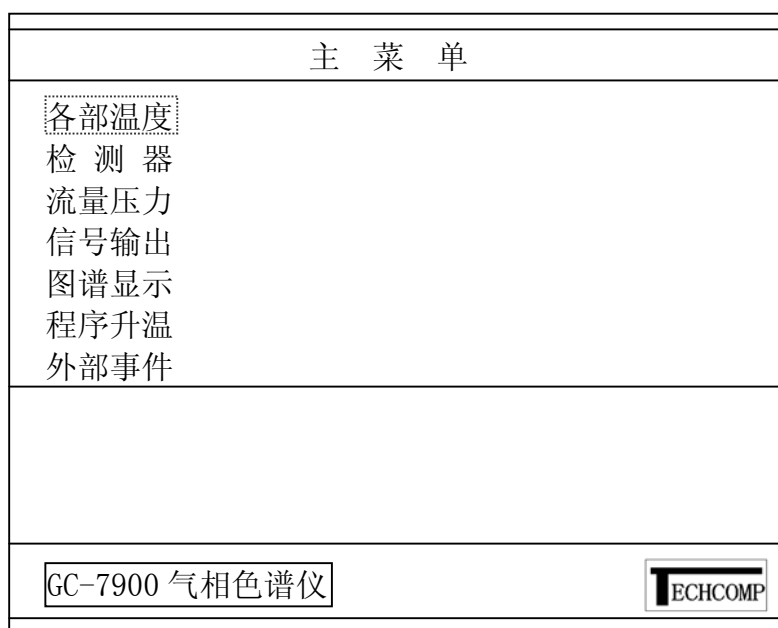


图 2-19 GC7900 主菜单界面

在此界面上可以按[△]、[▽]键移动光标，选择所需的子菜单，再按[输入]键后就可以进入相应子菜单的界面。

例如，按[△]、[▽]键使光标停留在“各部温度”上，再按[输入]键，则仪器显示屏进入“各部温度”的子菜单界面。同理，如果光标停留在“流量压力”上，再按[输入]键，则仪器显示屏进入“流量压力”的子菜单界面。

△ 留意事项
如果要进入图谱显示的界面，请先对信号输出通道进行设定，然后才能进入。

2.6.3 温度设定与显示

将光标移至主菜单的“各部温度”项，再按[输入]键，可以进入温度设定和显示的子菜单界面。该界面的显示内容，将由仪器所安装相应选配件（主要指检测器）所决定。

例如，检测器 1、检测器 2 的位置已安装了检测器，则检测器 1、检测器 2 的温度设定栏会显示数值，可以进行温度的设定；同时实际温度栏也会显示相应检测器的实际温度值。而检测器 3 的位置没有安装检测器，则检测器 3 的温度设定栏会显示“关”，表示不能设定温度。

“辅助区”是备用的一路温度控制，用于扩展仪器功能时，对增加的特殊部件进行温度控制。

各部温度		
部 件	设 定	实 际
柱 箱	0	25
进样器	0	26
检测器 1	0	25
检测器 2	0	24
检测器 3	关	
辅助区	关	
提示信息： 温度范围室温 +5 ~ 399℃ ！		
GC-7900 气相色谱仪		TECHCOMP

图 2-20 GC7900 各部温度界面

在“各部温度”的子菜单界面，利用[△]、[▽]键移动光标，选中需要设定温度的项目，按数字键输入数值，再按[输入]键，即可设定当前项目的温度。如果设定过程中出错，可以按[清除]键来清除已输入的数字。

例如，如果设定柱箱温度为 150℃，可以先移动光标选中“柱箱”，然后按下表所示依次进行设定：

顺序	按键	显示器对应项内容	
1	1	柱 箱	1
2	5	柱 箱	15
3	0	柱 箱	150
4	输入	柱 箱 150	20

进样器与检测器的温度设定方法与柱箱一样。

当温度控制部分发生故障时，微机控制器会自动切断加热电源，同时切断叶轮电机的电源，并在显示屏上显示故障信息。

2.6.4 检测器设定

将光标移至主菜单的“检测器”项，再按[输入]键，可以进入检测器的子菜单界面。该界面的显示内容，将根据色谱仪安装的检测器种类以及数量有所不同。图 2-21 所示的是安装了 FID 氢火焰检测器、ECD 电子捕获检测器、TCD 热导池检测器的检测器子菜单界面。

检 测 器	
氢火焰检测器 电子捕获检测器 热导池检测器	
GC-7900 气相色谱仪	TECHCOMP

图 2-21 GC7900 检测器界面

在此界面上移动光标，选中准备要设定或观察的检测器，再按[输入]键，就可以进入具体的检测器设定界面。

例如，按[△]、[▽]键使光标停留在“氢火焰检测器”上，再按[输入]键，则仪器显示屏进入“氢火焰检测器”的子菜单界面。同理，如果光标停留在“热导池检测器”上，再按[输入]键，则仪器显示屏进入“热导池检测器”的子菜单界面。

FID 氢火焰检测器的子菜单界面如图 2-22 所示。

氢火焰检测器		
温 度 (°C)	150	150
量 程	2	
调 零		
X 轴时间	7.50 分	
信号输出	关	
基流显示	关	
GC-7900 气相色谱仪		TECHCOMP

图 2-22 GC7900 氢火焰检测器界面

此界面上的，“温度”设定和显示的方式，与“各部温度”子菜单界面上的温度设定和显示的方式是一样的。

“量程”设定的范围是：0~4 对应放大器的放大倍数（灵敏度） $10^{10} \sim 10^6$ ，即 0 的放大倍数最大，达 10^{10} 数量级。“量程”的设定方式是：按[△]、[▽]键使光标停留在“量程”上，再按 0~4 之中的一个数字键，最后按[输入]键确定即可。

GC7900 的氢火焰检测器采用自动调零的方式，十分方便。调零的方式是：按[△]、[▽]键使光标停留在“调零”上，再按[输入]键即可，同时仪器显示屏上会出现“已调”字样，表示 FID 氢火焰检测器的输出信号已调整至零点。如果在此状态下再按一次[输入]键，则“已调”字样消失，FID 氢火焰检测器的输出信号恢复原来的初始状态。

“X 轴时间”表示的是图谱显示时，仪器显示屏最多能显示的图谱时间长度。“信号输出”表示了此通道的检测器输出信号的开与关。“基流显示”则显示了此通道的检测器输出信号的数值，方便对仪器的工作情况进行观察。

△ 留意事项
(1) 氢火焰检测器（FID）、火焰光度检测器（FPD）、氮磷检测器（NPD）的设定界面基本相同，设定方式也一样。
(2) 氢火焰检测器（FID）的量程范围是 $10^0 \sim 10^4$ 。 10^0 是 10 的 0 次方的意思，在实际设定中只输入指数部分（0~4）。火焰光度检测器（FPD）、氮磷检测器（NPD）的量程范围有所不同，但是设定方法一样。

ECD 电子捕获检测器的子菜单界面如图 2-23 所示。

电子捕获检测器		
温度 (°C)	150	150
电 流 (nA)	1.0	
X 轴时间	7.50 分	
信号输出	开	
基流显示		452324
GC-7900 气相色谱仪		TECHCOMP

图 2-23 GC7900 电子捕获检测器界面

此界面上的，“温度”设定和显示的方式，与“各部温度”子菜单界面上的温度设定和显示的方式是一样的。

“电流”所显示的是 ECD 电子捕获检测器的脉冲工作电流的幅值，目前固定设置为 1.0nA。

“X 轴时间”表示的是图谱显示时，仪器显示屏最多能显示的图谱时间长度。“信号输出”表示了此通道的检测器输出信号的开与关。“基流显示”则显示了此通道的检测器输出信号的数值，方便对仪器的工作情况进行观察。

GC7900 的电子捕获检测器采用手动调零的方式，调零拨盘在仪器的右侧(参见图 2-1)，调零拨盘从上往下分别对应检测器 1~3 的位置。如果电子捕获检测器被安装在检测器 2 的位置，则对应的调零拨盘应该是从上往下数的第二个。

如果拨动仪器右侧的调零拨盘，可以看到“基流显示”的数值会变化，所以能够很方便的进行 ECD 电子捕获检测器输出信号的零点调整。

TCD 热导池检测器的子菜单界面如图 2-24 所示。

热导池检测器		
温度 (°C)	150	150
电 流	100	
X 轴时间	7.50 分	
信号输出	开	
基流显示		41912
GC-7900 气相色谱仪		TECHCOMP

图 2-24 GC7900 热导池检测器界面

此界面上的，“温度”设定和显示的方式，与“各部温度”子菜单界面上的温度设定和显示的方式是一样的。

“电流”所显示的是 TCD 热导池检测器的钨丝电桥的工作电流，电流的设定范围为 0～200mA，设定方式是：按[△]、[▽]键使光标停留在“电流”上，再按数字键输入数值，最后按[输入]键确定即可。

“X 轴时间”表示的是图谱显示时，仪器显示屏最多能显示的图谱时间长度。“信号输出”表示了此通道的检测器输出信号的开与关。“基流显示”则显示了此通道的检测器输出信号的数值，方便对仪器的工作情况进行观察。

GC7900 的热导池检测器采用手动调零的方式，调零拨盘在仪器的右侧（参见图 2-1），调零拨盘从上往下分别对应检测器 1～3 的位置。由于 GC7900 气相色谱仪的热导池检测器被固定安装在检测器 3 的位置，所以对应的调零拨盘应该是从上往下数的第三个。

如果拨动仪器右侧的调零拨盘，可以看到“基流显示”的数值会变化，所以能够很方便的进行 TCD 热导池检测器输出信号的零点调整。

2.6.5 流量压力的显示

将光标移至主菜单的“流量压力”项，再按[输入]键，可以进入流量压力显示的子菜单界面，如图 2-25 所示。

流量压力		
载气 1 流量 (N ₂)	40	ml/min
载气 2 流量 (N ₂)	0	ml/min
载气 3 流量 (N ₂)	66	ml/min
载气 1 柱前压力	23.7	psi
载气 2 柱前压力	0.0	psi
载气 3 柱前压力	22.8	psi
载气输入压力	44.0	psi
GC-7900 气相色谱仪		

图 2-25 GC7900 流量压力显示界面

在流量压力显示界面上，对应各个进样器，显示各路载气的流量和压力的实时数据。由于 GC7900 采用显示屏显示流量和压力，所以不需要再使用流量计、压力表等传统流量压力显示器件。设定或修改流量压力显示界面上的数值，是通过各个相关调节阀来进行的。

例如，需要调整载气 1（进样器 1）的流量和柱前压力时，只需调节进样器 1 的载气总流量调节阀（参见图 2-17），则可观察到流量压力显示界面上，载气 1 的流量和柱前压力的数值均会随之变化。

△ 留意事项
载气 3（进样器 3）所对应的是毛细管柱进样器，流量和柱前压力的调整相对比较复杂，调节方法请参见章节。

2.6.6 信号输出通道选择

将光标移至主菜单的“信号输出”项，再按[输入]键，可以进入信号输出的子菜单界面。该界面的显示内容，将由仪器所安装相应选配件（检测器）所决定。

例如，如果检测器 1、检测器 2、检测器 3 的位置分别安装了 FID 氢火焰检测器、ECD 电子捕获检测器、TCD 热导池检测器，则信号输出的子菜单界面如图 2-26 所示。

信号输出	
氢火焰检测器	开
电子捕获检测器	开
热导池检测器	关
提示信息： 最多两路信号同时输出！	
GC-7900 气相色谱仪	

图 2-26 GC7900 信号输出界面

因为 D-7900 色谱工作站只能同时处理两个通道的数据，而 GC7900 气相色谱仪最多可以安装 3 个检测器，即同时可以输出三路检测器信号。所以，要选择哪两个检测器的信号输出给 D-7900 色谱工作站。

同时该界面的信号输出的选择，将会影响到各个检测器界面的信号输出与基流显示的状态，还会影响到“图谱显示”的显示方式（是双通道同时绘图还是单通道绘图）。

选择检测器输出信号的设定方式是：按[△]、[▽]键使光标停留在相应的检测器上，再按[开]或[关]键，最后按[输入]键确定即可。

△ 留意事项
在仪器安装三个检测器的情况下，最多只能两个检测器的信号输出为“开”，D-7900 色谱工作站则会自动按序识别两个检测器的信号输出，并进行相关数据的采集和处理。

2.6.7 图谱显示

将光标移至主菜单的“图谱显示”项，再按[输入]键，可以进入图谱显示的子菜单界面。该界面的显示内容，将由信号输出的子菜单中所选择的检测器输出信号所决定。

如果只有一个检测器的信号输出设为“开”，则进入如图 2-27 所示的界面：

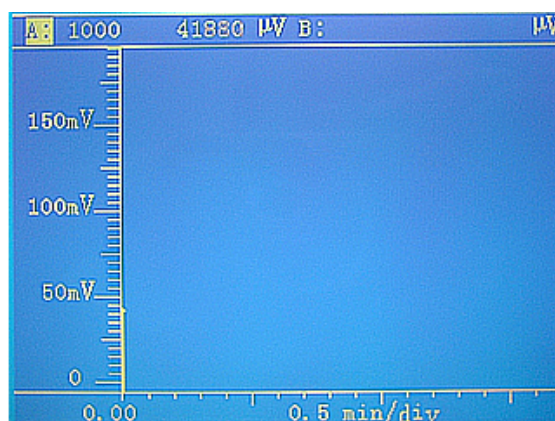


图 2-27 GC7900 单通道信号输出图谱显示界面

如果有两个检测器的信号输出设为“开”，则进入如图 2-28 所示的界面：

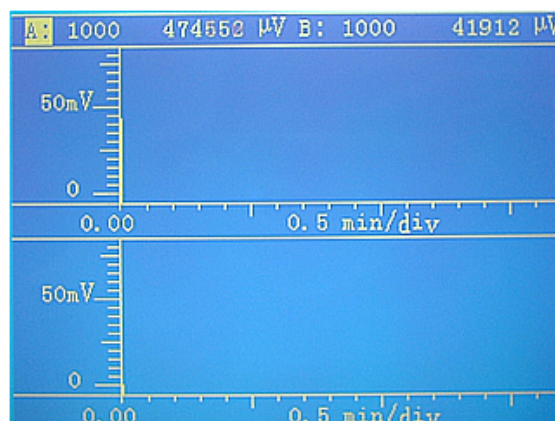


图 2-28 GC7900 双通道信号输出图谱显示界面

在图谱显示的界面，可以用[△]提高 Y 轴的显示范围，用[▽]降低 Y 轴的显示范围；用[▷]提高 X 轴的显示范围，用[◁]降低 X 轴的显示范围。并且在最上一行依次显示了通道编号、Y 轴衰减率、实际信号电压值。

在双通道显示时，上述的调整是针对被选中的通道编号的数据进行的。例如，如果选中的信号输出通道是“B:”，则上述调整是针对的是下半图。

选择信号输出通道是利用[输入]键的反复切换来进行的。如果当前选择的信号输出通道是 A，则按[输入]之后，B 通道成为当前可以调整的对象；相反，如果当前选择的信号输出通道是 B，则按[输入]之后，A 通道成为当前可以调整的对象。

2.6.8 柱箱程序升温

将光标移至主菜单的“程序升温”项，再按[输入]键，可以进入色谱柱箱的程序升温子菜单界面，如图 2-29 所示。

程序升温	
初始温度	0
初始时间	655.35
一阶速率	0.0
一阶温度	0
一阶时间	0.00
提示信息： 温度范围室温 +5 ~ 399℃ ！ 最大时间 650 分 ！ 最大速率 39℃/分	
GC-7900 气相色谱仪	
TECHCOMP	

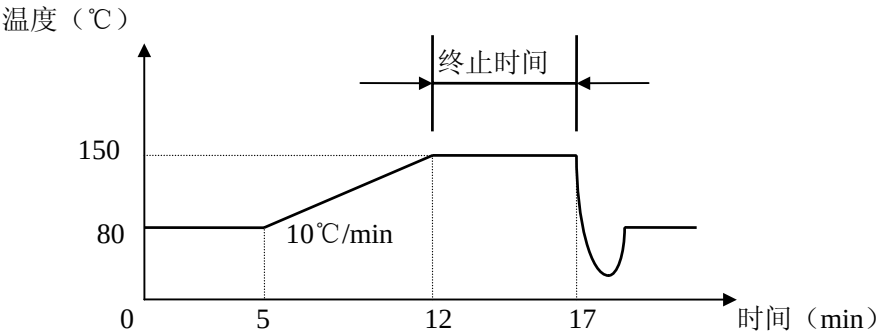
图 2-29 GC7900 色谱柱箱程序升温界面

程序升温的设定也是利用[△]、[▽]键移动光标，选择设定项，再按数字键，最后按[输入]确认设定值。初次设定程序升温时，应该依次设定，也就是按屏幕显示的顺序，由上到下依次进行设定，不可跳过。

在程序升温界面按[开始]键，则开始按设定的程序升温数据进行升温；按[停止]键，可以中途停止程序升温。程序升温结束后，仪器会自动会到初始恒温状态，等待下一次程序升温操作。

程序升温作用主要是分析沸程较宽的复杂样品，使此类样品中不同沸点的组份，随着色谱柱箱的温度逐步上升而依此溜出。色谱柱箱的程序升温曲线如下图所示（一阶）。

GC7900 气相色谱仪采用微机控制温度程序，最多可以设定九阶程序升温，能够充分满足宽沸程复杂样品的分析要求。



名称说明：

- 初始温度 —— 图标 80°C 处
- 初始时间 —— 图标 0—5min 处，即 5min
- 升温速率 —— 图标 10°C/min 处
- 终止温度 —— 图标 150°C 处
- 终止时间 —— 图标 12—17min 处，即 5min

△ 留意事项
(1) 程序升温程序设定后，可以随时修改设定的参数（正在运行的参数除外）。 (2) 程序升温结束后，色谱柱箱温度必须降到低于初始温度 25°C 后（初始温度低于 80°C 的情况除外），才会恢复到初始温度。 (3) 设置了多阶程序升温后，如果需要运行一阶程序升温，可以将二阶终止温度设置为零。如果需要运行二阶程序升温，可以将三阶终止温度设置为零，其余依此类推。

2.6.9 隔膜清洗和外部事件

将光标移至主菜单的“外部事件”项，再按[输入]键，可以进入毛细管柱进样器的隔膜清洗以及外部事件的子菜单界面，如图 2-30 所示。

外部事件是指对其他选配件（例如六通阀等）进行定时控制的一种功能。在外部事件子菜单界面，最多可以自定义三个外部事件。

外部事件				
隔膜清洗	关	0	开	400.00
外部事件 1	关	0	开	400.00
外部事件 2	关	0	开	400.00
外部事件 3	关	0	开	400.00
提示信息： 先设开关 再设时间 ！ 最大时间 650 分 ！				
GC-7900 气相色谱仪			TECHCOMP	

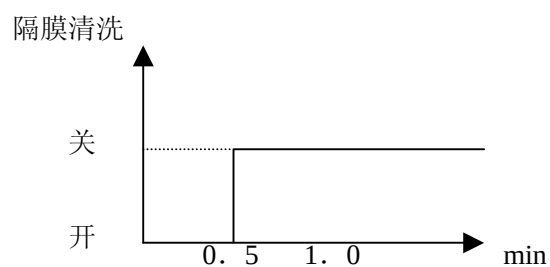
图 2-30 GC7900 外部事件界面

毛细管柱进样器的隔膜清洗以及外部事件的设定的设定方式是：按[△]、[▽]键使光标停留在相应的项目上，再按[开]或[关]键，再按数字键和小数点输入时间，最后按[输入]键确定。

如果按[运行]键可以开始计时，到设定时间将触发毛细管柱进样器的隔膜清洗或者外部事件。

如果色谱柱箱的温度程序与毛细管柱进样器的隔膜清洗时间程序是配合起来一起使用的，则可以按[开始]键，同步启动色谱柱箱的温度程序与毛细管柱进样器的隔膜清洗时间程序。

毛细管柱进样器的隔膜清洗时间程序曲线下图所示的：



名称说明：

分流状态 —— 图标{关}处，即分流状态，隔膜清洗开

不分流时间 —— 图标 0~0.5min 处

不分流状态 —— 图标{开}处，即不分流状态，隔膜清洗[关]

分流时间 —— 图中未标出具体时间值

切换毛细管柱进样器的分流状态或不分流状态（隔膜清洗时间程序），实际上就是切换毛细管柱进样器气路系统中的电磁阀（参见图 2-2、图 2-3），因此在切换过程中可以听到电磁阀的吸合声。

2.7 色谱工作站操作部分

GC7900 气相色谱仪可以通过专用的 D-7900 色谱工作站，对仪器进行反向控制，并且可以同时采集、处理两路检测信号。D-7900 色谱工作站具有友好的人机对话界面，操作非常方便、直观。

在 GC7900 气相色谱仪的附件中，取出 D-7900 色谱工作站的安装光盘，放入事先准备好的 PC 电脑的光盘驱动器中，电脑就会依此跳出有关的对话框，自动引导 D-7900 色谱工作站的安装。

D-7900 色谱工作站安装完毕后，双击电脑桌面上的 D-7900 色谱工作站图标，即可打开 D-7900 色谱工作站，在电脑显示屏上就会出现如图 2-31 所示的操作画面。



图 2-31 D-7900 色谱工作站操作画面

D-7900 色谱工作站操作画面中，各个按键的种类和功能如下面三个表格所述。

按键	功 能
 连接	使 D-7900 色谱工作站与 GC7900 气相色谱仪建立通讯联系。 用附件中的 RS-232 通讯线，将 PC 电脑的 COM 串行口与 GC7900 气相色谱仪的 RS-232 通讯口连接起来，便可建立 D-7900 色谱工作站与 GC7900 气相色谱仪之间的通讯联系。
 查询	D-7900 色谱工作站查询 GC7900 气相色谱仪工作条件设置情况。 按此键，电脑可查询 GC7900 气相色谱仪当前的工作条件设置情况。
 发送	将 D-7900 色谱工作站设置的工作条件发送到 GC7900 气相色谱仪。 按此键，D-7900 色谱工作站会将当前设置的条件发送 GC7900 气相色谱仪，对仪器进行控制。
 点火	FID、FPD 检测器点火按键。
 键盘	选择 D-7900 色谱工作站对 GC7900 气相色谱仪进行控制、或利用 GC7900 气相色谱仪的键盘进行控制。
 开始	启动柱箱的程序升温控制程序、或启动 D-7900 色谱工作站数据采集功能。
 F10 停止	停止 D-7900 色谱工作站的数据采集、并对所采集的数据进行计算处理。
 放弃	放弃 D-7900 色谱工作站的数据采集的按键。使用此键，工作站不对所采集的数据进行计算处理。
	显示数据采集的时间。
 1	选择通道 1 进行数据采集和处理。
 2	选择通道 2 进行数据采集和处理。
	垂直排列通道 1 和通道 2 的数据采集画面。
	平行排列通道 1 和通道 2 的数据采集画面。
	对组分表进行校正。
	显示数据处理报告。

	对图谱进行再处理。
	选择 COM 串行口。
	选择仪器面板显示。
载气输入压力	显示 GC7900 气相色谱仪的载气输入压力。
柱压 1	显示载气 1（进样器 1）的色谱柱前压力。
柱压 2	显示载气 2（进样器 2）的色谱柱前压力。
柱压 3	显示载气 3（进样器 3）的色谱柱前压力。
载气 1	显示载气 1（进样器 1）的色谱柱总流量。
载气 2	显示载气 2（进样器 2）的色谱柱总流量。
载气 3	显示载气 3（进样器 3）的色谱柱总流量。
仪器参数文件	仪器工作条件参数的保存路径。
加载	加载仪器工作条件参数。
保存	保存仪器工作条件参数。
另存	另存仪器工作条件参数。
进样口	进样器温度的设置与显示，包括进样器 1、进样器 2、进样器 3。
隔膜清扫	打勾选中隔膜清扫功能，并设置隔膜清扫时间程序。
柱箱	色谱柱箱温度的设置与显示。
温度程序	打勾选中温度程序功能，并设置色谱柱箱的温度程序。
辅助区	辅助区温度的设置与显示。 辅助区是备用的一路温度控制，用于扩展仪器功能时，对增加的特殊部件进行温度控制。
外部事件	打勾选中外部事件功能，并设置外部事件的时间程序。 外部事件是指对其他选配件（例如六通阀等）进行定时控制的一种功能。
FID 温度	检测器 1（FID）温度的设置与显示。
FID 量程	检测器 1（FID）量程的设置与显示。
FID 调零	检测器 1（FID）自动调零。
通道 1	打勾选择通道 1 为检测器 1（FID）的信号输出，点击“通道 1”键显示相应的数据采集和处理情况。

ECD 温度	检测器 2 (ECD) 温度的设置与显示。
ECD 电流	检测器 2 (ECD) 钨丝工作电流的设置与显示。
通道 2	打勾选择通道 2 为检测器 2 (TCD) 的信号输出, 点击“通道 2”键显示相应的数据采集和处理情况。
NPD 温度	检测器 3 (NPD) 温度的设置与显示。
NPD 量程	检测器 3 (NPD) 量程的设置与显示。
NPD 调零	检测器 3 (NPD) 自动调零。
通道 (灰)	未打勾选中的检测器 3 (NPD) 的信号输出通道。

如果打勾选中温度程序功能, 并点击“温度程序”按键, 则进入温度程序操作画面, 可以设置色谱柱箱的温度程序, 如图 2-32 所示。

根据样品分析的要求, 在温度程序操作画面中分别设置初始温度、初试 (恒温) 时间、N 阶速率、温度、(恒温) 时间后, 点击“确定”, 便设置好了温度程序。

按仪器键盘上的“开始”键, 或点击通道 1、通道 2 数据采集画面上的“开始”键, 便可启动温度程序, 同时在温度程序操作画面的右上方, 会出现相应的温度程序曲线。



图 2-32 D-7900 温度程序操作画面

2.8 技术指标

2.8.1 温度控制

- 1) 色谱柱箱温度控制范围： 室温上 5℃~399℃
温度控制稳定性： 0.5%
程序升温重复性： 2.0%
- 2) 填充柱进样器、毛细管柱进样器
温度控制范围： 室温上 5℃~399℃
- 3) FID 检测器、FPD 检测器、NPD 检测器、TCD 检测器
温度控制范围： 室温上 5℃~399℃
- 4) ECD 检测器
温度控制范围： 室温上 5℃~350℃

2.8.2 FID 氢火焰检测器

- 灵敏度： $D_{FID} \leq 5 \times 10^{-12} \text{g/s}$ (正十六烷)
噪音： $\leq 5 \times 10^{-14} \text{A}$
漂移： $\leq 1 \times 10^{-13} \text{A/30min}$

2.8.3 TCD 热导池检测器

- 灵敏度： $S_{TCD} \geq 10000 \text{mV} \cdot \text{ml/mg}$ (正十六烷)
噪声： $\leq 0.03 \text{mV}$
漂移： $\leq 0.1 \text{mV/30 min}$

2.8.4 ECD 电子捕获检测器

- 灵敏度： $D_{ECD} \leq 3 \times 10^{-14} \text{g/ml}$ (γ-666)
噪声： $\leq 0.015 \text{mV}$
漂移： $\leq 0.05 \text{mV/30min}$

2.8.5 FPD 火焰光度检测器

- 灵敏度： $D_{FPD} \leq 1 \times 10^{-11} \text{g/s}$ (对 P)
 $D_{FPD} \leq 1 \times 10^{-10} \text{g/s}$ (对 S)
基线噪声： $\leq 8 \times 10^{-11} \text{A}$
基线漂移： $\leq 5 \times 10^{-12} \text{A/30min}$

2.8.6 NPD 氮磷检测器

- 灵敏度： $D_{NPD} \leq 5 \times 10^{-12} \text{g/s}$ (对 N)
 $D_{NPD} \leq 5 \times 10^{-13} \text{g/s}$ (对 P)
基线噪音： $\leq 2 \times 10^{-13} \text{A}$
基线漂移： $\leq 4 \times 10^{-13} \text{A/30min}$

第三章 操作使用

3.1 电源开启

GC7900 气相色谱仪的电源开关在仪器左侧后下方。把开关往标有[开]的位置按下，电源即被接通，然后仪器会进行大约 30 秒的初始化检查。初始化检查完成后，按键盘上的“主菜单”键，仪器显示屏将显示如图 3-1 所示的主菜单界面。

主 菜 单	
各部温度 检 测 器 流量压力 信号输出 图谱显示 程序升温 外部事件	
GC-7900 气相色谱仪	

图 3-1 GC7900 主菜单界面

△ 留意事项
在进样垫、石英玻璃衬管的安装、更换工作完成之前，在色谱柱安装完成之前，在载气通入仪器之前，请不要打开电源，并让进样器、检测器、色谱柱箱的温度上升，因为这样有可能对仪器、色谱柱等造成损伤。

3.2 色谱柱箱门的开关方法

色谱柱箱门的下侧有抬板，用左手轻轻往里按住门，同时用右手把抬板向上抬，门锁就会松开。关门时，把门往色谱柱箱的方向轻轻推上，门锁就会扣住。



注 意

打开柱箱的门之前，先确认柱箱的温度已降到接近室温，在高温状态下开门容易烫伤。

3.3 毛细管柱进样器石英玻璃衬管的安装与更换

在出厂的 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱进样器中，已装有石英玻璃衬管。在仪器的附件中，也有石英玻璃衬管的备件。石英玻璃衬管属于易损易耗的配件，如果污染、碎裂等现象，则需要重新安装或更换。

安装或更换石英玻璃衬管请按以下步骤进行。

- (1) 使用尺寸合适的扳手，把毛细管柱进样器的石英玻璃衬管的固定螺帽逆时针方向旋松，取下该螺帽。
- (2) 用镊子夹住进样器内的石英玻璃衬管，垂直向上将其取出。
- (3) 将专用的 O 型密封圈（附件）装在准备换上的石英玻璃衬管上部 2~3mm 的位置上。
- (4) 把新的石英玻璃衬管垂直向下装入毛细管柱进样器内。

(5) 装上固定螺帽。先用手将固定螺帽顺时针方向拧紧，再用扳手旋紧约 1/6 圈。装好之后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气请加力拧紧。但需注意如果紧固过头，石英玻璃衬管会有破损的可能。



警告

安装、更换石英玻璃衬管之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易烫伤。

△ 留意事项

- (1) 在安装、更换石英玻璃衬管时注意不要弄脏石英玻璃衬管的表面和内部，否则会对分析结果产生不良影响。
- (2) 石英玻璃衬管内部如果填有石英棉等，则在更换之前先将色谱柱的输入压力降下来，在高气压下打开进样器，里面的填充物可能会喷出。
- (3) 在已经安装好色谱柱的状态下更换石英玻璃衬管时，为避免色谱柱的性能退化，请务必把柱箱温度降下来。更换结束，柱箱重新升温之前，先用载气把可能混入系统内的空气吹掉。
- (4) 毛细管柱进样器中，根据进样模式不同，使用的石英玻璃衬管种类也不一样，请根据进样模式选择使用石英玻璃衬管。

3.4 进样垫的安装与更换

在出厂的 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱进样器中，已装有进样垫。在仪器的附件中，也有进样垫的备件。进样垫属于易损易耗的配件，多次进样后就需要重新安装或更换。

进样垫的安装、更换请按以下步骤进行。

- (1) 用手逆时针方向转动取下进样垫的固定螺帽。
- (2) 取下旧的进样垫时，用镊子等较为容易取出。
- (3) 把新的进样垫放入进样器中，请尽量用镊子，不要用手直接触摸进样垫。

(4) 装上进样垫固定螺帽，顺时针方向拧紧，固定进样垫。这时如果用力过头，注射器的针就不容易插进去，这是造成注射器的针弯曲或折断的原因，但是不拧紧又会引起漏气。因此请掌握力度用手轻轻拧到合适的位置，以既不漏气又容易进针为准。



警告

安装、更换进样垫之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易烫伤。

△ 留意事项

- (1) 在安装、更换进样垫时，注意不要弄脏进样垫的表面，否则会对分析结果产生不良影响。
- (2) 石英玻璃衬管内部如果填有石英棉等，则在更换进样垫之前先将色谱柱的输入压力降下来，在高气压下打开进样器，里面的填充物可能会错位或喷出。
- (3) 在已经安装好色谱柱的状态下更换进样垫时，为避免色谱柱的性能退化，请务必把柱箱温度降下来。更换结束，柱箱重新升温之前，先用载气把可能混入系统内的空气吹掉。

3.5 毛细管色谱柱的安装

3.5.1 毛细管柱架的安装

为了将毛细管色谱柱安装在柱箱内，必须使用附件中的毛细管柱架，请按照以下步骤安装毛细管柱架。

- (1) 用左手轻轻往里按住门，同时用右手把门右侧下方的抬板向上抬起，打开柱箱的大门。
- (2) 将毛细管柱架放入柱箱内部。

 警 告
在挡板的背后，有风扇和加热丝的工作电源（AC220V），如果将毛细管柱架挂在指定位置以外的地方，可能会导致被风扇卷进去或引起触电事故，因此请务必安装在指定位置。

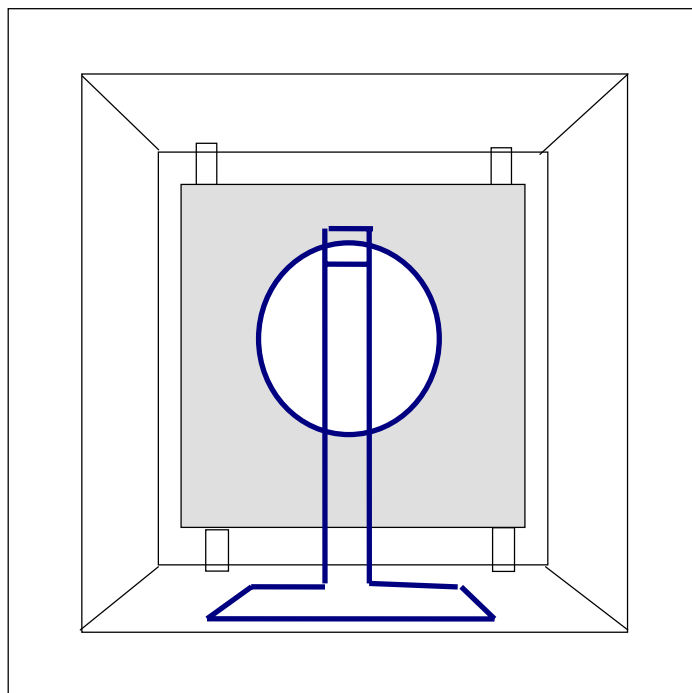


图 3-2 毛细管色谱柱架的安装

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。不要让毛细管色谱柱的任何部位碰到柱箱内壁。毛细管柱架在柱箱内的位置，以及毛细管柱在悬挂在毛细管柱架上，如图 3-2 所示。

3.5.2 安装毛细管色谱柱的准备

请使用 GC7900 气相色谱仪专用的螺帽和石墨垫圈，将柔性石英毛细管色谱柱与进样器及检测器连接，石墨垫圈的选择根据使用的色谱柱口径尺寸决定。

毛细管色谱柱穿过石墨垫圈时，石墨垫圈的碎屑可能会附在色谱柱前端上。为防止碎屑进入、堵塞色谱柱以及由此引起峰的拖尾，在安装毛细管色谱柱之前，请依照以下步骤进行处理（参照图 3-3）。

(1) 把毛细管色谱柱穿过毛细管柱螺母和石墨垫圈，与毛细管柱进样器及检测器连接安装时，石墨垫圈的尖端朝上。

(2) 用锋利小刀在毛细管色谱柱前端数毫米的地方划出伤痕，再用手指轻轻将其掰断。

 警 告
在切断毛细管色谱柱时，可能有碎片飞起，为防止伤害眼睛，请戴好安全眼镜进行操作。此外请注意不要划伤手指和损坏色谱柱。

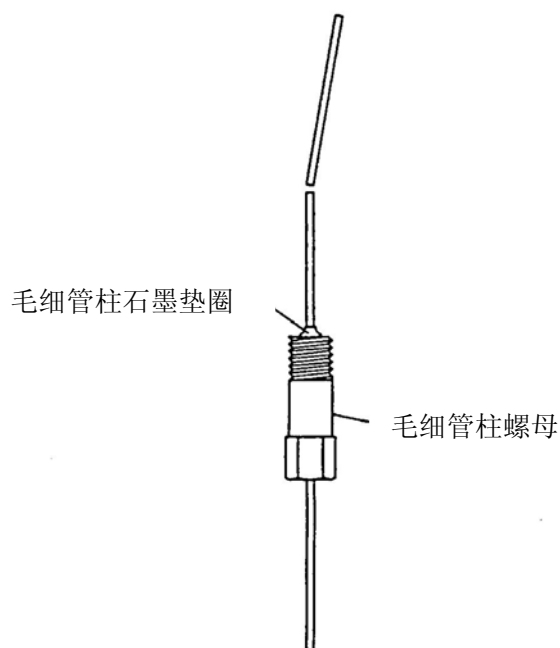


图 3-3 毛细管色谱柱的切断及石墨垫圈的尖端方向

3.5.3 毛细管色谱柱与毛细管柱进样器的连接安装

- (1) 将毛细管色谱柱架安装在色谱柱箱内。
- (2) 将安装在进样器一侧的色谱柱前端穿进毛细管柱螺帽和石墨垫圈, 石墨垫圈的尖端朝向色谱柱前端 (进样器方向), 然后切去少许色谱柱 (参照 3.5.2 小节)。
- (3) 让色谱柱前端伸出石墨垫圈的尖端约 12mm, 用记号笔或涂改液在螺帽底部位置的色谱柱上做个记号。

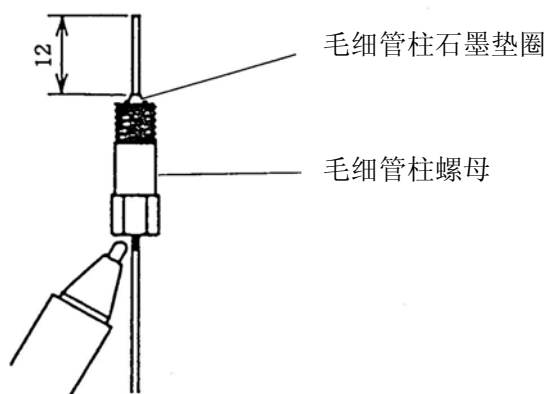


图 3-4 毛细管色谱柱的长度

- (4) 把毛细管色谱柱垂直的插入毛细管柱进样器的色谱柱安装部位, 让色谱柱上的记号位置与毛细管柱螺母底部达到一致, 再用手将毛细管柱螺母拧紧, 然后使用扳手旋转 1/4 圈。最后进行探漏检测, 确认无漏气现象, 如果漏气, 再稍稍拧紧一点, 直到不漏气为止。

3.5.4 毛细管色谱柱与 FID 检测器的连接安装



警告

- (1) GC7900 气相色谱仪 FID 检测器的喷嘴上加有 $\pm 200\text{V}$ 的极化电压。因此金属制的或者镀有金属外层的毛细管色谱柱不能直接使用，否则会引起触电事故。请使用金属毛细管色谱柱的专用连接件。
- (2) 在加热丝挡板的背后，有风扇和加热丝的工作电源（AC220V），如果把手指或金属类物品插入加热丝挡板的背后，可能会导致被风扇卷进去或触电事故，因此请务必加以注意。

将毛细管色谱柱与 FID 检测器连接安装之前，请先把附件中的 FID 检测器用毛细管色谱柱过渡接头，装在 FID 检测器上。

(1) 把 6.5mm 柱螺母和石墨垫圈穿进 FID 检测器用的毛细管色谱柱过渡接头，石墨垫圈的尖端向上（FID 检测器方向）。

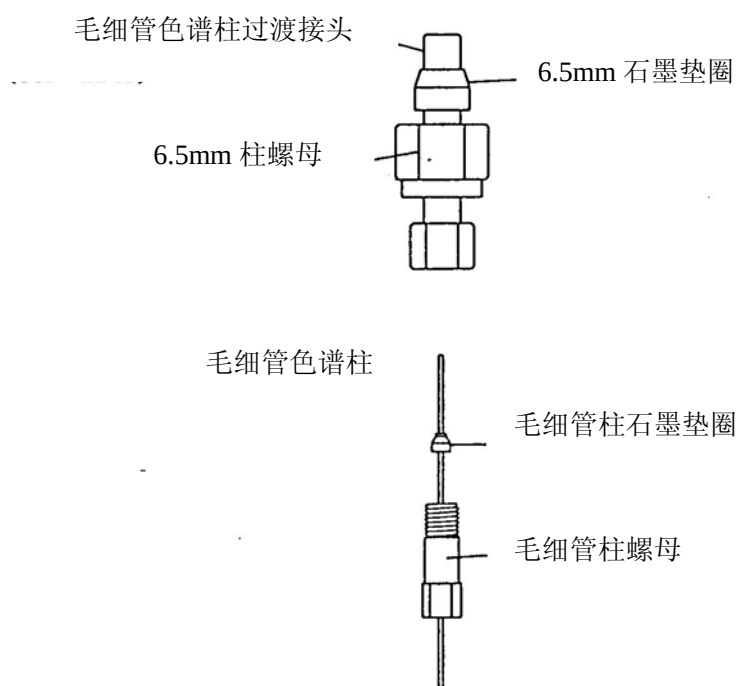


图 3-5 FID 检测器的毛细管柱过渡接头

- (2) 将过渡接头垂直地装入 FID 检测器中，用手将 6.5mm 柱螺母拧紧。
- (3) 再用扳手紧固 1/4~1/2 圈。
- (4) 将安装在检测器一侧的毛细管色谱柱前端穿进毛细管柱螺母和石墨垫圈，石墨垫圈的尖端朝向色谱柱前端（FID 检测器方向），然后切断少许色谱柱先端。
- (5) 把毛细管色谱柱垂直平稳地插入过渡接头，当色谱柱的前端顶着喷嘴时，先用手拧紧毛细管柱螺母，然后把色谱柱退下来约 1mm 左右，再用扳手紧固约 1/4 圈。
- (6) 最后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气，再稍稍拧紧一点直到不漏气为止。

