

# GC9710 用户手册

福立仪器

## 内容目录

1 概述.....	8
1.1 一般说明.....	8
1.2 工作原理.....	9
1.3 状态及控制参数.....	9
1.4 已安装的部件.....	10
1.5 一些特性.....	10
1.5.1 气体控制.....	10
1.5.2 温度控制.....	10
1.5.3 注样器.....	10
1.5.4 信号.....	10
1.5.5 阀.....	10
1.6 策略.....	10
1.7 维护说明.....	10
1.7.1 保险丝和电池.....	10
1.7.2 维护一览表.....	11
1.8 一般警告.....	11
1.8.1 危险电压.....	11
1.8.2 静电放电.....	12
1.8.3 高热区域.....	12
1.8.4 其他危险.....	12
1.9 GC 开关机注意事项.....	12
2 键盘和显示.....	13
2.1 键盘.....	13
2.2 操作界面简介.....	13
2.2.1 主菜单.....	13
2.2.2 仪器条件列表.....	14
2.2.3 提示信息窗口.....	14
2.2.4 功能菜单.....	14
2.2.5 详细信息.....	15
2.3 具体操作说明.....	16
2.3.1 Oven(柱温箱).....	16
2.3.2 PKD(填充柱进样器).....	19
2.3.3 CAP(毛细柱进样器).....	20
2.3.4 AUX(辅助).....	24
2.3.5 FID(火焰检测器).....	25
2.3.6 TCD(热导检测器).....	26
2.3.7 状态.....	27
2.3.8 仪器.....	27
2.3.9 报警.....	28
3 流量和压力.....	29
3.1 流量和压力调节.....	29
3.2 流量和压力显示.....	29

3.2.1 流量传感器.....	29
3.2.2 压力传感器.....	29
3.3 气路控制部件.....	29
3.4 不同检测器的载气配置.....	29
3.4.1 尾吹气体.....	29
3.4.2 辅助通道.....	29
3.5 进样口.....	29
3.6 流速测量.....	29
3.6.1 用皂沫流量计测量流速.....	29
3.6.2 在何处测量流量.....	29
3.7 流量与压力问题.....	30
3.7.1 气体达不到设定的压力和流量值.....	30
3.7.2 气体超过设定的压力和流量值.....	31
3.7.3 进样口压力和流量波动.....	31
3.7.4 测量的流量与显示流量不相等.....	31
4 柱箱.....	32
4.1 柱箱性能.....	33
4.2 柱箱安全措施.....	33
4.3 温度设定.....	33
5 色谱柱.....	34
5.1 毛细管柱.....	34
5.1.1 毛细管柱的安装.....	34
5.1.1.1 在 NPD 和 FID 检测器上安装毛细管柱.....	36
5.1.1.2 在 TCD 上安装毛细管柱.....	38
5.1.1.3 在 ECD 上安装毛细管柱.....	39
5.1.1.4 在 FPD 上安装毛细管柱.....	41
5.1.2 石墨和石墨化垫圈.....	42
5.2 金属填充柱.....	43
5.2.1 金属填充柱的安装.....	43
5.2.1.1 填充柱气化进样方式的安装.....	43
5.2.1.2 填充柱柱头进样方式的安装.....	43
5.3 玻璃填充柱.....	45
5.3.1 安装玻璃填充柱.....	45
玻璃填充柱的安装参见图 5.10 玻璃填充柱安装.....	45
图 5.11 玻璃填充柱安装.....	45
5.4 大口径毛细管色谱柱 .....	45
5.5 色谱柱的老化.....	47
5.5.1 准备.....	47
5.5.2 毛细管柱的老化.....	47
5.5.3 填充柱的老化.....	48
6 进样口.....	49
6.1 进样口类型.....	49
6.1.1 技术参数.....	49
6.1.2 注样器安装.....	49

