

气相色谱仪使用说明书

目 录

一、概述.....	3
二、工作原理.....	4
三、技术特性.....	4
四、尺寸和重量.....	4
五、仪器结构及主要部件.....	4
1、柱箱.....	5
2、气路控制系统.....	5
3、进样系统.....	5
4、色谱柱.....	6
5、氢火焰离子化检测器（FID）.....	6
6、热导检测器（TCD）.....	7
六、微机控制系统.....	8
1、控制系统的构成和原理.....	8
2、控制面板介绍.....	10
七、微机控制系统的操作.....	11
1、微机控制系统的操作键使用说明.....	11
2、控温温度设定.....	13
3、色谱仪进入温度控制.....	13
4、色谱仪退出温度控制.....	14
5、各部件实际温度显示.....	14
6、保护温度的设定.....	14
7、程序升温编程.....	15
8、多阶程升编程操作.....	16
9、程序升温启动操作.....	16
10、秒表操作.....	16
11、分流电磁阀的操作.....	16
12、检测器参数的设定.....	17
13、功能键的操作.....	19
14、按“图谱”键 进入图谱界面.....	21
15、用户进行操作使用时请注意以下几点.....	22
16、错误显示.....	22
八、仪器的安装和调试.....	23
1、色谱柱的安装.....	23
2、仪器调试.....	25
九、仪器的使用.....	27
1、键盘和显示.....	27
2、进样系统.....	27
3、如何用皂膜流量计测定流量.....	32
十、预防性维护.....	34
1、色谱柱老化.....	34

2、清洗.....	35
3、换垫.....	35
4、检漏.....	36
5、衬套和/或内衬管维护.....	37
6、FID（火焰离子化检测器）.....	38
7、TCD（热导检测器）.....	38
8、仪器的使用.....	38
十一、运输和贮存.....	40
十二、质量保证.....	41

产品执行标准的编号：JB/T6244-92

制造计量器具许可证编号：（苏）制 01000330

一、概述

1. 产品特点:

气相色谱仪是计算机控制的多用途高性能系列气相色谱仪。配大屏幕液晶显示器。仪器的整体结构设计美观大方、结构合理、检修和使用操作方便。仪器具有全微机自动控制系统, 不仅可同时微机控制四路温度(柱箱、进样器和二个检测器), 还可全部通过按键操作来控制检测器测量电路的衰减和调零, 稳定性、可靠性较高。仪器上可根据用户需要选配各种新型高性能检测器。根据实际样品的分析需要, 实现填充柱瞬间汽化进样、大口径毛细柱进样、毛细柱分流进样和平面转阀的定体积气体进样, 可方便地配上各种裂解器, 做裂解色谱分析。根据用户需要。

仪器上温度控制具有超温保护功能和故障显示功能。柱箱可实现自动九阶程序升温, 设计有自动后开小门, 使得柱箱温控不仅从高温自动降至低温既快速又稳定, 而且可以实现柱箱高于室温 8℃左右的近室温控制。宽大容积的柱箱, 使色谱柱的安装使用十分方便。

仪器具有秒表功能, 在用皂膜流量计精确校正气体流量时当作电子秒表, 在色谱分析过程中计测组份峰的保留时间。

仪器的微机系统随时监测外界电源电压的变化, 对于抗电源电压的波动和抗瞬间突然停电的干扰进行强化处理, 为长期连续的正常运行提供了可靠的保证。

仪器配上有关不锈钢或玻璃的填充柱以及各种柔性石英毛细柱可对沸点在 450℃以下的复杂混合物进行高精度的定性定量分析。广泛应用于石油、化工、冶金、电力、环保、食品、医药、卫生和各種科研领域。

2. 主要用途:

环境保护, 大气水源等污染地的痕量毒物分析、监测和研究

生物化学, 临床应用, 病理和毒理研究;

食品发酵, 微生物饮料中微量组分的分析研究;

中西药物, 原料中间体及成品分析;

石油加工, 石油化工, 石油地质, 油品组成等分析控制和控矿研究;

有机化学, 有机合成领域内的成份研究和生产控制;

卫生检查, 劳动保护公害检测的分析和研究;

尖端科学, 军事检测控制和研究;

3. 使用环境条件:

交流电源: 使用电压 220V±20V 频率 50~60Hz 额定功率 2200W。

电源无强高频干扰, 电压无明显上下波动; 接地可靠;

环境温度: +5℃~35℃

相对湿度: <85%

4. 工作条件: 仪器安装场所不得有腐蚀性气体, 不应有影响仪器正常工作的电场和磁场存在, 摆放仪器的台面应稳固、防震。

二、工作原理

气相色谱仪以气体作为流动相（载气）。当样品由微量注射器注入进样器汽化后，被载气携带进入填充柱或毛细管色谱柱。由于样品中的流动相（气相）和固定相（液相或气相）间分配或吸附系数的差异，在载气的冲洗下各组分在两相间作反复多次分配，使各组分在柱中得到分离，依次从柱后流出。然后用接在柱后的检测器，根据组分的物理、化学特性，将各组分按顺序检测出来。

三、技术特性

控温范围： 室温上 7℃~400℃（增量 1℃）
程升阶数： 九阶
程序升温速率： 0.1℃~40℃/min(增量 0.1℃)
检测器温度： 室温+30℃~400℃
进样器温度： 室温+30℃~400℃

FID

检测限： $\leq 5 \times 10^{-12}$ g/s(正十六烷)
基线噪声： $\leq 6 \times 10^{-12}$ A/H
线性范围： $\geq 10^5$
稳定时间： <20min

TCD

敏感度： ≥ 10000 mV · ml/mg(正十六烷)
基线噪声： ≤ 30 uV(载气为 99.999 的氢气)

四、尺寸和重量

尺寸： 600x450x450 重量： 52Kg

五、仪器结构及主要部件

GC5890C 系列气相色谱仪是整体式机型，整机结构由三大部分座落在一大底板架上，中间部分是柱箱，上面装有汽化室（进样系统）和检测器；左面部分是气路控制系统，包括有进气排气接头、稳压阀、稳流阀、调节阀、开关阀、压力表等部件；右面部分是微机控制系统，包括微机控制主电路板、检测器电路板、按键显示电路板、变压器等电部件。

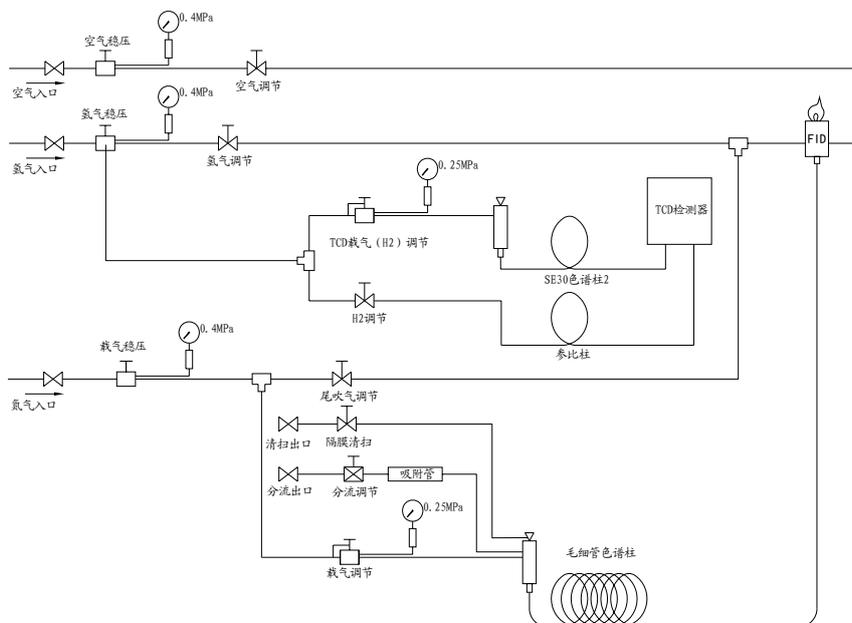
1、柱箱

气相色谱仪的柱箱具有容积大、升温快、降温快、温度场均匀的特点。

柱箱内胆尺寸为宽 300×深 160×高 280(mm)，柱箱加热功率为 1500W，柱箱空气浴搅拌采用大叶片风扇，排风量大，柱箱加热器和风叶的左方设计有冷热二个风道，有步进电机同步控制冷热风道的开启或关闭角度，在微机系统的控制下，有效地进行高精度温度控制和自动高速降温，并能实现室温以上 8℃ 的近室温控制。柱箱加热器应用了高绝缘高强度的高频陶瓷，耐高温、耐高压，安全可靠，柱箱通过微机控制具有超温保护功能。柱箱搅拌空气用的低噪音电机。

2、气路控制系统

本仪器的气路控制系统设置在整机的左边机架单元中，包括载气流路，氢气流路和空气流路，详见整机流程图（这是基本配置气路图）。



3、进样系统

本仪器具有填充柱进样器和毛细柱进样器两种进样器，用户可根据需要灵活选用。进样系统国内通常称为汽化室，分析液体样品时，需将液样变成蒸气，汽化室是给液体样品加热汽化并送入色谱柱分离系统的装置。仪器具有双进样器系统，可以并联装接填充柱，也可一根装填充柱，另一根装接毛细柱。二个进样器系统安装在同一个加热系统上，同时加热，有二只 70W 内热式加热器加热，用铂电阻控温和测温。

进样器中芯管，可以根据不同柱型的要求，更换安装不同尺寸结构的衬管，可实现填充

柱或毛细柱的进样。

4、色谱柱

色谱柱是做色谱分析的核心部分，用以分离被分析样品中的各种组份。色谱柱有填充柱和毛细柱二大类型。填充柱柱管的材质常用不锈钢和玻璃二种，特殊有腐蚀性组份的分析时，可采用聚四氟乙烯管。

填充柱内径一般在 $\phi 2 \sim \phi 4$ ，内径 $\phi 2$ 的柱效高些，内径 $\phi 4$ 的柱容量大些。柱外径一般为 $\phi 3$ 和 $\phi 5$ 二种，本仪器配有各种柱接头，外径 $\phi 3$ 、 $\phi 5$ 的柱管都可装接使用。

毛细柱管的材质一般常用玻璃和弹性石英毛细管二种，特殊应用也有采用不锈钢毛细管的，目前，应用较普遍的是使用弹性石英毛细管柱。毛细管柱内径一般分有内径 $\phi 0.1 \sim 0.15$ 、 $\phi 0.22 \sim 0.25$ 、 $\phi 0.32 \sim 0.35$ 、 $\phi 0.53 \sim 0.6$ 数种，其中内径 $\phi 0.25$ 和 $\phi 0.32$ 的称为标准毛细柱，内径 $\phi 0.53$ 的称为大口径毛细柱，内径 $\phi 0.1$ 称为特小口径毛细柱。

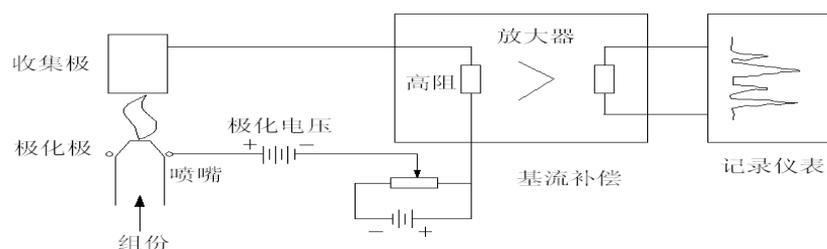
色谱柱内的固定相是由用户根据自己需要分析的样品来具体选择及制备的，也可向生产厂家提出订购专用色谱柱。仪器出厂附 2 根填有固定相的色谱柱是用于检验、调试仪器用的，一般为 5~10%SE30 的 1 米柱，也可根据用户要求配置分子筛柱或 GDX 类柱，用于气体分析。

确定填充柱的参数有：柱内径、柱长、固定液、担体种类和目数以及固定液与担体的配比；确定毛细柱的参数有：柱内径、柱长、固定液和液膜厚度。

5、氢火焰离子化检测器（FID）

基本原理：

氢火焰离子化检测器（FID），简称氢焰检测器，它是以氢气与空气中 O_2 燃烧产生火焰为能源，当有机物质进入火焰时，在火焰的高能作用下，被激发而产生离子。在火焰上下部有一对电极（上部是收集极，下部是极化极），二电极间施加一定电压（200~300V），有机物在氢火焰中被激发产生的离子在极间直流电场的作用下就定向移动，形成了一种微弱电流，然后流经高电阻（ $10^7 \sim 10^{10} \Omega$ ）取出电压讯号，经放大后送到二次讯号记录仪表被记录下来。由于 FID 灵敏度高，死体积小，响应快，线性范围广，故能最有效地与毛细柱联用，成为目前对有机物微量分析最有效、应用最广泛的检测器。