△ 留意事项
在其它检测器上安装毛细管色谱柱时，可以参照 FID 检测器的毛细管色谱柱安装方法。

3.6 不锈钢填充色谱柱的安装

在 GC7900 气相色谱仪上，安装 3mm、4mm 的填充色谱柱需要使用过渡接头；安装 5mm、6mm 的填充色谱柱不需要使用过渡接头，可以直接装在填充柱进样器的接头上。

3.6.1 不锈钢填充色谱柱用进样器过渡接头的安装

 警 告
安装、更换过渡接头之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易引起烫伤。

- (1) 把 6mm 柱螺母和石墨垫圈穿进进样器的过渡接头，石墨垫圈的尖端向上（进样器方向）。
- (2) 将过渡接头垂直地插入进样器到底，并用手将 6mm 柱螺母拧紧。
- (3) 再用扳手紧固 1/4~1/2 圈。
- (4) 安装好色谱柱后进行探漏试验，确认无漏气现象。如果漏气，再加力拧紧一点直到不漏气为止。

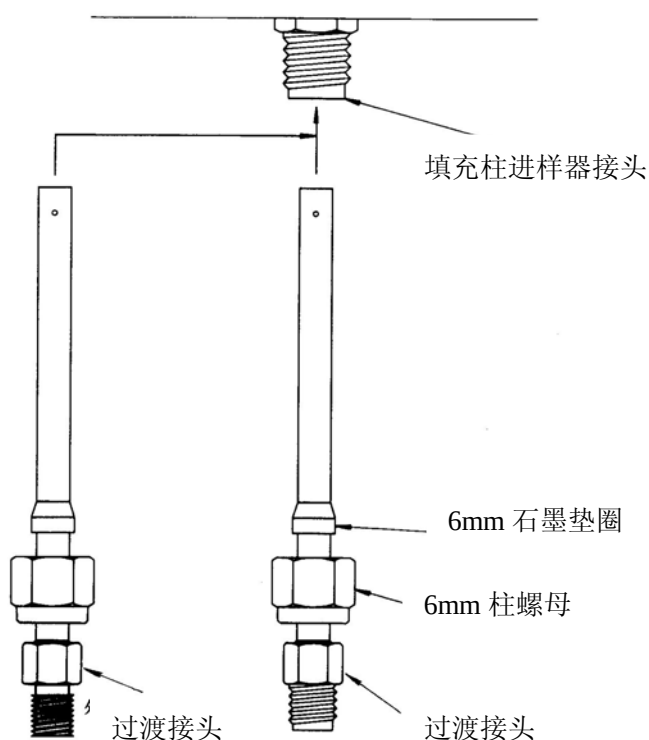


图 3-5 填充柱进样器过渡接头

3.6.2 不锈钢填充色谱柱用的 FID 检测器过渡接头的安装

在 GC7900 气相色谱仪上，安装 3mm、4mm 的填充色谱柱需要使用过渡接头；安装 5mm、6mm 的填充色谱柱不需要使用过渡接头，可以直接装在检测器的接头上。

 警 告
安装、更换过渡接头之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易引起烫伤。

(1) 把密封螺帽和石墨垫圈穿进 FID 检测器过渡接头，石墨垫圈的尖端向上（FID 检测器方向）。

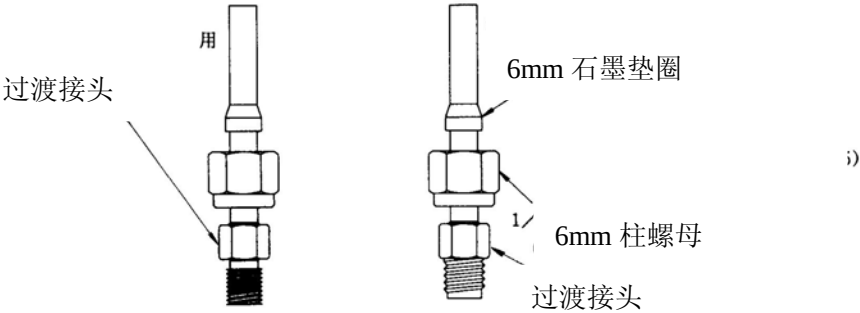


图 3-6 填充色谱柱用的 FID 检测器过渡接头的安装

- (2) 将过渡接头垂直地插入 FID 检测器到底，并用手将 6mm 柱螺母拧紧。
- (3) 再用扳手紧固 1/4~1/2 圈。
- (4) 安装好色谱柱后进行探漏试验，确认无漏气现象。如果漏气，再加力拧紧一点直到不漏气为止。

△ 留意事项
在其它检测器上安装填充柱过渡接头时，可以参照 FID 检测器的填充柱过渡接头安装方法。

3.6.3 不锈钢填充色谱柱的安装

安装不锈钢填充色谱柱之前，先将进样器、检测器的过渡接头安装好（参照 3.6.1～3.6.2 小节）。外径 5mm、6mm 的不锈钢填充色谱柱不需要过渡接头，可以直接装在检测器的接头上。

 警 告
安装、更换色谱柱之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易引起烫伤。

- (1) 将 3mm、4mm 柱螺母和石墨垫圈穿进不锈钢填充色谱柱，石墨垫圈的尖端向上。
- (2) 将填充色谱柱垂直地插入过渡接头，当色谱柱的前端顶到底时，先用手拧紧柱螺母，然后把色谱柱退下来约 1mm～2mm 左右，再用扳手紧固约 3/4 圈。

 注 意
安装不锈钢填充色谱柱时不可将色谱柱顶死，否则拧紧密封螺母后色谱柱的先端有可能会膨胀，不仅影响分析结果，还可能使色谱柱无法拆下。

- (3) 最后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气，再加力拧紧一点直到不漏气为止。

 注 意
不能将密封螺帽拧紧过头，否则反而容易引起漏气。

△ 留意事项
(1) 取下的色谱柱再次安装时，用手拧紧之后，再用扳手再增加紧固约 1/4 转即可。
(2) 如果原来的石墨垫圈已损坏，请更换新的石墨垫圈。

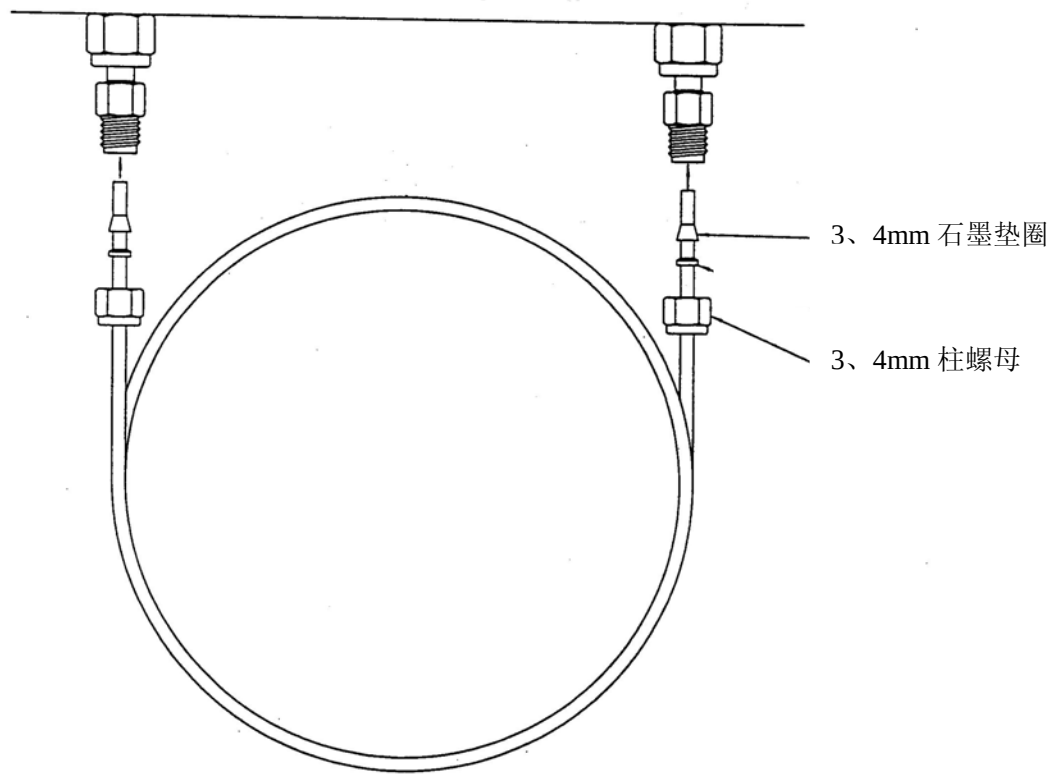


图 3-7 不锈钢填充色谱柱的安装

3.6.4 玻璃填充色谱柱的安装

GC7900 气相色谱仪专用的玻璃填充色谱柱（外径 6mm），可以直接安装在进样器和检测器上，不需要使用过渡接头。

安装玻璃填充色谱柱时，请使用石墨垫圈，在绝缘性和耐高温性方面，石墨垫圈有它的优越性，不过硅橡胶 O 型圈密封性好，比较容易安装玻璃填充色谱柱。

 警 告
安装、更换色谱柱之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易引起烫伤。

- (1) 首先在色谱柱的两穿进密封螺帽和石墨垫圈。
- (2) 把色谱柱的两端，分别插入进样器和检测器。
- (3) 把色谱柱顶到底后，再退出 1~2mm，用手把密封螺帽拧紧。
- (4) 如果使用石墨垫圈和密封螺帽，用扳手拧紧约 1/2 圈；如果是硅橡胶 O 型圈，用手的力量就足够了。
- (5) 最后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气，再加力拧紧一点直到不漏气为止。

△ 留意事项
(1) 请选用专用的玻璃色谱柱，玻璃色谱柱的尺寸如果不对，将不能安装。
(2) TCD 检测器上不能安装使用玻璃填充色谱柱。
(3) 安装玻璃填充色谱柱时，密封螺帽不可拧紧过度，否则可能引起玻璃填充色谱柱碎裂。

3.7 气体流量的设定

3.7.1 分流进样时载气流量的设定

进行分流进样时，请把供应给仪器的载气压力（气瓶减压阀）设定在 $3.5\text{kg} / \text{cm}^2 \sim 4\text{kg} / \text{cm}^2$ 。

进行分流进样时，请使用载气流量调节部和分流/不分流进样器流量调节部中，下述的 3 个旋钮调节载气流量。

分流进样时载气流量的设定

气体流量调节	使用的调节旋钮种类
色谱柱流量	[分流] 调节旋钮
分流流量	[载气 3] 调节旋钮
隔膜清洗流量	[隔膜] 调节旋钮

色谱柱流量

毛细管色谱柱最合适的柱流量，可以根据色谱柱的内径、长度以及载气的种类，大致得到判定。通过绘制坐标图的方式可以求得相应的 HETP 曲线，用氮作为载气时的 HETP 曲线如图 3-8 所示。

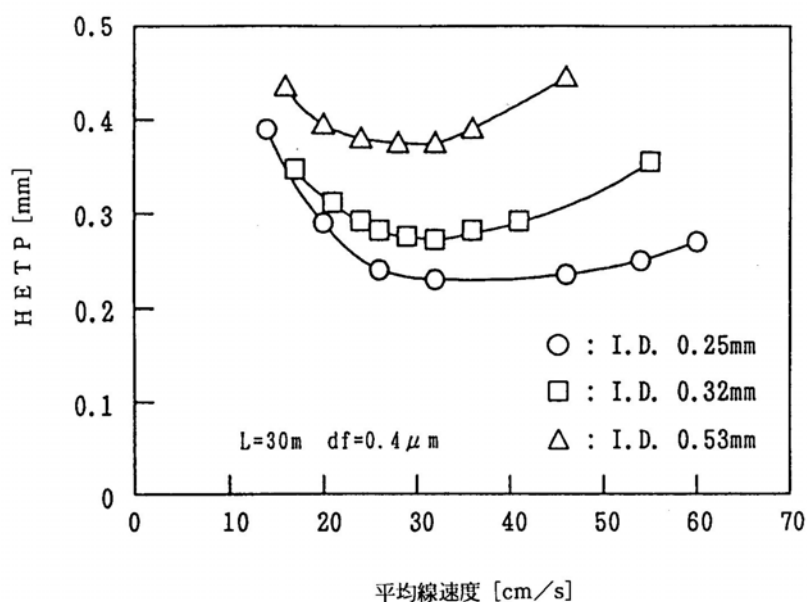


图 3-8 HETP 曲线

所谓 HETP 是指理论段数为 1 时所对应的色谱柱长度，该值越小，色谱柱的性能越好。线速度是指单位时间内载气在色谱柱内移动的距离，与色谱柱流量有下列的关系。

$$\text{色谱柱流量}[\text{ml}/\text{min}] = \text{线速度}[\text{cm}/\text{s}] \times 60[\text{s}/\text{min}] \times \text{色谱柱截面积}[\text{cm}^2]$$

从图 3-8 中可以看出，氦气为载气时，平均线速度为 30cm/s 时，HETP 的值最小，且与毛细管色谱柱的内径没有关系。

在下表中，列出了色谱柱长度为 30cm、平均线速度为 30cm/s 时色谱柱输入压力（柱前压）的值。如果色谱柱长度增加一倍，为得到相同的线速度色谱柱输入压力（柱前压）也需要增加一倍左右，其他长度的色谱柱也可参考。

以上所述均为大约数据，如果需要准确的平均线速度请参照流量测定的有关章节进行测量。

此外由于色谱柱流量是由背压阀调节控制的，柱箱升温时流量会随着色谱柱温度上升而减少，因此推荐在合适的色谱柱温度下设定色谱柱流量。

平均线速度为 30cm/s 时的色谱柱输入压力
(载气：氦气 色谱柱温度：40℃ 色谱柱长度：30m)

色谱柱内径	色谱柱输入压力（柱前压）	流量
0.25mm	95Kpa (0.97kgf/cm ²)	1.4ml/min
0.32mm	49Kpa (0.50kgf/cm ²)	1.8ml/min
0.53mm	23Kpa (0.23kgf/cm ²)	4.5ml/min

分流流量

毛细管色谱柱因容积小的缘故，对样品的进样量是有限制的，因此只能把样品的一小部分进入色谱柱，其余部分由分流气体排出仪器外。

在下表中，列出了各种规格的毛细管色谱柱允许的进样量。请根据样品的浓度和色谱柱的种类设定分流流量，防止进样量过大引起色谱柱的饱和、损坏。

毛细管色谱柱的种类及其允许进样量

色谱柱内径	液膜厚度	每次允许进样量
0.53mm	1.0~5.0um	1000ng~4000ng
0.32mm (0.35mm)	1.0um~5.0um	400ng~2000ng
	0.25um~0.5um	150ng~300ng
	0.1um~0.2um	60ng~150ng
0.25mm	1.0um~1.5um	300ng~450ng
	0.25um~0.5um	100ng~200ng
	0.1um~0.2um	40ng~100ng



警告

如果用分流进样方式分析有害样品，请把分流失空处排出的气体通入适当的过滤收集装置，或引到室外排放，避免对操作人员造成伤害。

隔膜清洗流量

进样垫在高温状态下可能挥发化学成分，要是进入毛细管色谱柱会影响分析结果。设置隔膜清洗功能，让载气气体带走可能挥发的化学成分，就是为了防止这种现象发生。使用 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱分流/不分流进样器时，请设置 3~5ml/min 的隔膜清洗流量。

各个流量的设定，按下列步骤进行。

(1) 选择外部事件子菜单画面中的“隔膜清洗”项，确认是否显示[开]，如果显示[关]，请设置为[开]。

(2) 把毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮逆时针旋转，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示为 0。

(3) 把毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮顺时针旋转到底，关闭隔膜清洗。

(4) 把皂膜流量计接到[分流出口]，旋转打开载气流量调节部的[载气 3]旋钮，调节载气流量（总流量 = 色谱柱流量 + 分流流量 + 隔膜清洗流量）。

(5) 调节色谱柱流量。顺时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示的数值符合希望的色谱柱输入压力（柱前压）。

(6) 然后调节隔膜清洗流量。把皂膜流量计接到[隔膜出口]，逆时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮，测定并使隔膜清洗流量符合要求。

(7) 分析开始之前，请参照[平均线速度的测定方法]一节测定线速度。如果需要调整线速度时，请用毛细管柱进样器流量调节部分的[分流]旋钮来调节。

平均线速度的测定方法

注入不会被色谱柱吸附的样品（通常用甲烷），把得到的该样品的保留时间代入下式，求出平均线速度。

$$\text{平均线速度}[\text{cm/s}] = \frac{\text{色谱柱长度}[\text{m}] \times 100[\text{cm/m}]}{\text{甲烷的保留时间}[\text{min}] \times 60[\text{min}]}$$

色谱柱流量的换算：

把求出的平均线速度代入下式，可以求得大致的色谱柱流量。

$$\text{色谱柱流量}[\text{ml/min}] = \text{平均线速度}[\text{cm/s}] \times 60[\text{s/cm}] \times (\text{色谱柱半径})^2[\text{cm}^2] \times \pi$$

如果要求得更为准确的色谱柱流量，需要把上述色谱柱流量除以修正系数<J>。

$$J = \frac{3\{(P1/P0)^2 - 1\}}{2\{(P1/P0)^3 - 1\}}$$

P0：色谱柱输出压力 = 大气压 101.3KPa

P1：色谱柱输入压力 = [载气 3 柱前压力]的显示值+大气压 101.3 KPa.

△ 留意事项

- (1) 如果色谱柱流量（线速度）变化，虽然隔膜清洗流量不变化，但分流流量会变化，请用[载气 3]旋钮重新调整。
- (2) 调整分流流量时，请使用[载气 3]旋钮，此时色谱柱流量和隔膜清洗流量不会变化。
- (3) 调整隔膜清洗流量时，请使用[隔膜]旋钮，此时虽然色谱柱流量不变化，但分流流量会变化。

3.7.2 不分流进样时载气流量的设定

进行不分流进样时，请把供应给仪器的载气压力（气瓶减压阀）设定在 $3.5\text{kg} / \text{cm}^2 \sim 4\text{kg} / \text{cm}^2$ 。

进行不分流进样与进行分流进样时一样，请使用载气流量调节部和毛细管柱进样器流量调节部中下述的 3 个旋钮调节载气流量。

不分流进样时载气流量的设定

气体流量调节	使用的调节旋钮种类
色谱柱流量	[分流] 调节旋钮
分流流量	[载气 3] 调节旋钮
隔膜清洗流量	[隔膜] 调节旋钮

色谱柱流量

不分流进样时，样品的进样量应根据色谱柱流量的不同而变化。图 3-9 显示的是色谱柱流量在 $1 \sim 10\text{mL/min}$ 时，不分流时间（分流[关]的模式）和峰面积值的关系。

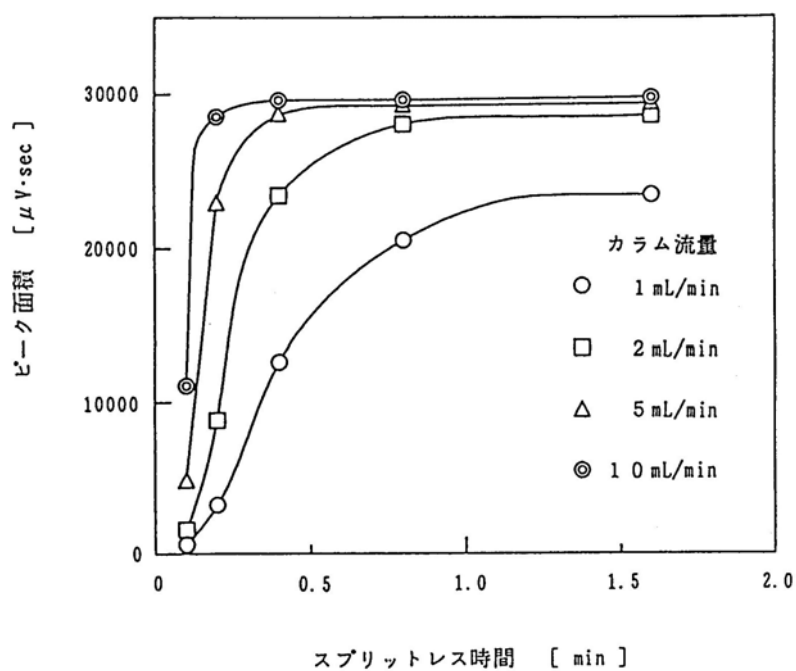


图 3-9 HETP 曲线

色谱柱流量在 5ml/min 以上、不分流时间在 0.4min 以上时，峰面积值基本保持一定。如果色谱柱流量为 2ml/min 时，得到大致相同峰面积值的不分流时间需要 0.8min 以上。如果色谱柱流量减少到 1ml/min，无论不分流时间设置多长也不可能得到大致相同的峰面积值，这是样品未完全进入色谱柱的情况。因此，要提高进样效率就应该设置较大的色谱柱流量。

但是，为了得到较好的分离效果，还要根据使用的毛细管色谱柱的内径、长度、载气的种类等，来设置最合适的色谱柱流量。色谱柱流量太大，分离效果就会下降。

由此得知，不分流进样时在保证分离效果的前提下，应设置合适的色谱柱流量，使尽可能多的样品进入色谱柱从而得到较大的峰面积值。推荐使用 2ml/min 以上的色谱柱流量。

分流流量

在不分流进样时，分流气体的作用是在进样大致结束时，把石英玻璃衬管内残留的溶剂蒸气清扫排出，抑制溶剂峰的拖尾现象。因此，分流流量与进入色谱柱的样品量没有直接关系，使用时请设置在 50ml/min 左右。

隔膜清洗流量

进样垫在高温状态下可能挥发化学成分，要是进入毛细管色谱柱会影响分析结果。设置隔膜清洗功能，让载气气体带走可能挥发的化学成分，就是为了防止这种现象发生。使用 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱分流/不分流进样器时，请设置 3~5ml/min 的隔膜清洗流量。

各个流量的设定，按下列步骤进行。

(1) 选择外部事件子菜单画面中的“隔膜清洗”项，确认是否显示[开]，如果显示[关]，请设置为[开]。

(2) 把毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮逆时针旋转，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示为 0。

(3) 把毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮顺时针旋转到底，关闭隔膜清洗。

(4) 把皂膜流量计接到[分流出口]，旋转打开载气流量调节部的[载气 3]旋钮，调节载气流量（总流量 = 色谱柱流量 + 分流流量 + 隔膜清洗流量）。

(5) 调节色谱柱流量。顺时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示的数值符合希望的色谱柱输入压力（柱前压）。

(6) 然后调节隔膜清洗流量。把皂膜流量计接到[隔膜出口]，逆时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮，测定并使隔膜清洗流量符合要求。

(7) 分析开始之前，请参照[平均线速度的测定方法]一节测定线速度。如果需要调整线速度时，请用毛细管柱进样器流量调节部分的[分流]旋钮来调节。

平均线速度的测定方法

注入不会被色谱柱吸附的样品（通常用甲烷），把得到的该样品的保留时间代入下式，求出平均线速度。

$$\text{平均线速度}[\text{cm/s}] = \frac{\text{色谱柱长度}[\text{m}] \times 100[\text{cm/m}]}{\text{甲烷的保留时间}[\text{min}] \times 60[\text{min}]}$$

色谱柱流量的换算：

把求出的平均线速度代入下式，可以求得大致的色谱柱流量。

$$\text{色谱柱流量}[\text{ml/min}] = \text{平均线速度}[\text{cm/s}] \times 60[\text{s/cm}] \times (\text{色谱柱半径})^2[\text{cm}^2] \times \pi$$

如果要求得更为准确的色谱柱流量，需要把上述色谱柱流量除以修正系数<J>。

$$J = \frac{3\{(P1/P0)^2 - 1\}}{2\{(P1/P0)^3 - 1\}}$$

P0：色谱柱输出压力 = 大气压 101.3KPa

P1：色谱柱输入压力 = [载气 3 柱前压力]的显示值+大气压 101.3 KPa.

△ 留意事项

- (1) 如果色谱柱流量（线速度）变化，虽然隔膜清洗流量不变化，但分流流量会变化，请用[载气 3]旋钮重新调整。
- (2) 调整分流流量时，请使用[载气 3]旋钮，此时色谱柱流量和隔膜清洗流量不会变化。
- (3) 调整隔膜清洗流量时，请使用[隔膜]旋钮，此时虽然色谱柱流量不变化，但分流流量会变化。

3.7.3 填充柱进样时载气流量的设定

进行填充柱进样时，请使用载气流量调节部分的 [载气 1] 或 [载气 2] 旋钮来调节载气流量，因为色谱柱流量由质量稳流阀进行稳流，所以在升温分析时，即使柱箱（色谱柱）温度有变化，流量也能保持稳定。

但是质量稳流阀的输入压力和输出压力之差小于 $1\text{kg} / \text{cm}^2$ 的话，稳定的效果会降低。仪器出厂时，载气稳压阀（仪器背部）的输出压力被调整在 $3\text{kg} / \text{cm}^2$ 。如果分析时色谱柱输入压力（柱前压）需要超过 $3\text{kg} / \text{cm}^2$ ，则必须进行下列步骤的调整。

- (1) 把供应给仪器的载气压力（气瓶减压阀）设定在 $4.5\text{kg} / \text{cm}^2 \sim 5\text{kg} / \text{cm}^2$ 。
- (2) 用一字螺丝刀把仪器背部的载气稳压阀旋钮，顺时针旋转二圈。

直接进样时载气流量的设定旋钮

气体流量调节	使用的调节旋钮种类
进样器 1 色谱柱流量	[载气 1] 调节旋钮
进样器 2 色谱柱流量	[载气 2] 调节旋钮

△ 留意事项
一般情况下，请不要随意调整仪器背部的载气稳压阀的输出压力，避免造成意外的压力、流量波动。

测量填充色谱柱流量时，可将皂膜流量计接在填充色谱柱的出口处直接进行测量；使用 TCD 检测器时，也可把皂膜流量计接到 TCD 检测器的放空出口处进行测定。

可以调节 [载气 1]、[载气 2] 旋钮，设置相应填充柱进样器的色谱柱流量。

 警告
如果用 TCD 检测器分析有害样品，请把 TCD 检测器放空处排出的气体通入适当的过滤收集装置，或引到室外排放，避免对操作人员造成伤害。

 注意
在检测器的放空处测定气体流量时，请先确认检测器和色谱柱箱等的温度已冷却到接近室温。必须在高温状态下测定气体流量时，请充分注意安全避免引起烫伤。

3.7.4 检测器气体流量的设定

GC7900 气相色谱仪采用组合阀，来提供给各个检测器正常工作所需的氢气、空气、尾吹气等辅助气。各个组合阀的输出流量，在仪器出厂时均已调整好。一般情况下使用时，只需打开/关闭组合阀上相关旋钮的开关阀（外圈）即可。

特殊情况下必须要调节辅助气的流量时，可用小起子调节组合阀上相关旋钮的针型阀（内圈）。逆时针旋转流量增大，反之减少。

请把供应给仪器的 FID、NPD、FPD 检测器用的气体压力（气瓶减压阀）按下表所述进行设定。

提供给 FID、NPD、FPD 检测器的辅助气体输入压力

气体	输入压力
氢气	2kg / cm ² ~4kg / cm ²
空气	3kg / cm ² ~4kg / cm ²
尾吹气	3.5kg / cm ² ~4kg / cm ²

**警 告**

(1) FID、NPD、FPD 检测器是把氢气作为燃气使用的，有时氢气还会被用作 TCD 检测器的载气。由于氢气是易燃易爆气体，使用时请充分注意安全，对氢气管道的探漏试验应特别仔细。

(2) FID、NPD、FPD 检测器上未安装色谱柱，而将[氢气]旋钮打开的话，氢气可能进入色谱柱箱内，在加热状态下会有爆炸的危险。因此不使用 FID、NPD、FPD 检测器时，请务必将检测器组合阀上的[氢气]旋钮关闭。

氢气流量

为形成火焰燃烧而使用氢气作为燃气，氢气的压力通过仪器背部的氢气稳压阀来设定，流量可通过组合阀上的针型阀来调节，均已在仪器出厂时进行了调整。FID 检测器的灵敏度会随着氢气、空气、载气流量平衡状态的不同而变化。

空气流量

空气在 FID 检测器中作为助燃气，空气的压力通过仪器背部的空气稳压阀来设定，空气流量可通过组合阀上的针型阀来调节，均已在仪器出厂时进行了调整。

尾吹气流量

FID 检测器的灵敏度会随着载气流量变化而不同。GC7900 气相色谱仪的 FID 检测器在载气流量为 30ml/min 左右时，能得到最佳灵敏度。但是毛细管色谱柱的载气流量通常是较低的流量，因此在色谱柱的出口处追加 30ml/min 左右的载气流量，该追加的流量就称为尾吹气。

尾吹气和载气不是相同种类的气体也没关系，从提高检测灵敏度的角度考虑，推荐使用氮气。尾吹气的流量由仪器正面右上方的 FID 组合阀上的的[尾吹]旋钮来调节控制，内侧是针形阀用来调节流量大小，外侧是开关阀用来控制尾吹气的供应或停止。

3.8 温度的设定

GC7900 气相色谱仪可以对色谱柱箱、进样器、检测器等加热器部分进行温度控制，对色谱柱箱的温度控制可以编制最大 9 阶的升温程序。

在仪器的主菜单界面下，选择“各部温度”子菜单，即可对色谱柱箱、进样器、检测器等加热器部分进行温度设定。在工作站的主菜单界面下，输入色谱柱箱、进样器、检测器等加热器部分的数值，也可进行温度设定。

△ 留意事项
在进行各项设定时，如果输入值超过输入范围，显示屏会出现警告信息，出现这种情况请按正确的设定方法重新输入。

3.8.1 检测器温度的设定

 注 意
TCD 检测器的温度上升之前，请先确认载气已进入 TCD 检测器。如果在载气未进入 TCD 检测器（即 TCD 检测器中有空气存在）的情况下升温，TCD 检测器的钨丝会被氧化，导致性能劣化。

- (1) 选择“各部温度”子菜单，显示屏会显示出检测器 1~3 位置上，当前所安装的检测器的实际温度和设定值。
- (2) 选中准备设置温度的检测器，用数值键和[输入]键设定温度值，该检测器即会显示温度的设定值和实际值。
- (3) 温度的设定值和实际值达到一致时，即表明该检测器的温度已经稳定。
- (4) 如果准备改变检测器的温度设定，同样选中准备改变温度的检测器，用数值键和[输入]键输入数值，该检测器即会显示新的温度设定值和实际值，并最终达到稳定。
- (5) 在工作站的主菜单界面下，输入相应“检测器”温度值，并点击[检测器]键，也可进行温度设定和显示。（参见图 2-31）

△ 留意事项
(1) 发现数值输入错误，若是在按[输入]键之前，可按[清除]键清除，再重新输入。如果是在按[输入]键之后，重新输入新的数值即可。
(2) 设定好的检测器温度数值，即使切断电源，仪器也会记忆。

3.8.2 进样器温度的设定

- (1) 选择“各部温度”子菜单，显示屏会显示出当前所安装的进样器的实际温度和设定值。
- (2) 选中准备设置温度的进样器，用数值键和[输入]键设定温度值，进样器即会显示温度的设定值和实际值。
- (3) 温度的设定值和实际值达到一致时，即表明进样器的温度已经稳定。
- (4) 如果准备改变进样器的温度设定，同样选中准备改变温度的进样器，用数值键和[输入]键输入数值，进样器即会显示新的温度设定值和实际值，并最终达到稳定。
- (5) 在工作站的主菜单界面下，输入“进样口”温度值，并点击[进样口]键，也可进行温度设定和显示。（参见图 2-31）

△ 留意事项
(1) 发现数值输入错误，若是在按[输入]键之前，可按[清除]键清除，再重新输入。如果是在按[输入]键之后，重新输入新的数值即可。
(2) 设定好的进样器温度数值，即使切断电源，仪器也会记忆。

3.8.3 色谱柱箱温度的设定

- (1) 选择“各部温度”子菜单，显示屏会显示出当前色谱柱箱的实际温度和设定值。
- (2) 选中准备设置温度的色谱柱箱，用数值键和[输入]键设定温度值，色谱柱箱即会显示温度的设定值和实际值。
- (3) 温度的设定值和实际值达到一致时，即表明色谱柱箱的温度已经稳定。
- (4) 如果准备改变色谱柱箱的温度设定，同样选中准备改变温度的色谱柱箱，用数值键和[输入]键输入数值，色谱柱箱即会显示新的温度设定值和实际值，并最终达到稳定。
- (5) 在工作站的主菜单界面下，输入“柱箱”温度值，并点击[柱箱]键，也可进行温度设定和显示。（参见图 2-31）

△ 留意事项
(1) 使用柱箱改变设定值时，温度程序中的[初始温度]的设定值也会同时改变，两者是连动的。
(2) 发现数值输入错误，若是在按[输入]键之前，可按[清除]键清除，再重新输入。如果是在按[输入]键之后，重新输入新的数值即可。
(3) 设定好的进样器温度数值，即使切断电源，仪器也会记忆。

3.8.4 色谱柱箱温度程序的设定

GC7900 气相色谱仪的色谱柱箱，可以设定包括初始温度在内最大九阶的升温程序。图 3-10 是一个三阶升温程序的示意图。

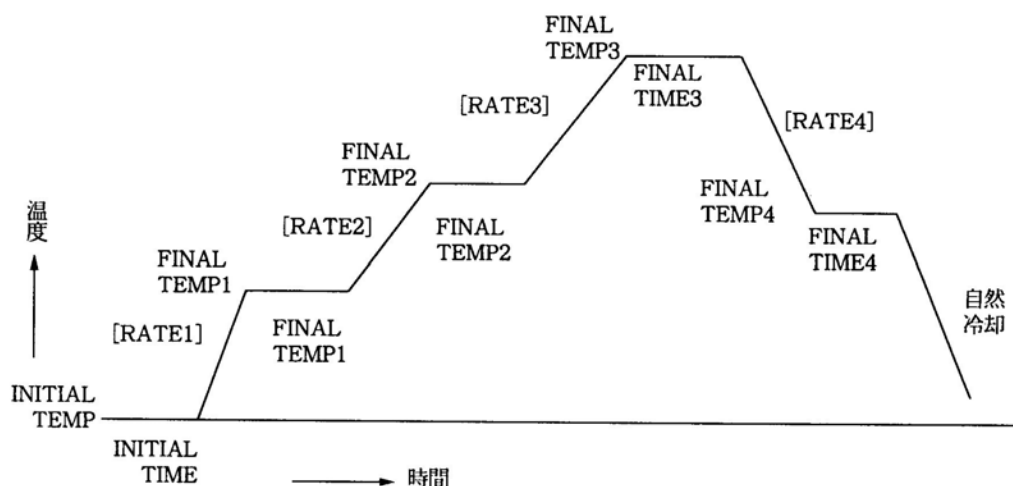


图 3-10 温度程序图示

温度程序设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

- (1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“程序升温”项，按[确定]键，进入“程序升温”子菜单界面。
- (2) 在“程序升温”子菜单中，选中“初始温度”项，用[数值]键和[确定]键输入初始温度值。
- (3) 在“程序升温”子菜单中，选中“初始时间”项，用[数值]键和[确定]键输入初始时间值。
- (4) 重复(2)、(3)的步骤，依次进行其余项目的程序设定。
- (5) [速率]设定为[0]时，程序在此处结束。
- (6) 按[主菜单]键返回仪器的主菜单，温度程序设定模式结束。

温度程序设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

- (1) 在 D-7900 工作站的主菜单中，打勾选中“温度程序”项，并点击“温度程序”，进入“温度程序”子菜单界面。（参见图 2-31、图 2-32）
- (2) 在“温度程序”子菜单中，输入初始温度值。
- (3) 在“温度程序”子菜单中，输入初始时间值。
- (4) 在“温度程序”子菜单中，输入一阶速率、一阶温度、一阶时间值。
- (5) 重复(4)的步骤，输入其他速率、温度、时间值。
- (5) [速率]设定为[0]时，程序在此处结束。
- (6) 按[确定]键，温度程序设定模式结束。

3.9 检测器的设定

3.9.1 FID 检测器的设定方法

FID 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 FID 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“氢火焰检测器”项，按[确定]键，进入“氢火焰检测器”子菜单界面。

(3) 在“氢火焰检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入氢火焰检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过氢火焰检测器的温度，则此处也可不再设置。

(4) 在“氢火焰检测器”子菜单中，选中“量程”项，用[数值]键和[确定]键输入氢火焰检测器的量程指数值。

(5) 按键盘上的点火键，点燃 FID 氢火焰。

(6) 基线稳定后，在“氢火焰检测器”子菜单中，选中“调零”项，用[确定]键对氢火焰检测器进行零点调整。

FID 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“FID °C”项，用[数值]键输入氢火焰检测器的温度值。（参见图 2-31、图 2-32）

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“FID 量程”项，用[数值]键输入氢火焰检测器的量程指数值。

(3) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，点击“点火”键，点燃 FID 氢火焰。

(4) 基线稳定后，在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，点击“调零”键，对氢火焰检测器进行零点调整。



警告

为防止触电事故的发生，进行 FID 检测器零件的清洗、更换等日常保养时，请关闭 GC7900 主机电源，并放置 1 分钟以上再进行，务必不要将主机电源关闭之后马上开始保养工作。严禁在仪器电源接通的情况下进行 FID 检测器零件的清洗、更换等日常保养工作。

3.9.2 FID 检测器的点火

开始分析之前，按以下步骤给 FID 检测器点火并等待基线稳定。

(1) 把 FID 检测器组合阀的氢气、空气、尾吹气（外圈）的旋钮逆时针旋转到底，打开开关阀。

(2) 按[点火]键，听见轻微的爆鸣声，表示火已点着。不容易听到爆鸣声时，请用扳手等镜面物体靠近 FID 检测器的放空出口，观察有无水蒸气来确认是否已点火成功。

也可以利用 D-7900 色谱工作站的数据采集功能，观察点火成功或基线稳定。

△ 留意事项
点火比较困难时，请用下述方法试一试。 (1) 在空气流量较小的情况下（按[辅助]键）点火试试看。 (2) 将尾吹气关闭，用上述方法点火试试看，火点着后请不要忘记打开尾吹气。 (3) 暂时关闭空气开关阀，一边点火一边慢慢打开空气试试看。

3.9.3 基流值的确认

在“氢火焰检测器”子菜单中，选中“信号输出”项，用[开]键和[确定]键打开 FID 检测器的信号输出。

同样在“氢火焰检测器”子菜单中，利用“基流显示”项，可以观察 FID 检测器的基流信号，了解 FID 检测器的点火、基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“FID 通道 1”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 FID 检测器的基流信号，了解 FID 检测器的点火、基线稳定等情况。

△ 留意事项
(1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 FID 检测器的点火、稳定等情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。 (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 1 未必一定对应 FID 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.4 FID 检测器量程的设定

FID 检测器的量程，可以从 10^0 (10 的 0 次方) 到 10^4 (10 的 4 次方) 范围内设定，实际设定时，只输入指数部分的数值 (0~4)。FID 检测器的量程可以通过键盘设定，也可以通过工作站设定。

FID 检测器的量程

量程	信号大小
10^0	最大
10^1	10^0 量程的 1/10
10^2	10^0 量程的 1/100
10^3	10^0 量程的 1/1000
10^4	10^0 量程的 1/10000

3.9.5 FID 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪可以自动对 FID 检测器的输出信号进行调零。可以通过键盘进行调零，也可以通过工作站进行调零。分析开始之前，请务必进行输出信号的零点进行调整。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在点火之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

3.9.6 TCD 检测器的设定方法

TCD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 TCD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“热导池检测器”项，按[确定]键，进入“热导池检测器”子菜单界面。