6.2 注样器温度选择.....	49
6.3 注样隔垫的使用.....	50
6.4 注样器清洗.....	50
6.5 氢气使用.....	50
6.6 配置.....	50
7 气路及控制阀.....	51
7.1 概述.....	51
7.1.1 气路流程.....	51
7.1.2 稳压阀.....	51
7.1.2.1 技术参数.....	52
7.1.2.2 使用与维护.....	52
7.1.3 稳流阀.....	52
7.1.3.1 技术参数.....	53
7.1.4 针形阀.....	53
7.1.4.1 技术参数.....	54
7.1.4.2 使用与维护.....	54
7.1.5 开关阀.....	54
7.1.5.1 技术参数.....	54
7.1.6 气阻.....	55
7.1.7 减压阀.....	56
7.1.8 气体净化.....	56
7.2 阀的配置.....	57
7.3 阀控制.....	57
7.3.1 阀驱动装置.....	57
7.3.2 时间程序中阀的控制.....	57
8 检测器.....	58
8.1 概述.....	58
8.2 载气及尾吹气.....	58
8.3 数据速率.....	58
8.4 火焰离子化检测器 (FID).....	58
8.4.1 概述.....	58
8.4.2 FID 气路.....	59
8.4.2.1 气体.....	59
8.4.2.2 气体流量条件选择.....	59
8.4.2.3 载气和氢气的比例.....	59
8.4.2.4 最佳空气流速.....	59
8.4.3 喷嘴.....	60
8.4.3.1 更换或清洗喷嘴.....	60
8.4.3.2 清洗收集极.....	60
8.4.4 温度.....	60
8.4.5 自动点火.....	60
8.4.6 FID 操作.....	60
8.4.6.1 一般说明.....	60
8.4.6.2 注样器出口之前的载气气路检漏.....	60

8.4.6.3 安装色谱柱.....	61
8.4.6.4 启动仪器和工作站软件 .....	61
8.4.6.5 检测器点火.....	61
8.4.7 FID 测试条件及技术指标.....	61
8.4.8 FID 的应用范围 .....	61
8.4.9 FID 的维护.....	62
8.4.10 FID 故障排除.....	62
8.5 热导检测器 (TCD).....	64
8.5.1 概述.....	64
8.5.2 TCD 气路.....	64
8.5.2.1 气体压力.....	64
8.5.3 热丝的钝化.....	64
8.5.4 载气、参比气和尾吹气.....	64
8.5.5 极性.....	64
8.5.6 温度.....	65
8.5.7 TCD 测试条件及技术指标.....	65
8.5.8 TCD 的维护.....	66
8.5.9 TCD 故障排除.....	66
8.6 氮磷检测器 (NPD).....	66
8.6.1 概述.....	66
8.6.2 NPD 气路.....	67
8.6.2.1 气体纯度.....	67
8.6.3 喷嘴.....	67
8.6.3.1 更换或清洗喷嘴.....	67
8.6.3.2 清洗收集极.....	67
8.6.4 铷珠.....	67
8.6.4.1 延长铷珠的寿命.....	67
8.6.5 NPD 测试条件及技术指标.....	67
8.6.6 NPD 的维护.....	70
8.6.7 NPD 故障排除.....	71
8.7 电子捕获检测器 (ECD).....	72
8.7.1 8.7.1 法规和安全说明.....	72
8.7.1.1 $^{63}\text{Ni}$ 同位素.....	72
8.7.1.2 许可证.....	72
8.7.1.3 ECD 警告.....	72
8.7.1.4 安全预防措施.....	72
8.7.1.5 放射性泄漏检测.....	72
8.7.2 概述.....	73
8.7.3 ECD 气路.....	73
8.7.3.1 气体.....	73
8.7.4 线性.....	73
8.7.5 温度.....	73
8.7.6 ECD 测试条件及技术指标.....	73
8.7.7 ECD 的维护.....	75