氢火焰离子化检测器（FID）原理图

检测器采用园筒状收集极，石英加金属喷嘴，极化极为不锈钢园环，极化极与喷嘴口置

于同一平面，离子室为全密封式结构。二只FID的极化电压为 $\pm 230V$ ，双检测器座落在一铝质加热块中，加热块用内热式加热器和铂电阻进行温度恒温控制。FID的氢焰点火采用电子点火枪在出口端点火，由于是全密封式结构，出口点火非常容易。点火时 H_2 流量调节到7左右，点火后 H_2 流量调节到3左右。

影响FID检测灵敏度的因素很多，其中喷嘴内径的大小，极间距离，放大器输入高阻和内衰减比例等都是制造单位定型的设计参数，而用户使用中必定碰到的操作参数：气体流量对FID检测灵敏度有明显影响，一般空气流量大于300ml/min下，对灵敏度就没有影响，所以通常空气流量就可设在7左右，氮气:氢气的流量比有最佳值，一般情况下，氮/氢气为1.37~1.5:1为最佳，通常载气 N_2 流量在30~40ml/min左右，氢气 H_2 流量在20~30ml/min左右（氢气流量就可设在4左右），氢气 H_2 流量大会提高噪音。气体的纯度和色谱柱老化的好坏会影响基流和噪音的大小，必须引起注意。

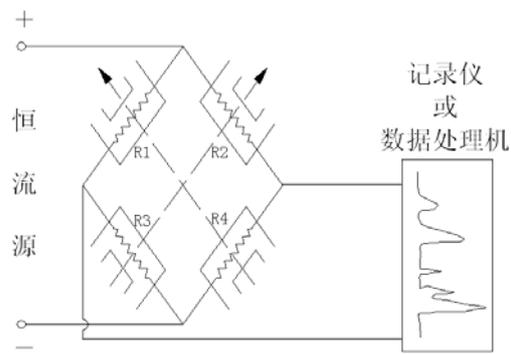
6、热导检测器（TCD）

基本原理：

热导检测器是目前气相色谱仪上应用得较为广泛的一种通用型检测器，对有机、无机样品均有响应，而且不破坏样品，可用于常量和微量分析。

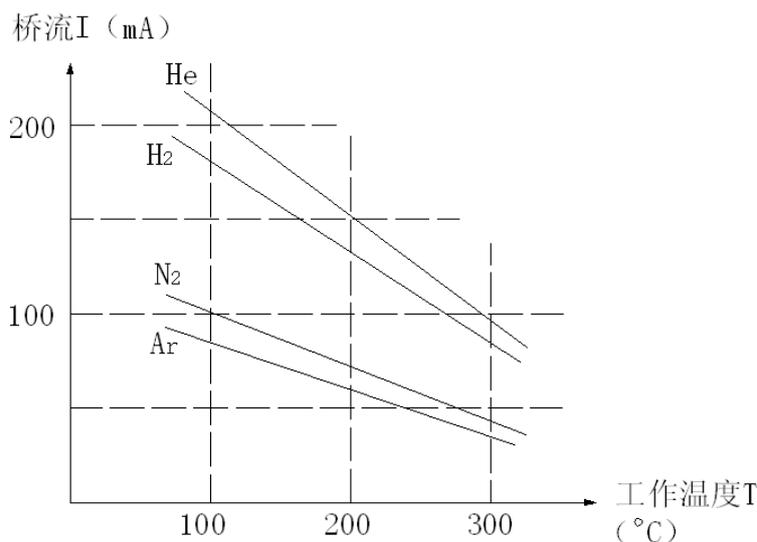
热导检测器是用热电阻式传感器组成的一种检测装置，是基于气体热传导原理和热电阻效应。本检测器的热电阻是采用钨钨丝材料制成的热导元件。并装在金属（不锈钢或黄铜）热导池池体的气室中，在电路上联接成典型惠斯顿电桥电路。

当热导池气室中流经的载气成份和流量稳定，热导池池体温度恒定，流经钨钨丝热电阻的电流恒定时，热电阻上产生的热能与通过载气热传导到池体等因素所失散的热能相平衡，由钨钨丝热电阻组成的电桥电路就处于平衡状态。当被测气体组份被载气带入气室时，就发生了一系列的变化：气室中的气体组成变化→混合气体导热系数变化→热电阻温度变化→热电阻阻值变化→电桥平衡被破坏，就输出了相应的电讯号，这个讯号与被测气体浓度成一定的线性函数关系，并由二次讯号记录仪表记录下来，这就是气体分析用热导检测的工作原理。



影响热导检测器的灵敏度因素很多，其中热导元件的阻值、池体气室的孔径、热导池测量电路等参数都是生产厂家定型设计好的，与用户操作使用直接有关的影响因素有：a. 桥电流，桥电流大，灵敏度高，但受稳定性限制，具体设置还要看使用的载气种类和热导池工作温度，应参考热导池给定曲线图。

在满足分析灵敏度条件下，桥电流适当小些，可增加稳定性和延长热导池寿命。



热导池桥流给定曲线

当应用H₂气作载气时，桥电流一般使用在 120~160mA，当应用Ar作载气时，桥电流一般使用在 70~80mA。b. 热导池工作温度，温度越高，灵敏度越低，降低工作温度将受到被测样品的沸点和温度控制的限制。c. 载气纯度，载气纯度提高，可提高检测灵敏度。d. 载气流量，载气流量越小，灵敏度越高，这个影响因素在H₂、He作载气时不甚明显，而在应用Ar、N₂作载气时影响较明显。例如Ar载气流量为 7~8ml/min时，比流量为 30ml/min时的检测灵敏度有成倍的提高。

本仪器的热导池装有经精心测量选配四个热导元件，元件 1 (R1) 和元件 3 (R3) 处在同一气路中，元件 2 (R2) 和元件 4 (R4) 出在另一气路中，工作时必须二路同时通载气，一路进样测量时，另一路就作为参比。使用热导池做毛细管色谱分析时，一路装接毛细柱，另一路也必须同时装接一根填充柱或空柱，二路必须同时通载气。

六、微机控制系统

1、控制系统的构成和原理

GC5890C 型气相色谱仪的微机控制部分采用 8051 系列单片机作为控制核心，具有结构简单、控制功能强、稳定、可靠的特点。

主要部分由主机板、液晶显示控制板、FID 控制板和 TCD 控制板等构成。

(1) 主机板

- a. 单片机 8032、程序存储器 27256 和数据存储器 6264 构成的微机系统是整个控制系统的核心。
- b. 多路开关 4051 和 4052，运算放大器 OP-07，电压—频率转换器 VFC—32 构成输入部分。温度传感器铂电阻，电子流量计等信号电压经过输入部分转变或相应的脉冲信

号，送往 8032 进行计数。

- c. 输入输出接口 8255 组成输出总线与各检测器控制板连接，由于采用总线形式，所以各检测器连接时都直接并联，当需要扩展其他检测器时也可很方便地直接并联。微机系统通过输入输出总线控制检测器的灵敏度、电流、衰减、调零输出等参数。
- d. 主机板上有电源检测电路和程序运行检测电路。当电源掉电或程序受到强干扰非正常运行时，会启动硬件复位电路产生复位信号，使微机停止运行。等电源恢复正常后再重新启动程序运行。由于数据存储器由镍隔电池供电，所以断电不会使设置的各参数丢失。
- e. 主机板上有步进电机控制电路，计算机根据设定温度和实际温度的误差发出四相八拍的控制电压，使步进电机正转或反转，带动柱箱后门打开或关上。

(2) 液晶显示控制板

- a. 液晶显示板上有独立的微机系统，与主机板上的 8032 之间通过串行通讯口交换信息。微机将按键命令送往主机板，同时接受主机板送来的显示信息，控制液晶显示板显示所需要的内容。
- b. 液晶显示板还接受主机板送来的各加热器所需的控制电压信息，并通过固态继电器控制加热电压，输出电压采用过零触发方式，即以一个正弦波为单位输出，计算机根据需要的加热电压在每个正弦波周期前计算出该周期是输出或关断，因此导通输出的正弦波是非常均匀地分布，最大限度地减少了对电源上其他仪器的干扰。
- c. 当显示板与主机板的通讯因故障而中断时，仪器会自动复位重新起动。并恢复以前的数据设定。

(3) FID 控制板

- a. FID 控制板上有灵敏度控制信号，调零，信号衰减，极化电压等电路，它们都受主机板上 8255 发出的总线信号控制。
- b. 采用 377 寄存器将总线送来的灵敏度控制信号锁存，灵敏度控制电路能控制微电流放大器内部高阻的切换。
- c. DAC 和 OP07 构成调零电路能输出 $-4V\sim+4V$ 的调零电压。
- d. DAC 和 OP07 构成衰减电路将信号按所设定的比例衰减。
- e. 信号过零检测将 FID 的信号电压转换成脉冲送到主机板供计算机自动调零时用。
- f. 微电流放大器由高阻抗运放 310J 和高阻构成，高阻分为 4 档，分别为 $10^7\Omega$ 、 $10^8\Omega$ 、 $10^9\Omega$ 、 $10^{10}\Omega$ ，计算机通过继电器来切换各高阻。

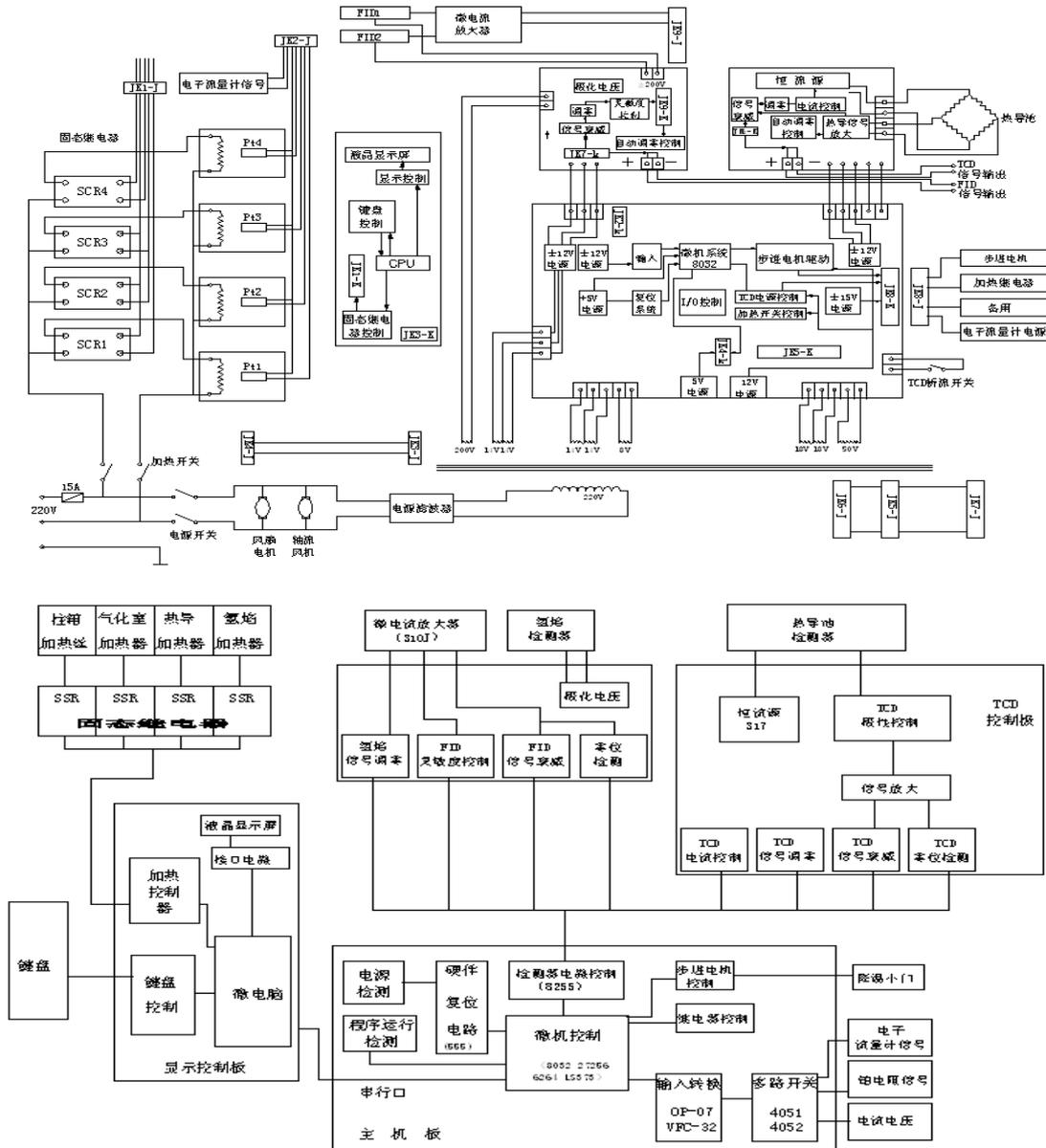
(4) TCD 控制板

- a. TCD 控制板上有恒流源、电流控制电路、信号调零电路、信号衰减电路、信号过零检测电路等。它们都受主机板上 8255 发出的总线信号控制。
- b. 恒流源电路用 317 集成稳压器联接成恒流电路。它的输出电流决定于控制电阻的阻值，电流控制电路通过 4 个继电器改变并联电阻的阻值，达到改变电流的目的。
- c. 信号调零电路，信号衰减电路和信号过零检测电路的构造和作用与 FID 控制板相同。
- d. 热导池检测器工作时，恒流源电路输出设定的电流送至热导池桥路的对角线二端，