(3) 在“热导池检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入热导池检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过热导池检测器的温度，则此处也可不再设置。

(4) 在“热导池检测器”子菜单中，选中“电流”项，用[数值]键和[确定]键输入热导池检测器的电流值。

(5) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对热导池检测器进行零点调整。

TCD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“TCD °C”项，用[数值]键输入热导池检测器的温度值。（参见图 2-31、图 2-32）

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“TCD 电流”项，用[数值]键输入热导池检测器的电流值。

(3) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对热导池检测器进行零点调整。

3.9.7 TCD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 TCD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 TCD 检测器的基流信号，了解 TCD 检测器的基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“TCD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 TCD 检测器的基流信号，了解 TCD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 TCD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 TCD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.8 TCD 检测器电流的设定

 注 意

在 TCD 检测器的钨丝上加电流之前,请确认载气已进入 TCD 检测器。如果在载气未进入 TCD 检测器(即 TCD 检测器中有空气存在)的情况下加电流, TCD 检测器的钨丝会被氧化,导致性能劣化甚至烧断钨丝。

 注 意

TCD 检测器的灵敏度与钨丝电流的大小成正比。但是不能为了提高灵敏度,而把钨丝电流无限增大,钨丝电流的设定要根据载气的种类和 TCD 检测器的温度来决定。请尽可能选择较低的钨丝电流值,可以延长钨丝的使用寿命。钨丝电流如果设置太大,钨丝会由于异常的高温而退化,甚至导致钨丝烧断。

TCD 检测器电流与温度的关系,如图 3-11 所示。

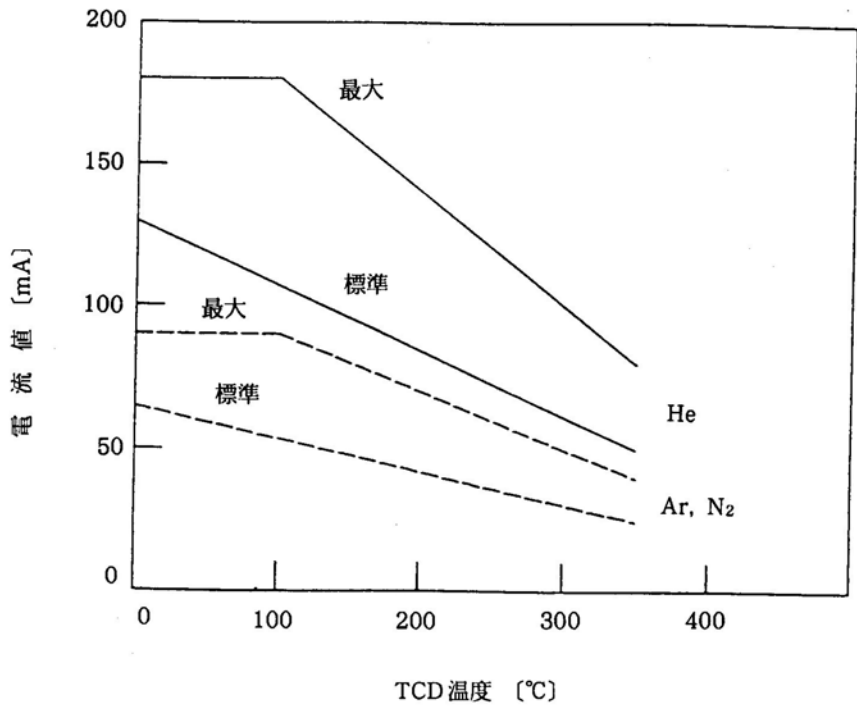


图 3-11 对应 TCD 检测器温度的钨丝电流值

3.9.9 ECD 检测器的设定方法

ECD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

- (1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。
- (2) 如果仪器上已安装了 ECD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“电子捕获检测器”项，按[确定]键，进入“电子捕获检测器”子菜单界面。
- (3) 在“电子捕获检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入电子捕获检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过电子捕获检测器的温度，则此处也可不再设置。
- (4) 在“电子捕获检测器”子菜单中，选中“电流”项，用[数值]键和[确定]键输入电子捕获检测器的电流值。
- (5) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对电子捕获检测器进行零点调整。

ECD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

- (1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“ECD °C”项，用[数值]键输入电子捕获检测器的温度值。
- (2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“ECD 电流”项，用[数值]键输入电子捕获检测器的电流值。
- (3) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对电子捕获检测器进行零点调整。

**警告**

GC7900 气相色谱仪的 ECD 检测器使用 63Ni 放射源，直接面对时，会对人体造成伤害。使用 ECD 检测器时，排出的废气必须接到室外，管子出口的高度应在实验室建筑物顶 2 公尺以上，避免载气带出的放射性物质伤害人体或污染环境。

**警告**

如果 ECD 检测器发生故障，必须送回本公司处理。请不要自行打开 ECD 检测器，避免受到放射性物质的伤害。在处理废弃的 ECD 检测器时，必须请有资质的部门、机构进行处理，禁止随意丢弃，避免造成对人体的伤害和对环境的污染。

3.9.10 ECD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 ECD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项
(1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
(2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。
(3) ECD 检测器如果被氧化，会有不能调零、基线漂移严重的情况，此时请对 ECD 检测器进行充分的老化，再进行使用。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 ECD 检测器的基流信号，了解 ECD 检测器的基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“ECD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 ECD 检测器的基流信号，了解 ECD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项
(1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 ECD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
(2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 ECD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.11 NPD 检测器的设定方法

NPD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

- (1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。
- (2) 如果仪器上已安装了 NPD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“氮磷检测器”项，按[确定]键，进入“氮磷检测器”子菜单界面。
- (3) 在“氮磷检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入氮磷检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过氮磷检测器的温度，则此处也可不再设置。
- (4) 在“氮磷检测器”子菜单中，选中“量程”项，用[数值]键和[确定]键输入氮磷检测器的量程指数值。
- (5) 打开 NPD 检测器的外置式专用工作电源，设置 NPD 检测器的铷珠工作电流。
- (6) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对氮磷检测器进行零点调整。

NPD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

- (1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“NPD °C”项，用[数值]键输入氮磷检测器的温度值。
- (2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“NPD 量程”项，用[数值]键输入氮磷检测器的量程指数值。
- (3) 打开 NPD 检测器的外置式专用工作电源，设置 NPD 检测器的铷珠工作电流。
- (4) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对氮磷检测器进行零点调整。

 注 意
在 NPD 检测器的铷珠上加电流之前，请确认载气、氢气、空气已进入 NPD 检测器。如果在载气、氢气、空气未进入 NPD 检测器的情况下加电流，NPD 检测器的铷珠会因温度过高，导致性能劣化甚至烧断。

 注 意
NPD 检测器的灵敏度与铷珠电流的大小成正比。但是不能为了提高灵敏度，而把铷珠电流无限增大，铷珠电流的设定要根据载气、氢气、空气的流量大小来决定。请尽可能选择较低的铷珠电流值，可以延长铷珠的使用寿命。铷珠电流如果设置太大，铷珠会由于异常的高温而退化，甚至导致铷珠烧断。



警告

为防止触电事故的发生，进行 NPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养时，请关闭 GC7900 主机电源，并放置 1 分钟以上再进行，务必不要将主机电源关闭之后马上开始保养工作。严禁在仪器电源接通的情况下进行 NPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养工作。

3.9.12 NPD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 NPD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 NPD 检测器的基流信号，了解 NPD 检测器的点火、基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“NPD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 NPD 检测器的基流信号，了解 NPD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 NPD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 NPD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.13 FPD 检测器的设定方法

FPD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 FPD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“火焰光度检测器”项，按[确定]键，进入“火焰光度检测器”子菜单界面。

(3) 在“火焰光度检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入火焰光度检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过火焰光度检测器的温度，则此处也可不再设置。

(4) 在“火焰光度检测器”子菜单中，选中“量程”项，用[数值]键和[确定]键输入火焰光度检测器的量程指数值。

(5) 按键盘上的点火键，点燃 FPD 火焰。

(6) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对火焰光度检测器进行零点调整。

FPD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“FPD °C”项，用[数值]键输入火焰光度检测器的温度值。

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“FPD 量程”项，用[数值]键输入火焰光度检测器的量程指数值。

(3) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，点击“点火”键，点燃 FPD 氢火焰。

(4) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对火焰光度检测器进行零点调整。



警告

为防止触电事故的发生，进行 FPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养时，请关闭 GC7900 主机电源，并放置 1 分钟以上再进行，务必不要将主机电源关闭之后马上开始保养工作。严禁在仪器电源接通的情况下进行 FPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养工作。

3.9.14 FPD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 FPD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 FPD 检测器的基流信号，了解 FPD 检测器的点火、基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“FPD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 FPD 检测器的基流信号，了解 FPD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 FPD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 FPD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.10 分流/不分流进样模式的时间程序的设定

GC7900 气相色谱仪的毛细管柱进样器利用内藏的电磁阀的切换，可以使用分流和不分流两种进样模式。在分流进样时可以根据编制的时间程序自动进行电磁阀的切换。

3.10.1 分流进样模式的设定

分流进样时，按照以下步骤在进样分析之前，切换成分流模式（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“外部事件”项，按[确定]键，进入“外部事件”子菜单界面。

(2) 在“外部事件”子菜单中，选中“隔膜清洗”项，按[开]键，设置分流进样模式。

隔膜清洗 开 → 分流进样模式。

隔膜清洗 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“隔膜清洗”项原来显示为[关]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成分流模式。

分流进样时，也可按照以下步骤在进样分析之前，切换成分流模式（D-7900 色谱工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，打勾选中“隔膜清洗”项，并点击[隔膜清洗]键，进入“隔膜清洗”子菜单界面。

(2) 在“隔膜清洗”子菜单中，选中“初始状态”项，按[开]键，设置分流进样模式。

初始状态 开 → 分流进样模式。

初始状态 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“初始状态”原来显示为[关]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成分流模式。

3.10.2 分流进样模式的时间程序

分流进样模式时，在分析过程中不需要切换电磁阀，因此“动作时间”可以输入[0]分钟。

3.10.3 不分流进样模式的设定

不分流进样时，按照以下步骤在进样分析之前，切换成不分流模式（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“外部事件”项，按[确定]键，进入“外部事件”子菜单界面。

(2) 在“外部事件”子菜单中，选中“隔膜清洗”项，按[关]键，设置不分流进样模式。

隔膜清洗 开 → 分流进样模式。

隔膜清洗 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“隔膜清洗”项原来显示为[开]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成不分流模式。

不分流进样时，也可按照以下步骤在进样分析之前，切换成不分流模式（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，打勾选中“隔膜清洗”项，并点击[隔膜清洗]键，进入“隔膜清洗”子菜单界面。

(2) 在“隔膜清洗”子菜单中，选中“初始状态”项，按[关]键，设置不分流进样模式。

初始状态 开 → 分流进样模式。

初始状态 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“初始状态”原来显示为[开]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成分流模式。

3.10.4 不分流进样模式的时间程序

不分流进样模式时，进样开始时处于不分流模式，进样之后经过一定的时间，通过电磁阀切换成分流模式。使用此方法可以吹扫排除进样器内残留的溶剂蒸气，抑制溶剂峰拖尾。并在下次的进样之前返回到不分流模式，

动作时间是指从启动到切换成分流模式的时间，这段时间实际上处在不分流模式，因此，这个时间也可以称为不分流时间。虽然根据具体分析条件可能会所不同，但通常是设定在 0.3~1 分钟之间。

返回时间是指从启动到返回下一次不分流模式准备进样的时间，可以设定成下次之前，正好切换成不分流模式。如果使用自动进样器，则可达到同步。

在 GC7900 气相色谱仪的“外部事件”菜单中，或 D-7900 色谱工作站的“隔膜清洗”菜单中，均可以设置动作时间和返回时间。

3.11 分析条件文件的保存和执行

GC7900 气相色谱仪可以记忆上次使用仪器的工作条件，但是不能形成文件保存形式。

D-7900 色谱工作站则可以把仪器操作过程中设定好的温度或检测器等分析条件，作为文件保存在电脑中。只要调出该文件，文件中的操作条件就会执行。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，在“仪器参数文件”栏为当前的仪器工作条件起一个文件名，然后利用“保存”或“另存”键，将该文件保存在指定的文件夹中。

执行该文件的操作条件时，只需选中该文件，然后点击“加载”即可。

3.12 进样分析

3.12.1 分流方式进样分析

分析开始前的检查事项

- (1) 毛细管色谱柱是否可靠地安装好了？
- (2) 各种气体是否已提供给仪器了？
- (3) 各种气体的流量是否已设定好了？
- (4) 各部分的温度是否都设定好了？
- (5) 色谱柱箱的温度程序是否设定好了？
- (6) 检测器的信号输出通道是否选择好了？
- (7) FID 检测器是否已点好火了？
- (8) [辅助]按钮是否已回到原来位置？
- (9) FID 检测器的量程是否已设定好了？
- (10) FID 检测器的基流信号是否正常？
- (11) FID 检测器输出信号的调零是否调好了？
- (12) 仪器是否处于隔膜清洗[开]的状态？
- (13) 动作时间和返回时间均已设为[0]了？
- (14) 显示屏的状态显示是否处于准备状态？
- (15) 色谱工作站的数据采集是否处于准备工作状态？

-----以上的确认结束之后，准备开始进样分析-----

- (1) 使用微量注射器从进样器注入样品，同时按仪器键盘上的[开始]键启动色谱工作站采集数据信号（不使用温度程序时，请将相关升温速率设置为[0]）。
- (2) 使用色谱柱箱的温度程序时，请在注入样品的同时按仪器键盘上的[开始]键，执行温度程序并启动色谱工作站采集数据信号。
- (3) 样品出峰完毕后，停止色谱工作站的数据采集，使其计算分析结果。

△ 留意事项
请保证进样、启动积分仪、执行温度程序这三者的同步，以保证样品出峰保留时间的准确性。

3.12.2 不分流方式进样分析

分析开始前的检查事项

- (1) 毛细管色谱柱是否可靠地安装好了？
- (2) 各种气体是否已提供给仪器了？
- (3) 各种气体的流量是否已设定好了？
- (4) 各部分的温度是否都设定好了？
- (5) 色谱柱箱的温度程序是否设定好了？
- (6) 检测器的信号输出通道是否选择好了？
- (7) FID 检测器是否已点好火了？
- (8) [辅助]按钮是否已回到原来位置？
- (9) FID 检测器的量程是否已设定好了？
- (10) FID 检测器的基流信号是否正常？
- (11) FID 检测器输出信号的调零是否调好了？
- (12) 不分流进样方式的时间程序是否设定好了？
- (13) 显示屏的状态显示是否处于准备状态？
- (14) 色谱工作站的数据采集是否处于准备工作状态？

-----以上的确认结束之后，准备开始进样分析-----

- (1) 使用微量注射器从进样器注入样品，同时按仪器键盘上的[开始]键启动色谱工作站采集数据信号（不使用温度程序时，请将相关升温速率设置为[0]）。
- (2) 使用色谱柱箱的温度程序时，请在注入样品的同时按仪器键盘上的[开始]键，执行温度程序并启动色谱工作站采集数据信号。
- (3) 样品出峰完毕后，停止色谱工作站的数据采集，使其计算分析结果。

△ 留意事项
请保证进样、启动积分仪、执行温度程序这三者的同步，以保证样品出峰保留时间的准确性。

3.12.3 填充柱进样方式进样分析

分析开始前的检查事项

- (1) 填充色谱柱是否可靠地安装好了？
- (2) 各种气体是否已提供给仪器了？
- (3) 各种气体的流量是否已设定好了？
- (4) 各部分的温度是否都设定好了？
- (5) 色谱柱箱的温度程序是否设定好了？

使用 FID 检测器时：确认 (6)～(11) 及 (16) (17) 步骤。

- (6) 检测器的信号输出通道是否选择好了？
- (7) FID 检测器是否已点好火了？
- (8) [辅助]按钮是否已回到原来位置？
- (9) FID 检测器的量程是否已设定好了？
- (10) FID 检测器的基流信号是否正常？
- (11) FID 检测器输出信号的调零是否调好了？

使用 TCD 检测器时：确认 (12)～(15) 及 (16) (17) 步骤。

- (12) TCD 检测器的电流设置是否处于正常状态？
- (13) TCD 检测器的量程是否已设定好了？
- (14) TCD 检测器的基流信号是否正常？
- (15) TCD 检测器输出信号的调零是否调好了？
- (16) 显示屏的状态显示是否处于准备状态？
- (17) 色谱工作站的数据采集是否处于准备工作状态？

-----以上的确认结束之后，准备开始进样分析-----

- (1) 使用微量注射器从进样器注入样品，同时按仪器键盘上的[开始]键启动色谱工作站采集数据信号（不使用温度程序时，请将相关升温速率设置为[0]）。
- (2) 使用色谱柱箱的温度程序时，请在注入样品的同时按仪器键盘上的[开始]键，执行温度程序并启动色谱工作站采集数据信号。
- (3) 样品出峰完毕后，停止色谱工作站的数据采集，使其计算分析结果。

△ 留意事项
请保证进样、启动积分仪、执行温度程序这三者的同步，以保证样品出峰保留时间的准确性。

3.13 数据处理

3.13.1 色谱图的有关概念

- (1) 色谱图：色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生的响应信号对时间的曲线图。
- (2) 色谱峰：色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生的响应信号的微分曲线。
- (3) 峰底：峰的起点与终点之间的连接的直线。
- (4) 峰高：从峰高度的最大值到峰底的垂直距离。
- (5) 峰宽：在峰两侧拐点处所作切线与峰底相交两点之间的距离。
- (6) 半峰宽：通过峰高的中点作平行于峰底的直线，此直线与峰两侧相交两点之间的距离。
- (7) 峰面积：峰曲线与峰底之间所围的闭合面积。

3.13.2 峰处理参数

色谱峰检测、基线漂移的修正、分割分离不完全的峰、测定峰面积等谱峰处理，全是根据设定的峰处理参数（如峰宽、噪声、峰高、峰面积、基线等）来进行处理的。有关概念见下表：

参数	单位及范围	功能与说明
峰宽	0- 1 (分钟)	删除半峰宽比设置值小的峰, 过程如同筛子以最小有效峰的半高处的宽度为依据来设置, 最小半峰宽, 可从谱图显示处估计该设置值。
噪声	0-99999. 99 (微伏)	峰检测灵敏度, 用于确定峰的起点与终点
最小峰高	0-99999 (微伏)	删除峰高比设定值小的峰, 用于删除分析过程中峰高相对较小的不相关的峰(如仪器噪声)
最小峰面积	0-999999 (微伏*秒)	删除面积比设定值小的峰, 用于删除分析过程中面积相对较小的不相关的峰(如仪器噪声)
起始时间	0-999 分钟 (分)	删除分析开始至起始时间之间的峰, 主要用于删除分析开始的一段时间内出现的空气峰, 溶剂峰, 负峰等不相关峰或不希望计算的峰
停止时间	0-99999 (分)	分析自动停止时间, 虽不用人工手停止, 但到了此时间, 将自动停止采样, 并进行您所设置好的定量计算

3.13.3 数据采集的含义

在采集数据的过程中，仪器检测器的信号由模拟信号转化为数字信号。数字信号传送到 T2000P 色谱工作站并保存在信号数据文件中。

(1) 积分

积分是对峰面积进行积分计算，以确定峰面积的大小。积分是定量计算必不可少的。T2000P 色谱工作站对色谱图进行积分时，先是判别出每一个峰的开始点及结束点时间，建立基线。同时寻找这些峰的顶点，以确定保留时间。然后计算峰面积、峰高及峰宽。这些过程由积分参数表、时间程序表、手动积分事件表控制。

在实际运行中，色谱工作站常常必须处理非常复杂的色谱问题。在一次运行中，峰的大小可能变化很大，系统噪声，漂移等干扰会影响工作站对峰的判别。只要有可能，就应该优化色谱分析方法来产生较好分离效果。当由于某些原因而难以做到时，色谱工作站必须处理复杂峰。因此，我们知道峰的积分是一项复杂的工作，尽管我们的增强型智能算法不能对极差的色谱峰完全补偿。但我们的 T2000P 型色谱工作站能够克服噪声、漂移和峰的不完全分离等问题，并在较差的色谱图中获得可重复的结果。

(2) 定量

使用峰面积或峰高来确定样品中化合物的浓度，包括以下过程：

- ① 弄清并鉴别您所分析的化合物。
- ② 建立分析含有这种化合物样品的分析方法。
- ③ 分析含有已知化合物浓度的一个或几个标准样品，以获得该浓度下的响应，并计算出响应因子。
- ④ 分析未知浓度的化合物样品，以得到未知浓度的响应。
- ⑤ 将未知浓度的样品与标准样品进行比较，并利用标准样品的校正因子来确定未知样品中化合物的浓度。

为了获得未知样品响应与标准样品的有效比较，必须在相同的条件下采集和处理数据。

(3) 校准

校准是通过注射指定的准备好的标准样品，来确定计算绝对组分浓度的响应因子的过程。

- ① 重复次数：同一浓度的标准样品平行进样的次数。
- ② 校准点数：同一个校准样品的不同浓度点数。
- ③ 标准样品：也叫校准样品或标准混合物，是含有用于定量的已知数量的化合物样品。标准样品可从国家标准试剂供应商处买到。

④ 标准曲线：是从一个或多个标准样品中获得的化合物的含量与响应数据（峰面积或峰高）的图形表示。

(4) 报告

报告包含所分析样品的质及量的信息。报告可以直接打印，或在屏幕上显示。报告可包括运行中所测峰详细信息、所得的信号图以及所使用色谱仪的条件等实验信息。

(5) 方法

方法是指控制工作站对色谱仪的信号进行显示、采样保存、分析计算。包括积分参数、组分表等。

(6) 组分表

工作站用来鉴别峰，判定组分名称，进行非归一法计算时的依据。

(7) SMP 文件

即样品图谱文件。

(8) STD 文件

即标样图谱文件。

(9) BSL 文件

即基线图谱文件。

(10) 手动积分事件表

即您对谱图进行手动修改的手动积分事件集合

(11) 自动峰宽参数

本色谱工作站具有自动峰宽测试功能，所测得的峰宽参数能满足一般的色谱分析需要。

(12) 自动噪声参数

本色谱工作站具有自动噪声测试功能，所测得的噪声参数能满足一般的分析需要。

(13) 谱图的放大

在谱图窗口内，按住鼠标左键，从左上角到右下角选一个区域，放开鼠标，所选区域即被放大至全窗口。

(14) 谱图的还原

与放大的操作步骤相反，即在谱图窗口内，按住鼠标左键，从右下角到左上角拉一个区域，放开鼠标，谱图即还原回被放大前的全窗口。

(15) 谱图的拖动

即在谱图窗口内，按住鼠标右键，任意移动鼠标，即可将谱图的其他部分显示在窗口内。

(16) 选择一个色谱峰

用鼠标在谱图上双击所需要的色谱峰，工作站自动给出相应的保留时间，以方便您进行组分表的编辑。

3.13.4 D-7900 工作站对计算机要求

- (1) 相当于奔腾 II/350 或更高配置的 CPU
- (2) 128M 或更多内存
- (3) 2G 或更大容量的硬盘
- (4) 至少带 1 个有效的窄型(9 芯)串口
- (5) 至少带 1 个有效的 PCI 插槽
- (6) 操作系统为 Windows 2000 或 Windows XP 或 Windows 98 标准版第二版

※注：推荐安装 Windows 2000 操作系统。

- (7) 显示器要求 800×600 或更高分辨率的彩色显示器
- (8) 至少带 1 个 CD-ROM 驱动器
- (9) 激光或喷墨打印机，并安装了打印机驱动程序

3. 13.5 D-7900 工作站反控功能介绍

D-7900 色谱数据工作站是 GC7900 专用工作站，对 GC7900 主机具有反控功能，所有面板的操作都可以在工作站中实现。

1. 反控界面

在此界面具有对各部温度设定、检测器条件设定、分流操作设定、流量显示等功能。



2. 开机界面

在打开工作站时，此时界面会显示“通讯中”，表示工作站正在与主机连接，连接完毕后可以通過工作站对 GC 主机进行操作。



3. 功能键介绍

- (1)  连接 键，用于工作站与 GC 主机连接，实现数据通讯
- (2)  查询 ，主要用于调用主机的所有数据参数，当主机信息没有完全与工作站连通时，点击此键，可以查询并调用主机的所有参数。
- (3)  发送 ，在工作站对主机进行控制时，修改的参数通过此键被发送到 GC 主机。
- (4)  点火 ，FID，FPD 检测器的自动点火键盘。



(5) **键盘**，GC 键盘锁定键，键盘锁定后，使用者不能通过 GC7900 的键盘进行参数的设定，只能观察参数。

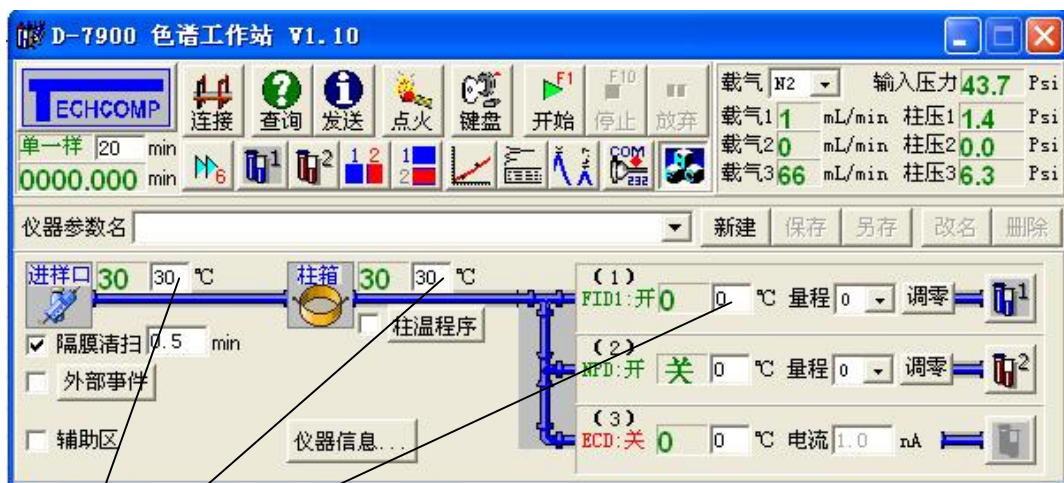
4. 载气流量显示功能介绍

D-7900 具有载气流量显示功能，实时显示载气的流量和柱前压力，并且根据用户使用的载气不同而可以选择显示载气的类型。



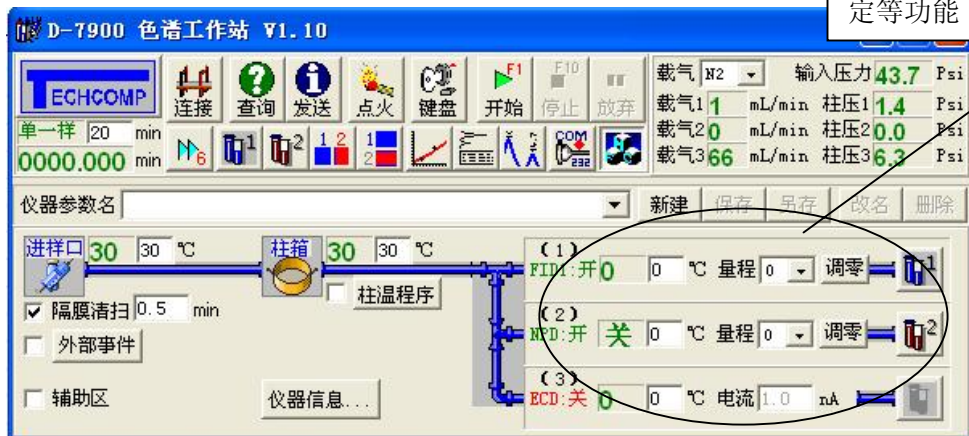
5. 温度设定

D-7900 色谱工作站可以对 GC7900 所有的温度参数进行控制，包括，进样口、柱箱、检测器、程序升温等温度参数进行设定。



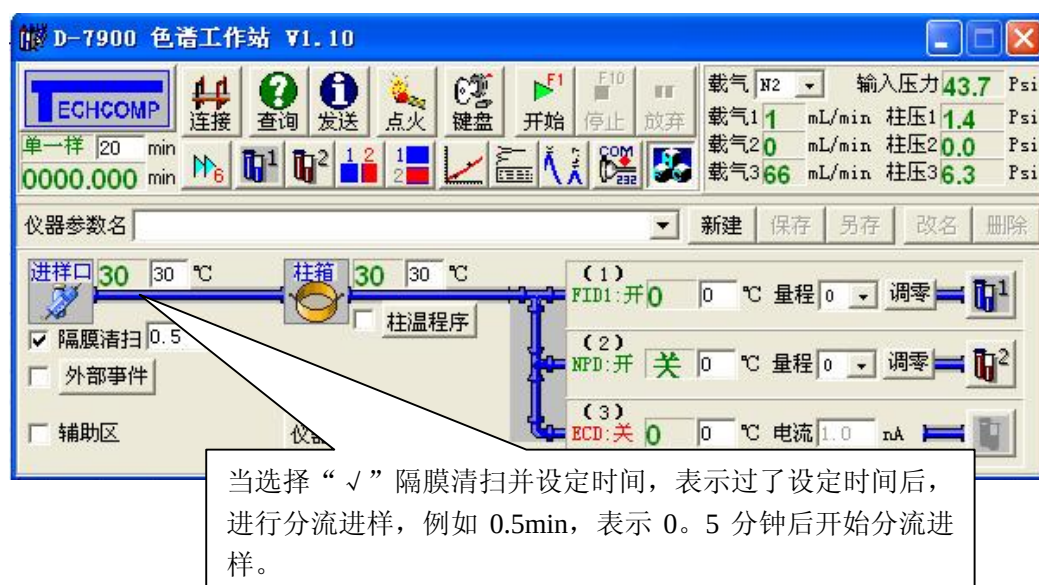
6. 检测器的设定

选择 FID, FPD, NPD 检测器的量程及基线调零，TCD 检测器的电流设定等功能



7. 分流进样的控制

D-7900 工作站可以设定分流进样的时间程序, 实现样品的分流、不分流及分流/不分流进样。

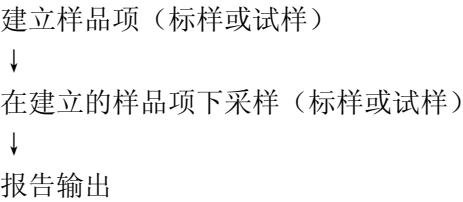


8. 参数保存功能

在 D-7900 控制界面有“仪器参数名”项, 此功能是为了保存和调用仪器设定的参数。



3. 13. 6 色谱工作站操作的一般步骤



实时采样界面，如图 3-10 所示。

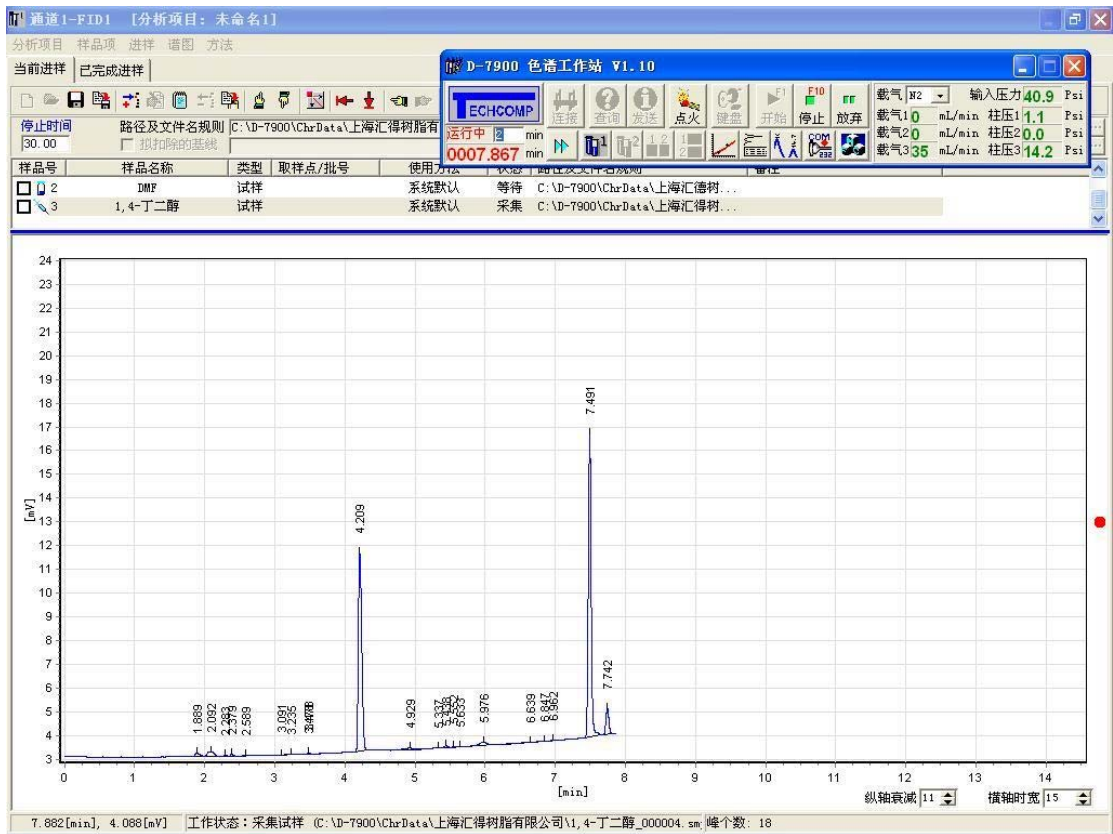


图 3-10

1. 样品项的建立

(a) 分析项目表

D-7900 色谱工作站安装完成后，相对于每一个通道提供一个缺省的分析项目表。用户可以新建一个分析项目表，打开一个已存在的分析项目表，保存分析项目表，或另存分析项目表。

(b) 样品项

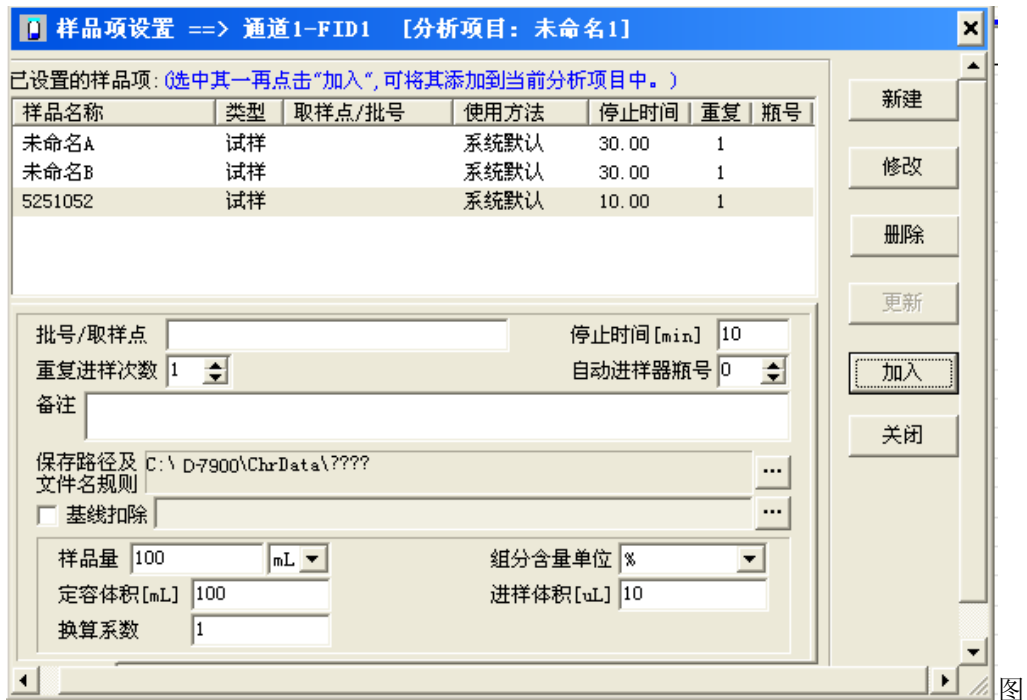
在分析项目表中，色谱工作站提供一个缺省的样品项（未命名 A 或未命名 B）。用户可以在该样品项下进行样品分析。

样品项包括样品的称量信息、定量方法、谱图处理方法和报告的输出格式等，样品项是对应于同一类样品的，因此在分析某一类样品时必须重新建立或选择已有相应的样品项。

(c) 新建样品项

样品项的建立可以选择“样品项”菜单中的添加或点击添加样品项快捷图标，出现

如图 3-11 所示的对话界面：



3-11

点击“新建”按钮，新建一个样品项，出现如图 3-12 所示的对话界面：

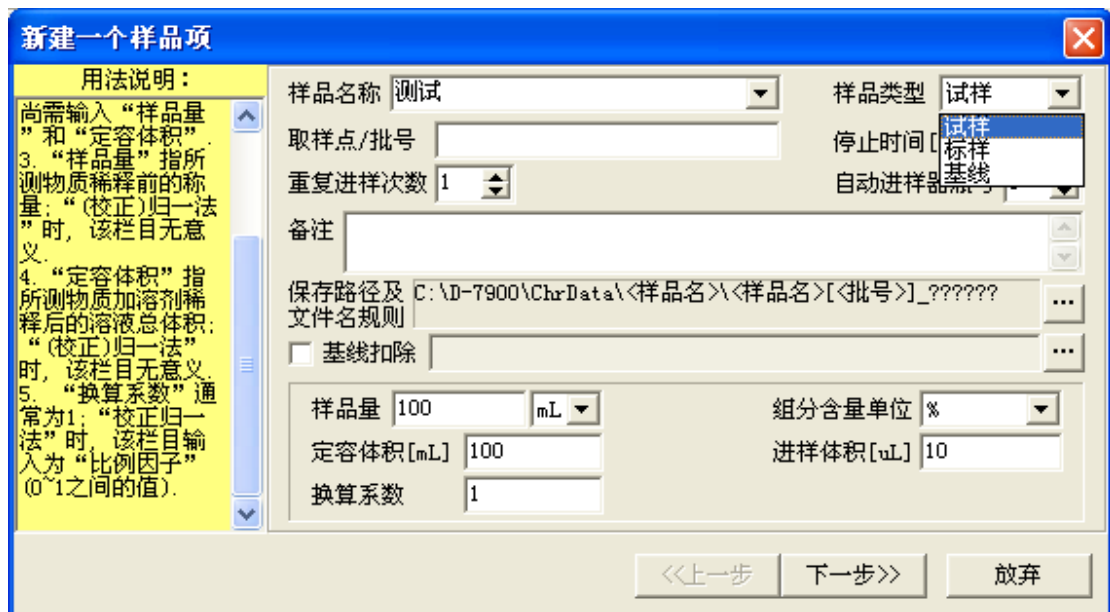


图 3-12

在样品名称栏中输入样品名“测试”；根据样品类型选择“试样”、“标样”、“基线”。如果对样品进行过稀释请根据实际稀释比例更改“样品量”或“定容体积”；更改分析时长为“15”；选择“浓度单位”。根据进样量改写“进样体积”；如果样品没有被浓缩“转换系数”为 1。如果需要用户可以在“取样点/批号”栏填写取样点/批号，可以在“备注”栏输入备注信息。