8.7.8 ECD 故障排除.....	75
8.8 火焰光度检测器 (FPD).....	76
8.8.1 概述.....	76
8.8.2 FPD 气路.....	76
8.8.3 部件维护.....	76
8.8.3.1 清洗/更换窗口、滤光片和密封垫.....	76
8.8.3.2 清洗/更换喷口.....	77
8.8.3.3 更换光电倍增管.....	77
8.8.4 线性.....	77
8.8.5 温度.....	77
8.8.6 FPD 测试条件及技术指标.....	78
8.8.7 FPD 的维护.....	78
8.8.8 FPD 故障排除.....	79
9 信号处理.....	80
9.1 概述.....	80
9.2 色谱工作站.....	80
10 基本操作.....	81
10.1 样品.....	81
10.2 准备 GC 进行样品分析.....	81
10.3 进样.....	81
10.3.1 手动进样.....	81
10.3.2 自动液体进样器或阀进样.....	81
10.4 方法.....	81
10.1 维护.....	82
11 场地要求.....	83
11.1 温度和湿度范围.....	83
11.2 通风要求.....	83
11.3 柱箱排气出口.....	84
11.4 有毒或有害气体的排放.....	84
11.5 工作台空间要求.....	84
11.6 电气要求.....	84
11.6.1 接地.....	84
11.6.2 电源电压.....	84
11.7 气体要求.....	84
11.7.1 用于填充柱的气体.....	84
11.7.2 用于毛细管柱的气体.....	85
11.7.3 气体纯度.....	86
11.8 气体管线连接.....	87
11.8.1 载气和检测器气体供应管线.....	87
11.8.2 二级减压阀.....	87
11.8.3 减压阀—气源管线连接.....	87
11.9 捕集器.....	87
12 安装.....	89

12.1 实验室的准备.....	89
12.2 拆箱.....	91
12.3 气路连接.....	94
12.4 系统检漏.....	96
12.5 通电前的检查.....	97
12.6 气源.....	98
12.7 气体流量调节.....	99
12.8 流量测量.....	101
12.9 装柱.....	102
13 仪器维护保养及常见故障处理.....	107
13.1 说明:.....	111
13.2 注意事项: .....	111

# 第一章 概述

## 1 概述

### 1.1 一般说明

GC9710 型气相色谱仪（基本结构见图 1.1）是一种普及型、多用途、高性能的单检测器系列化仪器，本手册中，GC9710 型气相色谱仪简称“GC9710”。

GC9710 采用 ARM9 处理器控制，彩色液晶屏幕显示，全数字化控制及数据采集，与配套工作站软件实现无缝连接，具有集成度高、可靠性能好、操作简单、适应长时间运行等优点。

GC9710 基型仪器采用双气路分析系统，配有氢火焰检测器（FID），仪器可进行恒温或程序升温操作方式；可安装填充柱或毛细管色谱柱；可作柱头注样或快速汽化注样分析；并可选择配置各种不同性能的检测器（TCD、ECD、FPD、NPD）等以组成性能不同的仪器，满足不同用户、不同分析对象、不同应用场所的需要。