另一端输出的热导信号经过极性切换继电器，送到 OP-07 放大，OP-07 的输出经过信号衰减电路输出到色谱仪后面的接线柱上。

2、控制面板介绍

控制面板由液晶显示和按键组成，操作人员通过按键操作，向微机控制系统发出控制命令或输入控制参数，通过液晶显示，可以了解微机控制系统的工作状况和各种工作参数。



七、微机控制系统的操作

1、微机控制系统的操作键使用说明



按键面板

温度键 ----- 进入主界面

运行键 ----- a : 仪器进入控温状态 b : 桥流开启

退出键 ----- a : 仪器退出控温状态 b : 桥流关闭

编程键 ----- 进入程序升温编程界面

启动键 ----- a : 仪器在柱箱控温状态下, 进入程序升温状态;

秒表键 ----- a : 仪器进入秒表计时状态;

谱图键 ----- 进入谱图界面

清除键 ----- 谱图画面清屏, 重新开始

A/B 键 ----- 谱图 A 与谱图 B 之间的切换

检测键 ----- 进入检测界面

功能键 ----- 进入功能界面及功能子界面

+ 和 - 键 ----- TCD 桥流的设定 ; TCD 衰减的设定 ; TCD 零点的调整 ;

TCD 信号极性的转换 ; FID 增益的设定 ; FID 零点的调整;

FID 信号极性的转换; 分流的打开和关闭;

↑ 和 ↓ 键 ----- 光标的移动;

0 -- 9 键 ----- 数字键;

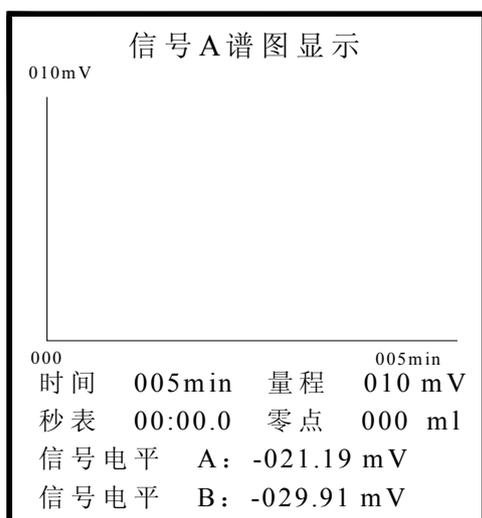
微机控制的五个主要界面：

GC5890C气相色谱仪			
RUN 柱箱温度	230.0	设定	230
RUN 汽化温度	230.0	设定	230
RUN TCD温度	138.9	设定	000
RUN FID 温度	250.0	设定	250
柱箱恒温控制	分流开	000	s
载气1压力	160	KPa	
载气1流量	028.0	ml/min	
载气2压力	170	KPa	
载气2流量	044.6	ml/min	
秒表	00:00.0	11-11	09:24
信号电平	A:	-021.30	mV
信号电平	B:	-029.99	mV

主温控界面

程序升温编程	
一阶保持时间	005min
一阶升温速度	03.0℃/m
一阶到达温度	120℃
二阶保持时间	020min
二阶升温速度	000min
二阶到达温度	000℃
三阶保持时间	000min
三阶升温速度	00.0℃/m
终温到达温度	000℃
终温保持时间	000min

编程界面



谱图界面

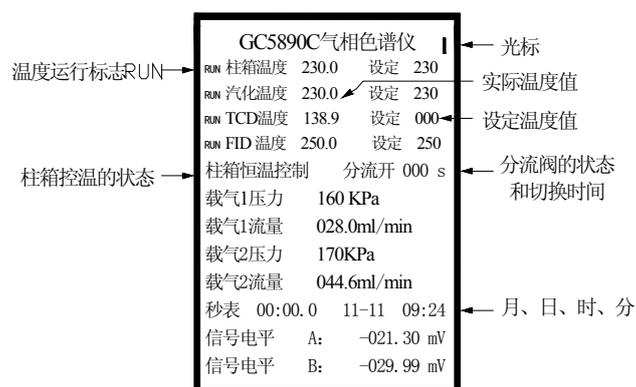
检测器参数设定	
TCD桥流设定	170 mA 关
TCD衰减设定	00
TCD零点调整	+1569
TCD信号极性转换	0
FID增益设定	03
FID衰减设定	00
FID零点调整	-0120
FID信号极性转换	0
氢气1流量	000ml/min
氢气2流量	000ml/min
空气流量	000ml/min
尾吹流量	000ml/min

检测界面

功能参数设定	
柱箱保护温度	300
汽检保护温度	300
设定参数文件保存	0
设定参数文件取出	0
时间控制参数设定	---
温度控制参数显示	---
铂电阻输入测试	---
多阶段升参数编程	---

功能界面

微机系统控制界面使用说明：



界面（一）

2、控温温度设定

1、按一下温度键，进入界面 1

2、柱箱恒温控温温度设定：

操作：

将光标移至 柱箱温度设定一行，按数字键输入所需要控制的温度值，使设定值和所需要控制的温度值一样，然后将光标移离柱箱温度设定一行，柱箱温度设定即完成。

3、汽化室控温温度设定：

操作：

将光标移至汽化温度设定一行，按数字键输入所需要控制的温度值，使设定值和所需要控制的温度值一样，然后将光标移离汽化温度设定一行，汽化室温度设定即完成。

其他恒温控温温度设定依此类推；

注 1：数字键可任意输入 1~3 位，如发现按错，可继续输入数字，直到显示的数字符合要求为止

注 2：光标移离前，数据不进入存贮器，计算机仍按原来设定的数值工作，直到光标移离后，计算机根据新输入数据工作。

3、色谱仪进入温度控制

上面设定各部件温度，计算机并不进行控温，要使各部件进入控温必须按如下操作：

1、柱箱进入恒温温控：

操作：

将光标移至 柱箱温度设定一行，按“运行”键，柱箱温度左侧显示“RUN”和界面中部显示“柱箱恒温控制”表示柱箱进入恒温控温状态，开始加热。

2、汽化室进入恒温温控：

操作：

将光标移至 汽化温度设定一行，按“运行”键，汽化温度左侧显示“RUN”表示汽化室进入恒温控温状态，开始加热。

3、其他部件进入温度控制操作如（2）

4、柱箱和汽化、氢焰以及其他部件同时进入**温度控制**：

操作：

将光标移至最高处（即光标离开所有温度设定行）按“运行”键，显示“柱箱恒温控制”和 柱箱、汽化、氢焰以及其他部件温度左侧显示“RUN”，表示柱箱和汽化、氢焰以及其他部件开始控温。

4、色谱仪退出温度控制

1、柱箱退出温度控制：

操作：

将光标移至 柱箱温度设定一行，按“退出”键，柱箱温度左侧“RUN”消失和界面中部显示“柱箱恒温控制”消失，表示柱箱退出温度控制状态，即停止加热。

2、其他部件退出温度控制如上（1）

3、柱箱和汽化、氢焰以及其他部件同时退出**温度控制**：

操作：

将光标移至最高处（即光标离开所有温度设定行）按“退出”键，“柱箱恒温控制”和 柱箱、汽化、氢焰以及其他部件温度左侧显示的“RUN”消失，表示柱箱和汽化、氢焰以及其他部件开始退出温度控制。

5、各部件实际温度显示

按一下“温控”键，界面上显示的清清楚楚。

6、保护温度的设定

进入“功能”界面：

1. 将光标移至柱箱保护温度一行，通过数字键逐一输入符合要求的设定值为止，光标移离，柱箱保护温度设定完成；
2. 将光标移至汽检保护温度一行，通过数字键逐一输入符合要求的设定值为止，光标移离，汽化室和检测器保护温度设定完成；

7、程序升温编程

1、程升参数说明：

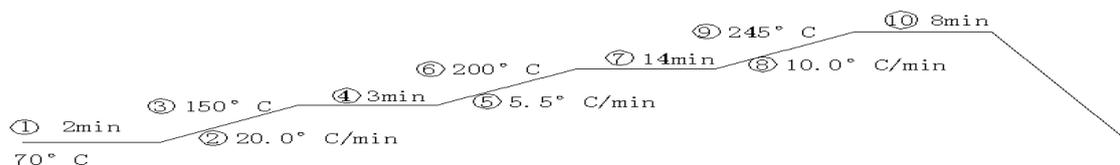
三阶程升除了初始温度（已通过柱箱控温温度设置，不再用程升编程设置）外，共有 10 个控制参数，可在“程序升温编程”界面，通过“上下”键，即“↑”“↓”键和数字键逐一输入，这十个参数分别是：

- ①初温保持时间；②一阶升温速率；③二阶恒温温度；④二阶恒温时间；⑤二阶升温速率；⑥三阶恒温温度；⑦三阶恒温时间；⑧三阶升温速率；⑨终温温度；⑩终温保持时间

注：上面 10 个参数中，时间单位是分，温度单位是度，升温速率单位是 0.1 度/分，如每分钟升温 5 度，应输入“5”“0”升温速率显示时，小数点固定显示，不用输入。

2、程升参数输入例题：

假设我们有一个程升方案，要求初温 70℃ 初温保持 2 分钟，然后以 20℃/min 升温到 150℃ 保持 3 分钟，然后再以 5.5℃/min 升温，升到 200℃ 后保持 14 分钟，再以 10℃/min 升温，升到 245℃ 后，保持 8 分钟后降温。升温过程可用下示意图表示：



设定上面参数中，初温 70℃ 可通过柱箱温度设定输入，其余参数可在“程序升温编程”界面；通过“上下”键，即“↑”“↓”键和数字键逐一输入。输入完毕程序升温编程界面显示如下：

程序升温编程	
一阶保持时间	002min
一阶升温速度	20.0°C/m
一阶到达温度	150°C
二阶保持时间	003min
二阶升温速度	05.5°C/m
二阶到达温度	200°C
三阶保持时间	014min
三阶升温速度	10.0°C/m
终温到达温度	245°C
终温保持时间	008min

光标 ←

注 1：若需修改其中某几个参数，可将光标移至要修改的参数旁，按数字键修改参数，再将光标离开即刻。若无需做三阶程序升温，可将无需做的参数设成 0 即可；

8、多阶程升编程操作

如需要进行3阶以上的升温操作，必须在设置了“二阶到达温度”和“三阶保持时间”后，将“三阶升温速度”设置为“0”。再在“多阶程升参数编程”的界面中，进行设置多阶不同的升温速率和升温时间，多阶程序升温的界面设置参考 13 功能键操作 第四条。