(d) 文件保存路径及文件名规则

通过设定“路径及文件名规则”，可对样品进样分析后所形成的谱图文件进行更细致的分类。本软件还提供了一个默认的路径及文件名。

点击保存路径及文件名规则的按钮，可打开规则设定对话框，如图 3-13 所示。

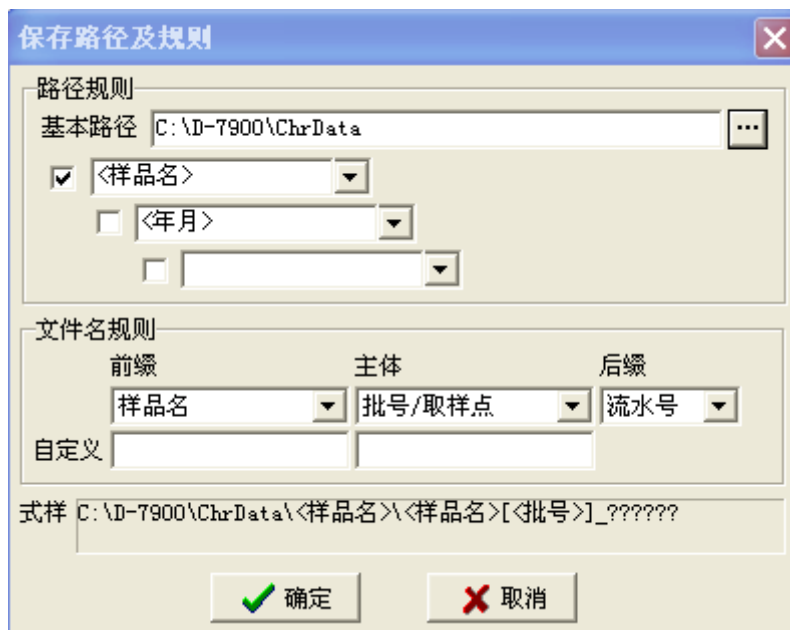


图 3-13

点击基本路径右边的...按钮，可打开路径设定对话框，如图 3-14 所示。



图 3-14

选择一个合适的路径确定谱图文件的存放位置，然后进行文件名的命名规则定义，如图 3-15 所示。

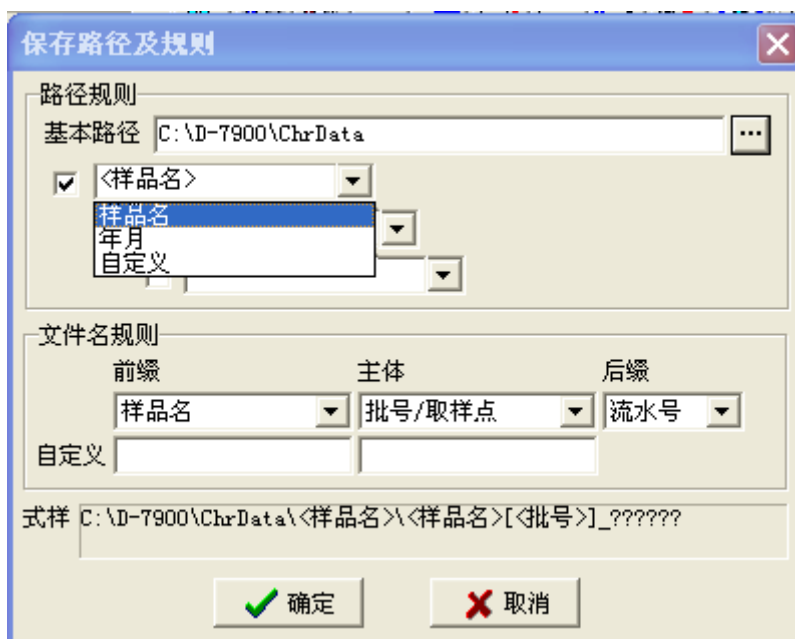


图 3-15

点击“确定”完成路径及文件名规则的设定，如图 3-16 所示。

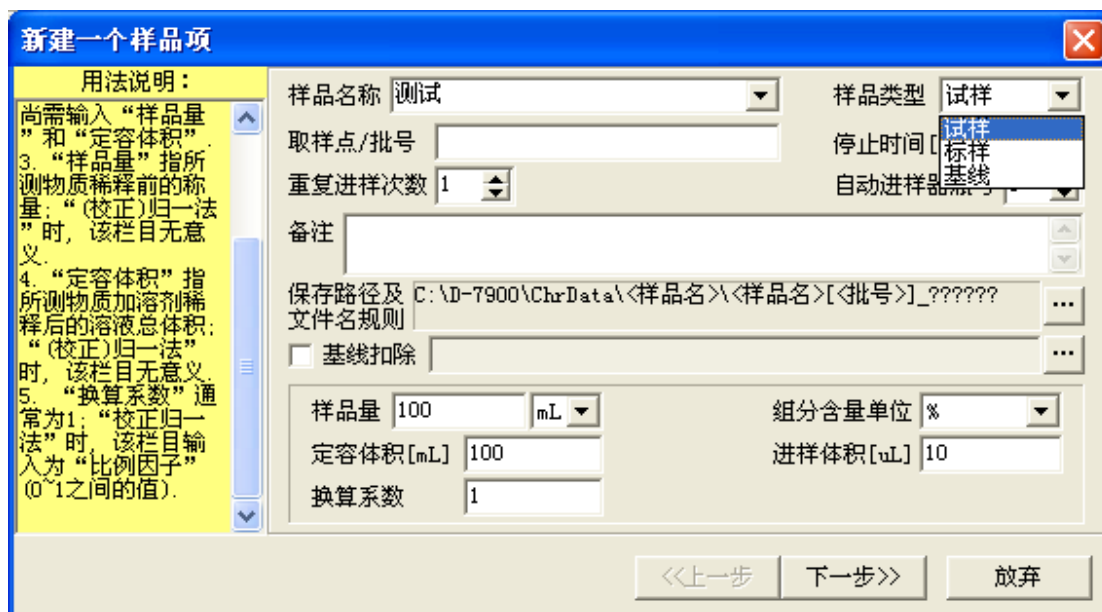


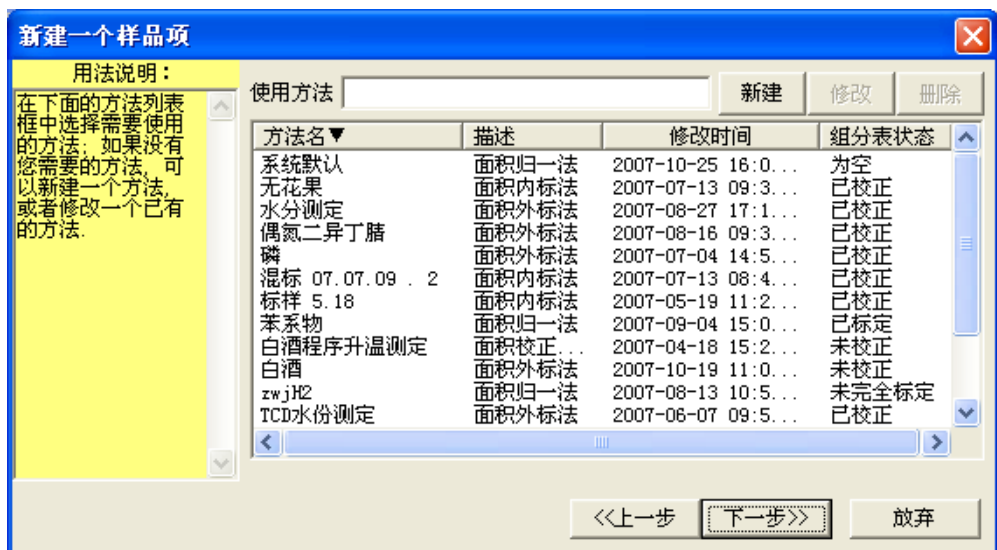
图 3-16

(e) 点击“下一步”进行方法的设置，如图 3-17 所示。

本色谱工作站提供一个系统默认的分析方法，可用于一般面积归一法的分析。用户可以点击新建按钮新建一个方法或在方法列表选中某一个需要的方法。

点击修改可以对此选中的方法进行修改。

如果要删除某一个方法，请选中并点击删除按钮。



图

3-17

点击“新建”新建一个分析方法，先要给新建的命名，如图 3-18 所示。

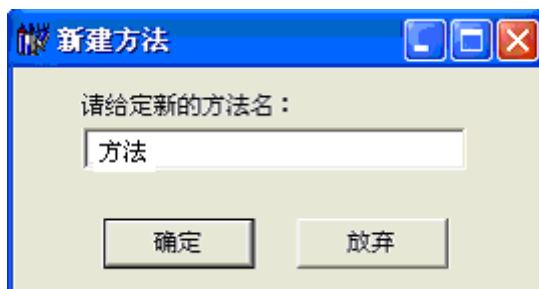


图 3-18

点击“确定”进入方法的设置的第一部，如图 3-19 所示。

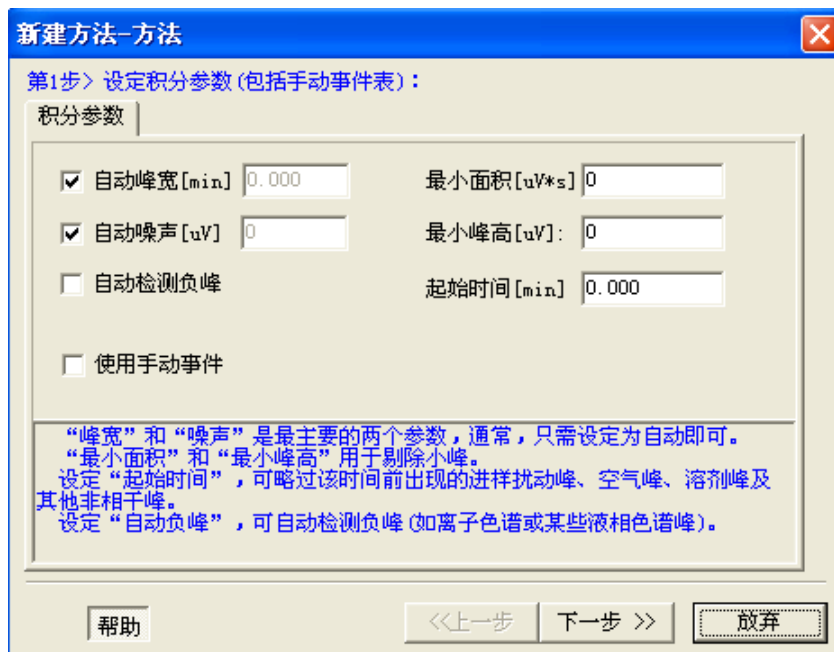


图 3-19

(1) 设置峰宽：在峰宽输入栏输入一个适当的值用于除去半峰宽比设置值小的峰（过程如同筛子），以最小有效峰的半高处的宽度为依据来设置，最小半峰宽，可从谱图显示处估计该设置值。本工作站有自动峰宽测试功能，所测得参数能满足一般的分析需要。

(2) 设置噪声：在噪声输入栏输入一个适当的值用于峰检测，确定峰的起点与终点。本工作站有自动噪声测试功能，所测得参数能满足一般的分析需要。

(3) 设置最小面积：在最小面积输入栏输入一个适当的值用于删除面积比设定值小的峰。可用于删除分析过程中面积相对较小的不相关峰。（如仪器噪声）

(4) 设置最小峰高：在最小峰高输入栏输入一个适当的值用于删除峰高比设定值小的峰，可用于删除分析过程中峰高相对较小的不相关峰。（如仪器噪声）

(5) 设置起始时间：在起始时间输入栏输入一个适当的值用于删除分析开始至起始时间之间的峰，主要用于删除分析开始的一段时间内出现的空气峰、溶剂峰、负峰等不相关峰。

(6) 选择自动检测负峰：本色谱工作站具有负峰自动识别功能，可以对负峰进行自动判别。

(f) 进行了以上设置，点击“下一步”按钮，继续方法第二部的设置，如图 3-20 所示。

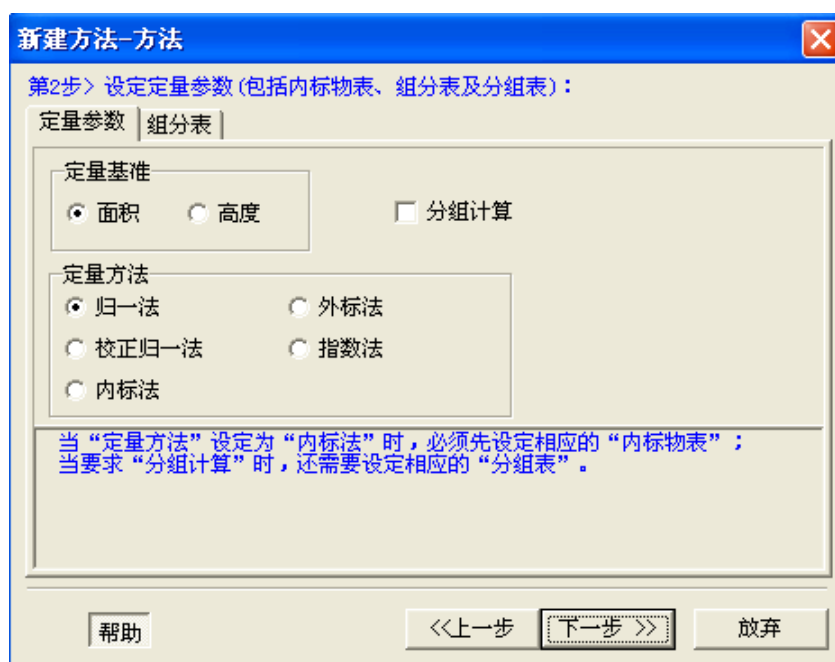


图 3-20

(1) 定量基准的选择：定量基准可以根据需要选择面积或高度。

(2) 定量方法的选择：按需选择归一法、校正归一法、内标法、外标法和指数法。

(3) 如果选择的是归一法，请点击下一步按钮，继续方法的设置。

(4) 如果选择的是非归一法，请在组分表中输入样品的组分名并点击确定按钮，如图 3-21 所示。

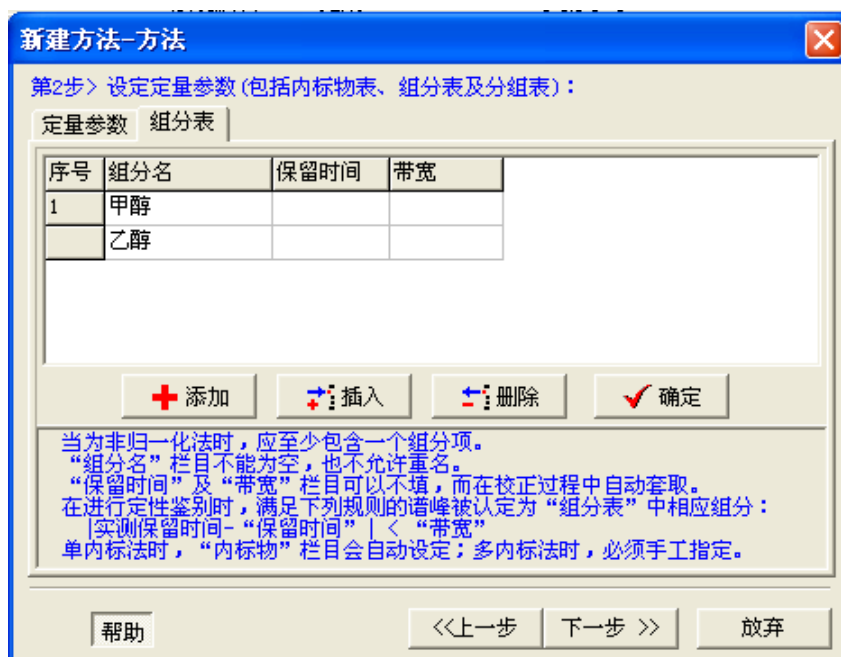


图 3-21

(g) 点击“下一步”继续方法第三部的设置，如图 3-22 所示。



图 3-22

一般情况下，用户可以选择系统默认的报告风格。但也可以新建报告风格，或选择一个现有的报告风格进行修改或删除。

(h) 确定了报告风格以后，点击下一步按钮继续方法的设置。然后点击完成按钮完成方法的设置，如图 3-23 所示。

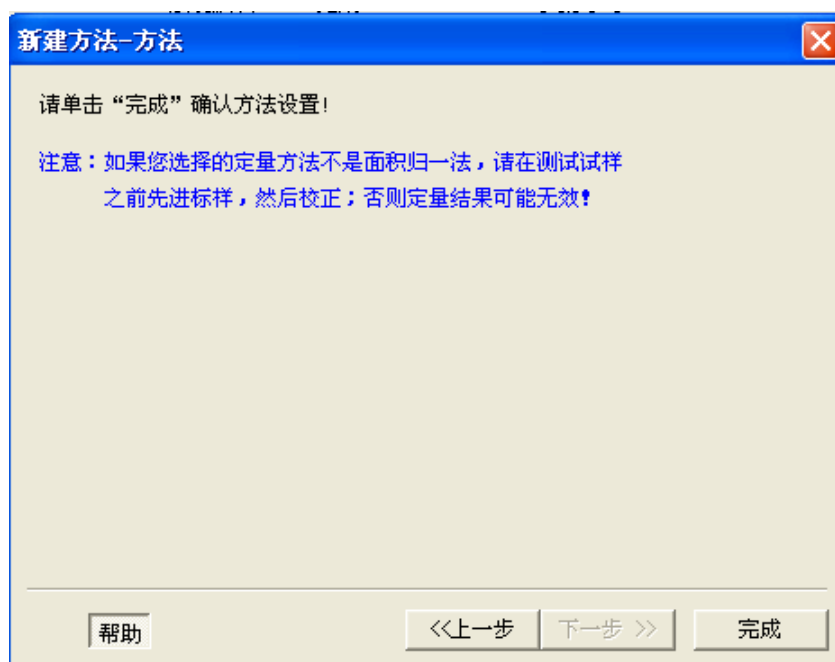


图 3-23

(i) 在方法列表里选择好所想使用的方法，点击“下一步”继续样品项的设置，如图 3-24 所示。

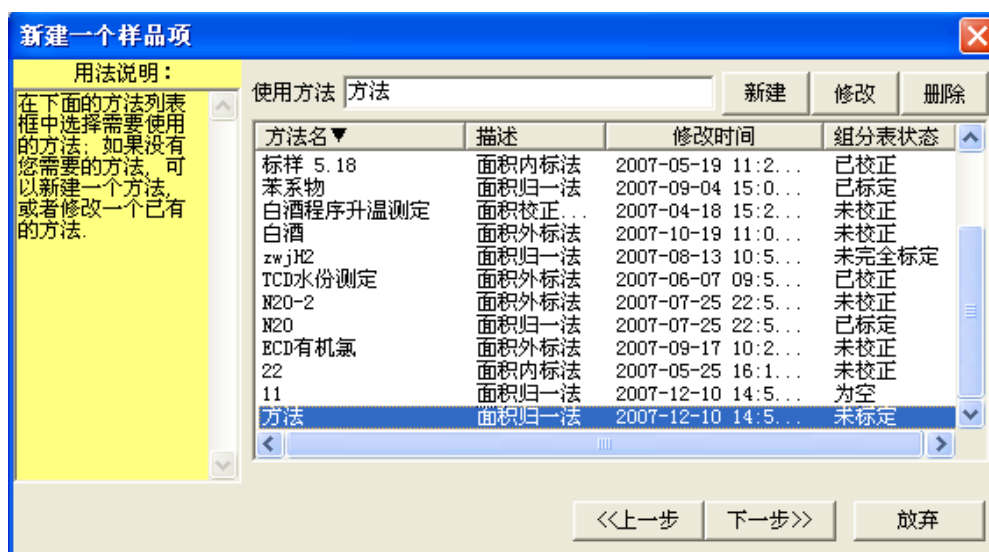


图 3-24

(j) 点击“下一步”按钮继续样品项的设置。最后点击“完成”钮完成样品项的设置过程，如图 3-25 所示。

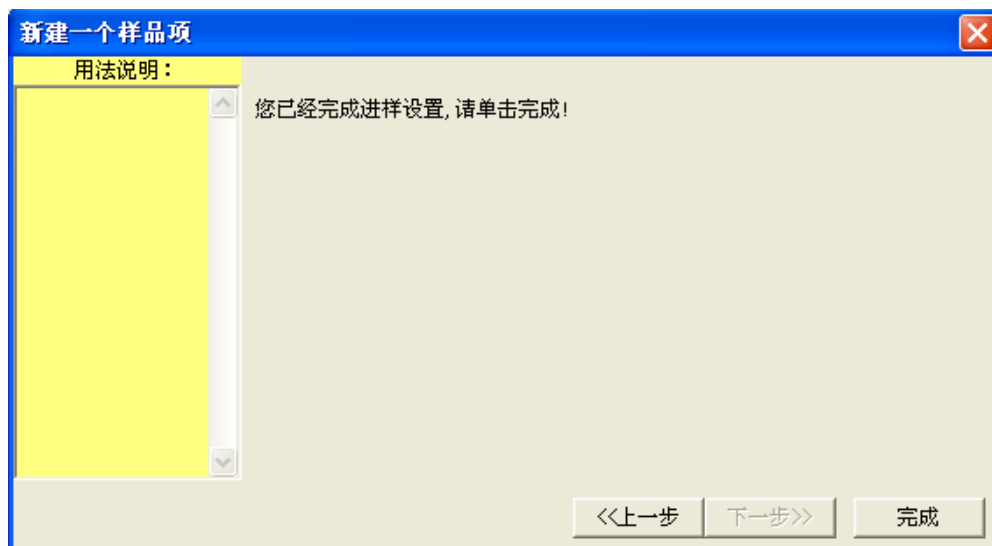


图 3-25

新建了一个样品项后，可以看到在样品项设置列表中新增了一个样品项，如图 3-26 所示。

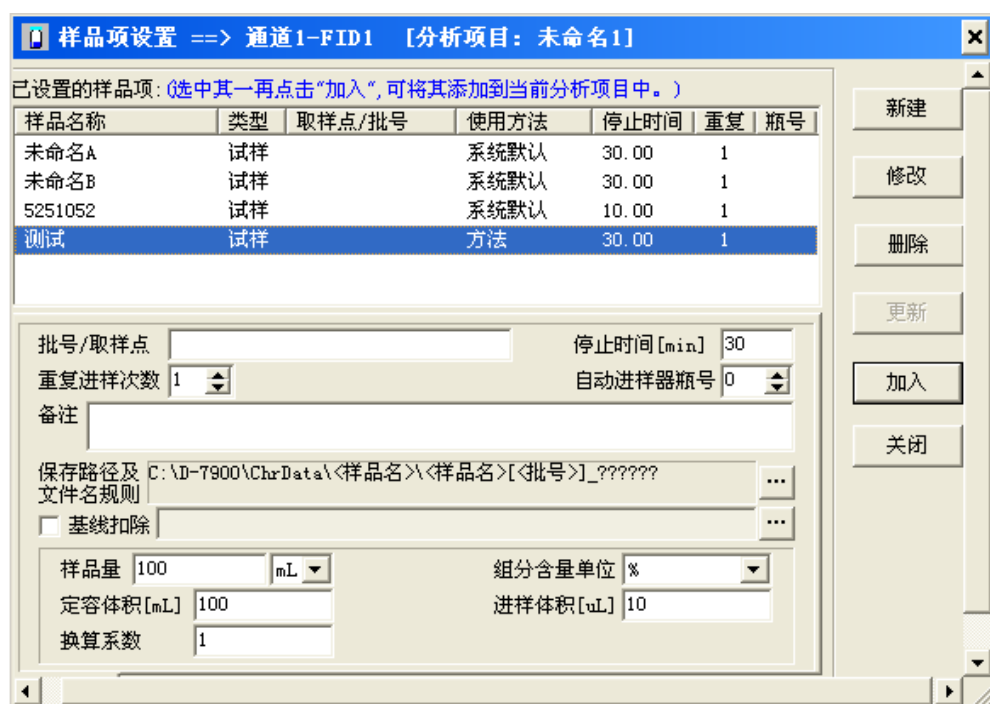


图 3-26

选择一个样品项，并点击加入按钮，在当前的分析项目表中加入新建的样品项，如图 3-27 所示。

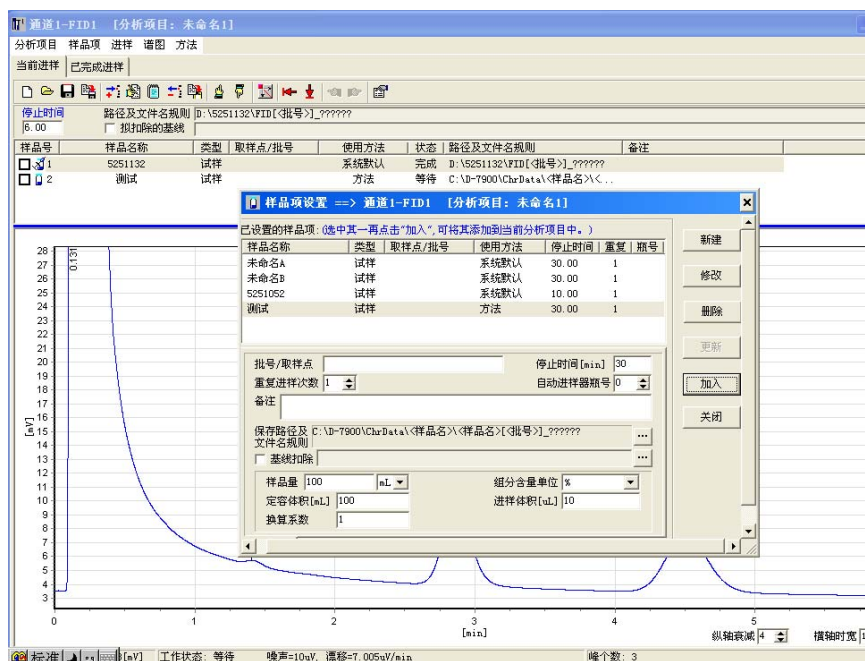


图 3-27

2. 实时采样

完成了样品项的设置, 并将该样品项加入到当前的分析项目表后就可以对您的样品进行实时采样了。首先在分析项目表选中与您的样品所对应的样品项。在色谱仪进样的同时点击开始进样按钮或按动遥控开关系统开始实时采样, 如图 3-28 所示。

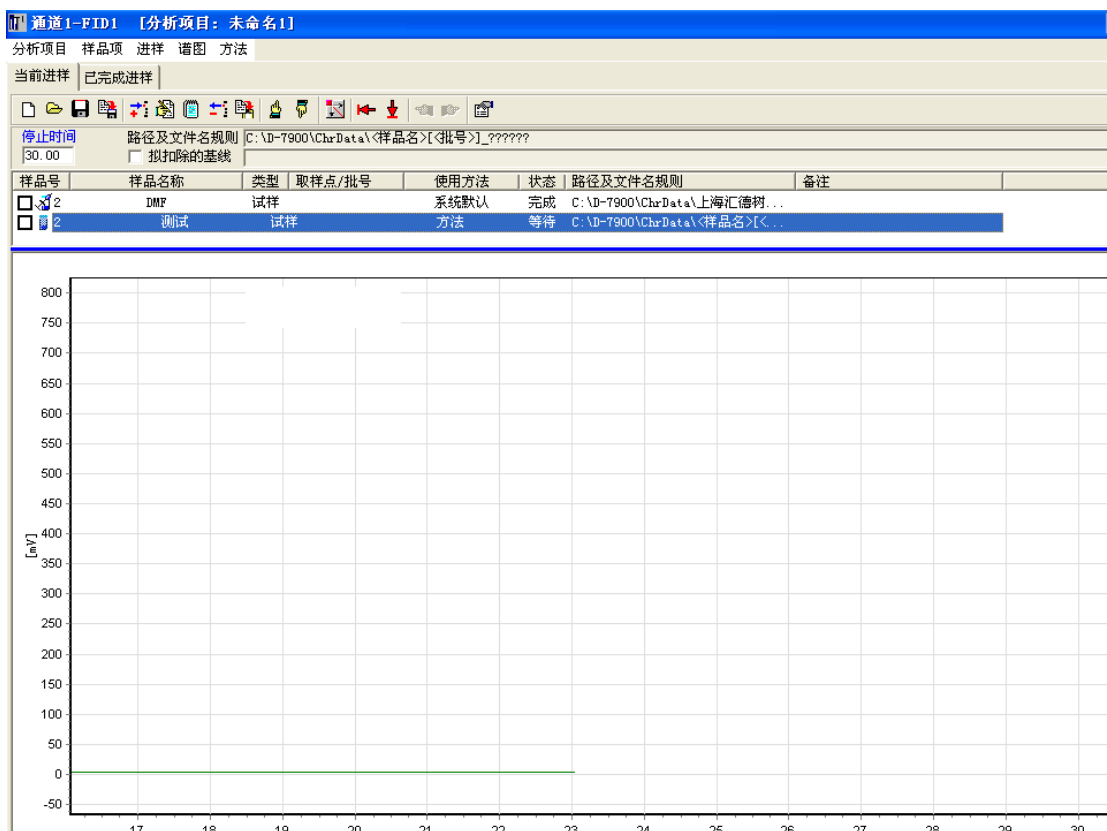


图 3-28

这时，您可以观察到时间坐标复零，工作状态由原来的查看基线变为采集试样（或标样或基线），并出现谱图文件名。

谱图文件名是由样品项名加六位记数构成记数从 000001 开始，文件名后缀由样品类型决定。

样品文件名后缀为（.smp）、标样文件名后缀为（.std）、基线文件名后缀为（.bs1）。

当一个样品的组分全部流出，可以点击停止采样按钮或待停止时间到达。这时系统停止采样，并对谱图进行处理。同时将谱图文件存盘。

注意：本软件对停止时间参数的修改可以随时进行。

当一个样品分析失败时，可以点击放弃采集按钮。这样系统不对所采的谱图进行处理，也不将谱图文件存盘。

谱图区工具栏介绍

(1) 分析项目

D-7900 色谱工作站安装完成后，相对于每一个通道提供一个缺省的分析项目表。分析项目表用于存放样品项，用户可以新建一个分析项目表，打开一个已存在的分析项目表，保存分析项目表，或另存分析项目表。如图 3-29 所示：



图 3-29

(2) 样品项

D-7900 色谱工作站对应每一个通道提供一个缺省的样品项（未命名 A 或未命名 B）。用户可以在该样品项下进行样品分析。用户可以添加样品项，修改已存在的样品项，对样品项进行快速修改，删除样品项，复制样品项。如图 3-30 所示：



图 3-30

(3) 移动样品项在分析项目表中的上下位置。如图 3-31 所示：



图 3-31

(4) 进样处理。启动采样、停止采样和放弃采样。如图 3-32 所示：



图 3-32

(5) 单一进样和序列进样。如图 3-33 所示：

单一进样方式：每次进样前必须在分析项目表中选择对应的样品项。

序列进样方式：对于序列样品或重复进样可以选择序列进样。即在分析项目表中选择某样品项，连续进样时样品项序列按照重复次数序列进行。



序列进样方式的切换按钮

图 3-33

(6) 谱图显示属性。如图 3-34 所示：

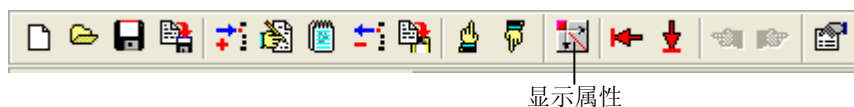


图 3-34

点击该工具钮，可弹出下图 3-35 所示的“谱图显示属性”菜单：

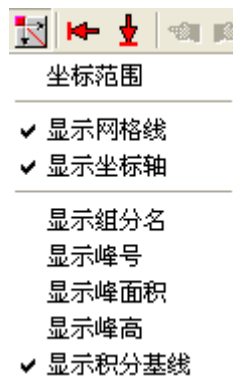


图 3-35

可以重新设置坐标范围、选择显示网格线、坐标轴、组分名（标定了时间）、峰号、峰面积、峰高和积分基线。

(7) “基线回零”与“时间回零”。如图 3-36 所示：



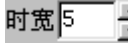
图 3-36

* 当谱图基线漂移较大(未能显示在谱图区内)时，可点击“基线回零”功能按钮将其拉回到合理位置(即保持基线显示在坐标高度 5%的位置附近)。采样开始时刻，系统会自动执行“基线回零”功能。

* 点可执行“时间回零”功能(使横轴原点回到 0 的位置)。

i. “衰减”及“时宽”

点击  右端的上、下小按钮，可调整“衰减”值(-5~12)，纵轴高度与衰减值的换算关系是：纵轴高度=2^{衰减值}。

点击  右端的上、下小按钮，可调整“时宽”值(1~1440min)。您也可以在上、下小按钮左边的白框内直接输入时间宽度值。

(8) 谱图缩放与拖动。如图 3-37 所示：

按下鼠标左键不放，向右下方移动鼠标，再松开手指，可将矩形框内的局部谱图放大至整个谱图区。该放大操作可反复进行(称为多级放大)。

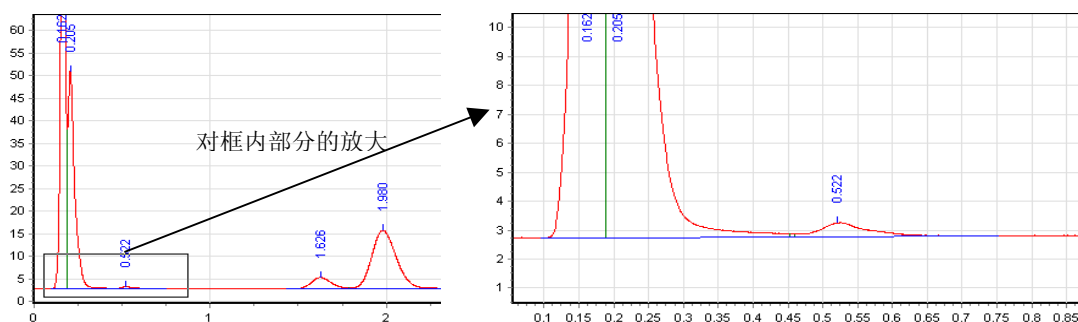


图 3-37

当进行了多级放大时，点击可返回至前一级放大状态，点击可返回至前一级放大状态。

按下鼠标左键不放，向左上方移动鼠标，再松开手指，可恢复到原来的状态。

按下鼠标右键不放，任意角度移动鼠标，可任意方向拖动谱图。

3. 报告的编辑与输出

点击“快捷面板”中的  按钮，可切换到“报告”窗体，如图 3-38，

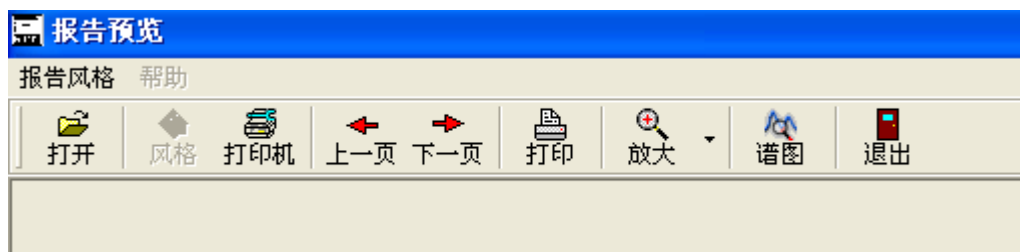


图 3-38

(a) 打开样品谱图

- (1) 点击“谱图”菜单中的“打开”，可弹出“打开谱图”对话框。如图 3-39 所示：

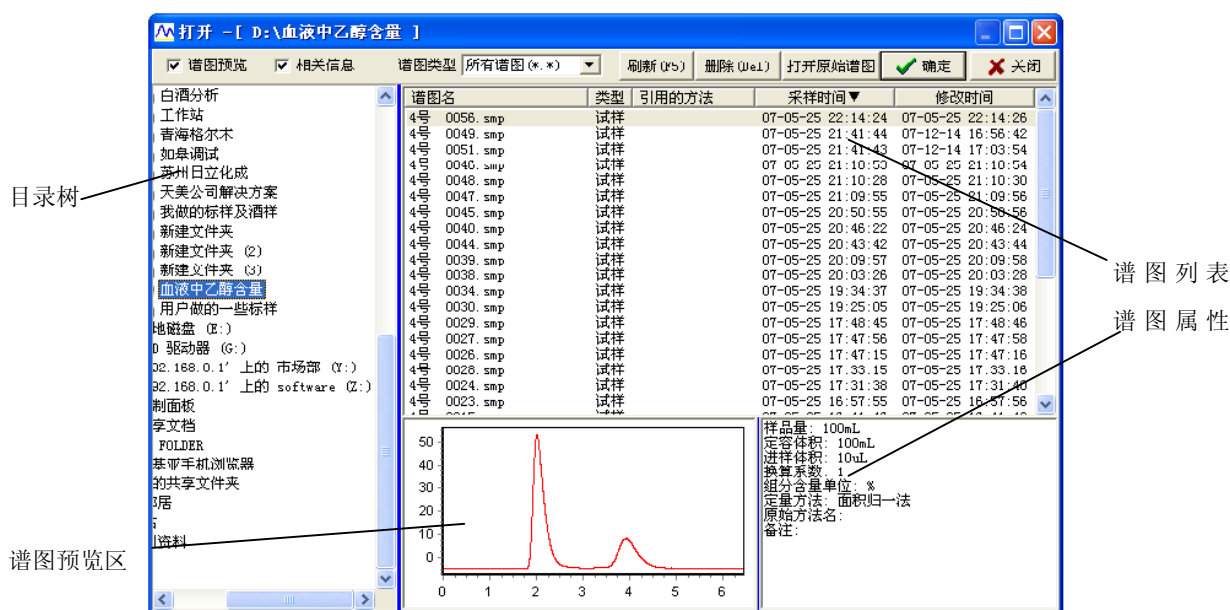


图 3-39

- (2) 从“目录树”中选点某项样品名文件夹节点

- (3) 从“谱图列表”中选点某谱图文件

如果“预览谱图”项处于选中(即选蓝)状态，则在“谱图预览区”会显示该进样的谱图轮廓。

- (4) 点击“ 确定”，即可自动生成完整的“报告页面”如图 3-40 所示：

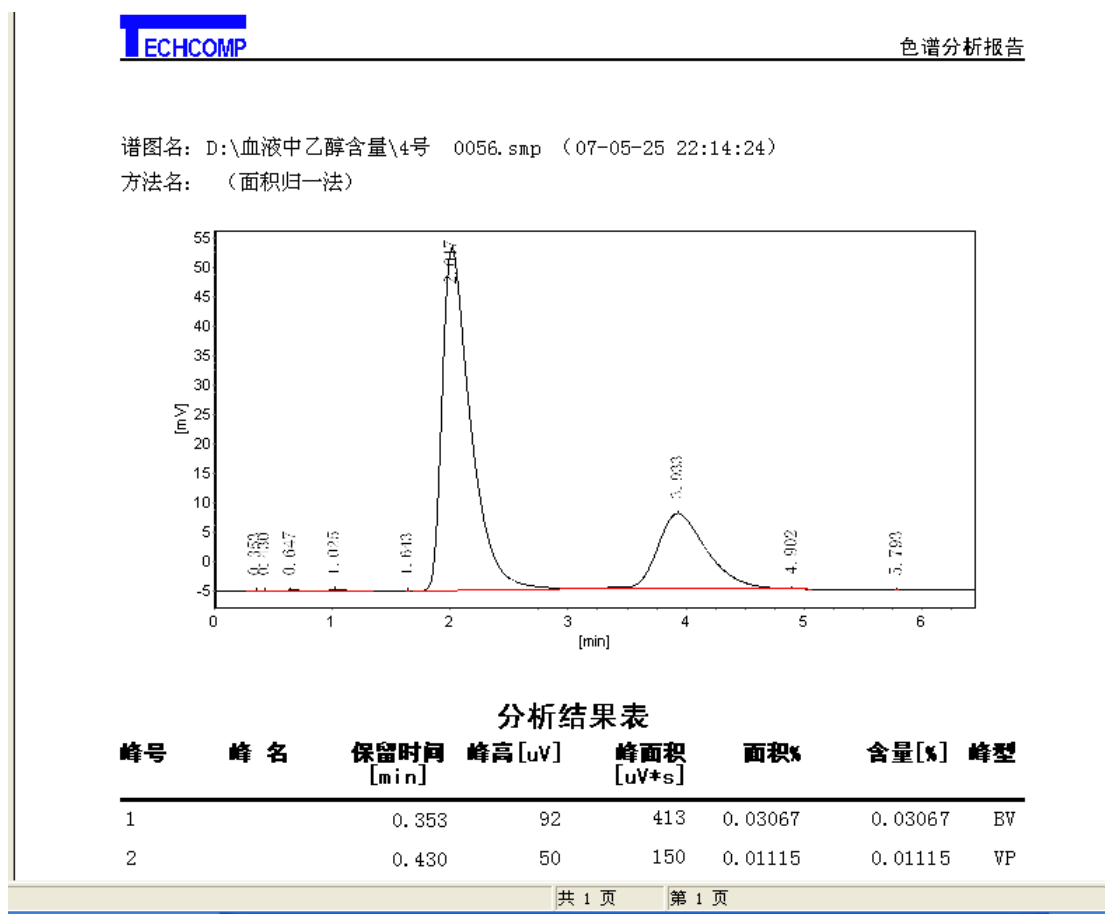


图 3-40

(b) 调整报告风格

(1) 点击“风格”，可弹出“报告风格”对话框。如图 3-41 所示：

Report Style - Unnamed

Report Content | Experiment Information | Spectrum Display | Spectrum Annotation | Analysis Results | Page Settings | Page Header/Footer

Report Title

☒ Sample Name ☐ Other

Report Title Font: Sample

Experiment Information

☒ Spectrum Name (☒ Sample Time) ☐ Annotation Information ☐ Experiment Introduction [Load] [Save]

☒ Method Name (☒ Brief Description)

☐ Sampling Point (Sample Source)

☐ Unit Name (☐ Place in Header)

****有限公司

☐ Operator

Regular Style | Simple Style | Restore Original Style | [Confirm] | [Cancel]