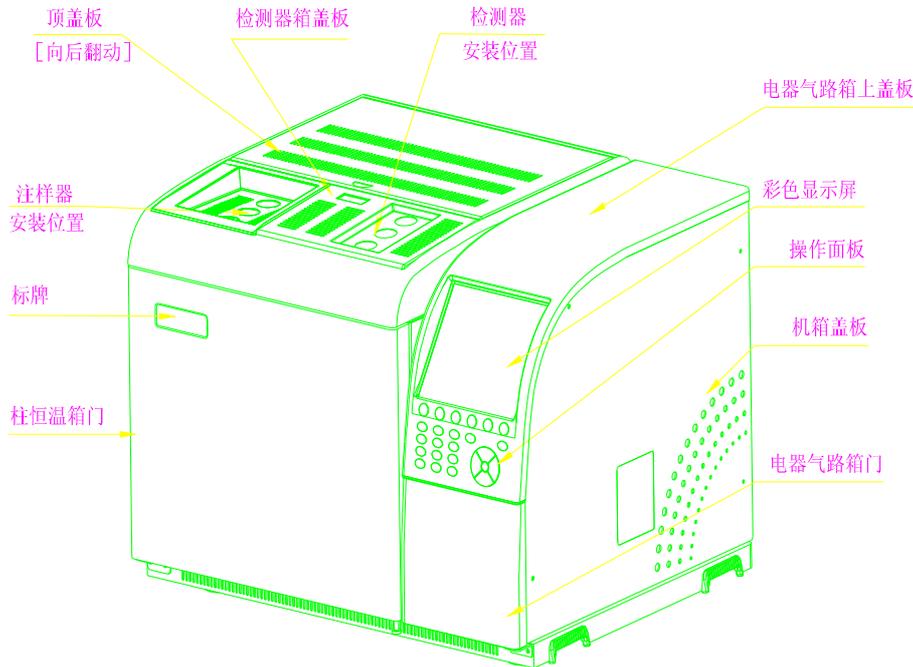


图 1.1 GC9710 结构图

## 1.2 工作原理

本产品基于气相色谱法制造，是实现气相色谱法的有效装置，仪器以气体为流动相。当某一种被分析的多组份混合样品被注入注样器且瞬间汽化以后，样品由流动相气体载气所携带，经过装有固定相的色谱柱时，由于组份分子与色谱柱内部固定相分子间要发生吸附、脱附溶解等过程，那些性能结构相近的组份，因各自的分子在两相间反复多次分配，发生很大的分离效果，且由于每种样品组份吸附、脱附的作用力不同，所反应的时间也不同，最终结果使混合样品中的组份得到完全地分离。被分离的组份顺序进入检测器系统，由检测器转换为电信号送至记录仪或积分仪绘出色谱图，其流程见图 1.2。

气相色谱仪和其它分析仪器一样，是用来测定物质的化学组份和物质物理特性的。物质的化学组份指一种化合物或混合物，是由那些分子、原子或原子团组成的，这些分子、原子和原子团的含量各多少。物理特性是指某些物质的分配系数（在固定相上）、活度系数、分子量、蒸汽密度、比表面、孔径分布等物理常数。气相色谱仪可广泛应用于石油、化工、有机合成、造纸、电力、冶炼、医药、农药残留、土壤、环境监测、劳动保护、商品检验、食品卫生、公安侦破、以及空白分析超纯物质研究等各部门。今天，气相色谱仪器已成为各个化学分析实验室中不可缺少的分析设备之一。