多阶升温速度可以设置为0，达到恒温保持的目的；

而某阶升温时间为0，则表示多阶程序升温到此结束；

注：多阶程序升温设置完毕，必须按“功能”键返回功能界面；

多阶程序升温设置时，计算机将根据多阶程序升温的参数设置，自动计算“终温到达温度”，用户不必设置；

“终温保持时间”仍需用户自己设置。

9、程序升温启动操作

在柱箱进行恒温温控后，按“启动”键，计算机内部每2秒一次的PID计算周期中，查询到已按启动键后，开始进入程序升温，主界面中部“柱箱恒温控制”会变成程序升温阶段显示，计算机将按所设定的程序，自动完成整个程升过程。

在程升过程中，允许用户随时修改程升参数，如修改正在执行的参数，则计算机按新设置的参数执行，如改变升温速度，改变终温温度，恒温保持时间等，若恒温保持时间已执行了一段时间，而新设置的时间小于已执行的时间，则立即结束该阶段，而执行下一阶段即升温过程。

程升过程中，用户想退出程升过程，可按照柱箱退出加温操作，操作一遍；程升过程退出，柱箱进入恒温控制。

按“启动”键时，秒表自动清零，并开始计时。

10、秒表操作

1、秒表的一般使用：

按“秒表”，秒表开始计时；

再按“秒表”，秒表停止计时，显示计时时间；

再按“秒表” 计时时间复零；

2、程升时观察温度和时间对应数值

按“启动”键进入程升过程，此时，秒表自动复零并进入计时状态

11、分流电磁阀的操作

分流电磁阀在不通电时处于打开状态，开机初始值为打开状态

按“温度”键进入主画面

1. 将光标移至分流一行，通过“+”键打开分流；通过“-”键关闭分流；通过数字键输入分流状态的切换时间，切换时间 0~999 秒；切换时间的计算是从按“启动”键开始进行倒记数
2. 如果你无需进行分流状态的自动切换，只需将切换时间设为 0，并通过“+”键打开分流或通过“-”键关闭分流；
3. 如果你需进行分流状态的自动切换，操作如下：
 - a) 假设你要求样品进样后，分流状态从关闭到打开，时间为 3 秒
 1. 将光标移至分流一行，通过“-”键关闭分流；通过数字键输入 3 将光标移离；设定完成；
 2. 样品进样后按“启动”键，分流时间进行倒记时，时间归零后分流状态的自动切换到打开状态，分流时间恢复 3；等待下一次启动；

注：当样品全部完成后，分流状态不会自动切换，分流状态要重新设定，分流时间可以不用重新设定（因样品出峰完毕的时间不确定，无法进行自动切换）；
 - b) 假设你要求样品进样后，分流状态从打开到关闭，时间为 10 秒，操作如上，只是将分流状态初始值设定为打开，分流时间设定为 10 即可。

分流电磁阀为选配项

12、检测器参数的设定

按“检测”键，进入检测器界面

检测器参数设定	
TCD桥流设定	170 mA 关
TCD衰减设定	00
TCD零点调整	+1569
TCD信号极性转换	0
FID增益设定	03
FID衰减设定	00
FID零点调整	-0120
FID信号极性转换	0
氢气1流量	000ml/min
氢气2流量	000ml/min
空气流量	000ml/min
尾吹流量	000ml/min

热导池检测器操作

1、桥电流设定

将光标移至“TCD 桥流设定”，通过“+”“-”键调整电流大小或直接通过数字键输入电

流值。通过“运行”“退出”键打开和关闭桥流

注： 电流范围 50~200mA，每 10mA 为一档，若输入数据第三位非零或无这一档位，计算机将忽略其数值。

2、 衰减设定

将光标移至“TCD 衰减设定”，通过“+”“-”键或“数字”键输入衰减值，将光标移离，设置完成。

注 1：热导池衰减输入范围 0~11，数据超过该范围将无效，此时可再输入正确的数字；

注 2：热导信号衰减为 $1/2^n$ 。例如：输入 0 衰减为 1/1；输入 1 衰减为 1/2；输入 2 衰减为 1/4；……。

3、 热导信号基线调零

将光标移至“TCD 零点调整”，通过“+”“-”键调整电平信号的高低，按“+”键，数值向正方向增加，随着按键时间的增加，移动速度逐步加快，数值最高到 4096；按“-”键，数值向负方向增加，随着按键时间的增加，移动速度逐步加快，数值最高到-4096；若想少量移动，按键时间应缩短。

若同时按下“+”“-”两键，则计算机会自动将基线调到零点附近。

4、 热导电流控制

为了避免热导池元件被无意中加上电流而烧毁，要使热导池工作必须经过 2 个步骤：

①后面板上的二位开关拨向上面；

②再进入检测器控制界面，将光标移至“TCD 桥流设定”，通过“运行”键打开桥流，检测器控制界面显示“开”，将光标移离，设置完成。热导池恒流源开始工作。

③关机时，先将后面板上二位开关拨向下面，再进入检测器界面，将光标移至“TCD 桥流设定”，通过“退出”键关闭桥流，检测器控制界面显示“关”，将光标移离，设置完成，热导池恒流源停止工作。

5、 热导信号极性的切换；

将光标移至“TCD 信号极性”，通过“+”“-”键切换 TCD 信号极性，将光标移离，设置完成。

注意：色谱仪在做氢火焰离子化分析时，请将后面的二位开关拨向下面，可避免因误操作引起烧毁热导池钨丝的事故。

氢火焰离子化检测器操作

1、 氢焰灵敏度设置

氢焰灵敏度输入范围为 1~4，分别代表 $10^7\Omega$ 、 $10^8\Omega$ 、 $10^9\Omega$ 、 $10^{10}\Omega$ 高阻。

进入检测器控制界面，将光标移至“FID 增益设定”，通过“+”“-”键或“数字”键的操作设置设定值；

如选择 10^9 高阻，按“3”键，将光标移离，设置完成。

2、 氢焰的衰减，基线调零和极性切换的操作同热导池检测器操作。

13、功能键的操作

通过上面介绍的按键操作，色谱分析的常用操作基本都能完成，一些不经常使用的操作通过功能键来完成。

按“功能”键进入功能界面

功能参数设定	
柱箱保护温度	300
汽检保护温度	300
设定参数文件保存	0
设定参数文件取出	0
时间控制参数设定	---
温度控制参数显示	---
铂电阻输入测试	---
多阶程升参数编程	---

功能界面的功能阐述如下：

1：为了保护色谱柱和汽化室、检测室，以及仪器控温出错时造成色谱柱和汽化室、检测室的损坏，仪器对柱箱和汽化室、检测室有一个最高设定温度，操作见 6 保护温度的设定

2：“设定参数文件保存”和“设定参数文件取出”

我们知道，为了对不同的样品进行分析，必须有不同的色谱条件；“设定参数文件保存”和“设定参数文件取出”的功能是对你不同的色谱条件进行保存和取出，文件 0 是指仪器最后关机时的设定参数，文件 1—9 可以是其他不同的色谱条件参数，共 9 个文件的存储；

3：将光标移至“时间控制参数的设定”，按“功能”键切换到时间控制参数的界面，如图：

时间控制参数设置	
日期设定	FF-FF
时间设定	FF:FF
温度控制运行时间	00:00
温度控制退出时间	00:00
继电器1吸合时间	00:00
继电器1释放时间	00:00
继电器2吸合时间	01:01
继电器2释放时间	FF:00
继电器3吸合时间	FF:FF
继电器3释放时间	FF:00

- a、光标移至“日期设定”通过数字键依次输入年（两位）和月（两位），将光标移离，日期设定完成；
- b、光标移至“时间设定”通过数字键依次输入时（两位）和分（两位），将光标移离，时间设定完成；
- c、“温度控制运行时间”和“温度控制退出时间”是对应“时间设定”的，如果你需要仪器每天定时控温和定时停止加温；可进行如下操作：
 将光标移至“温度控制运行时间”通过数字键依次输入时（两位）和分（两位），将光标移离，每天定时控温的时间设定完成；
 将光标移至“温度控制退出时间”通过数字键依次输入时（两位）和分（两位），将光标移离，每天定时停止加温的时间设定完成；
- d、“继电器 3 吸合时间”和“继电器 3 释放时间”是指恒流源电流控制继电器，如果你需要仪器每天定时控制恒流源电流；可进行如下操作：
 将光标移至“继电器 3 吸合时间”通过数字键依次输入时（两位）和分（两位），将光标移离，每天定时开启桥流的时间设定完成；
 将光标移至“继电器 3 释放时间”通过数字键依次输入时（两位）和分（两位），将光标移离，每天定时关闭桥流的时间设定完成；
- e、“继电器 1”和“继电器 2”是备用，操作方法如同继电器 3
 上面的功能键操作举例仅介绍了一些常用的功能，利用“数字”键+“功能”键，还可以扩展很多调试功能。如果用户的分析要求需要色谱仪扩展功能时，也可用这方法输入数据或发出控制命令，为今后的扩展功能提供了很大的余量。

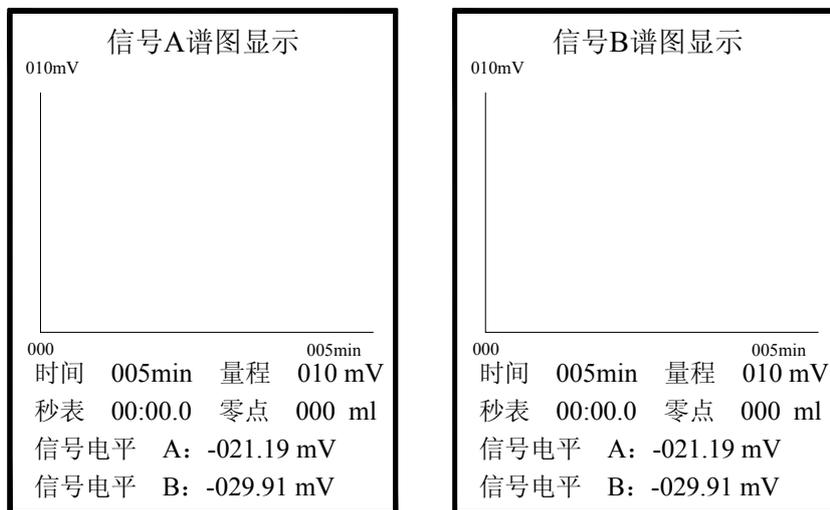
4、光标移至“多阶段升参数编程”，按“功能”键切换到多阶段升参数编程的界面，如图：

多阶程升参数编程		
编号	升温速度	升温时间
1	00.0°C/min	000min
2	00.0°C/min	000min
3	00.0°C/min	000min
4	00.0°C/min	000min
5	00.0°C/min	000min
6	00.0°C/min	000min
7	00.0°C/min	000min
8	00.0°C/min	000min
9	00.0°C/min	000min
10	00.0°C/min	000min
11	00.0°C/min	000min

注：通过光标的移动和数字键的输入配合可达到九阶升温阶数（和程序升温编程界面配合）设置完毕，按功能键返回。

14、按“图谱”键 进入图谱界面

如图



- 1、通过“A/B”键切换谱图 A 和谱图 B;
- 2、通过光标的移动和数字键的输入，可改变量程、时间、零点的参数；
注意：秒表启动后，无法改变量程、时间、零点的参数；查看图谱时不要任意切换；
- 3、通过“清除”键，可清屏重新开始；

- 4、查看图谱时不要任意切换：图谱进行实时跟踪，无保留和计算功能。
- 5、查看图谱时不要任意切换：会造成图谱杂乱无章，该谱图仅作参考。

15、用户进行操作使用时请注意以下几点

- 1、若用户进行氢焰分析时，将左侧板上的二位开关拨向下方，切断热导池恒流源的电源，确保不会因误操作而烧毁热导钨丝。
- 2、当显示屏出现”ERR4”指示时，请检查所设置的超温值是否正确。使用温控、继电器的时间控制功能时，请注意校正内部时钟的时间。
- 3、若不想使用温控，继电器时间控制功能时，请将该时间设置一个比 24:00 大的数字。
- 5、关机前，请先按“温度”再按“退出”键。即退出温度控制后，再关整机电源开关。
- 6、做热导池分析，关机前请先断开恒流源，再退出温度控制，最后再关整机电源开关。