图 3-41

您可以任意修改“报告风格”各页签的内容，也可以点击“常规风格”或“简单风格”这两种风格模式，再按“确定”保存修改后的内容。

(2) 报告内容”页签。如图 3-42 所示：

Report Style - Unnamed

Report Content | Experiment Information | Spectrum Display | Spectrum Annotation | Analysis Results | Page Settings | Page Header/Footer

Report Content

☐ Instrument Conditions ☐ System Evaluation ☐ Integration Parameters

☒ Spectrum Display ☐ Grouping Results

☒ Analysis Results ☐ Component Table, Internal Standard Table

Regular Style | Simple Style | Restore Original Style | [Confirm] | [Cancel]

图 3-42

该页签指明了分析报告包含了哪几部分内容。默认情况下，仅包含谱图及分析结果两部分。

(3) “谱图显示” 页签。如图 3-43 所示：

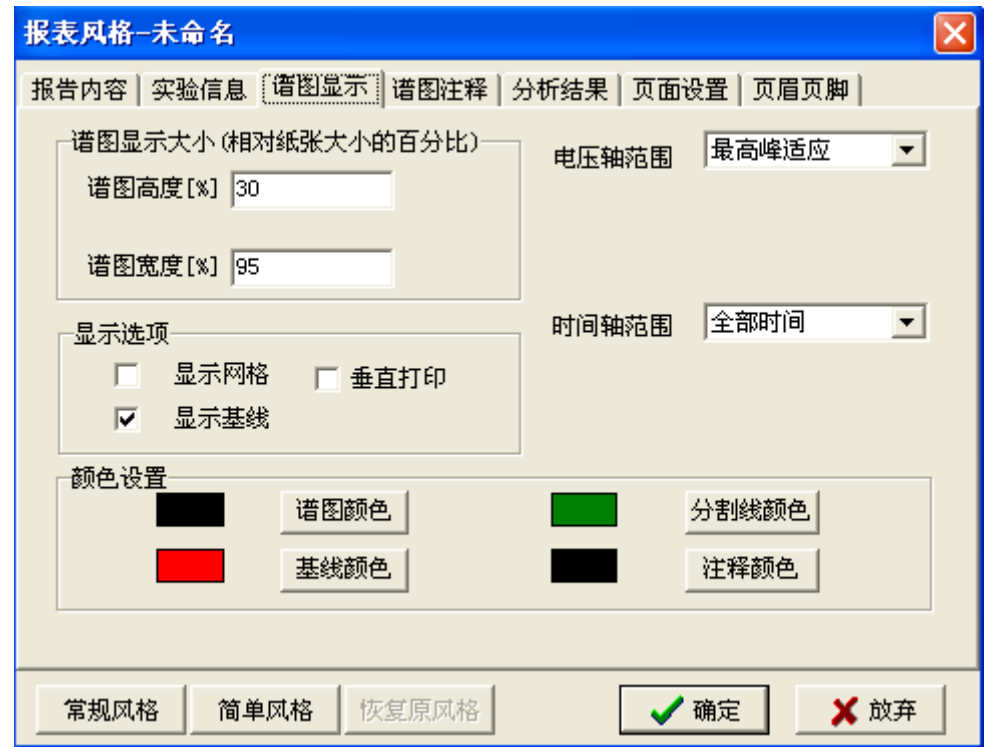


图 3-43

当“报告内容”页签选定了“谱图显示”项时，出现该页签。

(4) “谱图注释” 页签，如图 3-44 所示：

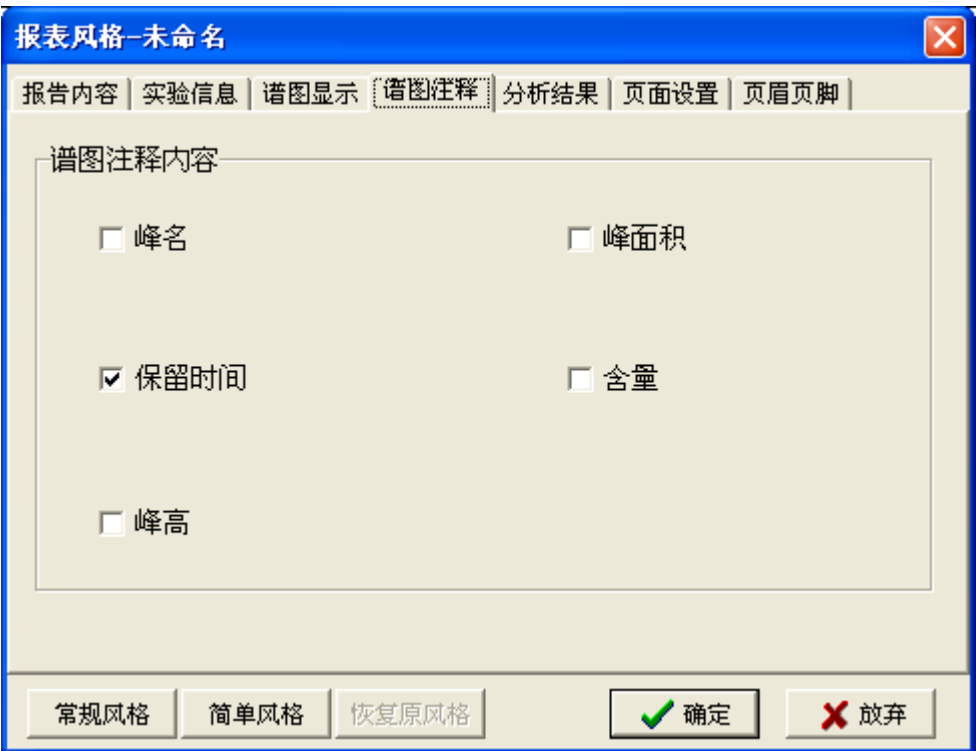


图 3-44

(4) “分析结果”页签。如图 3-45 所示：

The dialog box is titled '报表风格-未命名' (Report Style - Unnamed). It has a tabbed interface with the following tabs: '报告内容' (Report Content), '实验信息' (Experiment Information), '谱图显示' (Spectrum Display), '谱图注释' (Spectrum Annotation), '分析结果' (Analysis Results), '页面设置' (Page Settings), and '页眉页脚' (Page Header/Footer). The '分析结果' tab is selected. Inside this tab, there is a section titled '分析结果' (Analysis Results) containing two columns of checkboxes. The first column includes: '峰号' (Peak Number), '峰名' (Peak Name), '保留时间' (Retention Time), '峰高' (Peak Height), and '显示零含量组分' (Display zero content components). The second column includes: '峰面积' (Peak Area), '峰面积百分比' (Peak Area Percentage), '含量' (Content), '峰标记' (Peak Marking), and '显示累计值' (Display cumulative value). At the bottom of the dialog, there are three buttons: '常规风格' (General Style), '简单风格' (Simple Style), and '恢复原风格' (Restore Original Style). To the right of these are two buttons: '确定' (OK) with a green checkmark and '放弃' (Cancel) with a red X.

图 3-45

当“报告内容”页签选定了“分析结果”项时，出现该页签。

(6) “实验信息”页签。如图 3-46 所示：

The dialog box is titled '报表风格-未命名' (Report Style - Unnamed). It has a tabbed interface with the following tabs: '报告内容' (Report Content), '实验信息' (Experiment Information), '谱图显示' (Spectrum Display), '谱图注释' (Spectrum Annotation), '分析结果' (Analysis Results), '页面设置' (Page Settings), and '页眉页脚' (Page Header/Footer). The '实验信息' tab is selected. Inside this tab, there is a section titled '实验信息' (Experiment Information). On the left, there are two radio buttons: '样品名' (Sample Name) and '其它' (Other). To the right of these is a text input field labeled '报告标题字体' (Report Title Font) with the text '样本' (Sample) entered. Below this, there are several checkboxes: '谱图名' (Spectrum Name), '做样时间' (Sampling Time), '备注信息' (Remarks), '方法名' (Method Name), '简述' (Brief Description), '取样点' (Sampling Point), '样品来源' (Sample Source), '单位名称' (Unit Name), '置于页眉' (Place in Page Header), and '操作者' (Operator). To the right of these checkboxes is a text input field containing '****有限公司' (**** Co., Ltd.). On the far right, there is a section titled '实验简介' (Experiment Introduction) with a '加载' (Load) button and an '另存' (Save As) button. Below this is a text area containing the following text: '实验条件：色谱柱:TM-WAX 30m*0.25mm*0.25um 柱温:120℃ 10℃/min-250℃ 检测器250℃ 进样器200℃ 进样量:1ul 分流进样 总流量:5.8圈 柱前压:80Kpa'. At the bottom of the dialog, there are three buttons: '常规风格' (General Style), '简单风格' (Simple Style), and '恢复原风格' (Restore Original Style). To the right of these are two buttons: '确定' (OK) with a green checkmark and '放弃' (Cancel) with a red X.

图 3-46

若要求给出“实验简介”，请选中“实验简介”项(使其打√)，并在“实验简介”框中输入相应的内容。

点击“另存”，可将当前“实验简介”内容保存。

点击“加载”，可从文件中读取。

(7) “页眉页脚”页签。如图 3-47 所示：

The image shows the 'Page Header and Footer' tab of a 'Report Style' dialog box. The title bar is '报表风格-未命名'. The tabs are '报告内容', '实验信息', '谱图显示', '谱图注释', '分析结果', '页面设置', and '页眉页脚'. The 'Page Header' section has a checked 'Header' checkbox with a text field '色谱分析报告', a checked 'Header Left' checkbox with radio buttons for 'System Default' (selected) and 'Unit Name', and a text field for 'Unit Name' containing '****有限公司'. There are 'Font' and 'Sample' buttons. The 'Page Footer' section has checked checkboxes for 'Report Time' and 'Page Number', and an unchecked 'Audit' checkbox. It also has 'Font' and 'Sample' buttons. At the bottom are buttons for 'Regular Style', 'Simple Style', 'Restore Style', 'Confirm', and 'Cancel'.

图 3-47

(8) “页面设置”页签。如图 3-48 所示：

The image shows the 'Page Settings' tab of the 'Report Style' dialog box. The title bar is '报表风格-未命名'. The tabs are '报告内容', '实验信息', '谱图显示', '谱图注释', '分析结果', '页面设置', and '页眉页脚'. The 'Paper Size' section has a 'Paper Size' dropdown set to 'A4', and text fields for 'Paper Height (mm): 290' and 'Paper Width (mm): 210'. The 'Print Direction' section has radio buttons for 'Vertical Print' (selected) and 'Horizontal Print'. The 'Page Margins' section has spinners for 'Top Margin (mm): 20', 'Bottom Margin (mm): 30', 'Left Margin (mm): 20', and 'Right Margin (mm): 20'. At the bottom are buttons for 'Regular Style', 'Simple Style', 'Restore Style', 'Confirm', and 'Cancel'.

图 3-48

(c) 任意指定谱图范围

点击“谱图”按钮，弹出“谱图坐标范围”对话框。如图 3-49 所示：

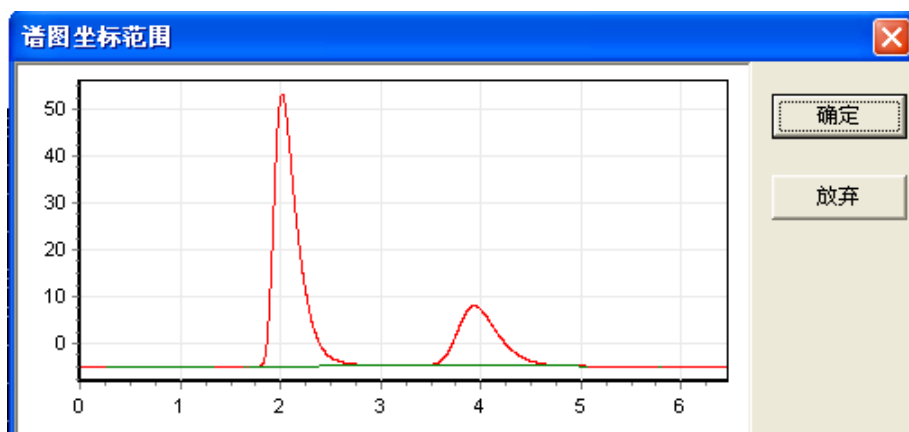


图 3-49

按下鼠标左键向右下角移动，可框定某一范围的谱图局部。如图 3-50 所示：

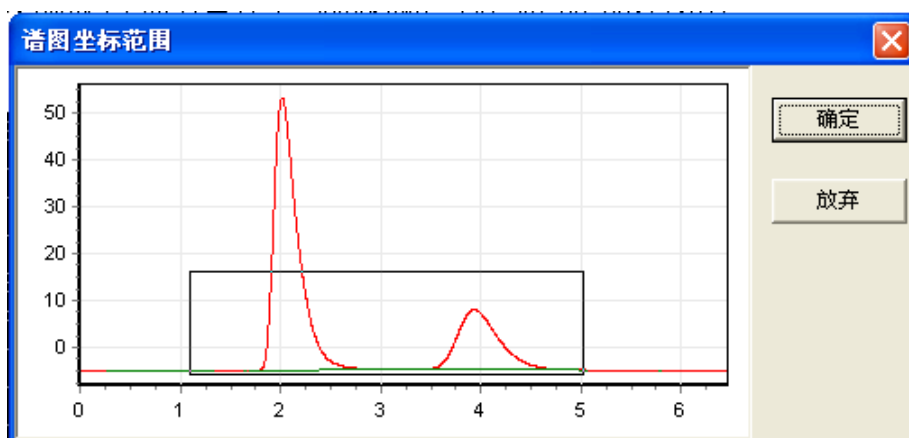


图 3-50

松开鼠标左键后，可将局部谱图放大至整个谱图区。如图 3-51 所示：

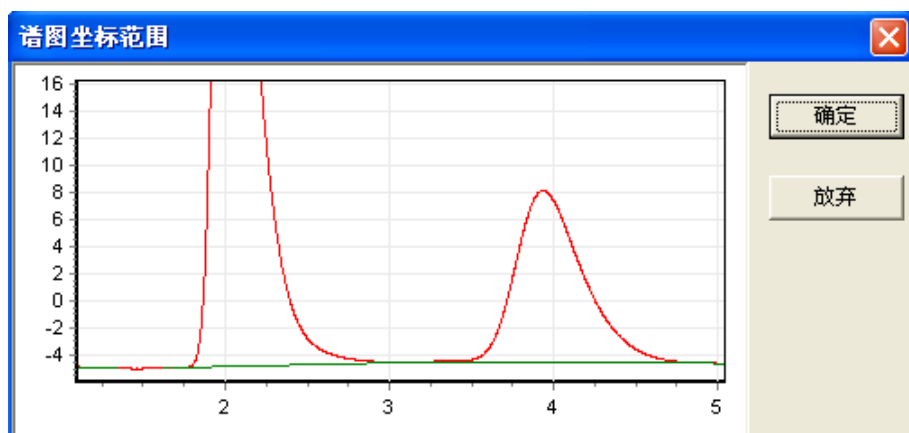
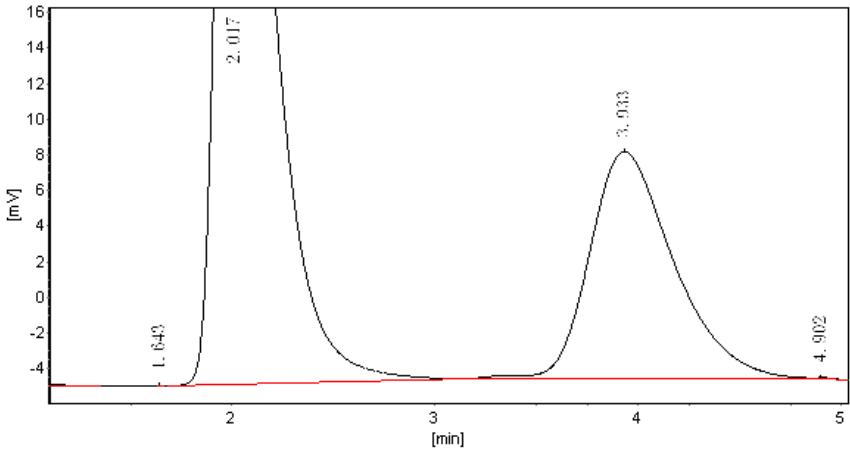


图 3-51

点击“确定”，即指定了“报告页面”的谱图范围。如图 3-52 所示：

谱图名: D:\血液中乙醇含量\4号 0056.smp (07-05-25 22:14:24)

方法名: (面积归一法)



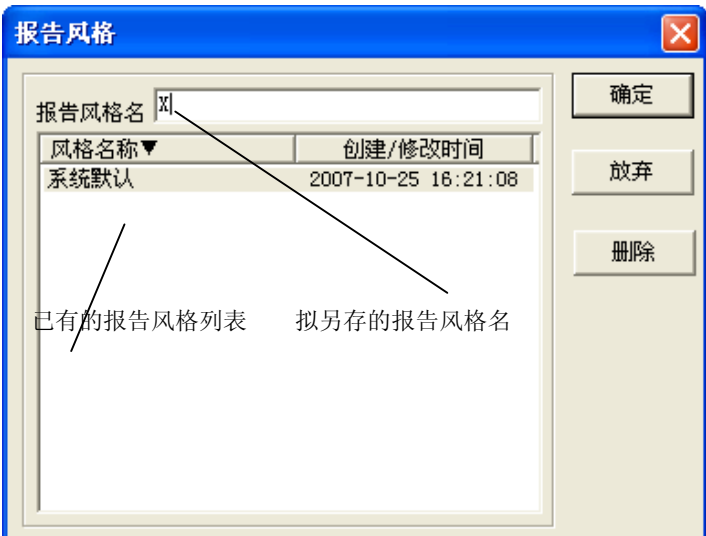
分析结果表

峰号	峰 名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量[%]	峰型
1		0.353	92	413	0.03067	0.03067	BV
2		0.430	50	150	0.01115	0.01115	VP

图 3-52

(d) 另存及引入报告风格

点击“风格”菜单中的“另存”，可将当前报告风格内容另取名保存。如图 3-53 所示：



先另取一个不存在的报告风格名；

再点击“确定”。

也可以选定一个已存在的报告风格名，此时，点击“确定”后，原内容将被新内容覆盖。

图 3-53

点击“风格”菜单中的“引入”，可引入其他的报告风格，同时，按新引入的报告风格内容重新生成当前谱图的分析报告(如果已打开谱图的话)。如图 3-54 所示：



先选定一个已存在的报告风格名；

再点击“确定”。

图 3-54

(f) 退出

点击菜单中的“退出”，可关闭“报告”窗体。

3.13.7 再处理

D-7900色谱工作站为分析工作者提供了一个对原始分析数据（文件）特别是复杂色谱数据进行重处理或再分析的工具。具有手动调整基线、添加/删除色谱峰、剪切数据（供其它文档使用）、多谱图比较、平行样的重复性分析等功能。

(1) 打开谱图

点击快捷钮面板上的再处理按钮，将工作界面切换到再处理工作界面。如图3-55所示：

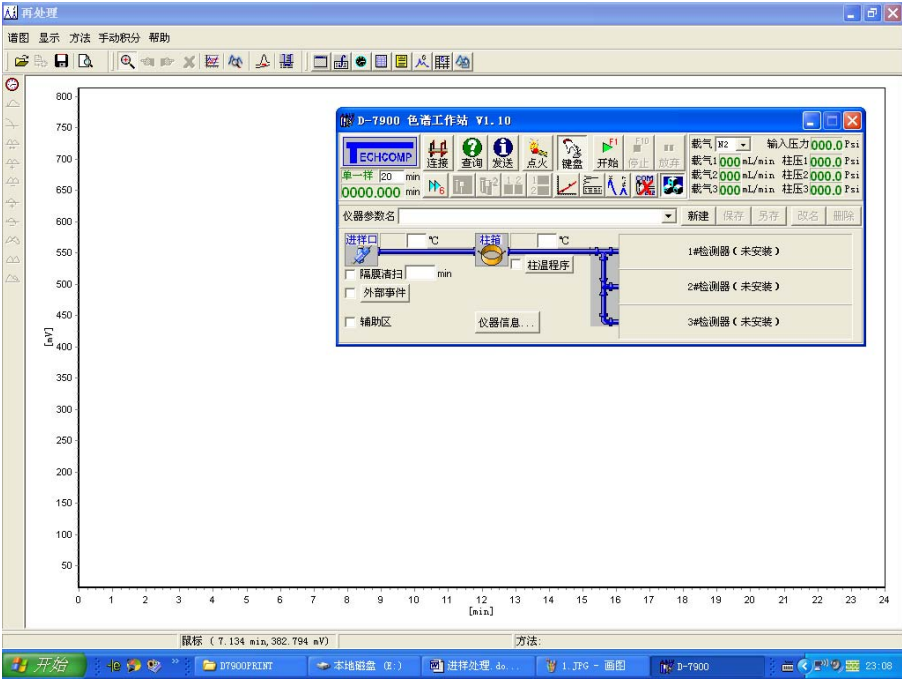


图3-55

点击谱图菜单，选“打开”。如图 3-56 所示：

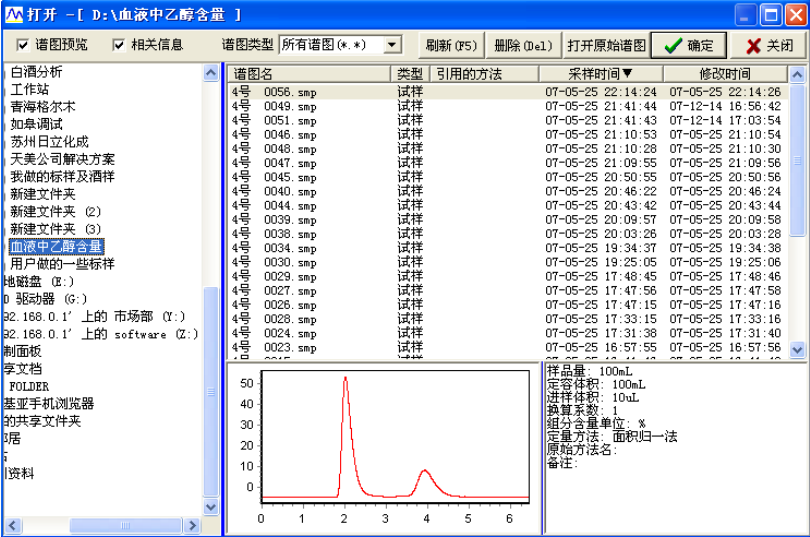


图 3-56

首先根据要打开的样品图谱类型选择具体的样品类型，再选中一个要打开的样品名，样品类型包括是试样(. smp)、标样(. std)或基线(. bs1)，谱图文件也有样品谱图、原始谱图和

修改谱图的区别。

点“确定”，即得如下谱图。如图 3-57 所示：

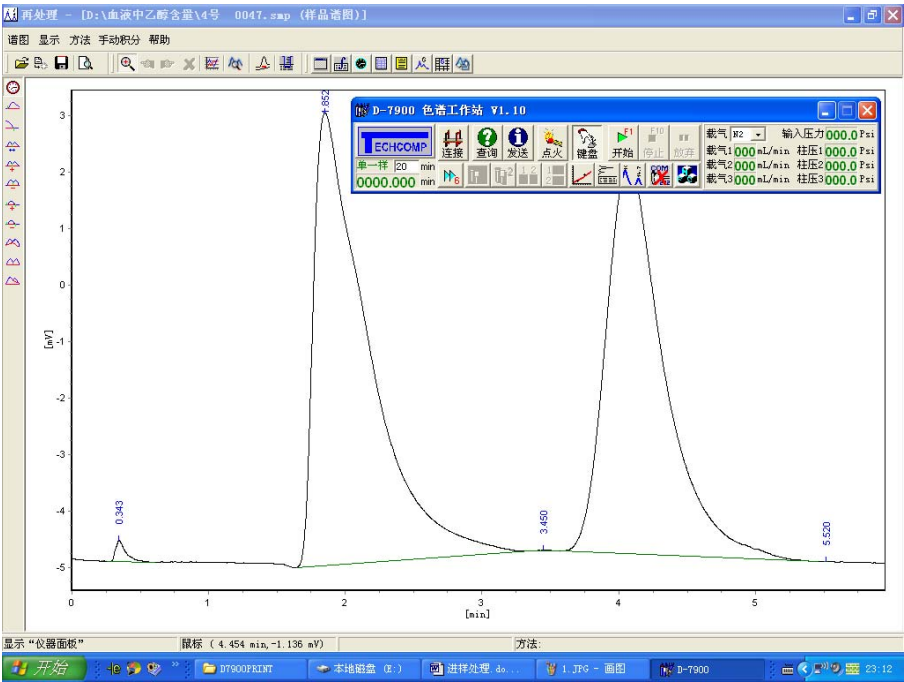


图 3-57

谱图菜单介绍，点击谱图菜单。如图 3-58 所示：

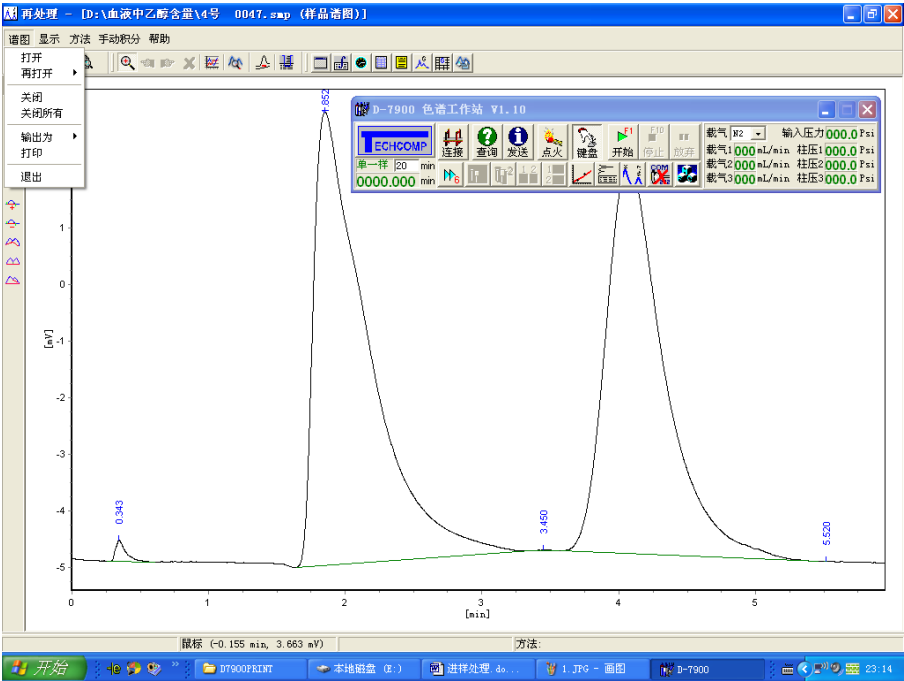


图 3-58

谱图菜单各选项：

1. 打开：

打开需再处理的谱图。打开的谱图可以是样品谱图（.smp）、标样谱图（.std）和基线谱图（.bs1）。D-7900 色谱工作站提供多谱图同时打开功能，最多可同时打开 8 个谱图文件。为平行样的重复性分析提供了极大的方便。

2. 再打开：

打开最近打开过的谱图。

3. 关闭：

关闭选中打开的谱图。

4. 关闭所有：

关闭所有已打开的谱图。

5. 导入：

指从本工作站外导入相应的谱图数据文件，包括 N2000 的 dat 文件。

6. 输出到：

指把当前的谱图输出到位图文件、剪贴板或文本文件。

7. 打印：

打印当前处理的谱图。

8. 退出：

退出再处理。

显示菜单介绍，点击显示菜单。如图 3-59 所示：

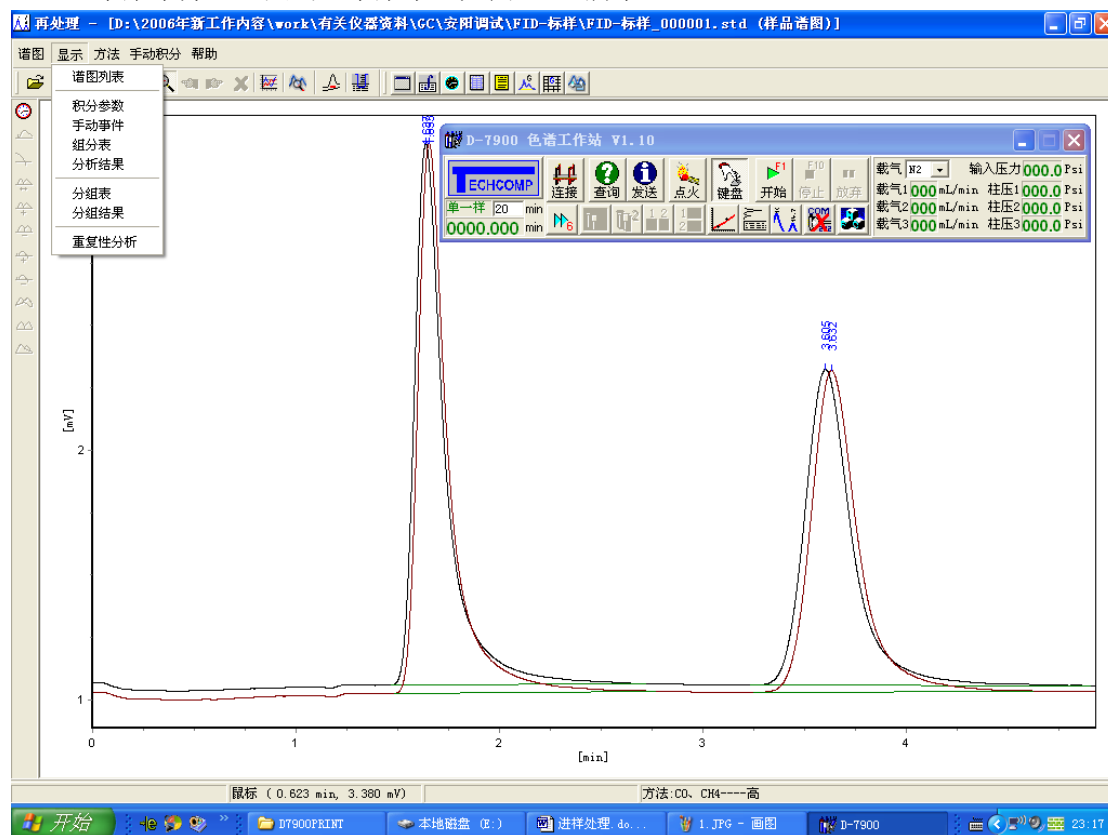


图 3-59

显示菜单各选项：

1. “谱图列表”显示当前已打开的所有谱图名。如图 3-60 所示：

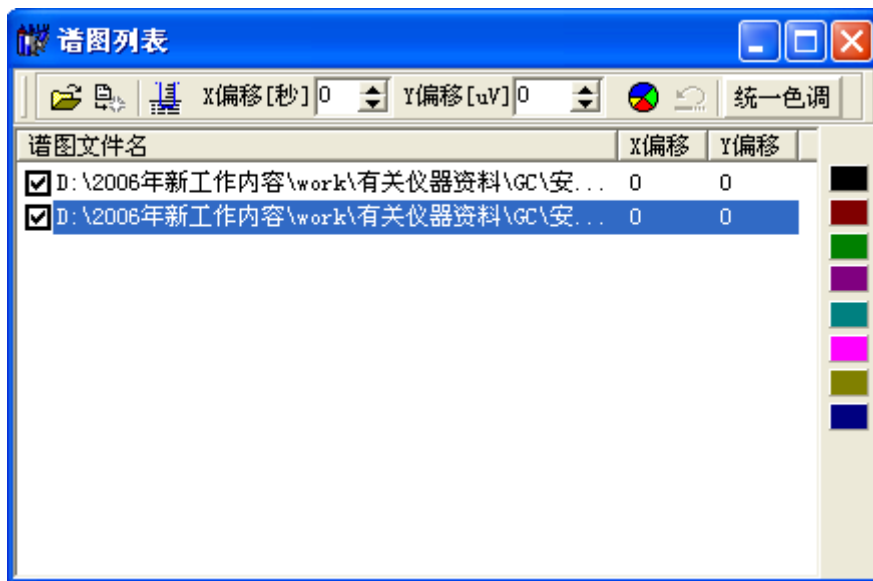


图 3-60

2. “积分参数”显示当前选中谱图的积分参数，可修改。如图 3-61 所示：

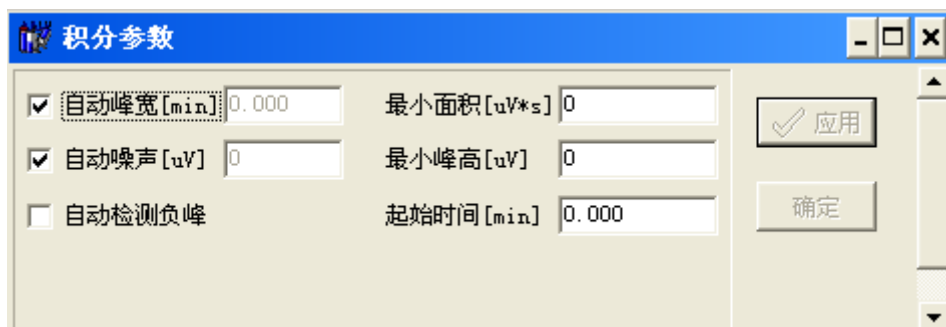


图 3-61

例“起始时间”设为“2”，表示从两分钟开始积分。

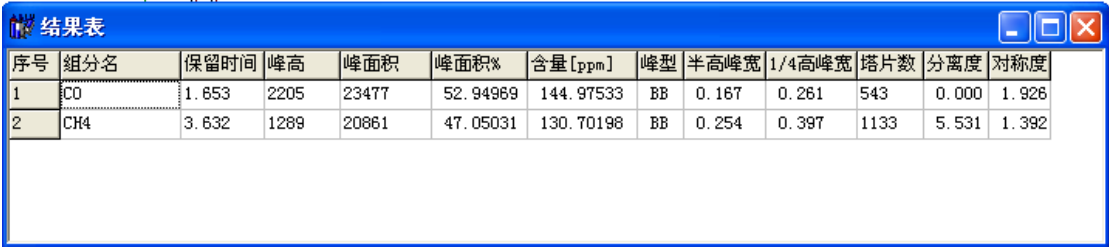
3. “手动积分事件表”显示当前的手动事件，可修改。如图 3-62 所示：



图 3-62

4. 分组表：显示当前的分组情况。

5. 积分结果：显示当前选中谱图的积分结果。如图 3-63 所示：



序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	峰面积%	含量[ppm]	峰型	半高峰宽	1/4高峰宽	塔片数	分离度	对称度
1	CO	1.653	2205	23477	52.94969	144.97533	BB	0.167	0.261	543	0.000	1.926
2	CH4	3.632	1289	20861	47.05031	130.70198	BB	0.254	0.397	1133	5.531	1.392

图 3-63

几种典型的峰类型代码可解释如下：

- BB：该峰起于基线，止于基线；
- BV：该峰起于基线，止于谷点；
- VV：该峰起于谷点，止于谷点；
- SPB：该峰为溶剂峰，且起于穿透点，止于基线；
- TBV：该峰为拖尾峰，且起于切点，止于谷点；
- TBB：该峰为拖尾峰，且起于切点，止于切点；
- XB：该峰起于肩点，止于基线。

6. 分组结果：显示分组的结果。

7. 重复性分析：显示当前打开的多个谱图的定性定量重复性结果。如图 3-64 所示：



峰号	组分名	平均保留时间	保留时间Cv	平均面积	面积Cv	平均峰高	峰高Cv	平均含量	含量Cv	统计谱图个数
1	CO	1.645	0.688%	23319	0.958%	2187	1.164%	144.00000	0.958%	2
2	CH4	3.618	0.534%	20749	0.764%	1278	1.217%	130.00000	0.764%	2

图 3-64

注意：需先清除以前的数据，再点“+”，即可。

方法菜单介绍，单击方法菜单。如图 3-65

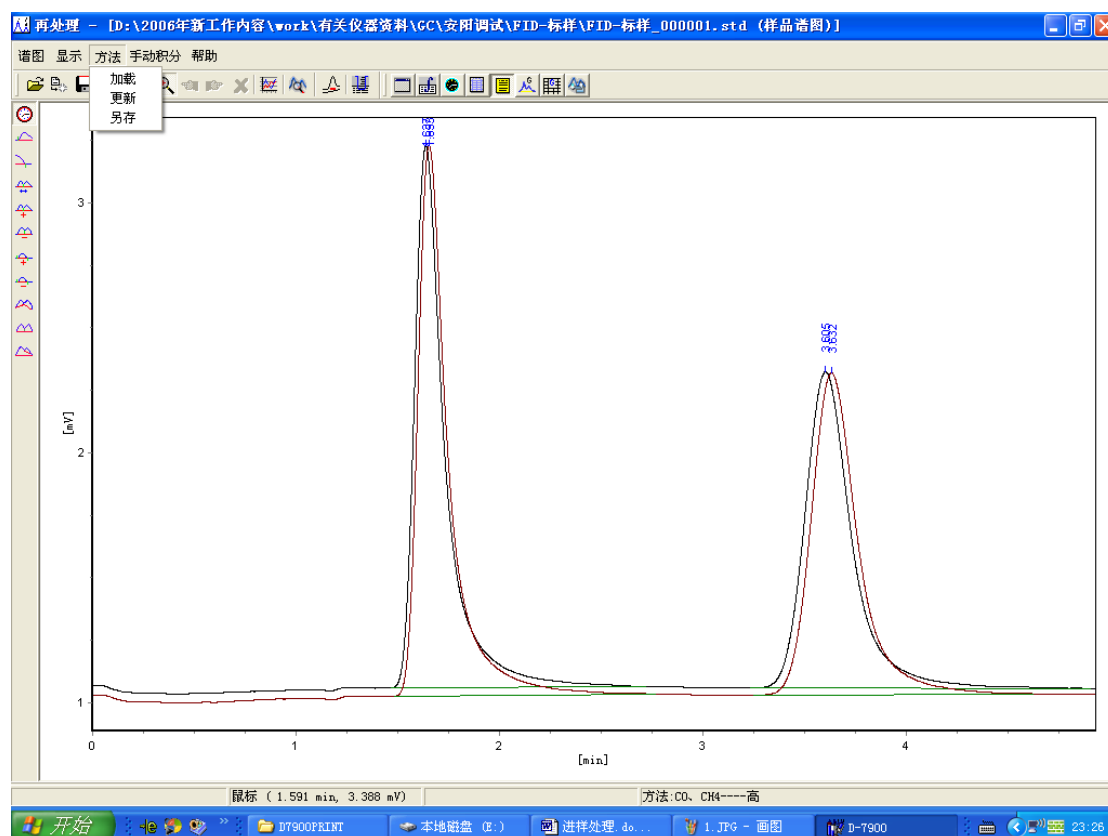


图 3-65

- 1 加载：
从已有方法中选一个加载到目前的谱图中，然后按所加载的方法对当前谱图进行再处理。

注意：加载方法前必须先打开要处理的谱图。
- 2 更新：
修改积分参数或手动事件后，以当前方法更新，则该样品名对应的方法就被更新，包括实时采样方法。
- 3 另存：把当前方法另存为新的方法。