16、错误显示

为了确保仪器安全使用，在微机系统运行过程中会自动不断地检测铂电阻、温度等情况，发生故障时会自动退出温控，或断开加热开关，并显示出故障的部位及故障类型。

①铂电阻短路检测

当温度检测用的铂电阻发生短路，主界面在相应的位子会显示“铂电阻短路”，若该部件处在控温状态，则会自动退出加温。

②铂电阻开路检测

当铂电阻发生断开，主界面在相应的位子会显示“铂电阻开路”，若该部件处在控温状态，则会自动退出加温。

③当柱箱、汽化室、检测器中一个部件的温度超过 420℃并且在运行状态，则主界面在相应的位子会显示“ER3”，并且 4 个部件都退出加温。

④当柱箱、汽化室、检测器的温度超过设定的超温保护值时会显示”ER4”，同时该路退出加温，汽化室和检测器共用一个超温保护值。

⑤当发生可控硅击穿，或加热丝碰外壳等恶性故障引起温度持续上升，计算机会自动断开加热开关，切断加热电源，并显示 ERR6。

八、仪器的安装和调试

1、色谱柱的安装

通过使用各种衬套和接头，色谱仪可以灵活地选用各种进样器、柱子和检测器，可以装上任何标准的柱子而不损失其性能。仪器的其它灵活性还在于进样器与检测器相互间的位置比较灵活，柱箱的内部体积比较大。

柱子的安装位置

一般来说，柱子可以装在进样器与检测器之间。然而，如果是刚性的 6mm 玻璃填充柱装“B”进样器上，那么，这种柱子也只能装在“B”检测器上。

装在箱门右下角下面的炉门门向上压就可打开箱门。

恒温箱背后的叶片由马达驱动，吸入室内的空气，使恒温箱冷却，或使恒温箱在接近室温下运行，所以除非要取去柱子，箱门一般总是关着的。（把箱门关上，箱子的冷却效果最好）。

不用采取其它辅助冷却措施，炉温就可以维持在室温以上 8℃ 左右。

色谱柱的支件

填充柱

填充柱不需要构件的支件，只需正确安装在进样器和检测器的连接件上即可。

毛细管柱

毛细管柱是绕在金属丝框架上，框架装在一对支架上，插在箱内顶部的孔里。支架上有两个位置，可以挂住柱子框架。根据框架的不同直径，选用最能使柱子处于柱箱中心的那个位置。柱子的末端应从框架的底部伸出来，形成一条圆滑的曲线，通向进样器和检测器的连接件。要避免柱子的任何部分碰着炉膛的表面。

在进样器或检测器上正确安装柱子之前，必须首先检查载气气路是否连通。此外，如果是 FID 或 NPD，根据所要安装的柱子而定（填充柱或毛细柱），在装柱子之前，还要装上合适的喷嘴。

假定某个进样器和检测器已正确就位，就可以装柱子了。

填充柱的安装方法

金属柱

拧紧柱子上的螺母，将柱子装进进样器，假定密封垫圈已经定位在柱子上，若是 3mm 的柱，只需要用手拧紧再加 1/4 圈就足够了，若是 6mm 的柱子，用手拧紧后，再拧 3/4 圈就足够了。

用两把板子对起来，一把拧柱子上的螺母，另一把拧衬套，以防止拧柱上螺母时，衬套转动。

6mm 玻璃柱

因为 6mm 玻璃柱是刚性的，所以必须同时装进进样器和检测器里。其安装程序在柱两端是相同的。

玻璃柱可选用密封垫圈，也可选用 O 型圈来密封：石墨衬套适合于大多数用途，O 型圈仅适用低温操作。

在柱子末端必须留出足够的空间，以防插入的针头接触玻璃毛堵头或柱填料（至少留出 55mm）。

在检测器的末端，至少必须留出 40mm 空间，以防喷嘴的下端碰着填料或玻璃毛堵头。

1、把螺母和密封圈（或 O 型圈）放在柱子上。

如果需要的话，在螺母的前面可以外加一只 O 型圈。这样可以保护柱子，防止螺母掉进柱子的盘管部分。

2、把柱插进进样器和检测器，尽可能插到底。把柱箱底清扫干净，可以从柱子的比较长的那一端开始，以较小的角度开始，将柱插入。

3、把柱子拉出大约 1~2mm，用手拧紧柱上的两个螺母，螺母要拧多少，这取决于所用的密封圈的类型。若是 O 型圈，用手指拧紧就足够了。

注意

若柱子上的螺母拧得过紧，会拧坏柱子。

毛细管柱的安装方法

毛细柱的准备

一般来说，开口毛细柱有三种型号：熔融硅，玻璃的和金属的。各种柱子在安装之前都必须做好准备工作。在准备好之后，按不同进样器和检测器，采用不同的安装方法。

熔硅毛细柱

熔硅柱本来就是直的，所以不必再拉直。但是，柱尾要是新鲜的，无毛边，边缘不粗糙，而且柱内没有密封圈、O 型密封圈或固定相上掉下来的渣子。

警告

在处理、切割或安装玻璃或熔硅毛细柱时，要配带安全防护眼镜，以免飞起的玻璃渣伤眼睛。同时，在处理毛细柱时，要小心，以免碰伤皮肤。

安装柱子前，进样器和检测器需做好安装毛细管的准备工作，例如已安装了合适的衬套、内衬管和（或）接头。下面详细介绍毛细管柱与进样器、检测器的连接方法。

(1) 与进样器连接

进样器有填充柱进样器（530 μ 系列毛细柱）、分流/不分流或只分流毛细柱进样器，安装方法相同。

① 往色谱柱上装上螺母和密封垫圈。

毛细柱最好是采用石墨密封垫圈，因为在很宽的温度范围内，它的密封性能都很好。

可以使用的石墨垫圈有两种规格，根据柱子的外径而定：1.0mm 的用于玻璃毛细柱或 530 μ 系列毛细柱，0.5mm 的用于内径 0.20 和 0.32mm 的熔硅毛细柱。

②按本节中“毛细柱的准备”来准备一个新柱尾。

把柱子插进螺母和密封圈时，柱的尾部可能会受到污染，这一步操作可以除去粘在柱子上面的石墨。

- ③给柱子定位，让它从密封圈尾部和螺母中伸出来大约 6mm。在柱子的六角螺母底部做个记号。打字机的涂改液是一种很好的画记号材料。
- ④笔直地将装有螺母和密封垫圈的柱子插进出口的底座。使柱子上的记号保持在柱螺母的底部一样高，先用手拧紧螺母，然后再用扳手拧紧 1/4 圈。
注意柱上的螺母不能上得太紧，否则会损坏柱子。

找中线问题

如果注射器针头很难插入柱子，就说明柱子的中心没有对好。

倘若已按使用柱子的要求装上了合适的内衬管，柱子本身的准备工作也正确，安装也合适，那么，一般来说，就不会发生中线不准的问题了。

(2) 与检测器连接

当柱子已装到进样器上，就可以往检测器上装了。具体的安装方法取决于所用的检测器。下面介绍的是使用 FID 的情况：

安装毛细管柱前，确认检测器中毛细柱喷嘴已装好。

- ①同上述方法往色谱柱上装上螺母和密封垫圈并准备一个新柱尾。
- ②笔直地将装有螺母和密封垫圈的柱子轻轻地插入检测器中。
- ③尽量插到底（大约 40mm），再把柱子拉出大约 1mm，用手拧紧螺母，然后再用合适的扳手拧 1/4 圈。

(3) 检漏

色谱柱装好后，需要进行检漏，以确认柱子的连接处是否密封。

在室温和柱箱温度下对柱子螺母的安装情况进行试漏，在操作温度下，对各进样器和检测器试漏。若有必要，就再拧紧固定件，只是拧紧到不漏就行了。

注意

试漏的液体经常会遗留下一些污染的残余物：每次试漏后，都要用甲醇来清洗，并让它凉干。

2、仪器调试

仪器已经正确安装，按以下步骤调试仪器，确认仪器处于良好的状态。

(1) 开机程序

- ①首先打开氮气钢瓶总阀门、调节减压阀压力为 0.3~0.4Mpa。调节柱前压约为 0.04Mpa。
- ②打开 GC 气相色谱仪右侧的电源开关，当屏幕上显示出主画面后，即可设置测试参数（柱温、进样器温度、检测器温度等）。设定柱温时，一定要注意柱子的最高使

用温度。

- ③当温度达到设定温度时，开空气、氢气。打开空气、氢气钢瓶总阀门，调节减压阀压力为 0.3~0.4Mpa。
- ④打开仪器面板上空气、氢气针形阀开关。（参考值：空气开 7 圈，氢气开 4 圈。）
- ⑤用点火器点火。注意将氢气针形阀开至 5 圈以上来点火，火点着后调回 4 圈。为防止积水，当检测器温度大于 150℃且检测器外侧有少许发热后才可以点火；火点着后，检测器上方有水汽，信号显示有激流产生。
- ⑥ 打开工作站，查看基线。稳定大约 30min，待 GC 温度达到设定温度后，基线亦稳定，即可测定。

(2) 测试条件的设定：

色谱条件的设定要根据不同化合物的不同性质选择柱子，一般情况极性化合物选择极性柱。非极性化合物选择非极性柱。色谱柱柱温的确定主要由样品的复杂程度决定，其目的要达到在最短的时间里，使每个化合物的组份完全分离。对于混合物一般采用程序升温法。柱温的设定要同时兼顾高低沸点或熔点化合物。

一般测试化合物有两种测试方法：

①毛细管柱分流法：样品被直接进入色谱柱，不需稀释进样量要少于 0.1 μl。若为固体化合物，则尽可能用少量溶剂稀释，进样量为 0.2~0.4 μl

②大口径毛细管法不分流：

无论固体或液体，一定要稀释后，方可进样进样量为 0.2~0.4 μl(1ml/mg)

(3) 注意事项：

- ①检测器温度不能低于进样口温度，否则会污染检测器 进样口温度应高于柱温的最高值，同时化合物在此温度下不分解。
- ②含酸、碱、盐、水、金属离子的化合物不能分析,要经过处理方可进行。
- ③进样器所取样品要避免带有气泡以保证进样重现性。
- ④取样前用溶剂反复洗针，再用要分析的样品至少洗 2-5 次以避免样品间的相互干扰。
- ⑤需直接进样品，要将注射器洗净后，将针筒抽干避免外来杂质的干扰。

(4) 关机程序

- ①关闭氢气、空气钢瓶总阀。
- ②退出软件，关闭计算机。
- ③按下退出按键，使仪器降温：
- ④待柱箱温度降至 50℃后，关闭色谱仪开关。
- ⑤待氮气吹一段时间（约 10 分钟），关闭氮气钢瓶总阀。

使用 FID，操作规程可以归纳为以下几点：

- ① 开载气
- ② 开主机电源，设定温度（柱温、进样器温度、检测器温度）
- ③ 温度稳定后，开氢气、空气
- ④ 点火
- ⑤ 待基线走稳后，进样分析
- ⑥ 分析完后关氢气、空气
- ⑦ 将柱温降至室温，进样器、检测器关掉。
- ⑧ 关主机电源
- ⑨ 关载气（若是极性柱，载气多通一段时间，主要是为了延长柱的使用寿命）

如果使用的是 TCD，操作规程如下：

- ① 先通载气
- ② 开主机电源，设定温度（柱温、进样器温度、检测器温度）
- ③ 温度稳定后开桥电流电源，调桥电流到相应值
- ④ 基线稳定后进样分析
- ⑤ 分析完后关桥电流电源的硬件开关和软件开关
- ⑥ 降温至室温，关主机电源
- ⑦ 关气源（**注意：**检测器温度降到 100℃ 以下，停载气，否则继续通载气。）

九、仪器的使用

1、键盘和显示

是通过仪器面板上的键盘、字母和 5.7 寸大液晶屏的显示来进行监测和控制的。

2、进样系统

本章叙述进样器系统的操作。

*填充柱进样器

*分流/不分流，毛细管进样器

*只分流毛细管进样器

填充柱进样器

填充柱进样器用于金属或玻璃填充柱，液体样品在进样器内部迅速汽化，为了确保液体样品完全汽化，进样器的温度一般应该比最高柱温高 20℃ 以上。

假定柱和内衬管（如果使用的话可以加内衬管）安装正确，并且系统无泄漏，下面提供的资料是正确操作所必需的。

流速的设定：

每当系统有某些改变时，各种流速都要用皂沫流量计来恢复其首次使用的流速。GC 有

秒表功能可以用于皂沫流量计

把柱箱和加热区的温度设定到期望的操作值，在载气流量设定好以前，检测器必须处于“关”的状态，而检测器信号可以输到指定的输出通道。至进样器的载气源的压力最少必须达 413Kpa，大部分地区确保对大多数应用的正确操作。

- 1、关闭通入检测器的其他气体，以便单独的测量柱流速
- 2、逆时针方向打开质量流量调节器以获得所需要的柱流速，在检测器排出口测量之。

分流/不分流毛细管进样器

多用途的分流/不分流毛细管进样器系统可以用于任何普通的毛细管柱（石英玻璃、石英、玻璃、金属）

具体的进样方式包括：

- *分流，用于主要组分的分析
- *冲洗不分流，用于微量组分的分析。

每一种形式都需要安装特殊的进样器内衬管。

需要注意的是毛细管分析的性能与所用的内衬管（和进样方式）密切相关。所提供的内衬管是“平均的”，适用于多种多样的普通运用，并能很好地操作。但是，对于一些特殊的运用，为使进样器操作最佳化，可以使用用户定做的内衬管。任何用户定做的内衬管外径不得超出 $6.50 \pm 0.02\text{mm}$ ，长度必须是 $78.5 \pm 0.1\text{mm}$ 。

载气的选择

载气的选择和它通过柱子的平均线速对柱效、分析时间和系统的稳定性有很大的影响。一般来说，选择载气以达到最大的组分分辨率和检测器性能以及最小的总分析时间为目的。

对于特定的载气，在做程序升温时，线速度值应选择在 HETP 曲线最低点的 11/2 到 21/2 倍的范围内，这样能在整个使用温度范围内，使柱效的变化减至最小。

那些柱效不是一个重要条件的操作或等温操作，线速可根据需要适当选择。范氏曲线说明了使用 He 或 H₂ 作载气的优点，从曲线可以看出以下几点：

- ① H₂ 和 He 与 N₂ 相比，最低点出现在平均流速比 N₂ 大得多的地方，因此，He（H₂ 更好）能用比 N₂ 更高的速度而只降低很小的效率，使用 H₂ 或 He 可以缩短总的分析时间。
- ② 使用 H₂ 的另一个好处是在相对低的柱头压力下就能获得高的流速。
- ③ 对于给定的化合物，N₂ 曲线的最低点是很好判断的，因此在那儿只有小的线速范围而柱效是最大的。
- ④ H₂ 和 He 的最低点相对地显得较平坦。当使用程序升温分析时，两者都是较合适的载气。

使用 N₂ 的另一个问题有许多等级，它经常被水和/或轻的碳氢化合物污染，而 H₂ 和 He 可以得到较高的纯度。

总的来说，选用 H₂ 作载气最好，He 次之。

初始的柱头压力：使用毛细管柱，必须设定柱子的线速，而这是通过柱头压力来控制的，得到特定的速度所需的压力主要地取决于特定柱子的内径和长度。

表 3 不同内径和长度的毛细管的初始柱头压力（Kpa）

初始柱头 压力 KPa 标称内径 mm	标称长 度	12	25	50	100
0.20		31	62	138	276
0.32		17.5*	31	62	138
0.53		3.4*	10.4*	31	62
0.75		1.7*	3.4*	10.4*	31

说明

必须强调指出，表 3 中推荐的数值只是开始点，我们在下面各部分介绍的每一种进样方式都提出了调节柱头压力以获得理想的柱流速的操作步骤。

下面所描述的进样方式包括了设定柱流速的步骤。需要特别说明的是，一根特定的柱子设定了流速以后，并不等于说对其它柱子或每一次操作就不需要再校准了。每次换柱或更换流路系统内其他部件后，柱流速需要校对，必要时还要作调整。

分流进样：

在使用分流进样时，当使用危险的化学药品和/或H₂载气时，从分流出口流出的气体应该排到通风橱或适当的化学捕集器中。

由于样品在进样器内部的滞留时间短，技术上却要求样品迅速汽化，因此进样器温度必须足够才能达到这一要求。

在分流出口通道上的背压调节阀保持了柱头压力的恒定，通过流量调节器控制的进样器的总流量分成两路，一路流入柱子，另一路绕到内衬管的底部，从内衬管外侧和进样器之间流到分流出口。

“分流比”定义如下：

分流比=（分流出口流速+柱流速）/柱流速

这里：流速是体积流速，测量单位为 ml/min。

分流比反映了总样品进入柱子的百分率：数值越高，进入柱子的样品越少。

给定的分流比是通过下列步骤测得的：

A、设定初始的柱头压力：

把柱箱和加热区的温度设定到所希望的操作值，确认检测器已打开，把它的输出信号送给适当的通道。

根据柱长和柱内径从表 3 选择合适的初始柱头压力：

- 1、为保证正常操作，要使载气源的压力至少为 138Kpa，比所选择的柱头压力大。
- 2、如果需要，逆时针方向打开流量控制器，以得到充足的系统流量。
- 3、调节背压调节器以获得所选择的柱头压力。

B、测量流速

每当系统有某些变化时，总是首先用皂沫流量计测量所有的初始流速，GC 有“秒表”功能可以用于皂沫流量计。皂沫流量计的使用将在后面介绍。

C、设定隔垫清洗气的流速：

设定了初始的柱头压力后，在清洗气出口测量隔垫清洗气的流速，如果需要，调节隔垫清洗气控制器以得到范围在 0.5-6ml/min 之间的流速。

需要说明的是：隔垫清洗气流速与柱流速是无关的，改变隔垫清洗气的流速不会影响柱流速，改变柱子，或分流流速也不会影响隔垫清洗气的流速。

但是在分流操作方式中，改变隔垫清洗气的流速会影响分流比。因此，在相同条件下进行系列分析期间隔垫清洗气流速是不能改变的。

D、设定线速：

通过柱子的线速是通过注入含有惰性组分（一般是CH₄）的样品来测定的。

用得到的惰性组分的保留时间与预期的保留时间“t_r”相比较，而预期的保留时间“t_r”是由期望线速（“u”）和柱长计算而得：

$$t_r(\text{预期})(\text{分}) = 1.67 \times \text{柱长}(\text{m}) \div \text{线速}(\text{cm/sec})$$

使用 GC 计时功能（见第 5 章“键盘和显示”）重复注入惰性组分，需要时调节背压调节器，以便获得与希望的线速对应的期望的保留时间。

E、计算体积流量：

用下式计算通过柱子的体积流量（准确度 90%以上）：

$$\text{体积流量}(\text{cm}^3/\text{min}) = 0.785 \times (D^2 L / t_r)$$

其中：“D”是柱内径（mm），“L”是柱长（m），“t_r”是惰性组分的保留时间（min），（假定所希望的线速是“u”已经得到）

计算出来的体积流量，特别是较高的流量，可以用皂沫流量计连接到检测器排气口来校对（通到检测器的其他气体，例如补充气体和/或辅助气都必须关闭）。

不同内径和长度的毛细管柱的“0.785×D²L”的值

“0.785 × D ² L”的 标称 内径 (mm)	12	25	50	100
0.20	0.377	0.785	1.57	3.14
0.32	0.965	2.01	4.02	8.04
0.53	2.65	5.51	11.0	22.0
0.75	5.30	11.0	22.1	44.2

F、检查进样器清扫状态：

检查进样器清洗气路是否已经打开，并且在分流进样方式的整个运转过程始终都保持开着：

G、获得理想的分流比：

最后，根据分流比的定义，对任何预期的分流比，可使用下列关系式来确定分流出口期望的流速：

$$\text{分流出口的流速}(\text{ml/min}) = \text{柱体积流速}(\text{ml/min}) \times (\text{预定的分流比}-1)$$

使用皂沫流量计测量分流出口的流速，需要时根据预定的分流比，调节流量控制器以获得所需要的流速。为了现在的分析，必须选择合适的分流比。

不分流进样：

对于不分流操作，稀释的样品在进样内衬管汽化，然后大部分样品都吹到柱子里。

为了提高柱效，汽化的样品必须“重新浓缩”在柱头（在组分分离以前）。若没有这个重新浓缩，洗提出来的组分的峰宽反映出进样内衬管体积而不是柱效。样品可以用两种方法重新浓缩：“溶剂效应”或“冷阱”（两者都在下面讨论）。

因为技术上要求在注射期间气体流过进样内衬管再进入柱子，而溶剂蒸汽甚至在样品组分“重新浓缩”以后也会遍及进样器并继续进入柱子，这就会造成一个长的相当大的、溶剂拖尾而掩盖了感兴趣的峰。因此在短期时间间隔以后，就要把溶剂蒸汽从进样内衬管清扫出去。

在进样内衬管清洗以后，柱箱温度升高，引起陷在柱头的溶剂流过柱子。这样样品组分就被释放而分离。

由于样品在进样器内部的滞留时间比分流进样长，进样器可以在比较低的温度下操作：对于大多数操作来说，150 到 200℃是合适的。

溶剂效应：

样品重新浓缩的一种方式就是溶剂效应，它需要把汽化了的样品组分保留在一个固定相区域内并有溶剂吸收在柱头。在这个区域中，样品“塞”的前部比后部经受更大的阻挡：被溶剂浸透的固定相其作用就象对样品组分的屏障，借此减少样品组分的带宽。

要通过溶剂效应来重新浓缩样品组分，柱箱温度必须低到足以使溶剂在相当长的时间内保持在柱头，柱温低于溶剂沸点 10-30℃为较好。表 5 给出了某些常用溶剂的沸点，以及为有效的使用溶剂效应而建议的初始柱温范围。

表 5 某些常用的溶剂及使用溶剂效应而建议的初始柱温

溶剂	沸点 (°C)	初始柱温范围 (°C)
乙醚	35	10-25
正戊烷	36	10-25
二氯甲烷	40	10-30
二硫化碳	46	10-35
*三氯甲烷	61	25-50
*甲醇	65	35-55
正己烷	69	40-60
*醋酸乙酯	77	45-65
乙腈	82	50-70
正庚烷	98	70-90
异辛烷	99	70-90
甲苯	111	80-100

*只能使用交键固定相。

对于给定的操作，最好的溶剂是根据样品的溶解度和挥发度、柱子的极性和固定相的类型以及检测器的选择性、灵敏度等，通过反复试验而找到的。

注意：由于溶剂效应，溶解在不同溶剂中的相同的组分的保留时间是不同的，因此对于特殊的操作，溶剂一经选定，就要一直使用它。

温度程序：

多级柱箱温度程序是很有益的：在注入时柱箱保持在合适的“冷”温度下以形成重新浓缩的环境。

然后，柱箱快速程序升温，较轻的组分通过溶剂效应而得到分离，温度继续上升，但是速度慢一点，较重的组分由冷阱而得到分流。

样品量：

注入的样品体积一般在 0.5-2ul 范围内，以单个组分的浓度不得使柱子超负荷为准，感性认识的组分保留指数应该大于 600。不使柱子超负荷的最大样品注入量根据柱内径、填料、柱效和组分极性来决定。

进样器温度：

由于在注射期间通过进样内衬管的气流流向柱子的气体流量减小，因此样品在内衬管的滞留时间比分流进样方式长。

由于这个原因，可以使用相当低的进样器温度：对于大多数样品，温度在 150 到 200 °C 范围内就可以满足要求。注意较低的温度也减小了需要汽化的样品的体积，减少了“反冲”（flash back）的可能性。

对于含有高沸点组分的样品（>C₃₂），则需要较高的进样器温度。

尾吹会增加干扰，清洗得太早会有这样的危险：吹走轻组分，没有足够的时间让重的组分进入柱子，和/或没有足够的溶剂进入柱子以确保好的“重新浓缩”。

建议使用与最近一次样品分析同样的条件分析一个已知的标样，从理论上讲，这个标样对于所要分析的未知样品是有代表性的（所选择的组分和它们相应的浓度两者都是有代表性的）。