(2) 平行重复性实例

首先在实时采样的分析项目表中建立平行样的样品项，并在此样品项下采集一组平行样图谱。然后点击再处理图标，进入再处理界面。

点击打开图标，打开所要处理的平行样。如图 3-66 所示：

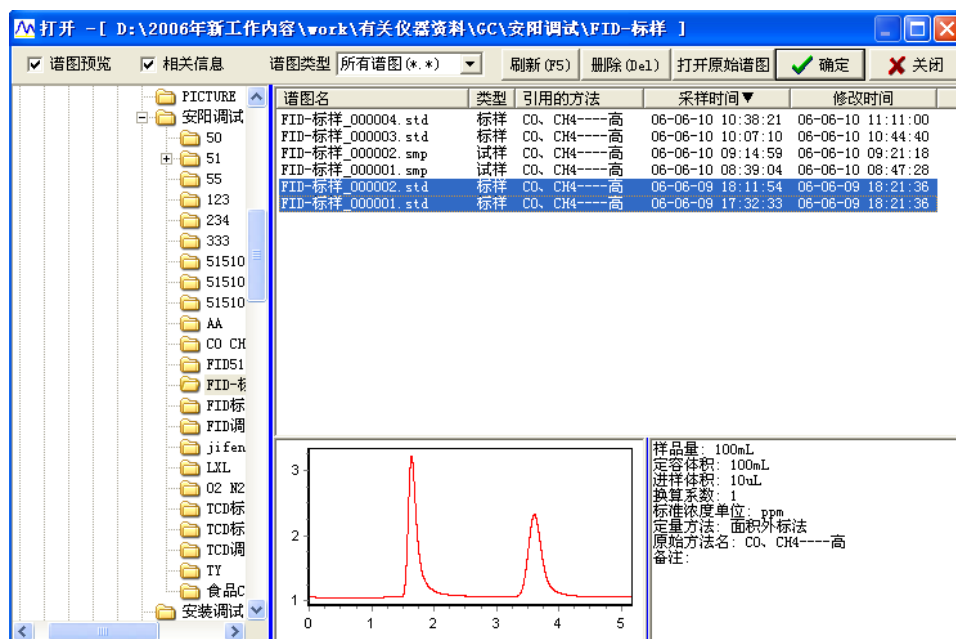


图 3-66

选择所需打开的图谱文件，可选多个文件。点确定按钮同时打开。如图 3-67 所示：

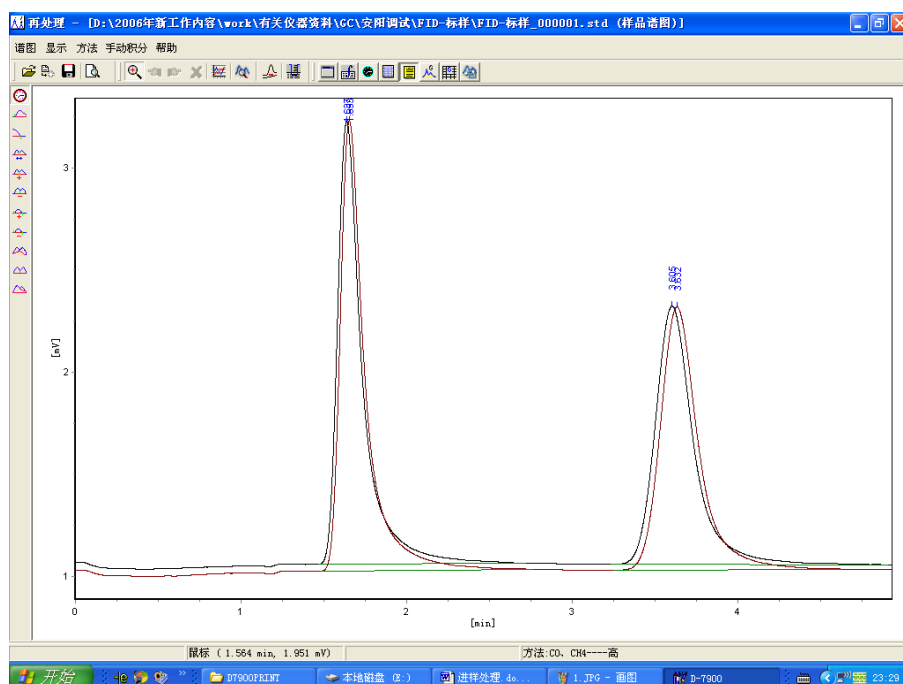


图 3-67

然后，点击显示菜单选重复性分析选项。出现重复性分析表，点“+”图标加入重复性分析数据。如图 3-68 所示：

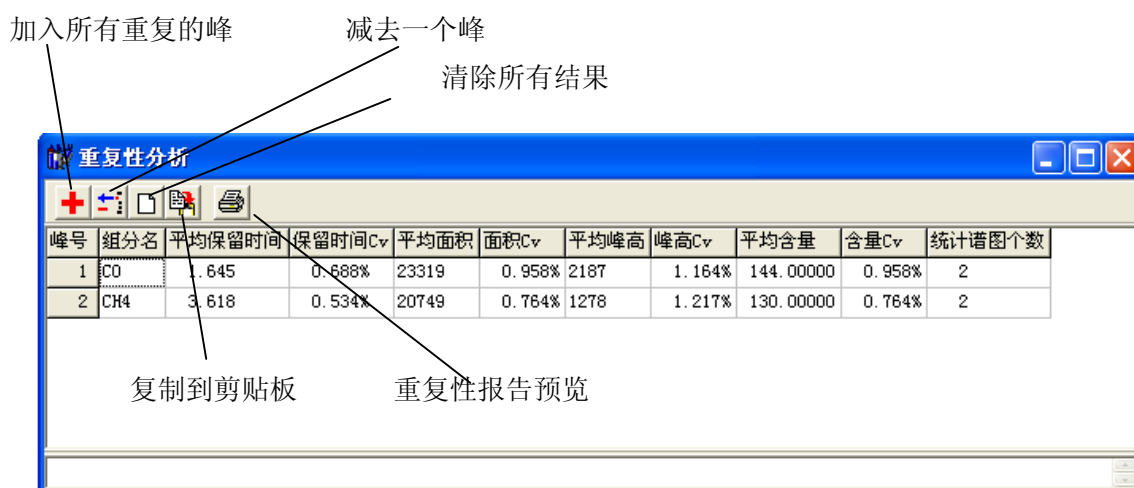


图 3-68

在做重复性分析时，可以点击移去一个谱峰按钮，删除一个不需要的谱峰。也点击清除按钮，删除所有的谱峰。

D-7900 色谱工作站提供数据输出功能。点击复制到剪贴板按钮，可以将重复性数据输出。

点击重复性报告按钮，可以预览重复性报告。如图 3-69 所示：

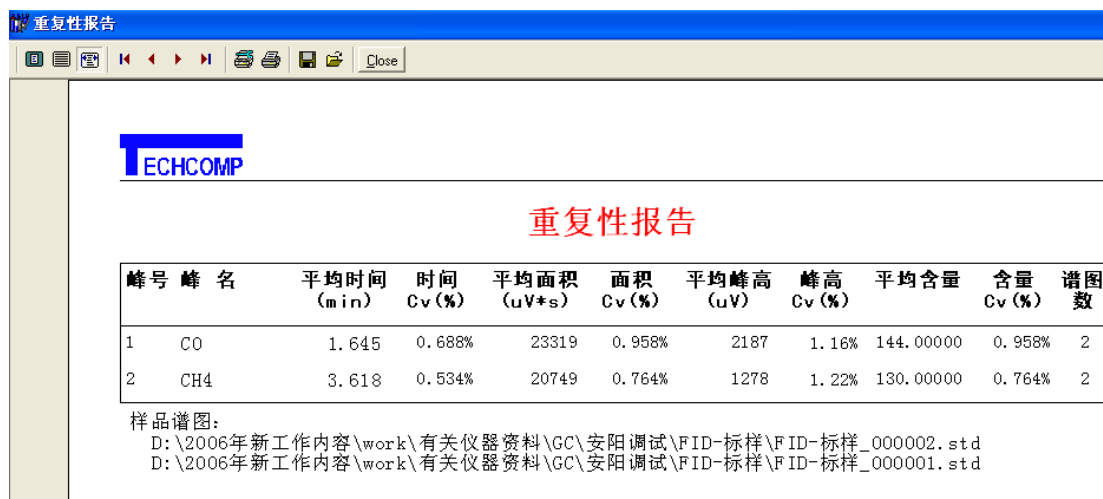


图 3-69

这时点击打印机图标，可以打印输出重复性分析报告。

(3) 手动积分

实际分析中由于有时的样品十分复杂，D-7900 色谱工作站提供了一个人工对色谱峰的识别进行补充处理的工具，这就是手动积分。手动积分是对工作站智能自动判别的一种合理补充。

手动积分的各个功能使用方法如下：您必须先用鼠标按下手动按钮，或者点击手动积分菜单中使用功能，等到手动积分的各功能按钮弹出。如图 3-70 所示

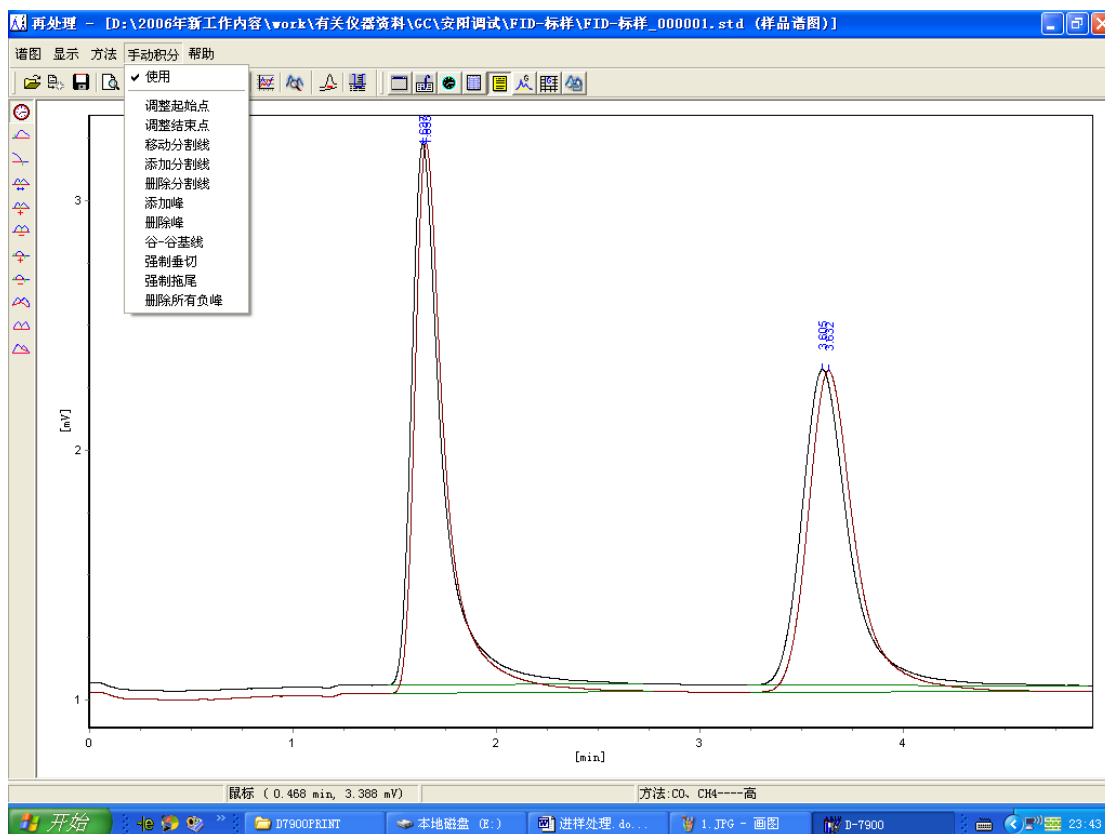


图 3-70

然后您可以根据需要，用鼠标单击选择功能按钮，使该按钮按下，并在谱图上选择需想改变的目标点以及改动以后的点即可。具体各功能的操作如下：

移动起点 / 移动结束点：

用鼠标按下移动起点（或结束点）按钮或在菜单上选中该功能，然后依下方的提示用鼠标在色谱图上单击在移动的目标峰，然后用鼠标单击选择新的起点（或结束点）

移动分割线：

用鼠标按下移动分割线按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标在色谱图上单击寻找新的分割线位置，并双击鼠标。工作站即自动将分割线移到新的您所选的位置

增加分割线 / 删除分割线：

用鼠标按下增加分割线按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标在色谱图上双击

选择所要添加分割线的位置，工作站即自动在您所选的位置强制添加一条分割线。

如果您要想删除分割线，则在用鼠标按下删除分割线按钮或在菜单上选中该功能后，然后用鼠标在色谱图上双击选择所要删除的分割线，工作站即自动将您所选分割线删除。

添加峰：

用鼠标按下添加峰按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所要添加色谱峰的起点与结束点。

删除峰：

用鼠标按下删除峰按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需删除峰的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间删除峰。

谷-谷基线：

用鼠标按下谷-谷基线按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需谷-谷基线的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间进行谷-谷基线。在设定的时间内连接所有峰谷点构造出基线。

强制垂切：

用鼠标按下强制垂切按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需强制垂切的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间进行强制垂切。用于修改未垂切的峰。

强制拖尾：

用鼠标按下强制拖尾按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需强制拖尾峰的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间进行强制拖尾。强制设定指定峰拖尾的起始时间和结束时间。

删除所有负峰：

用鼠标按下删除所有负峰按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需删除所有负峰，工作站即自动在按您所给出的要求删除所有的负峰。

选中某一项目，按提示，双击鼠标，结束后，“Esc”键或按另一手动事件。处理完后，按“关闭当前谱图”，这样修改后的结果就保存下来了。再打开相应的文件，就是修改过的谱图和结果。

3.13.8 校正

(1) 操作步骤

1.1 打开“方法校正”对话框：

点击“快捷面板”中 按钮，可弹出“方法校正”对话框。如图 3-71 所示：

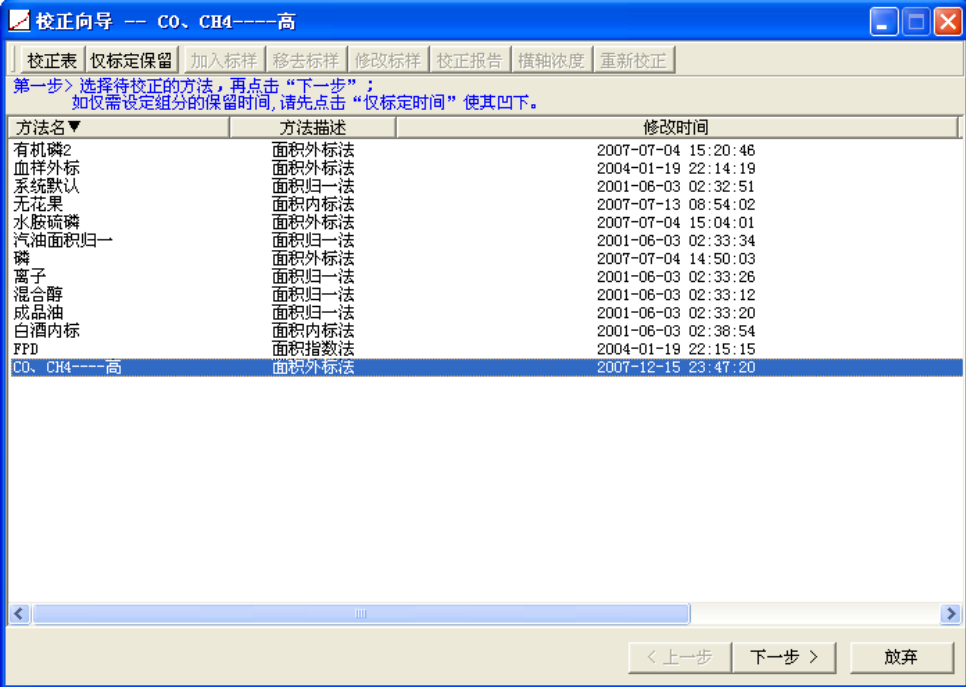


图 3-71

1.2 指定待校正的方法

点击方法列表中的某一方法(假定为“CO、CH4----高”)，再点击“下一步”，如图 3-72 所示：

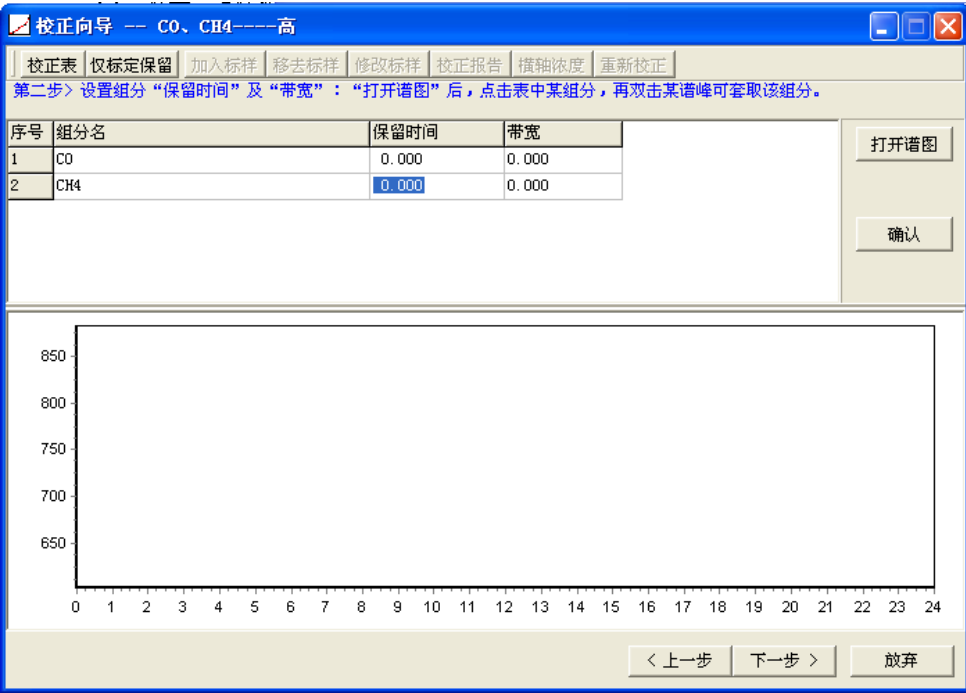


图 3-72

1.3 设定/调整组分的“保留时间”及“带宽”：

如果在校正之前尚未设定组分的“保留时间”及“带宽”，或者您认为组分的“保留时间”及“带宽”需要调整，那么请点击“组分表”，然后：

1.3.1 打开或抽取谱图。如图 3-73 所示：

- 点击“打开谱图”，弹出如下对话框；
- 点击“目录树”中与待校正方法相对应的样品名文件夹节点；
- 点击“文件列表”中您认为适宜的谱图文件，再点击“确定”。

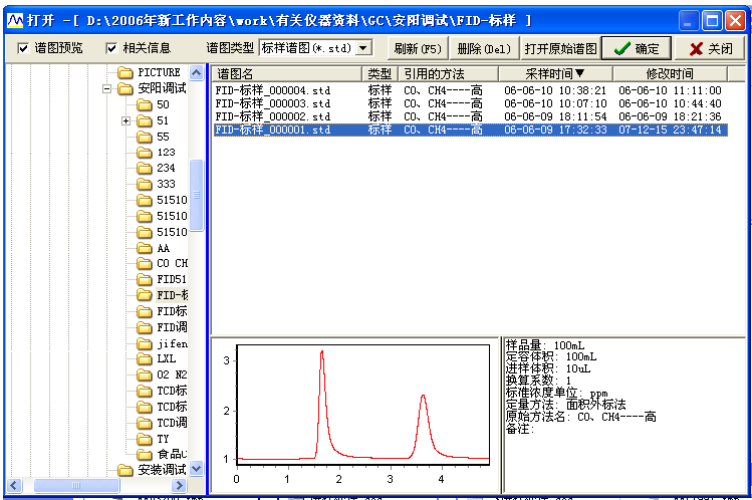


图 3-73

1.3.2 套取组分的“保留时间”及“带宽”。如图 3-74 所示：

点击某一组分行(假定为 x)，再双击相应的谱峰，可自动套取该组分的“保留时间”及其“带宽”；与此类同，逐一套取所有待标定组分的“保留时间”及其“带宽”。

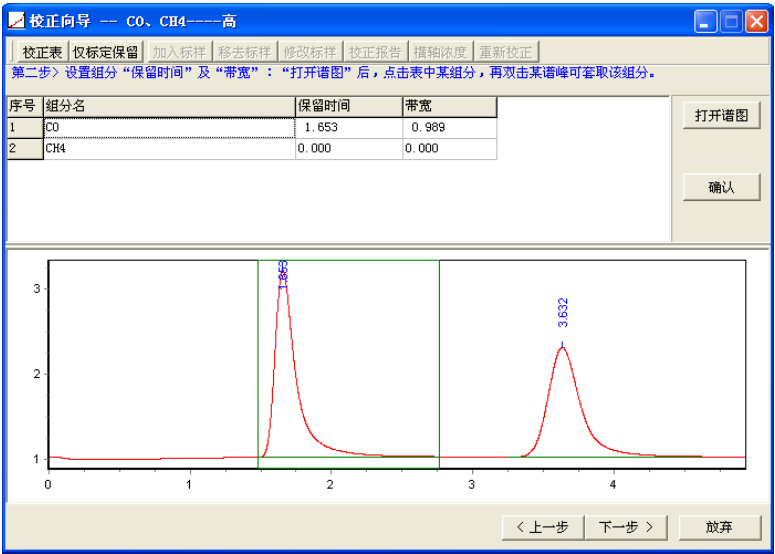
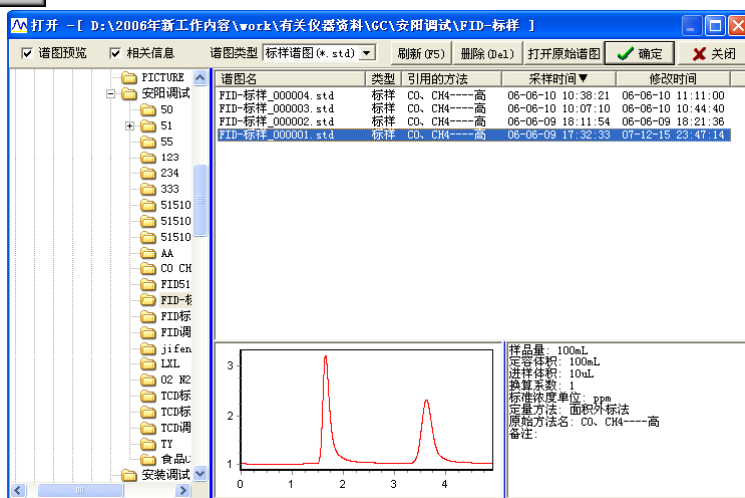


图 3-74

1.3.3 点击“确认”，对当前组分表进行重新校正。

1.4 第四步、加入标样：

1) 点击 **添加标样**，弹出如下对话框：

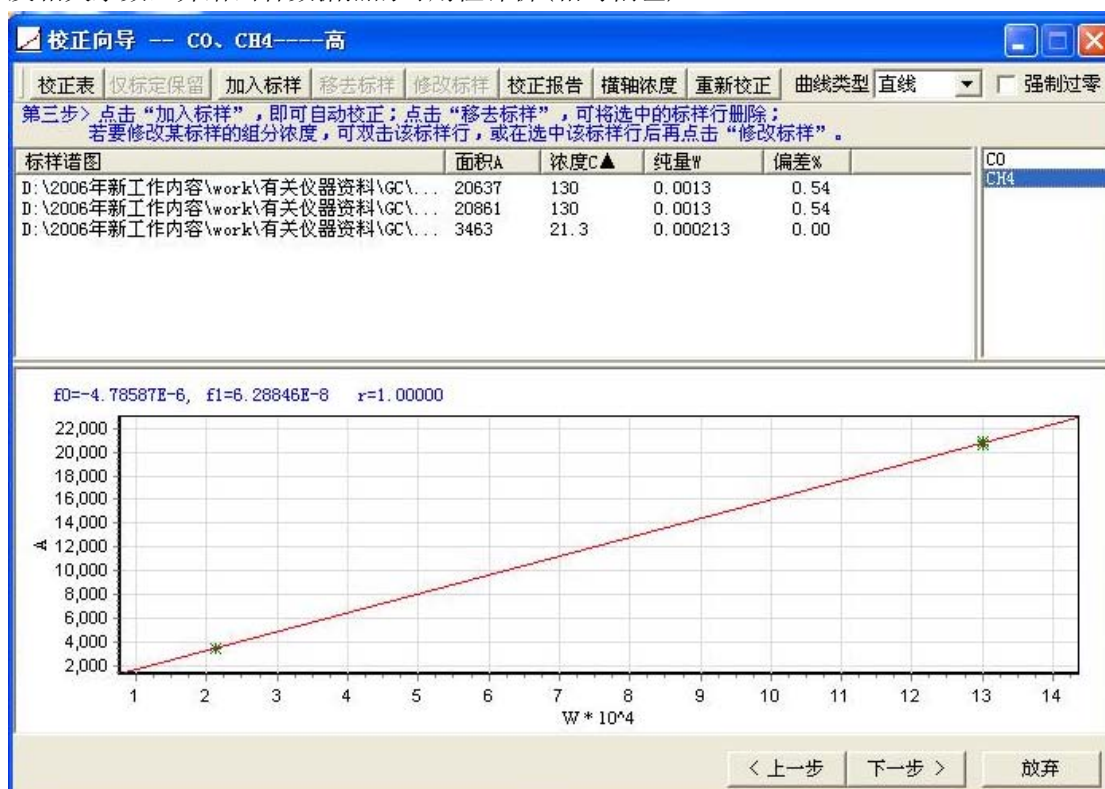


2) 加入标样谱图：

点中“目录树”中某项样品名文件夹节点，再在谱图列表中全选可用的谱图文件后点击“确定”。

1.5 确认校正结果：

逐一点击“组分列表”框中的某组分，可给出该组分的校正曲线，并标注出其各项校正因子及相关系数，并给出各数据点的可用性评价(相对偏差)。



1、改变“曲线类型”

本工作站系统提供三种“曲线类型”供用户选择：



直线	$Y = f_0 + f_1 \cdot X$
二次曲线	$Y = f_0 + f_1 \cdot X + f_2 \cdot X^2$
三次曲线	$Y = f_0 + f_1 \cdot X + f_2 \cdot X^2 + f_3 \cdot X^3$

当您改变“曲线类型”后，系统会立即重新校正。

2、改变“原点策略”

本工作站系统提供两种“原点策略”供用户选择：

原点策略	说明
“强制过零” 打上 ☒	曲线过坐标原点(即 $f_0=0$)
“强制过零” 不打 ☐	曲线不过坐标原点(即 $f_0 \neq 0$)

当您改变“原点策略”后，系统会立即重新校正。

注意：1) 单点校正时，无论“原点策略”如何设定，曲线总是过原点的；

2) 当采用“指数法”定量时，“标样表”应至少包含 2 个不同浓度的标样进样，且“原点策略”不能设定为“采用并过原点”，原因如下：

因指数法时，组分纯量与响应的关系为“双对数多项式关系”，若曲线过原点，则意味着当组分纯量为 1 时，组分的响应值(面积或峰高)也为 1，而这几乎是不可能的。

3、修改标样“组分浓度”或(及)“称量信息”

- 点中某待修改的组分行，再点击“修改标样”，弹出相应的对话框；
- 重新输入其“组分含量”或(及)“称量信息”；
- 再点击“确定”，即可依据修改后的“组分浓度”或(及)“称量信息”重新校正。

4、删除标样谱图：点击“移去标样”。

5、对调校正曲线的坐标轴

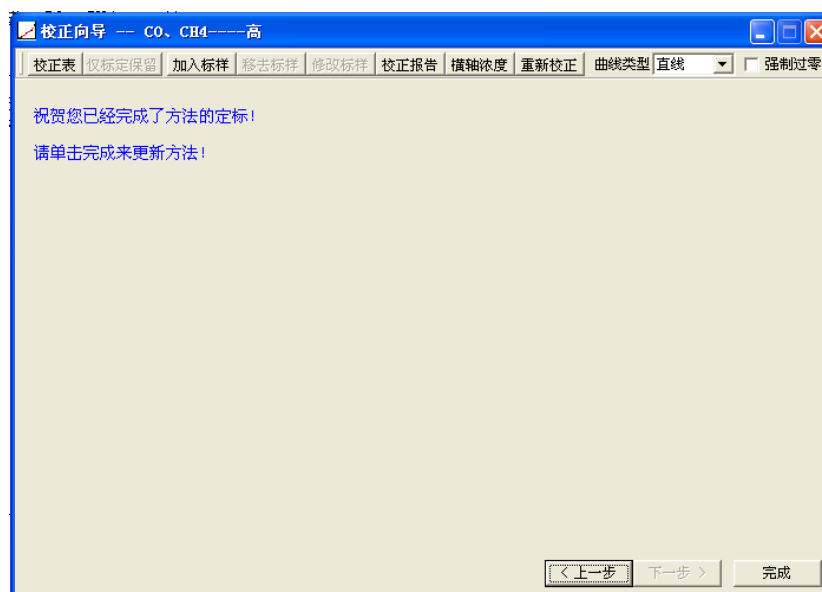
默认状态下，横轴为浓度轴，纵轴为响应轴。点击“横轴浓度”，可将坐标轴对调。

1.6 预览校正报告：

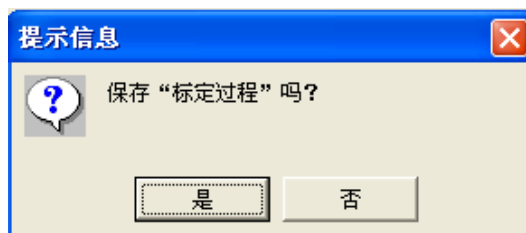
点击“报告报告”，可给出完整的校正报告(点击按钮可打印出校正报告；点击“关闭”可关闭校正报告)。



1.7 保存校正结果： 点击“下一步”出现如下对话框：



点击“完成”出现如下对话框：



点击“是”即完成了工作曲线方法的校正保存。

3. 14 仪器运行的结束

3. 14. 1 FID 检测器的运行结束

分析结束之后，按照以下步骤结束 GC7900 气相色谱仪的运行。

- (1) 把 FID 检测器流量调节部分的氢气、空气、尾吹气的开关阀，顺时针旋转到底关闭，使 FID 检测器的火焰熄灭。
- (2) 关闭色谱柱箱、进样器、检测器的温度控制，使各加热部分冷却，操作步骤如下：
 - (A) 将色谱柱箱的温度设低，让色谱柱箱降温。
 - (B) 将进样器的温度设低，让进样器降温。
 - (C) 将检测器的温度设低，让检测器降温。
 - (D) 如果想让色谱柱箱快速冷却，可设定比室温更低的温度。
- (3) 各部分的温度冷却到接近室温之后，关闭各种气体的高压储气瓶的总阀。
- (4) 切断 GC7900 气相色谱仪的主机电源（关闭电源开关）。

△ 留意事项
各部分的温度条件或温度程序、时间程序等内容，即使切断主机电源，仪器也会记忆。

3. 14. 2 TCD 检测器的运行结束

分析结束之后，按照以下步骤结束 GC7900 气相色谱仪的运行。

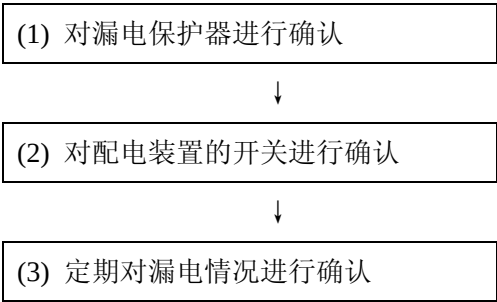
- (1) 切断 TCD 检测器的钨丝电流。
- (2) 关闭色谱柱箱、进样器、检测器的温度控制，使各加热部分冷却，操作步骤如下：
 - (A) 将色谱柱箱的温度设低，让色谱柱箱降温。
 - (B) 将进样器的温度设低，让进样器降温。
 - (C) 将检测器的温度设低，让检测器降温。
 - (D) 如果想让色谱柱箱快速冷却，可设定比室温更低的温度。
- (3) 各部分的温度冷却到接近室温之后，关闭载气的高压储气瓶的总阀。
- (4) 切断 GC7900 气相色谱仪的主机电源（关闭电源开关）。

 注 意
TCD 检测器的温度下降到 100℃ 以下之前，请保持载气在 TCD 检测器中的流通。如果在高温状态下切断载气，让空气混入 TCD 检测器，则 TCD 检测器的钨丝会被氧化，导致性能劣化。

第四章 维护保养

4.1 电源部分

4.1.1 检查项目



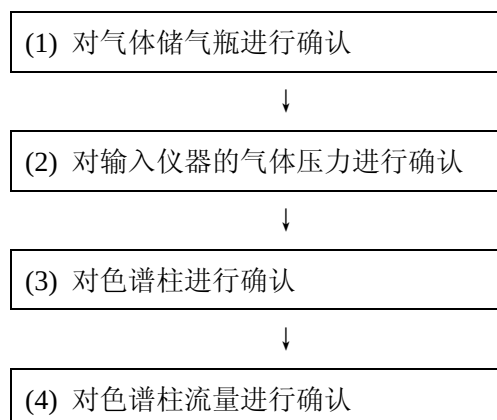
- (1) 请确认仪器的电源线与漏电保护器是否连接可靠。
- (2) 请确认配电装置的开关是否处于开状态。
- (3) 请定期对漏电保护器的操作按钮、漏电情况进行检查，以确认其功能是否正常。

 注 意
请配置 GC7900 气相色谱仪的专用电源，不要与其他可能影响电源稳定的装置共用电源。 安装 GC7900 气相色谱仪时，请事先进行电源容量的确认。

4.2 流量调节部

在 GC7900 气相色谱仪上，有进样器流量调节部分和检测器流量调节部分。使用这些流量调节部分时，一旦流量设置好以后，如非必要，尽量不要再去触摸调节流量的阀门。特别是载气流量调节阀，对保留时间的重复性有很大影响，请注意。

4.2.1 检查项目



(1) 请确认各种气体的供应是否正常。

(2) 请确认提供给仪器的载气、氢气、空气的压力是否正常。

载气：3.5kg / cm²~4kg / cm²

氢气：2kg / cm²~4kg / cm²

空气：3kg / cm²~4kg / cm²

(3) 安装新的色谱柱时，请正确地安装相应的过渡接头和玻璃衬管，然后连接色谱柱。色谱柱的安装连接完成之后，请使用肥皂水等发泡剂进行探漏检查。

(4)请调节、设置色谱柱的流量。

4.3 进样器

经过多次分析之后，样品的污染、进样垫的碎屑、没有气化的高沸点化合物等，可能残留在进样器内部或玻璃衬管上，这是造成基流增大和出开叉峰的原因。为了避免这种情况发生，应该经常对过渡接头、玻璃衬管、以及进样器内部进行检查，必要时需要进行清洗。本小节主要介绍检查、清洗的方法。



警告

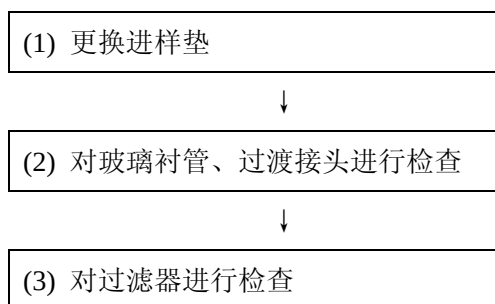
请安装或更换进样垫、玻璃衬管、过渡接头等，以及对进样器进行故障检查时，请在充分确认进样器、检测器、色谱柱箱的温度已冷却到接近室温后再进行，否则会有被烫伤的可能。



注意

对进样器进行故障检查时，首先请关闭 FID 检测器用的氢气、空气并进行确认，其次请确认进样器、检测器、色谱柱箱的温度已冷却到接近室温，最后关闭载气并进行确认。如果不严格按照此顺序进行，污染物质可能会混入分析系统，不仅会对以后的样品分析工作产生不好的影响，还有可能损坏价格高昂的色谱柱。

4.3.1 检查项目



(1) 更换进样垫，一般可在进样 30 次后进行。请注意，使用的注射针的粗细、或进样垫自身的材质不一样，对进样垫的耐用程度有影响，因此上述进样次数仅供参考。在进样垫性能退化的情况下继续进行分析，可能出现保留时间重复性差等对分析不利的影响。因此，进样垫的更换请在安全的进样次数范围内进行。

(2) 玻璃衬管和进样垫一样，一般可在进样 30 次后，对衬管内侧的污染情况进行检查。如果污染严重时，请进行清洗。玻璃衬管在有污染的情况下继续使用，会污染到进样器的内部，而进样器的清洗比玻璃衬管的清洗麻烦。

(3) 请每 6 个月更换一次过滤器内的活性炭，过滤器安装在流量调节部内。

4.3.2 进样垫的更换方法

- (1) 将进样垫的固定螺帽向逆时针方向转动，取下固定螺帽，再取出旧的进样垫。
- (2) 从容器中取出新的进样垫。取用时尽量用镊子等工具，避免直接用手接触进样垫。
- (3) 把新的进样垫安装在进样垫安装孔内。
- (4) 将进样垫的固定螺帽向顺时针方向转动，装上并拧紧固定螺帽，固定进样垫。但要注意，如果固定螺帽拧得太紧，会造成注射器的针不容易插入、或弯曲甚至折断。但是如果固定螺帽拧得太松，又可能引起进样垫处的漏气。因此请用手轻轻地把固定螺帽拧到受阻的位置，再用扳手加转拧紧 1/6~1/4 圈，以进针容易、又不漏气为准。

4.3.3 玻璃衬管与过渡接头的清洗方法

- (1) 取下玻璃衬管。
- (2) 用压缩空气将附在玻璃衬管及过渡接头内侧上的垃圾、碎屑等吹掉。
- (3) 使用装有纯水、有机溶剂（酒精、丙酮等）的超声波洗净器，对玻璃衬管及过渡接头进行清洗。
- (4) 用干净的乙醚冲洗掉玻璃衬管及过渡接头上的有机溶剂，并在室温情况下让其干燥。
- (5) 放入柱箱、烘箱等干燥设备中，设置 200℃，让其干燥 1 个小时左右。如果把干燥不充分的玻璃衬管及过渡接头装入进样器，可能造成基流太大，同时会污染进样器内部。

 注 意

清洗玻璃衬管及过渡接头时，请不要使用刷子、酸、碱等工具、溶剂，可能会损坏玻璃衬管及过渡接头、或对人体产生有害的影响。

如果不能将玻璃衬管及过渡接头清洗干净，有必要更换新品。

进样器玻璃衬管及过渡接头的种类

玻璃衬管、过渡接头的种类	适用的进样器
分流方式用的玻璃衬管	毛细管柱进样器
不分流方式用的玻璃衬管	毛细管柱进样器
自动进样器用的玻璃衬管	毛细管柱进样器
外径 3mm 不锈钢柱用的过渡接头	填充柱进样器
外径 4mm 不锈钢柱用的过渡接头	填充柱进样器

4.3.4 过滤器的检查

在调节载气流量的流量调节部分的出口处，装有活性炭过滤器。另外，在分流/不分流进样器的背压阀的入口处，也装有活性炭过滤器。请每隔 6 个月进行一次更换。

(1) 取下 GC7900 主机右侧面的盖板。

(2) 在背压阀的出口处，连接着的长约 3cm 六角部件是活性炭过滤器。首先，请用手缓慢的把白色树脂的接头取下来，再拔下连接的管道。

(3) 用 12mm 的扳手把过滤器的六角部分向逆时针方向拧松，取下过滤器，并更换新品。

(4) 装上管道、白色树脂的接头等，并确认有没有泄漏现象。



注 意

主机右侧的盖板内部有各种电路板，请注意不要触摸其他电路板部分，可能影响仪器的性能或使用寿命。

4.4 FID 检测器

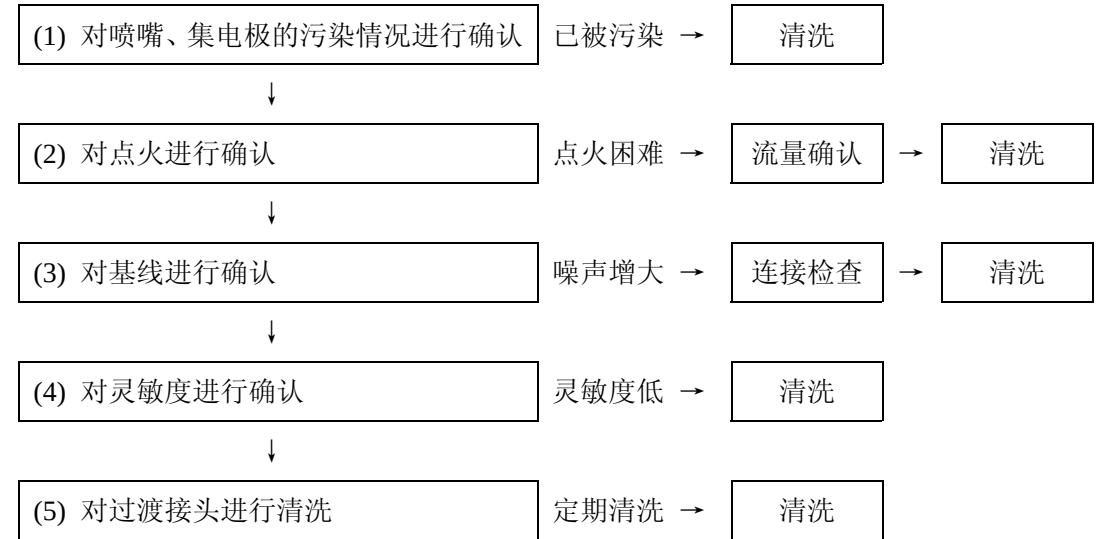
4.4.1 结构

由于 FID 检测器用于检测微小电流，如果信号柱或集电极的接触不良，会影响测试数据，所以在清洗后重新进行组装时，必须十分小心。

△ 留意事项
FID 高压电缆线一旦被拆下，其密封性、绝缘性可能降低，不能再次使用，因此请更换新品。需要更换时，请与有关的技术服务部门联系。

4.4.2 日常保养

被色谱柱分离的样品成分，在喷嘴先端燃烧生成离子，再由集电极收集离子。因此，喷嘴和集电极经常处于非常容易污染的环境中。请按以下步骤进行日常的保养工作。



(1) 在点火之前，先从上部的放空口观察 FID 的内部。如果在喷嘴先端以及集电极的内侧，有白色或黑色的附着物，就需要清洗。

(2) 确认点火是否容易，如果点火困难，请对氢气、空气、载气流量进行确认。如果点火还是困难，有可能是喷嘴堵塞，需要对喷嘴进行清洗。

(3) 在注入样品之前，先确认基线的状态。特别是分析条件相同的常规分析，定期对基线的状态进行确认，可以监视 FID 检测器的工作状态。如果基线的噪声有所增大，先检查 FID 检测器的连接线等是否存在接触不良。如果正常，则喷嘴、集电极、以及涤弗龙绝缘体需要清洗。

(4) 在分析过程中，确认灵敏度有没有降低很多。如果灵敏度降低很多，首先请确认进样垫是否有漏气现象。然后检查色谱柱的连接部分等处是否有漏气现象。另外，由于氢气、空气流量对灵敏度也有很大影响，请进行流量的确认。如果这样也找不到灵敏度降低的原因时，请对喷嘴、集电极、以及涤弗龙绝缘体进行清洗。

(5) FID 检测器用的安装色谱柱的过渡接头，与进样器一样，也需要定期进行清洗。

4.4.3 气体流量的确认

请对 FID 检测器氢气及空气流量进行确认，可将皂膜流量计直接接在 FID 检测器组合阀的流量输出口进行检查。

如果在得不到所需的流量时，请按照下列步骤进行确认。

(1) 流量测定的方法是否正确？如果皂膜流量计连接方法不准确，周围会漏气，不能测定正确流量。

(2) 流量设置是否正确？请确认供给仪器的气体压力是否下降，以及 FID 流量控制部的氢气、空气开关阀是否处于关闭状态。

(3) 确认 FID 检测器与安装色谱柱用的过渡接头之间，是否存在漏气现象。

(4) 进行了以上的检查还是无法找到流量过低的原因时，就要考虑是否与 FID 检测器有关的气路有堵塞现象，或 FID 流量控制部有故障。请与有关的技术服务部门联系。

4.4.4 清洗方法

喷嘴、集电极、以及涤弗龙绝缘体如果被污染，会造成灵敏度下降、基线扭动、噪声增大等故障，因此需要定期进行清洗。请按下述步骤进行清洗。

- (1) 请关闭仪器的电源，让各个温度充分下降，然后停止所有气体的供应。
- (2) 拧开离子信号线的接头，把信号线拆下。
- (3) 用手逆时针方向拧松 FID 检测器上盖，取下 FID 检测器上盖及弹簧片，再用镊子把集电极向上取出。
- (4) 将集电极与涤弗龙绝缘体分开。
- (5) 使用的套筒螺丝刀，向逆时针方向拧松喷嘴，再使用镊子把喷嘴向上取出。



注 意

FID 检测器的喷嘴上有 200V 的极化高压，进行清洗、更换等仪器日常保养工作请注意。进行喷嘴的装拆、清洗、更换作业之前，请务必关闭仪器的电源开关。

- (6) 已取出的喷嘴、集电极、涤弗龙绝缘体的清洗方法。
 - a. 用压缩空气等，把垃圾、碎屑吹掉。
 - b. 用加好丙酮、甲醇等溶剂的超声波清洗器进行清洗，并在室温条件下干燥。
 - c. 放入柱箱、烘箱等设备里面，设置 200℃，干燥 1 小时左右。

△ 留意事项

请不要用手接触清洗好的部件，避免造成污染。

- (7) 请按照取下时相反的顺序，装上各种部件。
- (8) 通过上述的清洗还是不能去除污染、恢复仪器的正常工作时，就需要更换相应的部件。

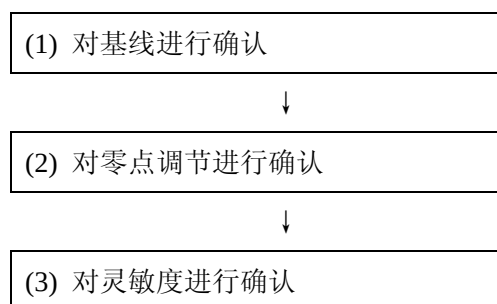
4.5 TCD 检测器

4.5.1 结构

TCD 检测器是由包括四个分别插入四根钨丝的腔体的热导块体、包括保持恒定温度的加热器部件的保温部分等构成。GC7900 气相色谱仪的 TCD 检测器是能够尽量避免外部温度影响的双重保温结构。

4.5.2 日常保养

TCD 检测器与 FID 检测器不同，不能用拆解检测器、或眼睛观察的方法来进行检查。因此，通常是从基线的状态或仪器的工作情况来进行判断。



(1) 基线是否正常？

基线如果不正常，色谱柱性能的退化也是原因，此种情况可能需要更换色谱柱。另外，如果发生漏气，也会导致基线不正常，因此请对各个连接部分进行探漏检查。如果不是上述原因，就有可能是载气流路或钨丝被污染，此种情况请与有关的技术服务部门联系。

(2) 调零是否正常？

这是指对仪器进行了调零，但是工作站等两次仪表的基线无法回到零点附近。此种情况有可能是四根钨丝失去了平衡，请与有关的技术服务部门联系。

(3) 灵敏度是否降低？

首先，请确认钨丝的电流值等分析条件是否设置正确。然后请进行进样垫、色谱柱连接部分等的探漏检查。如果没有异常，可能是钨丝性能退化，请与有关的技术服务部门联系。

4.5.3 气体流量的确认

请确认载气流量是否符合以下条件。TCD 检测器的载气流量可在 TCD 检测器的放空处直接进行测定。

载气流量： 10 ml/min~50ml/min

(使用尾吹气时，TCD 检测器的放空处测得的总流量=色谱柱流量+尾吹气流量)

如果 TCD 检测器的放空处不能得到所需的流量，请按照下列步骤进行检查。

- (1) 载气流量的设置是否正确？
- (2) 提供给仪器工作的气源压力是否降低？
- (3) 检查 TCD 检测器、色谱柱等气路连接部分，是否存在漏气现象。

进行了以上的检查，原因还是不明时，就要考虑是否气路有堵塞现象、或流量控制部分有故障。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

4.6 错误信息

GC7900 气相色谱仪具有故障监视功能。如果仪器运行发生了错误，请对出现的错误信息进行确认之后，再把仪器的主电源关闭。有些故障用户能够自行处理，有些故障用户不能自行处理，因此请参照下述对策。

如果出现下面未列出的故障，请与有关的技术服务部门联系。

----- 现 象 -----

- (1) 不能升温，显示的设定或实际温度不正常。
- (2) 不能升温，显示的设定或实际温度不正常。
- (3) 不能升温，显示的设定或实际温度不正常。
- (4) FID 不能调零。
- (5) TCD 不能调零

----- 对 策 -----

(1) 请检查是否相应部分的测温铂电阻（温度传感器）断线或短路了。请记录错误的显示温度，并与有关的技术服务部门联系。

(2) 请检查是否相应部分的温度显示达到 470℃以上。请记录错误的显示温度，并与有关的技术服务部门联系。

(3) 请检查色谱柱箱的门是否已关闭好。色谱柱箱的门如果打开着，在温度上升时可能发生故障。

(4) 请检查是否基线的零点位置偏离自动调零的范围，请再一次重新进行调零操作。另外，由于色谱柱性能或气体纯度的原因，导致零点位置偏离自动调零的范围的情况也较多。

(5) 请检查是否钨丝电流设定太大。TCD 检测器的温度与允许设定的钨丝电流有一定关系，在一定的 TCD 检测器温度条件下，钨丝电流不能设定太大。如果还是不能调零，则可能是 TCD 检查器的钨丝断线或性能退化。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

4.7 易损易耗零配件

4.7.1 主机的易耗零配件

名称	规格	零件号
进样垫（红色）	Φ 10mm×5mm	004-7890-130
聚乙稀气路管	Φ 3mm×0.5mm	43-02-0002
O 型密封圈	Φ 5mm×1.9mm	44-01-0002
柱箱加热丝熔断片	—	099-7890-148
净化器密封垫圈	JB1002-77	44-04-0001

4.7.2 毛细管柱进样器的易耗零配件

名称	规格	零件号
微量注射器	1uL	46-01-0003
玻璃衬管用 O 型密封圈	5080-4982	44-01-0006
直通式玻璃衬管	9050-015	950-7890-015
收口式玻璃衬管	9050-016	950-7890-016
内杯式玻璃衬管	—	956-7890-000
石墨垫圈	Φ 0.8mm	957-7900-016
石墨垫圈	Φ 0.3mm	957-7900-015
石墨垫圈	Φ 6.5mm	099-7890-150

4.7.3 填充柱进样器的易耗零配件

名称	规格	零件号
微量注射器	10uL	46-01-0002
石墨垫圈	Φ 3mm	099-7890-142
石墨垫圈	Φ 4mm	099-7890-143
石墨垫圈	Φ 5mm	099-7890-144
石墨垫圈	Φ 6mm	099-7890-145

※注：即使仪器在保修期内，提供上述易耗零配件也属于收费服务。

4.7.4 有使用寿命的零配件

名称	零件号	更换周期	状况判断
柱箱铂电阻（温度传感器）	27-03-0002	约 4 年	温度失控
进样器、检测器铂电阻（温度传感器）	27-03-0001	约 4 年	温度失控
柱箱加热丝	007-7890-018	约 3 年	工作不正常
进样器、检测器加热丝	17-04-0001	约 3 年	工作不正常
柱箱风扇马达	24-01-0004	约 5 年	出现杂音
柱箱风扇叶轮	38-03-0001	约 5 年	表面腐蚀
FID 检测器加热丝	60F-2231	约 3 年	工作不正常
FID 检测器离子信号线	099-7890-146	约 3 年	劣化
FID 喷嘴	134-7890-000	约 3 年	污染、腐蚀
FID 点火极部件	104-7890-000	约 3 年	污染、腐蚀
TCD 检测器钨丝	204-7890-000	约 3 年	工作不正常

※注：上述部件的实际更换周期根据被测样品的种类及浓度、测定条件、测定时间的不同，会有很大的差异。表中所述的更换周期不是肯定保证性能，或必须更换的意思，仅仅是提供一种参考。

另外，由于 TCD 检测器钨丝的断线、性能退化所导致的更换，即使在保修期内，也属于有偿维修。

第五章 故障排除

5.1 仪器的故障

5.1.1 电源启动不正常

把电源开关置于[开]的位置，但是听不到仪器启动的蜂鸣声，显示屏不显示任何信息。

----- 对 策 -----

对电源进行确认，如果提供给仪器的工作电源是正常的，就要考虑可能是仪器存在问题，此种情况请与有关的技术服务部门联系。

5.1.2 不出现初始化完成的显示

开机后不管等待多久，液晶显示屏的状态显示不出现初始化完成的显示。

----- 对 策 -----

(1) 如果有外部设备与仪器连动使用时，确认外部设备的准备信号输出是否正常。

(2) 检查外部电源、接地线是否正常。如果正常，就要考虑可能是仪器出现了故障，此种情况请与有关的技术服务部门联系。

5.1.3 温度不能上升

启动了仪器的电源开关，但是各部分的温度不能上升。

----- 对 策 -----

确认温度设置是否正常，如果用这个方法进行确认，还是原因不明的话，请与有关的技术服务部门联系。

5.1.4 温度失控

实际温度超过了设定值，但是还在上升。

----- 对 策 -----

根据设定的不同温度条件，确认实际温度超过设定值 20℃ 以上时（设置低温时允许的
温度波动低于 15℃），请将电源开关置于[关]位置，并与有关的技术服务部门联系。

5.1.5 FID 检测器不能点火

----- 对 策 -----

FID 检测器不能点火时，请按照有关章节的介绍进行确认。如果还是不能点火时，请与有关的技术服务部门联系。

5.1.6 流量调节不正常

色谱柱流量、FID 检测器的氢气及空气流量、分流流量以及隔膜清洗流量等不能调节。

----- 对 策 -----

请按照有关章节的介绍，确认各种气体供应是否正常，并对各个气路部分进行探漏检查。

5.1.7 电流无法加到 TCD 检测器上

设置了 TCD 检测器的电流，但是状态显示部分只显示[OmA]。

----- 对 策 -----

请确认 TCD 电流的设置方法是否正常。如果正常，就要考虑可能是 TCD 控制部分存在问题，此种情况请与有关的技术服务部门联系。

5.2 与基线有关的故障

5.2.1 基始电流太大

分析准备全部结束，在样品注入之前，进行基线的调零时，发现积分仪或记录仪的零点无法调整，不能回到基线位置。即发生了调零错误，基始电流比平时高很多。

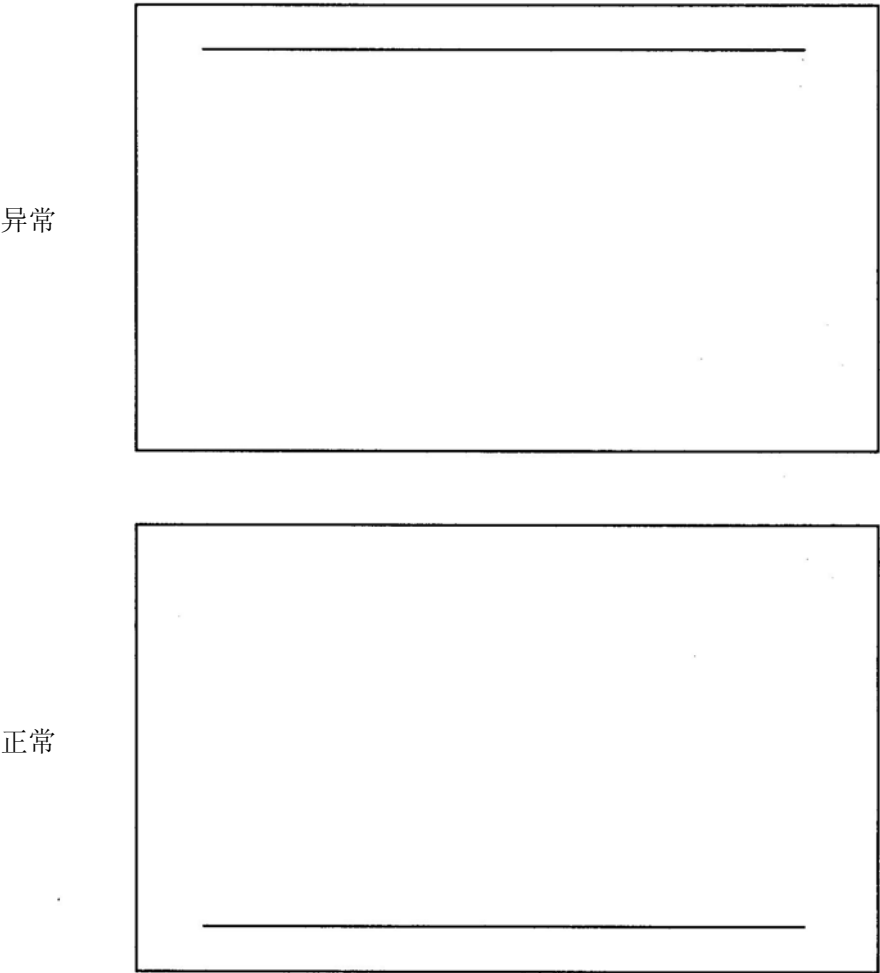


图 5-1 基始电流太大

▲ 注 意
如果仪器不能调零，要考虑载气没有流动是可能的原因之一。为避免造成对色谱柱的损伤或检测器的污染等危险，请立即把柱箱温度设低进行冷却。如果正在使用 TCD 检测器，请立即把 TCD 电流设置为[0]。

使用 FID 检测器时

----- 对 策 1 -----

将 FID 检测器的火焰熄灭，基线还是不能回到零点位置时，要考虑可能是电路系统的问题或绝缘不好。请对以下项目进行检查。

- (1) 确认 FID 检测器的集电极与信号线接柄的接触是否正常。
- (2) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (3) 确认 FID 检测器的温度设置是否正常。请设定 FID 温度在 200℃ 以上，在确认载气进入 FID 检测器的情况下，对 FID 检测器进行老化。
- (4) 要考虑可能是信号线的问题、积分仪的问题、FID 放大器的问题等其他原因。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

色谱柱箱温度冷却到室温，还是不能调零时，可能有基流太大的原因，也要考虑可能是 FID 检测器氢火焰燃烧方面的原因。请检查以下的各个项目。

- (1) 载气、氢气、空气被污染，或气体流量不正常。
- (2) FID 检测器被污染时，请按照有关章节的介绍进行清洗。

----- 对 策 3 -----

将进样器温度下降，基流仍不降低。请检查以下的项目。

- (1) 载气被污染，或气体流量不正常。
- (2) 确认色谱柱安装位置或进样垫安装位置是否存在漏气现象。
- (3) 色谱柱老化不足。请在确认载气进入色谱柱的情况下，将色谱柱箱的温度设置在色谱柱允许的最高使用温度以下 30℃ 左右，对色谱柱进行 10 小时以上的老化。

▲ 注 意
色谱柱的故障与载气有密切的关系，在载气中含有氧、水或其他杂质时，会引起色谱柱性能退化。请充分注意载气中不要混入不纯物，必要时请使用过滤装置。

----- 对 策 4 -----

将进样器温度下降，基流有所降低时，通常是进样器、进样垫、衬管等被污染。请按照有关章节的介绍进行检查。

使用 TCD 检测器时

----- 对 策 1 -----

关闭 TCD 检测器的钨丝电流，基线还是不能回到零点位置时，要考虑可能是电路系统的问题、信号线的问题、积分仪的问题、TCD 控制部分的问题等原因。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

关闭 TCD 检测器的钨丝电流，基线能够回到零点位置时，要考虑是否分析条件设定有错误，或 TCD 检测器本身存在问题。请检查以下的各项目。

- (1) 载气被污染或流量不正常。
- (2) 按照有关章节的介绍，确认 TCD 电流值的设置是否太大。
- (3) 色谱柱老化不足。

(4) 要考虑可能是 TCD 检测器内部被污染，或钨丝不正常等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

△ 留意事项
色谱柱的故障与载气有密切的关系。载气中含有氧、水或其他杂质的情况下，对色谱柱进行老化，反而会引起色谱柱性能退化，请充分予以注意。

5.2.2 噪声大

仪器启动后不久，或更换色谱柱后，出现一定的噪声是正常的。另外，即使仪器及色谱柱已经处于稳定的状态，在进行高灵敏度分析时，也会有一定程度的噪声存在。

这里讲到的噪声大，是指出现比允许的噪声标准高的不正常噪声。

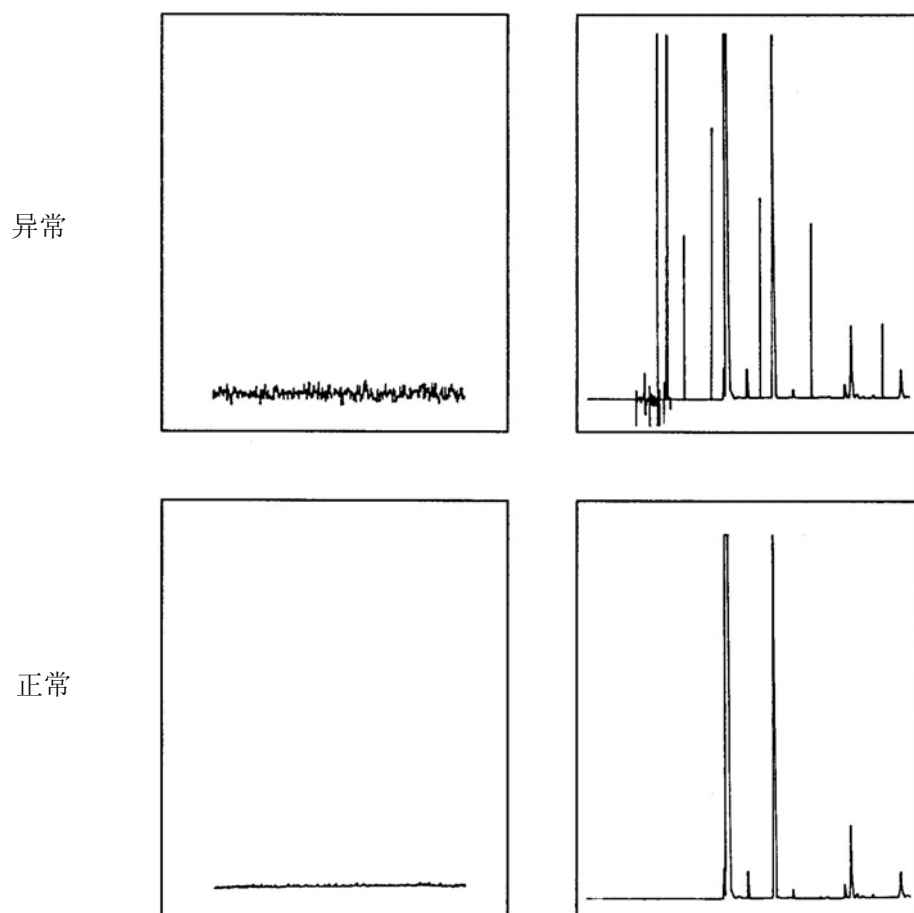


图 5-2 噪声大

△ 留意事项

出现不正常的噪声时，请先检查仪器和积分仪的工作电源是否有不正常的波动。如果同一工作电源回路里接有大功率装置时，请特别注意该大功率装置是否对仪器形成了干扰。另外，请检查电源线的接地是否正常、可靠。

使用 FID 检测器时

----- 对 策 1 -----

改变 FID 检测器的量程，噪声的大小还是不变时，由于要考虑可能是信号线的问题、积分仪的问题、FID 放大器的问题等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

将 FID 检测器的火焰熄灭，噪声还是存在时，要考虑可能是从 FID 检测器到 FID 放大器这部分存在问题。请对以下项目进行检查。

- (1) 确认 FID 检测器的喷嘴、集电极、信号线接柄的固定是否正常。
- (2) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (3) 要考虑可能是极化电压不正常、FID 放大器的问题等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 3 -----

将 FID 检测器的火焰熄灭，噪声水平如果恢复正常、**降低色谱柱温度**对噪声水平的变化没有影响时，要考虑可能是 FID 检测器氢火焰燃烧方面的原因。请检查以下的各个项目。

- (1) 气体的纯度低，请使用气体过滤装置。
- (2) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (3) 确认空调等暖气设备吹出的风没有直接吹到仪器上。如果有，请该变吹风的方向。

----- 对 策 4 -----

将进样器温度下降，噪声水平有所降低时，通常是进样器、进样垫、衬管等被污染。请按照有关章节的介绍进行检查。

----- 对 策 5 -----

将色谱柱箱温度下降，噪声水平有所降低时，通常是载气被污染、或色谱柱老化不足。请按照有关章节的介绍进行处理。

使用 TCD 检测器时

----- 对 策 1 -----

关闭 TCD 检测器的钨丝电流，噪声还是存在时，要考虑可能是 TCD 控制电路板以及后面的电路系统的原因，如信号线的问题、积分仪的问题、TCD 控制部分的问题等。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

关闭 TCD 检测器的钨丝电流，噪声水平如果恢复正常、**降低色谱柱温度**对噪声水平的变化没有影响时，要考虑可能是 TCD 检测器本身的问题。请检查以下的各项目。

- (1) 确认空调等暖气设备吹出的风没有直接吹到仪器上。如果有，请改变吹风的方向。
- (2) 请确认仪器附近是否存在较大的振动源，以及仪器自身是否存在振动现象。
- (3) 要考虑可能是 TCD 检测器内部被污染、色谱柱的填料之间有间隙、或钨丝不正常等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 3 -----

将进样器温度下降，噪声水平有所降低时，通常是进样器、进样垫、衬管等被污染。请按照有关章节的介绍进行检查。

----- 对 策 4 -----

将色谱柱箱温度下降，噪声水平有所降低时，通常是载气被污染、或色谱柱老化不足。请按照有关章节的介绍进行处理。

5.2.3 基线扭动

基线反复扭动，始终不能稳定。

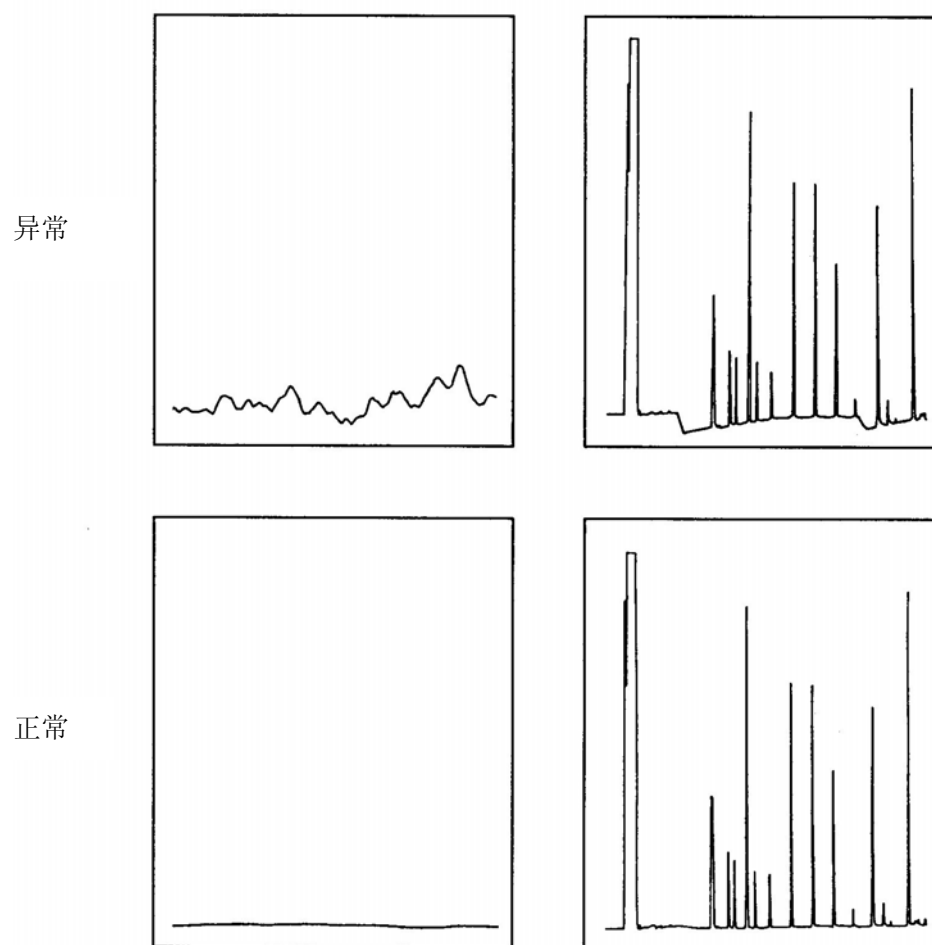


图 5-3 基线扭动

△ 留意事项

出现不正常的基线扭动时，请先检查仪器和电脑的工作电源是否有不正常的波动。如果同一工作电源回路里接有大功率装置时，请特别注意该大功率装置是否对仪器形成了干扰。另外，请检查电源线的接地是否正常、可靠。

使用 FID 检测器时

----- 对 策 1 -----

将 FID 检测器的火焰熄灭，基线扭动现象还是存在时。请对以下项目进行检查。

- (1) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (2) 确认 FID 检测器的温度设置是否正常。请设定 FID 温度在 200℃ 以上，在确认载气进入 FID 检测器的情况下，对 FID 检测器进行老化。
- (3) 要考虑可能是信号线的问题、积分仪的问题、FID 放大器的问题等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

将 FID 检测器的火焰熄灭，基线如果恢复正常、**点火之后降低色谱柱温度**，对基线扭动的变化没有影响时，请检查以下的各个项目。

- (1) 空气是否被污染，请使用气体过滤装置，并每天对空气压缩机进行一次排水。
- (2) 如果使用空气压缩机，请观察基线的扭动是否与空气压缩机的启动有关系（同步现象）。此种情况请与有关的技术服务部门联系。
- (3) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (4) 确认 FID 的温度控制是否正常。如果 FID 温度有波动现象，请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 3 -----

将色谱柱箱温度下降，基线恢复正常、**将进样器温度下降**，基线扭动还是存在。此种情况要考虑可能色谱柱或载气方面的原因。请检查以下的各个项目。

- (1) 载气被污染，或气体流量不正常。
- (2) 确认色谱柱安装位置或进样垫安装位置是否存在漏气现象。
- (3) 色谱柱老化不足或色谱柱性能下降。

----- 对 策 4 -----

将进样器温度下降，基线扭动现象如果有好转，要考虑进样器方面的原因。请检查以下的项目。

- (1) 按照有关章节的介绍，对进样器进行检查。
- (2) 更换新的进样垫。
- (3) 确认进样器的温度控制是否正常。如果进样器温度有波动现象，请与有关的技术服务部门联系。

使用 TCD 检测器时

----- 对 策 1 -----

关闭 TCD 检测器的钨丝电流，基线扭动现象还是存在时，要考虑可能是 TCD 控制电路板以及后面的电路系统的原因，如信号线的问题、积分仪的问题、TCD 控制部分的问题等。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

降低色谱柱温度，如果基线扭动现象没有变化时，要考虑可能是 TCD 检测器本身的问题，或载气方面的原因。请检查以下的各项目。

- (1) 确认空调等暖气设备吹出的风没有直接吹到仪器上。如果有，请改变吹风的方向。
- (2) 载气被污染、或载气流量不正常。
- (3) 要考虑可能是 TCD 检测器内部被污染、或钨丝不正常等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 3 -----

将色谱柱箱温度下降，基线扭动现象有所改善、**将进样器温度下降**，基线扭动现象还是存在。此种情况要考虑可能色谱柱或载气方面的原因。请检查以下的各个项目。

- (1) 载气被污染，或气体流量不正常。
- (2) 确认色谱柱安装位置或进样垫安装位置是否存在漏气现象。
- (3) 色谱柱老化不足或色谱柱性能下降。

----- 对 策 4 -----

将进样器温度下降，基线扭动现象如果有好转，要考虑进样器方面的原因。请检查以下的项目。

- (1) 按照有关章节的介绍，对进样器进行检查。
- (2) 更换新的进样垫。
- (3) 认进样器的温度控制是否正常。如果进样器温度有波动现象，请与有关的技术服务部门联系。

5.2.4 基线漂移

仪器启动后不久、或色谱柱更换后不久，基线会有一定程度的漂移或扭动，达到稳定需要一定的时间，这是正常现象。但是，如果基线一直在漂移，始终无法稳定下来时，就要考虑存在不正常现象。

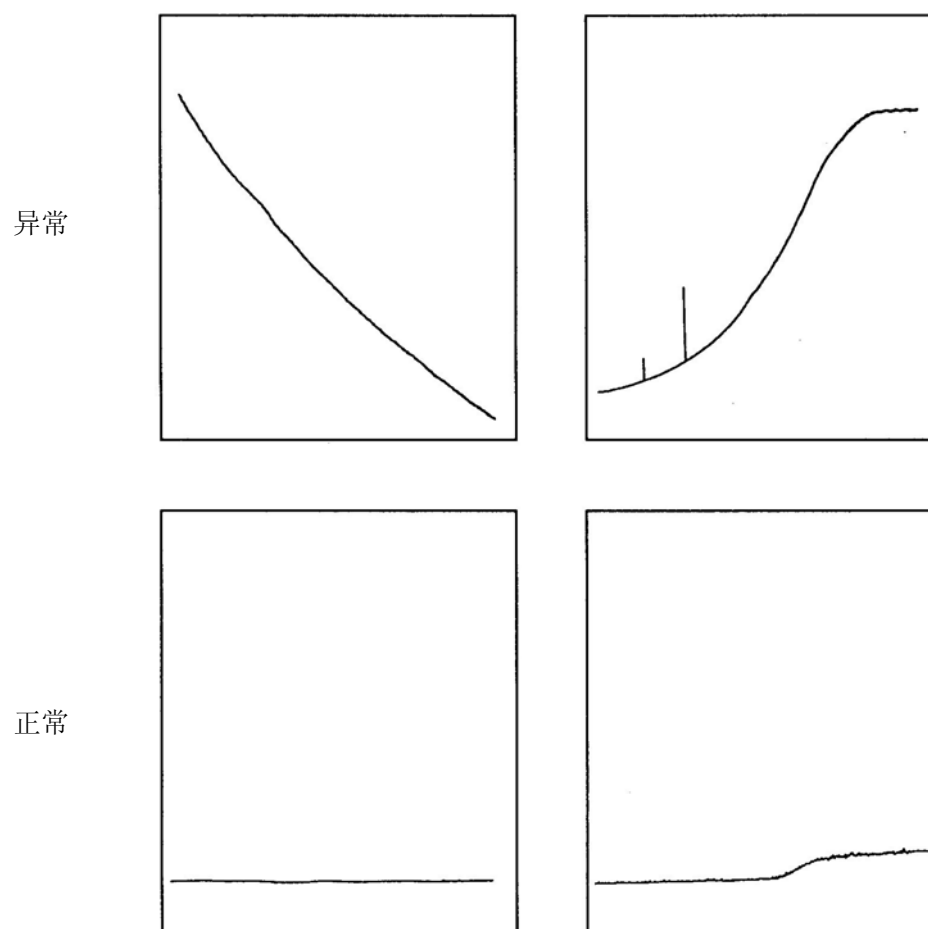


图 5-4 基线漂移

使用 FID 检测器时

----- 对 策 1 -----

将 FID 检测器的火焰熄灭，基线漂移现象还是存在时，要考虑电路部分接触不良或绝缘不好。请对以下项目进行检查。

- (1) 确认 FID 检测器的集电极与信号线接柄的接触是否正常。
- (2) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (3) 确认 FID 检测器的温度设置是否正常。请设定 FID 温度在 200℃ 以上，在确认载气进入 FID 检测器的情况下，对 FID 检测器进行老化。
- (4) 要考虑可能是信号线的问题、积分仪的问题、FID 放大器的问题等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

将 FID 检测器的火焰熄灭，基线如果恢复正常、点火之后降低色谱柱温度，基线漂移现象没有改善时，问题可能在色谱柱以后的部分。请检查以下的各个项目。

- (1) 各种气体被污染，或气体流量不正常。
- (2) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (3) FID 检测器的温度如果被设置为 350℃ 以上，则石英毛细管柱可能因受热而出现分解现象，此种情况请将 FID 检测器的温度设置为 350℃ 以下。
- (4) 确认 FID 检测器的温度控制是否正常。如果 FID 检测器的温度有波动现象，请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 3 -----

如果基线漂移受色谱柱箱温度变化的影响、但是与进样器温度的变化没有关系时，请检查以下的各个项目。

- (1) 载气被污染，或气体流量不正常。
- (2) 确认色谱柱安装位置或进样垫安装位置是否存在漏气现象。
- (3) 色谱柱老化不足或色谱柱性能下降。
- (4) 确认色谱柱箱的温度控制是否正常。如果色谱柱箱的温度有波动现象，请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 4 -----

将进样器温度下降，基线漂移现象如果有好转，请检查以下的项目。

- (1) 按照有关章节的介绍，对进样器进行检查。
- (2) 更换新的进样垫。
- (3) 确认进样器的温度控制是否正常。如果进样器温度有波动现象，请与有关的技术服务部门联系。

使用 TCD 检测器时

----- 对 策 1 -----

关闭 TCD 检测器的钨丝电流，基线漂移还是存在时，要考虑可能是 TCD 控制电路板以及后面的电路系统的原因，如信号线的问题、积分仪的问题、TCD 控制部分的问题等。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

降低色谱柱温度，如果基线漂移现象没有变化时，要考虑可能是 TCD 检测器本身的问题，或载气方面的原因。请检查以下的各项目。

- (1) 确认空调等暖气设备吹出的风没有直接吹到仪器上。如果有，请改变吹风的方向。
- (2) 载气被污染、或载气流量不正常。
- (3) 按照有关章节的介绍，确认 TCD 电流值的设置是否太大。
- (4) 要考虑可能是 TCD 检测器内部被污染、或钨丝不正常等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 3 -----

将色谱柱箱温度下降，基线漂移现象有所改善、**将进样器温度下降**，基线漂移现象还是存在。此种情况要考虑可能色谱柱或载气方面的原因。请检查以下的各个项目。

- (1) 载气被污染，或气体流量不正常。
- (2) 确认色谱柱安装位置或进样垫安装位置是否存在漏气现象。
- (3) 色谱柱老化不足或色谱柱性能下降。

----- 对 策 4 -----

将进样器温度下降，基线漂移现象如果有好转，要考虑进样器方面的原因。请检查以下的项目。

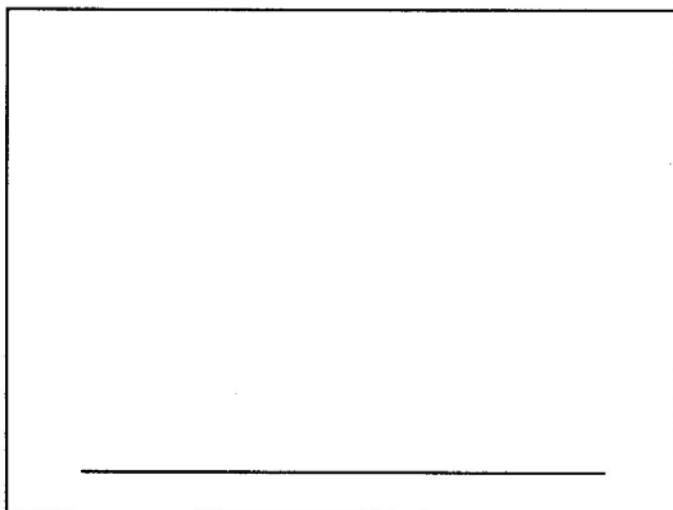
- (1) 按照有关章节的介绍所述，对进样器进行检查。
- (2) 更换新的进样垫。
- (3) 确认进样器的温度控制是否正常。如果进样器温度有波动现象，请与有关的技术服务部门联系。

5.3 与出峰有关的故障

5.3.1 进样不出峰

分析开始后注入样品，但是没有样品峰出来，基线仅画了一条直线。

异常



正常

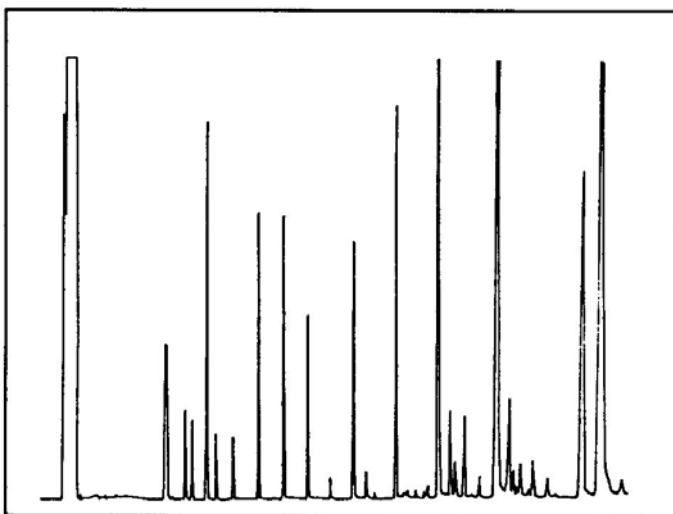


图 5-5 进样不出峰



注 意

不出峰的原因之一，是载气没有进入仪器。为避免造成对色谱柱的损伤或检测器的污染等危险，请立即把柱箱温度设低，进行冷却。另外，使用 TCD 检测器时，必须立即将 TCD 检测器的钨丝电流关闭。

使用 FID 检测器时

----- 对 策 1 -----

如果 FID 检测器的火焰熄灭，请重新进行点火。如果点火困难，或即使点着也比较容易熄灭时，请参照有关章节的介绍进行检查。

----- 对 策 2 -----

确认 FID 检测器的集电极与信号线接柄的接触是否正常。

----- 对 策 3 -----

进行零点调节但是基线位置没有变化时，要考虑可能是信号线的问题、积分仪的问题、FID 放大器的问题等因素。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 4 -----

将甲烷（或酒精、丙酮等溶剂）注入进样器，如果不出峰或保留时间延长，请先将色谱柱箱温度降低到接近室温，再进行下述项目的检查。

- (1) 确认色谱柱不存在被折断的现象。
- (2) 在色谱柱的出口处确认载气已进入色谱柱，并且流量正常。

----- 对 策 5 -----

其他的不出峰原因，请进行下述项目的检查。

- (1) 注射器有问题，如不能吸样、堵塞等等。
- (2) 对色谱柱箱温度、进样器温度、检测器温度、量程设置等分析条件进行确认。
- (3) 对样品浓度、进样量等是否合适进行确认。
- (4) 对色谱柱的选择是否正确进行确认。