进行一系列的分析，慢慢地增加内衬管清洗时间，最佳时间是能得到最大面积读数和溶剂干扰最小的时间。

进样以前：

载气通过质量流量调节器流到进样器的顶部，其中有一小部分分出来清洗隔垫和内衬管密封垫圈，然后流到清洗出口。

其余的向下流入内衬管，在那儿气流再一次分开：一部分流入柱子而另一部分流到内衬管底部周围，在插件外侧和进样器内壁之间向上流到分流出口。

进样时：

电磁阀（不分流电磁阀）正好在进样以前驱动，以防止载气从内衬管底部排出去。现在通过内衬管的气流只流入柱子。流过进样器顶部的气流经由电磁阀和背压调节器流到分流出口。

进样以后：

进样以后过了预定的时间，电磁阀复位，通过进样器内衬管的清洗气流接通了。

在进样时，从柱流量+隔垫清洗流量（一般小于 5ml/min）到通过进样器的总流量（柱+分流出口+隔垫清洗）（一般为 50-100ml/min），剩余的溶剂蒸汽（注入溶剂总量的 1-5%）从进样器排出。

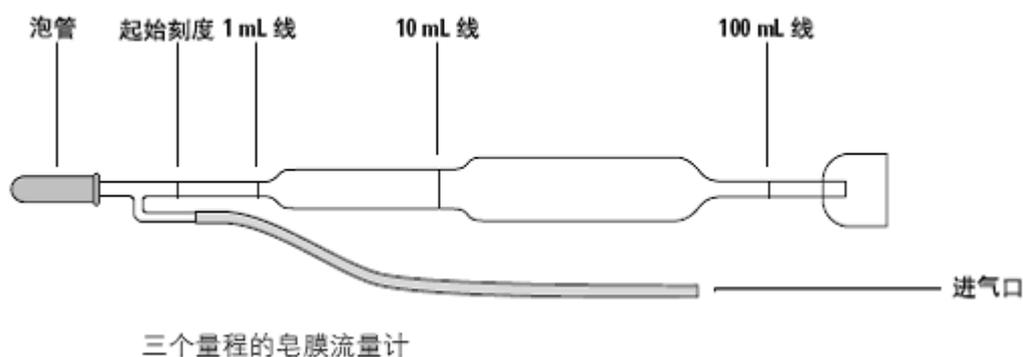
注意：由于载气排出口经过了背压调节器，因此柱头压力（或者柱流速）甚至在通过内衬管的总流速改变（注入时与插件清洗时相比）时也会保持恒定。

3、如何用皂膜流量计测定流量

皂膜流量计是非常基本、可靠的测定气体流量的工具。形成的气泡以半月形通过气体正

在流经的管。半月面作为一个界线通过测量管，其移动速度反映气体通过管的流量。很多皂膜流量计都分成直径不同的段，以便适应测定不同范围的流量。

皂膜流量计具有1, 10 和 100 mL 的刻度, 适于测定低流量(例如载气)和高流量(如 FID 用空气)。见下图:



工具

- 具有1, 10 和 100 mL 刻度的皂膜流量计。泡管中半充满肥皂水。
- 连接检测器或排放管（如果需要）的连接管。
- GC 内部的秒表。

警告

空气或氧气的流量不能与氢气的流量同时测定。因为这样会形成爆炸性混合物，可能被意外地点燃。一定要分别测定这些气体的流量。

把皂膜流量计进气管连接到要测定流量的接口上，如果需要，使用适当的连接管。

注意

在连接皂膜流量计之前，打开流路。

- 1 竖直方向手持皂膜流量计，挤压并释放泡管，在皂膜流量计中形成一个半月形皂膜气泡。重复进行数次以便在测定流量之前，把皂膜流量计管壁湿润。
- 2 按 [时间] 看到秒表的屏幕。挤压泡管。
- 3 当气泡半月面通过皂膜流量计下面的起始刻度线时，按 [输入]，启动秒表。
- 4 当气泡半月面通过皂膜流量计上面的1 mL, 10 mL 或100 mL 刻度线时按 [输入]，停止秒表。
- 5 用在 GC 的显示器上显示的 $1/t$ 值计算流量，以 mL/min 为单位：
 - 如果使用 1 mL 线，流量为 $\text{mL/min} = 1/t$ 。
 - 如果使用 10 mL 线，流量为 $\text{mL/min} = 10 \times 1/t$ 。
 - 如果使用 100 mL 线，流量为 $\text{mL/min} = 100 \times 1/t$ 。
- 6 按 [清除] 重设秒表。至少重复测定一次以便验证流量。

毛细管补充气体流速的设定

检测器被设计成为载气流速至少在 20ml/min 时（典型的装填柱流速）操作最佳。载气流速低于 10ml/min（典型的毛细管应用）需要毛细管补充气以便保证流速（载气+补充气）至少 20ml/min。TCD 则例外，要求总流速仅是 5ml/min。

补充气直接加入到用于 IFD 或 NPD 检测器气流支管的氢气中。毛细管补充气供气压力应设定在大约 276Kpa。

对于 FID 来说，0.3mm 喷嘴能大大地增强检测器的灵敏度并且必须与毛细管柱一同使用。如果与填充柱一同使用，火焰熄灭及堵塞问题将可能发生。

在使用填充柱时，可以先试用 0.3mm 的喷嘴。如果遇到问题，再更换 0.5mm 喷嘴。

火焰离子化检测器

FID 的灵敏度取决于氢气与载气流的比值，（或毛细管柱子的载气+补充气）。

对最佳性能而言，有一个最佳比率：在下一节中将描述点火及获得最高的灵敏度的方法。

一般来说，当样品中所要分析的组分含量高时，就要提高空气流速（高达 650ml/min），当样品中所测成份含量低时，则降低空气流速（250-300 ml/min）。

要想达到最高灵敏度，建议制备一种标准样，其中所测成分的浓度要达到所需要的高度。通过采用不同的载气，空气和氢气流速进行试验，来确定在何种流速情况下可以得到最大响应。

警告

火焰离子化检测器系使用氢气作为燃料气。如果氢气流打开，而检测器进样器联接处于未安上柱子，氢气就会流进柱箱，有引起爆炸的危险。因此，当已经给仪器通氢气的时候，总是应该在进样器联接处或是接上柱子或是拧上金属帽。

假设检测器已接好，载气并无泄漏，安装了合适的喷嘴，装好了柱子，调好了载气流速，并检查过检测器的排气孔。

- 1、将柱箱和加热区调至选好的操作温度
- 2、轻轻地调节氢气和空气的压力以便得到正确的流速。
- 3、载气和补充气流速（柱子+补充气）通过检测器的总量应调整到至少 30ml/min。
- 4、调整检测器的空气流量，以便得到流速大约为 400ml/min（对大多数操作合适）。
- 5、调整检测器的氢气流量，以便得到流速大约为 20~30ml/min（对大多数操作合适）。
- 6、在点火时有必要临时将氢气流量开大直至点燃火焰为止；然后调整到合适流量。

十、预防性维护

1、色谱柱老化

各种色谱柱可能会有一些污染物：柱老化的目的是去除挥发性的污染物，以使柱子满足使用要求。

由于柱子很容易吸附某些空气中的污染物，所以，新填充的柱子必须老化，对于那些

用过的柱子，并且有搁置了一段时间没有用盖帽或塞子保护起来的，同样有必要作柱老化。

柱老化对于毛细管而言并不是一个严重问题，因为这种柱子固定相用量少，鉴于同样的理由也需要作柱老化。但是，在操作时应小心一点，以防毛细管柱内的固定相流失。

柱子的尺寸和配制不同，其操作程序也不相同。具体的操作步骤按制造厂商说明进行。下面仅介绍通用的柱老化规则：

①关闭检测器！切断检测器的气源（如果有的话），尤其是氢气！

②A、如果要老化的柱子已安装好了，则将其与检测器连接的一端拆下来。

B、如果要老化的柱子还未安装好，则将其一端接到现有的进样器上。千万别将另一端接到检测器上！对于分流/不分流（或只分流）的毛细管柱进样器，如果毛细管柱需要老化，则安装一个不分流插入管，并按一般方法安装柱，其位置高出柱螺帽 7.5mm，调节隔垫清扫气流量不大于 6ml/min。

C、用进样器螺帽盖好检测器的入口，以防止空气和/或污染物进入检测器。

③建立稳定的载气流量。老化填充柱时，以He为最佳，用N₂也可以满足要求。

A、对于Φ3 或Φ4 柱（内径 2mm），流量约 30ml/min

B、对于硬玻璃毛细管柱（内径 0.25mm）设定柱头压力与其柱子长度成正相关。即柱子越长，设定的柱头压力越高。

C、对于石英玻璃毛细管柱，设定柱头压力与其柱子长度成正相关。即柱子越长，设定的柱头压力越高。

④设定柱室温度为 100℃约为 1 小时，然后逐渐升温至柱子老化温度（切勿超过柱子最高温度极限。通常，低于柱子最高温度极限 30℃是足够的）。

注意

过热将缩短柱子使用寿命。

柱老化时间对填充柱来说长一些，可能要过夜，对于毛细管柱则稍短一些。

如果老化好了的柱子不立即使用，在柱室取出后盖好两端，以防空气，水分和/或污染填充柱进样器。

2、清洗

关闭进样器加热区，让其冷却。

卸下隔垫压紧螺帽，取出隔垫，接着卸下柱子和进样器内衬管。运用一合适光源，从柱箱同部照明进样口内壁。如发现明显的污染物或残留物，则应清洗进样器。用擦布和适合的溶剂将管内壁残留物清除。用一粗细合适的金属丝，小心地清除掉固体颗粒，用过滤的干燥压缩空气或氮气充分干燥。

分流/不分流及只分流毛细管柱进样器。

3、换垫

常用的圆形隔垫，其使用寿命仅取决于使用次数及针头质量：针头要尖、无毛刺、表面光滑。毛刺、锐边，粗糙表面或针头钝都会减少隔垫的使用寿命。毛细管柱对隔垫材料的选择要求较填充柱低一点。因为隔垫是被连续吹扫的。选择隔垫主要看耐久性。注意忌用不合

适的材料，隔垫必须清洗无异物。

隔垫泄漏可以从下面现象观察到：保留时间延长，无响应和/或柱前压减少。一般的使用规律是每天换一次隔垫。

注意

- ①在切断柱气流以前，先关检测器（尤其是对 TCD）
- ②更换隔垫时，柱气流被切断。因为有些柱子，在停供载气时，可能因柱温升高而损坏柱子，所以进行换垫操作时，柱室应降至环境温度。
- ③换垫操作时必须小心谨慎！这是因为柱室和/或进样和/或检测器接口可能很烫，以至于引起灼伤！
- ④在采用分流时，打开进样器之前，载气压力必须降低。如果不这样做，气流可能将内衬管填料从进样器内吹出去，影响分析效果。

操作步骤

- ①卸下隔垫压紧螺帽，取出并扔掉旧垫。旧垫可能在进样器顶部，也可能在压紧螺帽的同侧。
- ②将新垫置于进样器的顶端，确认密封面（在进样器的顶部及压紧螺帽的内侧），洁净无异物。
- ③用手拧紧螺帽，不要太紧，螺帽内有弹簧，能提供密封必须的足够的压力。

4、检漏

在正常的进样器操作时，整个系统是紧固密封的，下列检查步骤用于初次检漏或排除泄漏怀疑。

- ①关闭检测器！
- ②安装一个与毛细管柱外形相同的零件在进样器出口（一根别针或类似的仪表游丝）
- ③盖住流路面板上隔垫清扫出口
- ④将背压调节器调到“柱压”为 138Kpa。
- ⑤关闭载气流量调节器（顺时针全关，关到“底”即可），也就是切断去进样器的气流。
- ⑥顺时针调节背压调节器，再多开 1/4 圈，观察表上“柱”压 5 分钟。

如果系统无泄漏，压力恒定在 131-138Kpa，如果压力下降，说明有泄漏存在，在有泄漏的情况下，通上载气，并且：使用一种合适的检漏液检查流量面板后面，气路系统的有关管线接口，必要时可更换或检修某些连接件和部件。

注意

检漏液使用后，往往有污染物残留，因此每当检漏操作完毕后，应使用甲醇清洗，并进行干燥。

检查进样器三个可能泄漏的地方：隔垫、柱接口、压紧螺帽密封环（O 型环）

正常操作时，可能进行下列操作，既不需卸下柱子，也不需卸下进样器的密封环，可以简单地给系统升压进行检漏。

用皂沫流量计检查隔垫泄漏：将皂沫流量入口管压在进样器针导引器顶部，使入口管与导引器顶部表面齐平，明显的泄漏可以从皂沫流量计看出。如果有泄漏，则更换隔垫。

用检漏液检查螺帽泄漏，如观察到有泄漏，先紧一紧螺帽。如果还漏，则更换密封垫圈。

需要说明的是，如果进样器管是热的，则检漏液可能发泡，产生泄漏的错觉。

如果隔垫和柱帽已证明无泄漏，则更换进样内衬管的密封环（O 型圈）。

上述过程操作完毕，系统再次充压，并再一次检查整个系统有无泄漏。

进样器加热区停止加热，让其冷却。

卸下隔垫压紧螺帽、隔垫、内衬管压紧螺帽及内衬管，卸下柱子。用一合适的光源，照看进样器内壁，如果有明显的污染物，则清洗进样器。

使用抹布和适当的溶剂，除去管内的残留物。用一合适的金属丝，小心地清掉固体颗粒。用过滤的干燥压缩空气或氮气吹干后再组装。

5、衬套和/或内衬管维护

无论是进样器系统，进样器内衬管和/或衬套必须保持洁净以保证最佳操作性能，尤其是它们的内部，在有污染物进入柱子后会干扰样品组分。

说明

在内衬管或衬套的任何部位，都不该有污染物，尤其是它们的内部。

有时，换下来的清洁的衬套和/或内衬管在必要时可以快速换上，衬套和/或内衬管清洗处理的难易程度，取决于它们的材质是玻璃的还是金属的。

玻璃内衬管

如果分流内衬管（用于分流/不分流或者只分流的毛细管进样器系统），是需清洁的则先去它的填料。

因为污染物往往是些碳化物（不溶于有机溶剂），作为清洗的第一步，用浓铬酸浸泡 24 小时。

警告

浓铬酸剧毒，腐蚀性强，应注意安全防护措施。

经铬酸浸泡后，将内衬管放在水中，甲醇和丙酮中漂洗，然后在恒温箱中 105℃ 干燥。

经洗涤并干燥后，用小刷子或合适的金属丝从内表面去除固体颗粒，然后用过滤的干燥压缩空气或氮气吹管内残留的东西。

金属内衬和衬套不能使用浓酸。

内衬管用非腐蚀性溶剂洗涤（ H_2O ， CH_3OH ， $(CH_3)_2CO$ ， CH_2Cl_2 ），然后在恒温箱中 105℃ 充分干燥。

经洗涤、干燥后，用合适的金属丝捅下管内表面上的固体颗粒，接着用过滤的干燥压缩空气或氮气吹掉下来的颗粒。

对于那些用在毛细管直接柱上进样器的内衬管，用一洁净的金属丝（0.2mm），长度（3.8cm）捅下固体颗粒。

6、FID（火焰离子化检测器）

检测器本身及其连接系统，要求作常规维护。

警告

FID 使用氢气作燃气，如果氢气已通上，而柱子还没有与检测器及进样器相联，则氢气会流入柱箱导致爆炸，所以，在任何情况下，进样器及检测器必须有柱子相连或者盖好螺帽。

开/关阀

氢气和空气管路上偶尔会堵塞，这时应改变阀体上过滤孔板的有效孔径。有时，阀体内的 O 型圈也需要更换。由于在触动阀体时，需要在流量面板背面移去流量控制部体。

喷嘴的更换和更新

由于更换喷嘴时需要从检测器基座卸下收集极组件，借此机会可检查检测器收集极和检测器基座有无污染物沉积。操作过程按下面的“清洗”部分说明，拆卸检测器，更换喷嘴，并进行一些必要的清洗。

喷嘴和收集内孔都要视情况进行清洗，以去除沉积物（常常有一些从柱里流出的白色硅或黑色的炭化物油腻）。这些沉积物会降低仪器的灵敏度，引起色谱有噪音和出杂峰。

关闭检测器及其加热区，同时切断检测器供气（尤其要注意氢气！），让检测器自然冷却，从前端打开外罩。

注意

喷嘴不要拧得太紧！拧得太紧会造成喷嘴和基座永久性变形和损坏。

7、TCD（热导检测器）

- ① 气源要求纯度 99.999%。
- ② 开主机电源前一定要通载气，放空要有气泡冒出，方可开机。
- ③ 开桥电流电源应在温度稳定后进样前打开。
- ④ 桥电流过大，会缩短钨丝寿命，一般取最低值。
- ⑤ 进样体积：气体 0.1~5mL；液体 1~5 μ L。

8、仪器的使用

仪器操作注意事项

(1) 仪器使用时，务必检查一下微机控制系统机架右面下方的 TCD 桥电流钮子开关状态，应处在正确的位置，例如使用 FID 时，钮子开关应放在桥电流断开位置；否则在面板按键操作时一不小心误按 TCD 桥流按键，就会造成 TCD 热导元件的损坏。

(2) 热导检测器的操作必须严格遵守热导检测器先通载气后通热导恒流源的操作原则。在长期停机后重新启动操作时，应先通载气 15 分钟以上，然后检测器通电，以保证热导元

件不被氧化或烧坏。

(3) TCD 桥电流设置大小与载气种类有关，也与热导池工作温度有关，并要考虑被分析对象对灵敏度的要求，具体请参照热导池桥电流给定曲线。

(4) 使用热导检测器时，必须并联装接双柱，如果采用 TC-4 微型热导池联用毛细柱，则另一路也必须装上柱子或空柱管，这样保证了热导池的二路气室中都通载气。如果只装一根柱子，则不装柱的另一路热导元件就会因不通气而被烧坏。

(5) 更换汽化室硅橡胶垫时，务必先把热导池桥电流关掉，换好硅橡胶垫后，通载气几分钟后再接通桥电流。

(6) 柱箱温度的设置必须低于色谱固定液的最高使用温度，检测器温度的设置应保证样品在检测器中不冷凝，汽化室进样器系统的温度设置应高于样品组份的平均沸点，一般应高于柱箱温度 30~50℃。

(7) 用平面六通阀作气体进样时，取样的气体流量和压力每次要保持重复一致，才能保证分析的重复性，平面六通阀旋转时只能放置在二端位置而不能放在中间，中间位置将会导致载气被切断不通，从而会造成热导元件损坏。

(8) 仪器气路中稳压阀，一般在出厂前都调整好用户不必再变动，若需重新调整则必须注意稳压阀只有在阀前后压差大于 0.05MPa 的条件下才能稳压作用，即如果稳压阀输出压力要求在 0.15MPa，则稳压阀输入压力必须大于 0.2MPa，仪器上的稳压阀入口压力不得超过 0.6MPa，超过了要损坏稳压阀。

(9) 在国内热导检测器最被广泛采用的载气是用氢气，载气通入仪器前应先通过气体净化管，气体净化管内装有分子筛，用来吸除载气中水份，内装 105 催化剂，用来吸除载气中氧，除去水份和氧是为了保护色谱柱和检测器，延长使用寿命。所以，气体净化管内的吸附剂必须定期活化处理，以保持净化效果。

(10) 仪器使用后关机时，必须牢记在热导池出口接头处旋上闷头螺帽，防止在切断载气后，外界空气中氧返进色谱柱和检测器系统，是为了保护色谱柱和检测器，在高温使用后，尤其要注意必须在柱箱和检测器温度降到 70℃ 以下，才能关闭气源。

(11) 在使用仪器进样分析达一定次数后，由于色谱柱（不管是填充柱还是毛细柱），内积累吸附了一些水份或其它物质，将会影响柱效和基线稳定性，因此必须对色谱柱进行活化处理，长期停用的柱子，在重新使用前也须活化处理。在仪器上进行活化处理的简单方法就是通高纯氮并将柱子加热恒温，氮气流量 50~60ml/min 左右，柱子活化温度取比固定液最高使用温度低 10℃ 左右，对气固吸附色谱用常用吸附剂：分子筛类活化温度为 300℃；硅胶、活性炭、GDX 类活化温度为 200℃。活化时间一般 3~4 小时，然后自然冷却（氮气仍在流通）。柱子活化时，必须将柱子出口端从检测器的接头上拆下来，防止在柱活化处理过程中将有害物质带进检测器系统造成污染。

(12) 色谱柱连接用密封圈可根据不同使用温度采用不同材料，一般在 200℃ 以下可采用硅橡胶圈，200℃~250℃ 以下可采用聚四氟乙烯圈，250℃ 以上可采用紫铜圈或柔性石墨圈。

(13) 在采用小口径毛细柱分流进样时，用户可在分流气路中分流调节阀前的流路中自行串接一段（ $\phi 3 \times 0.5\text{mm}$ 管，长 50~60mm）活性炭（40~60 目）吸附管用以吸附有机物保

护分流调节阀。

(14) TCD 载气出口及分流出口流量除了用皂膜流量计来精确测定外，还可在主机左侧外装一只 6~60ml/min 的玻璃转子流量计来连续监视

(15) 载气 2 路，主要做填充柱，载气 1 路主要做毛细柱（也可做填充柱），做毛细柱时，稳流阀应全打开为佳，毛细柱流量用稳压阀来调节，保证分流流量调节时，毛细柱流量不变；载气 1 路做填充柱时，稳压阀全打开，用稳流阀来调节柱流量。隔膜清扫气流量一般在 2~10ml/min，可在出口处用皂膜流量计或浮子流量计测量。

(16) 开机使用 FID 时，必须先通载气、空气，再开温度控制，待检测器温度超过 100℃时才能通氢气点火。FID 系统停机时，必须先关氢气熄火，然后再关闭温度控制，当柱温降下后再关载气和空气。如果开机时在 FID 温度低于 100℃时就通氢气点火，或关机时不先熄火就降温，就容易造成 FID 收集极积水而使放大器输入级绝缘下降，会造成基线不稳（17）。

(18) FID 联用标准小口径毛细柱时，毛细柱可插入 FID 石英喷咀内孔，柱端面略低于喷咀口 1~2mm 为最佳，这样可保证最佳柱效。

(19) FID 点火后，由于基始电流的作用，点火后电压会高于原先值，高出的大小可大致判断气体净化程度和色谱柱老化的好与不好。

(20) 为了保证 FID 在高灵敏度下使用时的基线稳定，气体应除去气体中微量 CH（烃类）杂质；色谱柱固定相必须在略低于最高使用温度下充分老化，从而可减少固定液流失和固定液中溶剂残留量对基线的影响；高温使用汽化室时，进样器的硅橡胶垫必须事先高温老化处理并开启隔膜清扫气路。

(21) FID 放大器屏蔽铁盒内放有干燥剂（硅胶、分子筛类），用以保持放大器输入级的高度绝缘性能。由于环境空气中水份的影响，使用一段时间后，应更换干燥剂或将原来放在里面的干燥剂取出，在 150℃下烘烤（活化）二小时再回用，这样可降低噪音，保证基线稳定性。

(22) FID 系统经分析大量样品后，可能会污染喷咀或检测器座，就需拆洗，重新安装。复原时，必须注意极化极圈应与喷咀处于同一平面。喷咀不能与极化极相碰，如果喷咀口低于极化极，将会造成噪音增大；喷咀口高于极化极，将降低检测灵敏度。

(23) 仪器的维护不但能使仪器正常工作而且能延长仪器寿命

(24) 仪器应严格地在规定的条件下工作，在某些条件下不符合时必须采取相应措施

(25) 严格地按操作规程进行工作

(26) 严禁柱温超过固定相中固定液允许的使用温度，一般柱温低于允许使用温度

(27) 仪器在关机时，先降柱温然后关断载气气源

十一、运输和贮存

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

2 贮存：产品在运输状态下，应贮存在温度 5-35℃，相对湿度<85%的环境中，且空气中不含油性气体。

十二、质量保证

1: 在用户遵守产品安装和使用规则的条件下，产品自发货日起 14 个月内，产品确因制造质量而不能正常工作时，本公司无偿为用户修理和调换（不包括易耗件的调换）。

2. 在正确使用情况下，热导元件钨铼丝一般不会发生 1Ω 以上阻值变化和断丝。操作人员由于疏忽大意，违反操作规则（例如：所用载气不纯，低于 99.999%， O_2 含量较高；进样垫或色谱柱装接漏气；仪器通气量不够就快速接通热导池电源；色谱柱填料及固液流失；使用强氧化性腐蚀性样品等等）就会造成热导元件钨铼丝阻值变化，破坏了出厂时元件所有的配对性能，以至检测器系统不能正常工作。此种情况，不属保修范围，一律收费。