使用 TCD 检测器时

----- 对 策 1 -----

对零点进行调整，基线位置没有变化时，要考虑可能是 TCD 控制电路板以及后面的电路系统的原因，请进行以下项目的检查。

- (1) 利用液晶显示屏，对 TCD 检测器的钨丝电流设置是否正常进行确认。
- (2) 确认 TCD 检测器与积分仪之间的信号线连接是否正常。
- (3) 要考虑可能是信号线的问题、积分仪的问题、TCD 控制部分的问题等。此种情况请与有关的技术服务部门联系。

----- 对 策 2 -----

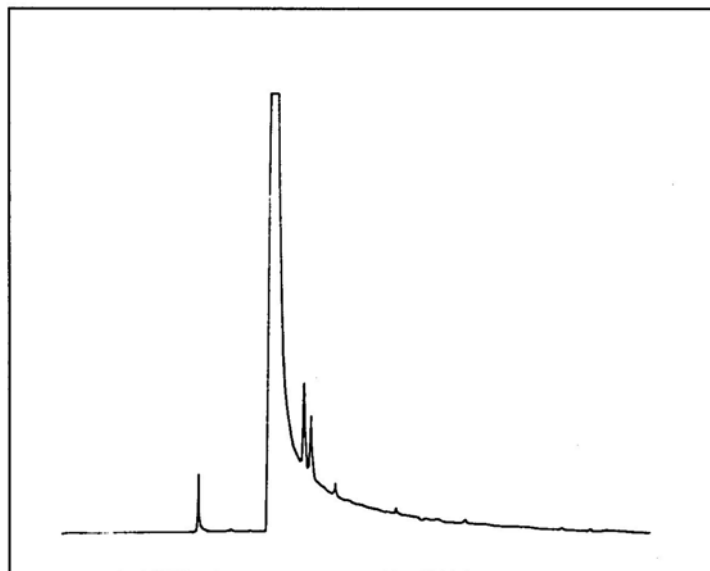
其他的不出峰原因，请进行下述项目的检查。

- (1) 确认色谱柱的连接部分没有漏气现象。
- (2) 在色谱柱的出口处确认载气已进入色谱柱，并且流量正常。
- (3) 注射器有问题，如不能吸样、堵塞等等。
- (4) 对色谱柱箱温度、进样器温度、检测器温度、量程设置等分析条件进行确认。
- (5) 对样品浓度、进样量等是否合适进行确认。
- (6) 对色谱柱的选择是否正确进行确认。

5.3.2 只出溶剂峰或主要成分的样品峰

只能检测溶剂峰或主要成分的样品峰，但是希望分析的样品峰未被检测出来。此种情况要考虑敏感度不够、分离不好、色谱柱温度不够高、以及样品的吸附或分解等原因。

异常



正常

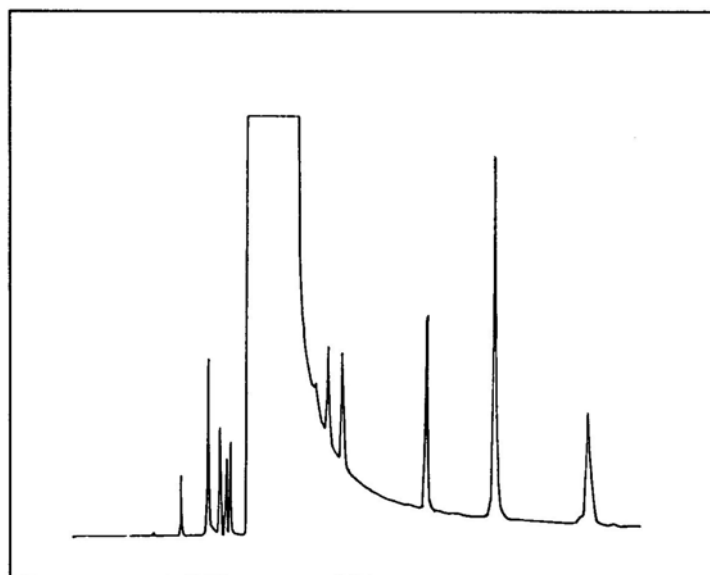


图 5-6 只出溶剂峰或主要成分的样品峰

----- 对 策 1 -----

如果认为是由于被测样品的浓度太低时，请按照下述项目，尝试进行改善。

- (1) 增加进样量。如果使用分流进样方式时，可减少分流流量。
- (2) 降低量程或衰减的数值，使用检测器的高灵敏度档次。
- (3) 重新配制样品，将样品浓度配制在 0.02%~10% 的范围内。

----- 对 策 2 -----

如果存在溶剂与被测样品的沸点差太小的可能性时，请按照下述项目，尝试进行改善。

- (1) 将色谱柱的温度略微降低，再一次进样分析。
- (2) 选择使用与被测样品的沸点差较大的溶剂。
- (3) 更换较为合适的色谱柱。

----- 对 策 3 -----

如果认为存在色谱柱对被测样品的吸附力太强、导致被测样品溜出困难的可能性时，请按照下述项目，尝试进行改善。

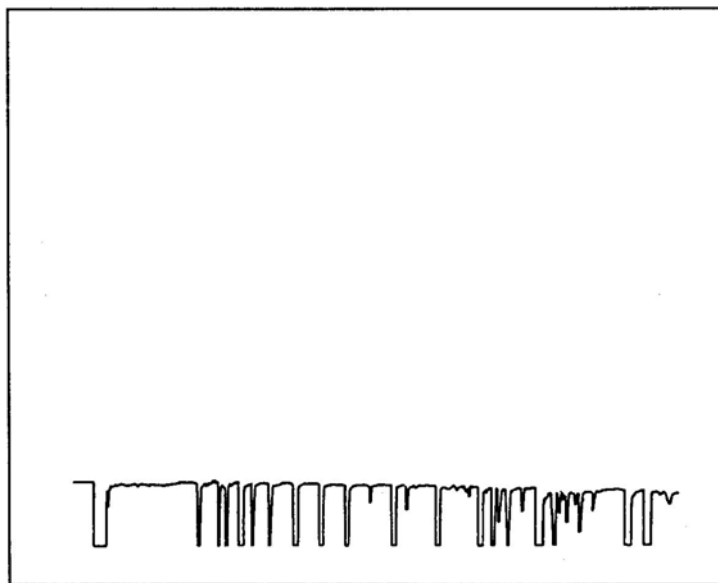
- (1) 提高色谱柱的温度，并对被测样品溜出已溜出色谱柱进行确认。
- (2) 更换较为合适的色谱柱。
- (3) 被测样品的沸点太高，无法直接分析时，可使用诱导体法将被测样品的沸点降低后，再进行分析。

----- 对 策 4 -----

被测样品的热稳定性不好时，可能在进样器内分解或重合。此种情况下，请将进样器温度下降到不影响分析的范围内。

5.3.3 所有的峰均为反峰

异常



正常

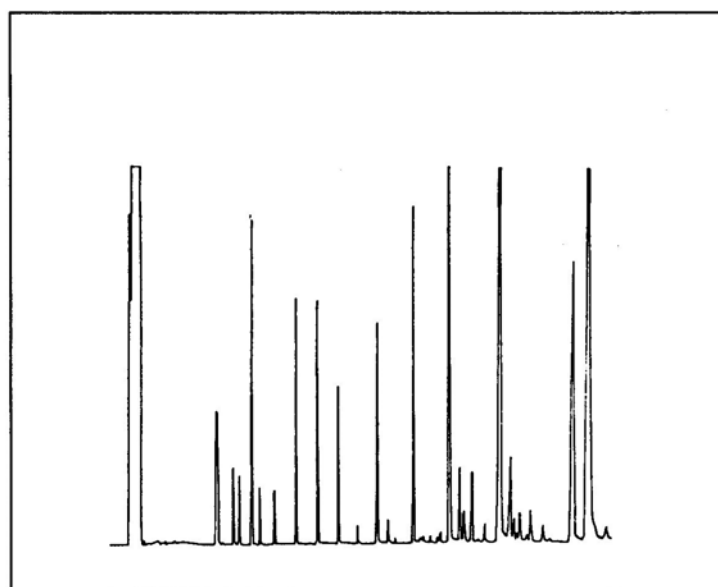


图 5-7 所有的峰均为反峰

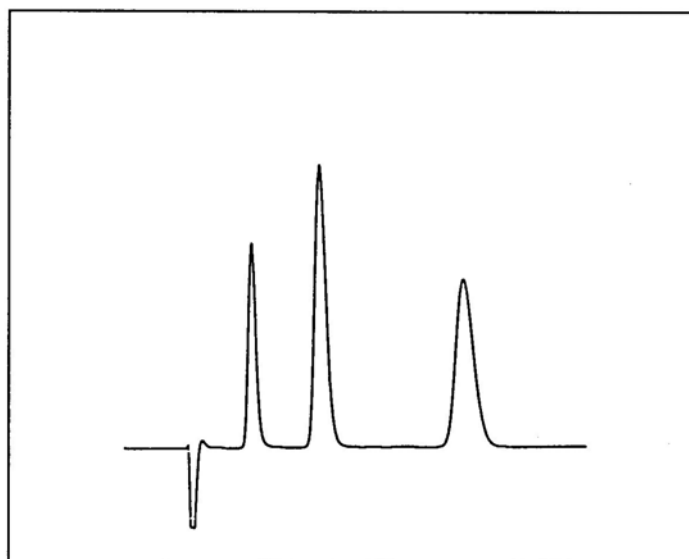
----- 对 策 -----

- (1) 请确认 FID 放大器部分或 TCD 控制器部分与积分仪（或记录仪）之间的信号线的连接方法是否正确。
- (2) 请确认仪器的极性设置是否正确、以及积分仪（或记录仪）的极性设置是否正确。

5.3.4 部分峰为反峰

注入样品后，大部分的峰均为正向出峰，但是有一部分的峰为反向出峰、基线向负方向急剧下降的情况。如果使用 FID 检测器，请采用对策 1 进行处理、如果使用 TCD 检测器，请采用对策 2 进行处理。

现象



现象

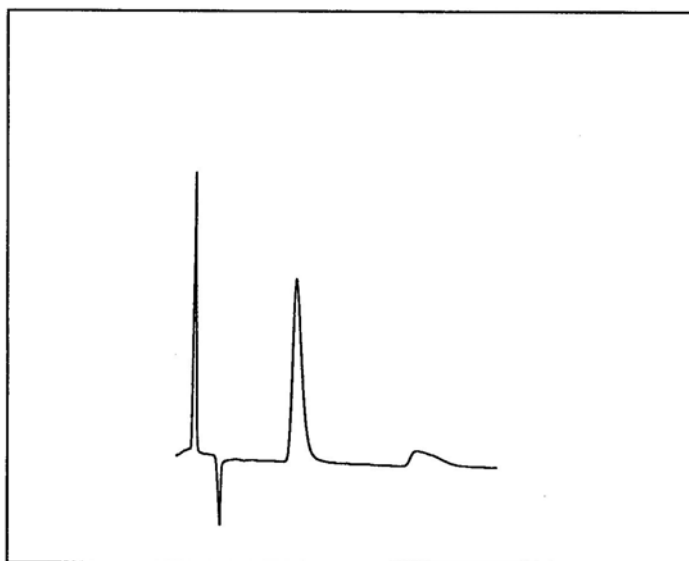


图 5-8 部分峰为反峰

----- 对 策 1 -----

(1) 如果使用空气压缩机，请观察反向出峰是否与空气压缩机的启动有关系（同步现象）。

(2) 如果有大量的水进入 FID 检测器（例如样品中的水），短时间内会影响火焰燃烧的状态，导致出现反峰，这不是异常现象。

----- 对 策 2 -----

使用 TCD 检测器时，下述的原因会导致一部分的峰为反向出峰、基线向负方向急剧下降的情况。

(1) 载气的纯度不够

例如，使用氦气作为载气，测定氦气里面的微量不纯物时，如果作为样品的氦气纯度比作为载气的氦气纯度高，就会出现反峰。在这种情况下，不能得到充分的灵敏度。因此请使用高纯度的载气。

(2) 分析热导系数与载气近似的样品

例如，使用氦气作为载气，测定氢气时，由于载气和样品的热导系数比较接近，会有全部或一部分的峰为反向出峰的可能。请选用与样品的热导系数差值较大的载气。

(3) 气路切换时的压力冲击

使用反吹等方式进行分析时，在用阀对气路进行切换时，也会出反峰。此种情况请将流量控制方式（稳流方式），改为压力控制方式（稳压方式），来对载气进行控制。

5.3.5 基线位置变化

在出了溶剂等较大的峰之后，基线的位置出现了变化，即不能回到原来的零点。如果使用 FID 检测器，请采用对策 1 进行处理、如果使用 TCD 检测器，请采用对策 2 进行处理。

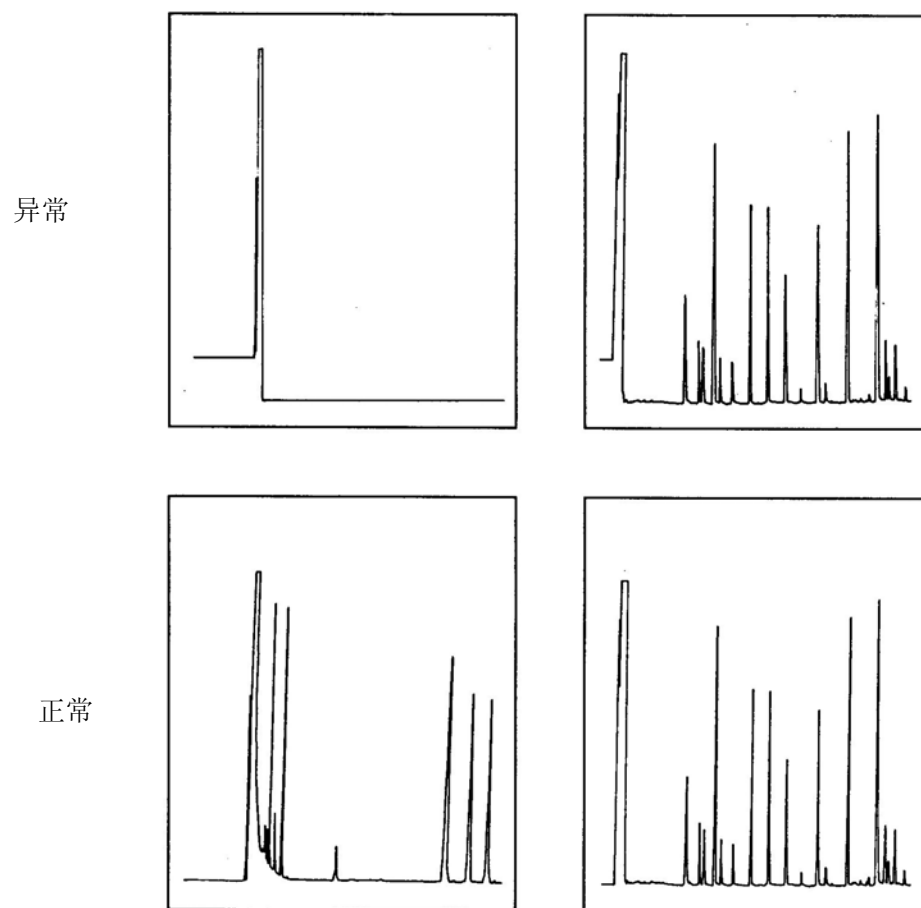


图 5-9 基线位置变化

----- 对 策 1 -----

- (1) 各种气体的流量不正常。
- (2) FID 检测器如果被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (3) 确认 FID 检测器的温度设置是否正常。请设定 FID 温度在 200℃ 以上，在确认载气进入 FID 检测器的情况下，对 FID 检测器进行老化。
- (4) 色谱柱老化不足。请按照有关章节的介绍进行处理。
- (5) 减少进样量。

----- 对 策 2 -----

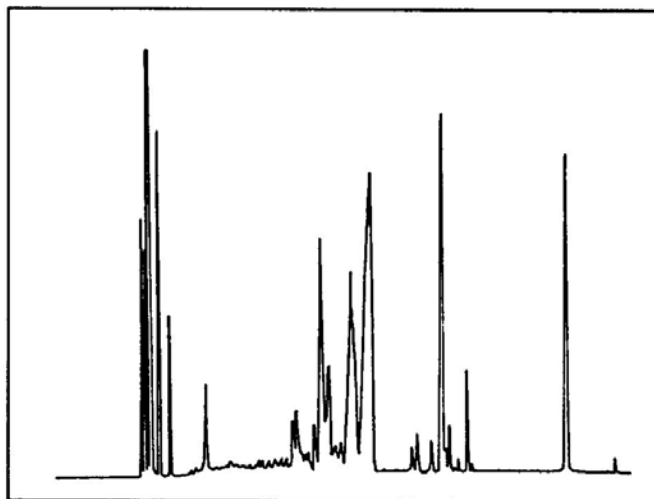
使用 TCD 检测器时，如果大量的氧气进入检测器，引起钨丝的电阻值发生变化时，会出现基线位置变化、即不能回到原来的零点的情况。如果在这种情况下继续进行分析，钨丝的寿命会缩短。

如果被测样品较多，请选择较低的钨丝电流、或减少进样量。

5.3.6 出现怪峰

进样后出现了样品中未含有的成分的峰，即怪峰。此种情况请按照下述对策寻找原因。

异常



正常

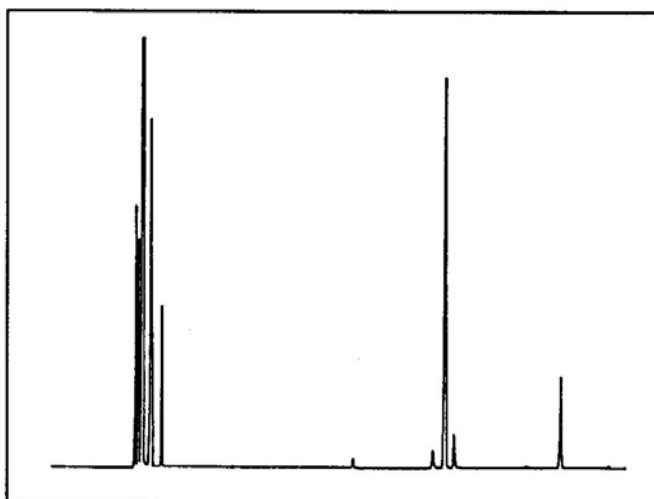


图 5-10 出现怪峰

对 策

- (1) 确认在溶剂中是否含有不纯物质。
- (2) 检查注射器或样品容器是否被污染。
- (3) 确认隔膜清洗流量的设置是否正确。
- (4) 检查载气是否被污染（必要时安装脱氧管等净化装置）。
- (5) 被测样品中如果有高沸点成分，请适当提高分析温度、或延长分析时间。
- (6) 如果被测样品比较容易分解，请降低进样器的温度进行分析。

5.4 与峰的形状有关的故障

5.4.1 出钝峰

所有的峰或一部分的峰的顶部为平头、园形、或其他不尖锐的形状。此种情况请按照下述对策寻找原因。

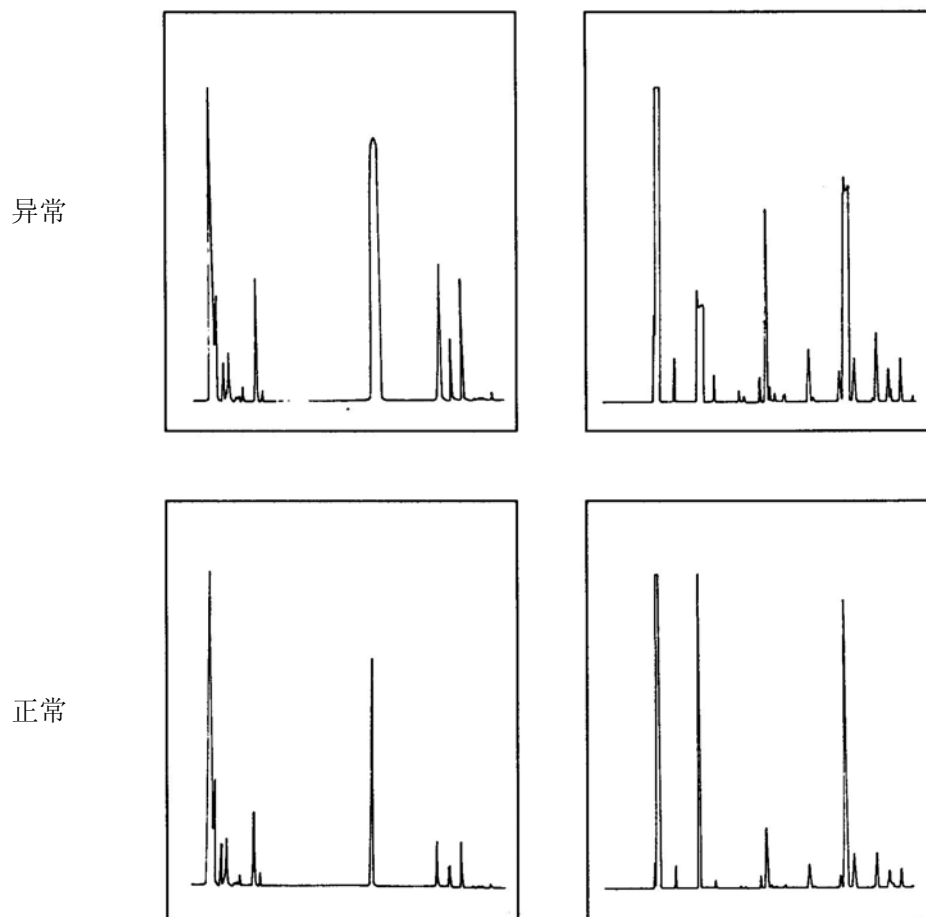


图 5-11 出钝峰

对 策

(1) 进样品太大，使色谱柱超负荷，形成饱和。请减少进样量，或用溶剂进行稀释、降低样品的浓度。

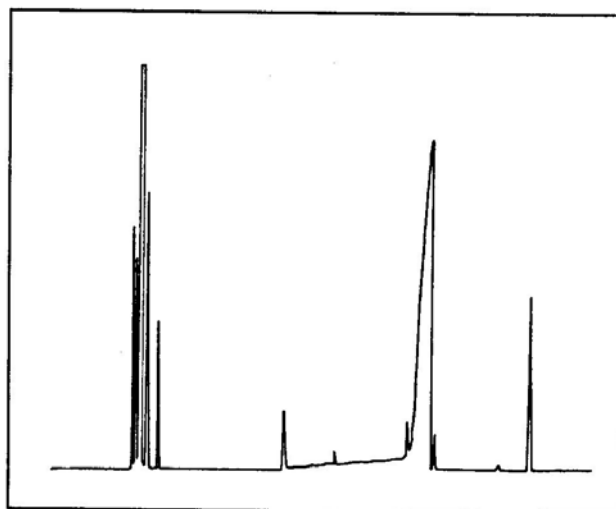
(2) 使用分流进样方式时，请检查分流比的设置是否正确、进样器的玻璃衬管是否破损、以及是否存在漏气现象。

(3) 使用不分流进样方式时，请对分析条件的设置进行确认。

(4) 请将进样器、检测器的温度提高，并确认峰的形状有没有改善。

5.4.2 出刀形峰

异常



正常

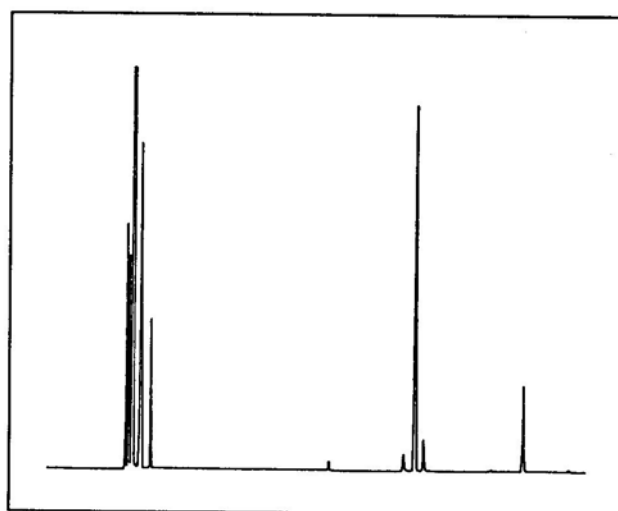


图 5-12 出刀形峰

对 策

(1) 对分析条件的设置进行确认。

- 减少样品的进样量。
- 提高色谱柱的温度。
- 选用较大内径的色谱柱。
- 增加色谱柱液膜的厚度。
- 使用溶解度较高的固定液。

(2) 请将进样器的温度提高，并确认峰的形状有没有改善。

5.4.3 出拖尾峰

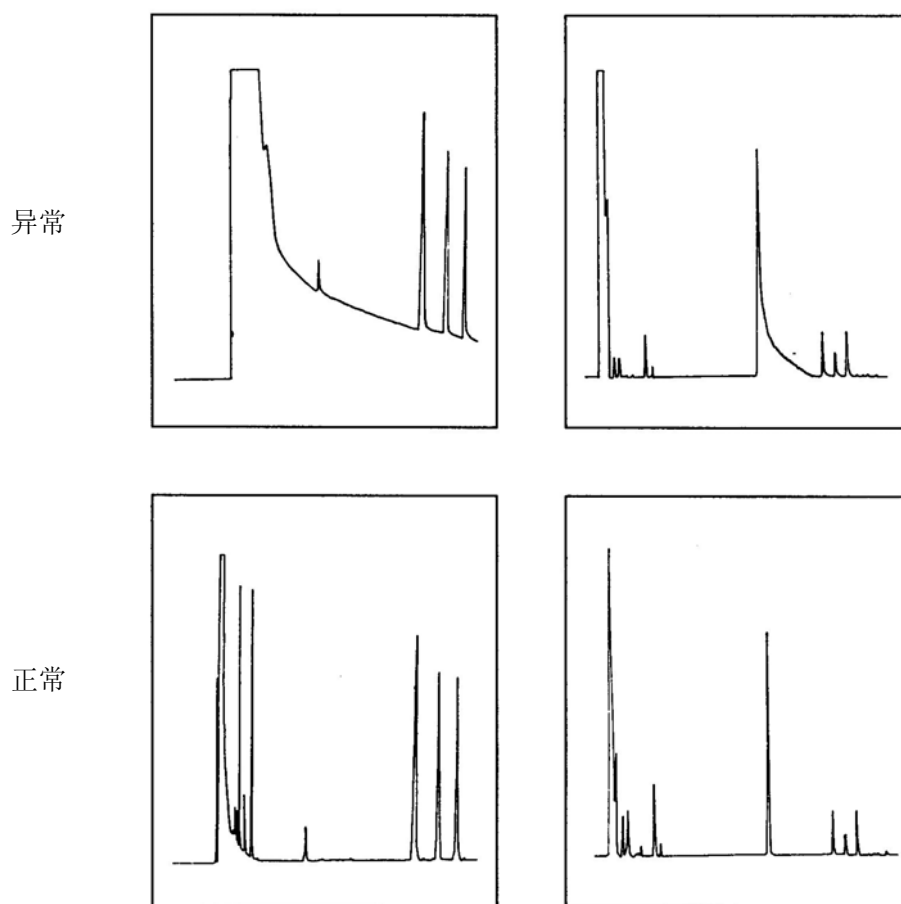


图 5-13 出拖尾峰

对 策

- (1) 减少样品的进样量。
- (2) 参照有关章节的介绍，确认进样器的玻璃衬管是否破损或污染。
- (3) 参照有关章节的介绍，确认隔膜清洗流量的设置是否正确。
- (4) 确认进样器是否达到样品能够充分气化的温度。
- (5) 确认尾吹气流量的设置是否正确。
- (6) 提高 FID 检测器的温度试试看。
- (7) 如果 FID 检测器被污染，请按照有关章节的介绍进行清洗。
- (8) 参照有关章节的介绍，确认色谱柱与进样器及检测器的安装连接是否正常。
- (9) 对色谱柱进行老化。
- (10) 把色谱柱的载气入口端切去 1~2mm 试试看，或更换色谱柱。

5.4.4 出开叉峰

应该是单一成分的样品峰，但是峰的顶部有开叉现象，或被分成了多个峰。

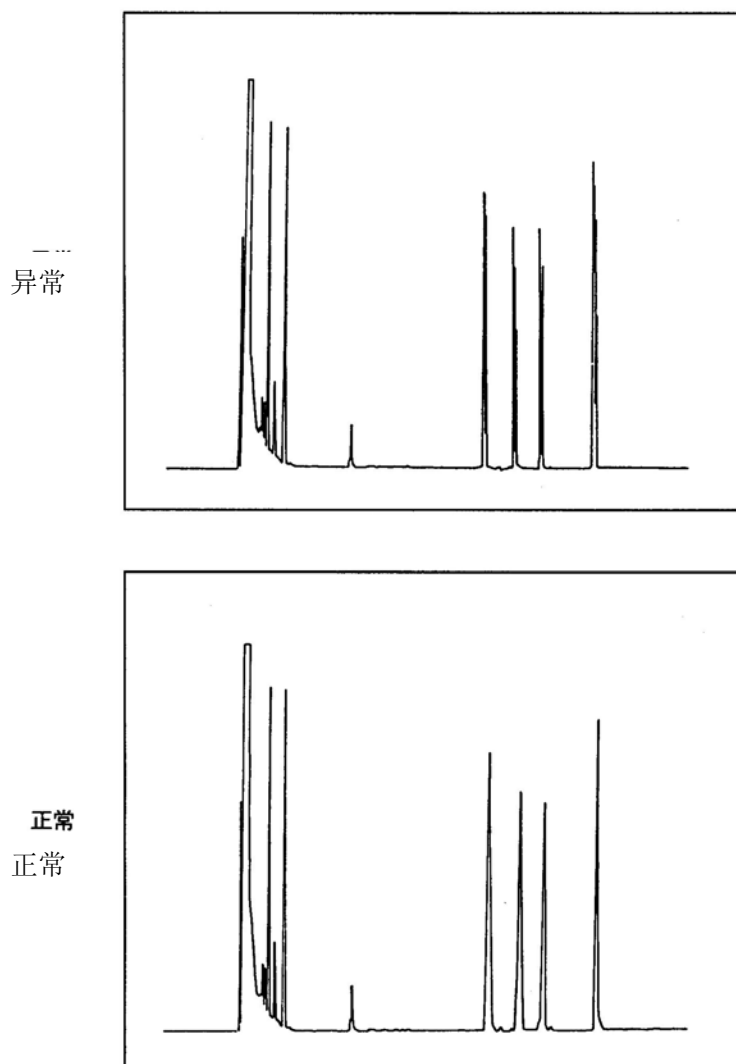


图 5-14 出开叉峰

对 策

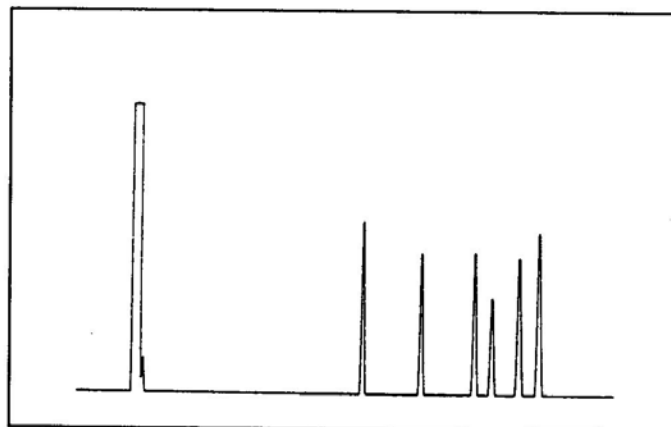
- (1) 重新进样，并对峰的形状进行确认。
- (2) 减少进样量试试看。
- (3) 确认进样器是否达到样品能够充分气化的温度。
- (4) 确认是否有部分色谱柱与色谱柱箱内壁的金属面存在接触现象。
- (5) 对色谱柱进行老化。把色谱柱的载气入口端切去 1~2mm 试试看，或更换色谱柱。
- (6) 采用不分流进样等的大进样量方式时，在色谱柱前的数米处安装缓冲柱试试看、或选用与色谱柱的固定液有较高亲和性的样品溶剂试试看。

◎所谓缓冲柱，是指内部装填有经过不活性处理的填料的毛细管柱，或装填有与样品溶剂有亲和性的固定液的毛细管柱。

5.4.5 垂直出峰、回峰

正常的峰在出峰、回峰时，峰与基线连接部分的形状通常为高斯分布状态。但是某些峰是垂直地出峰、回峰，与基线连接的部分几乎没有曲线部分，似乎被切割过一样。

异常



正常

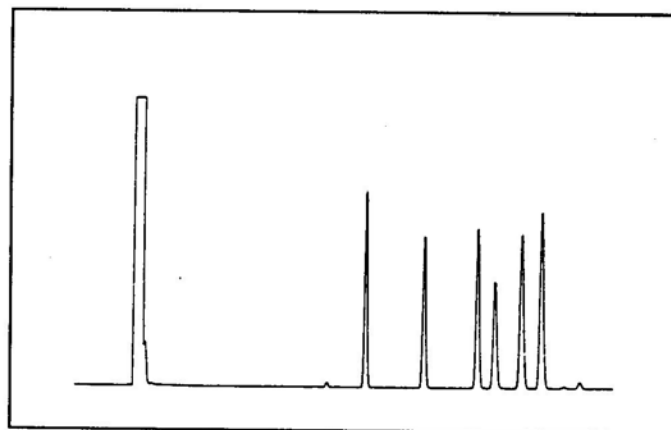


图 5-14 垂直出峰、回峰

对 策

通常是因为仪器的零点位置调节不恰当，使积分仪或记录仪的笔偏离了正常范围。

特别是在使用积分仪时要注意，即使负向的输入电压超出范围（通常为 $-5\sim-10\text{mV}$ ），也可以利用积分仪自身的调零功能，强制将零点调到正常范围。

如果确定是零点调节不恰当，请对仪器重新调零之后，再进行分析。

另外，对仪器重新调零之后，也不能进入积分仪或记录仪的允许输入电压范围时，请参照 5.2.1 小节进行处理。

5.5 其他分析过程中的故障

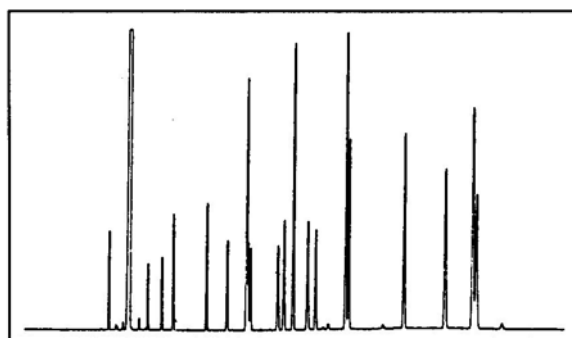
5.5.1 峰高重现性差

虽然使用的色谱柱、温度条件、载气流量、样品进样量等各种分析工作条件没有变化，但是出峰高度的重现性不好。

如果出峰保留时间与原来一样，没有变动时，请按下述对策进行处理。

如果出峰保留时间与出峰高度的重现性均不好，同时变动，并且出峰高度的重现性不好是因为受到出峰保留时间变化的影响，此种情况请按有关章节的介绍进行处理。

第一次分析



第二次分析

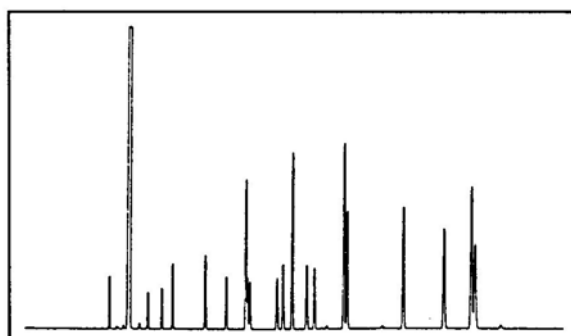


图 5-16 峰高重现性差

△ 留意事项

载气流量、分流比、色谱柱温度等分析条件如果有变化，出峰高度及出峰保留时间肯定也会变化。采取对策进行处理之前，请先确认分析条件没有变化。

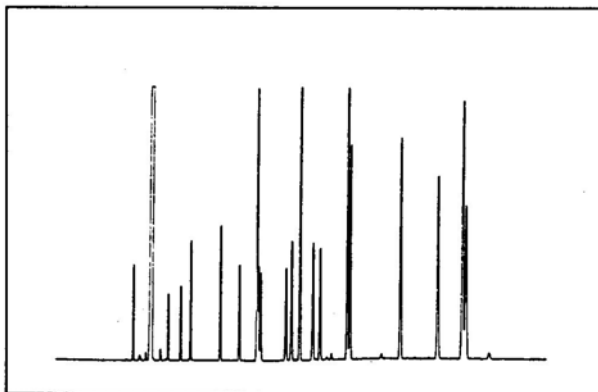
对 策

- (1) 确认注射器是否正常，进样是否有误差等操作方式。
- (2) 确认样品浓度的稳定性，是否因存放时间过长出现浓度变化。
- (3) 确认各种气体的供应是否正常。
- (4) 确认分流流量是否有变化。

5.5.2 保留时间重现性差

虽然使用的色谱柱、温度条件、载气流量、样品进样量等各种分析工作条件没有变化，但是出峰保留时间的重现性不好。

第一次分析



第二次分析

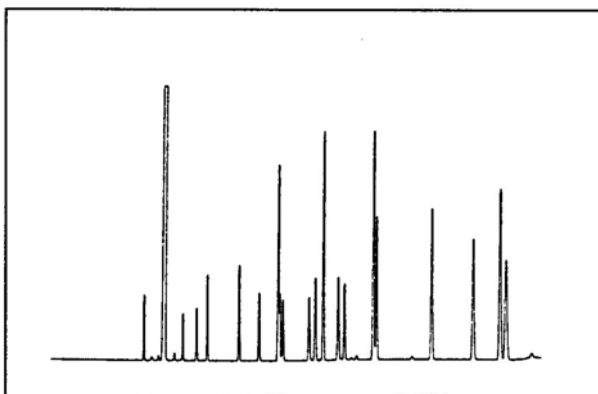


图 5-17 保留时间重现性差

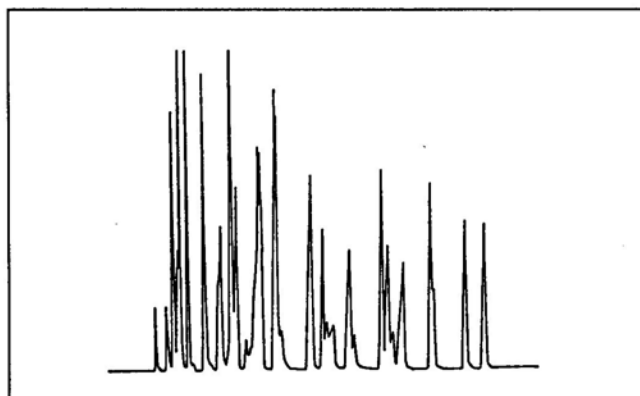
----- 对 策 -----

- (1) 确认是否有部分色谱柱与色谱柱箱内壁的金属面存在接触现象。
- (2) 确认进样垫、色谱柱、玻璃衬管等的安装连接处是否存在漏气现象。
- (3) 确认载气的输入是否正常。
- (4) 如果载气流量调节部分有问题，请与有关的技术服务部门联系。

5.5.3 色谱柱性能迅速退化

色谱柱性能迅速退化，分离效果下降。

异常



正常

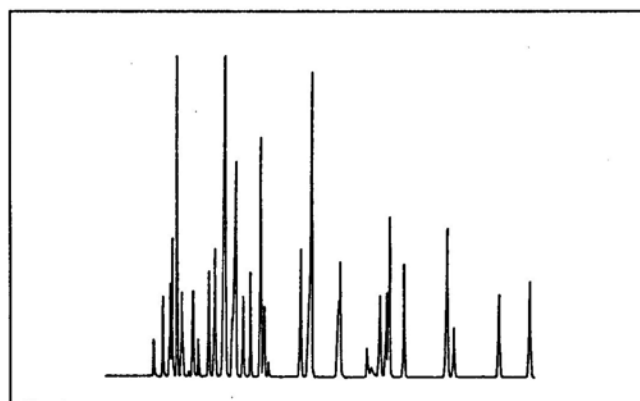


图 5-18 色谱柱性能迅速退化

----- 对 策 -----

(1) 对载气的污染、流量、泄漏等进行确认。

(2) 对色谱柱的使用方式进行确认。

对 PLOT 色谱柱来讲，使用时应避免载气压力的急剧变化。

对未经过化学结合的毛细管色谱柱来讲，使用时应避免柱箱温度的急剧变化，以及进样量过大。

避免设置的柱箱温度高于色谱柱允许的最高使用温度，并确认色谱柱已充分老化。

(3) 确认样品中没有可能损坏色谱柱的物质。

亲爱的顾客：

如果您在仪器的使用过程中遇到问题需要我们提供协助，请与我们联系。

上海天美科学仪器有限公司

上海松江区民益路 201 号 16 幢

邮编：201612

电话：021-67687200

传真：021-67687190

E-mail: sh-factory@techcomp.cn