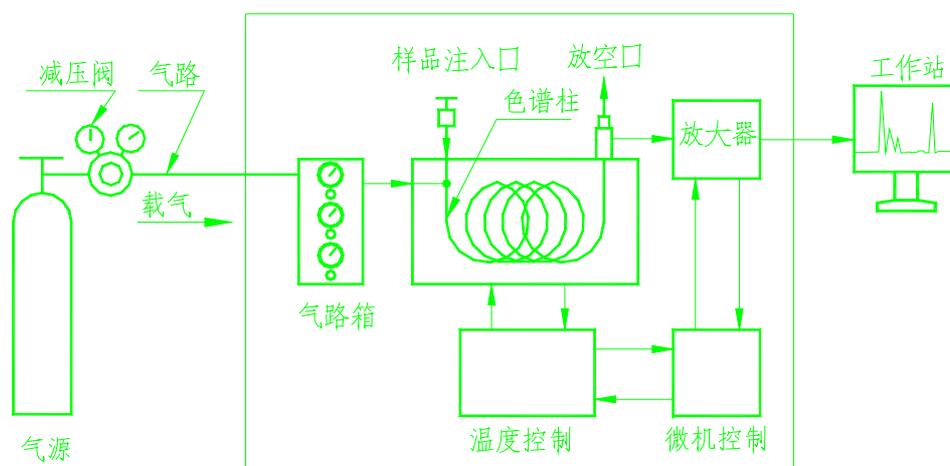


图 1.2 气相色谱仪流程图

## 1.3 状态及控制参数

GC9710 的所有状态及控制参数均可由配套的工作站软件设定并显示，也可以从仪器面板键盘直接输入，状态参数会在本机和 workstation 软件上同步显示。

## 1.4 已安装的部件

GC9710 会自动识别现有大部分已安装设备并自动配置，只有正确识别和配置的设备才能显示并操作，仪器不会显示未安装的进样口、检测器或其它设备，即便仪器中已经预留该设备的位置。

由于仪器配置非常灵活，因此，本手册中的样本显示可能与您的仪器显示的有所不同。

## 1.5 一些特性

### 1.5.1 气体控制

GC9710 配有气路控制及显示单元，可实现数字化气路控制和显示。

### 1.5.2 温度控制

GC9710 柱箱配有后开门自动降温系统，每个加热区（注样器恒温箱、毛细管注样器恒温箱、检测器恒温箱、辅助恒温箱、柱箱恒温箱）之间都用隔热材料相对隔开，以使各加热区之间的热传递减至最小，每个加热区的温度均可独立控制。

### 1.5.3 注样器

GC9710 注样器恒温箱内可同时容纳两只填充柱注样器或快速汽化注样器。毛细管注样器箱内可装配一只毛细管注样器。为适合特殊用户的需要，仪器可同时装配两个检测器箱。一个标准检测器箱和一个热导池检测器箱。其中标准检测器箱为双机座安装方式，能够同时安装两只检测器。

GC9710 基型仪器气体的流量和压力控制器系统均安装在仪器气路箱内部，安装在仪器顶部的注样系统要求用垂直进样方式。

### 1.5.4 信号

信号是来自仪器运行中的数据，包括控制信号，状态信号以及检测器信号等等，GC9710 为全数字系统，因此无法连接积分仪或第三方色谱工作站。

### 1.5.5 阀

切换阀能用于各种柱操作，GC9710 安装有开关阀和比例阀两种电磁阀。

## 1.6 策略

GC9710 围绕一系列控制表而组成，比如温度控制表，时间程序表等等。每一控制表包含一组相关设定值。根据分析的需要，通过观察和编辑进行控制。

## 1.7 维护说明

### 1.7.1 保险丝和电池

拆卸和更换 GC9710 的保险丝和电池一定要由有经验的操作人员进行，或通知福立仪器或其授权代理商请求帮助。

表 1.1 保险丝和电池规格

名称	规格	
温控部分保险丝	250VAC 10A	6*30 玻璃管
控制部分保险丝	250VAC 5A	6*30 玻璃管
主板电池	CR2032	3V 锂电池

## 1.7.2 维护一览表

维护的频率取决于：

- 仪器使用频度；
- 样品的类型
- 进样方式
- 仪器用途
- 其它环境因素，如粉尘污染、腐蚀气体，环境温度等

表 1.2 维护一览表（仅供参考）

维护频率	项目
每日	更换隔垫，运行校正样品，检查衬管和柱螺帽的松紧
每周	根据需要，更换玻璃衬管及 O 型圈
每月	清理分流 / 不分流进样口出口管线的捕集器 进行氢气检漏，检查所有接头 对进样口及柱与进样口及检测器的接头进行检漏
每 3 个月	更换气瓶
每半年	清洗检测器，对 ECD 进行擦洗测试
每年	重新老化或更换内部和外部的捕集器及化学过滤器

## 1.8 一般警告

### 1.8.1 危险电压

GC 9710 许多内部部件有危险电压，如果仪器已接上电源，即使没开机，在以下各处存在潜在危险电压：

- 仪器进线插座，电源开关，滤波器，保险丝座，可控硅板及连接这些部件的电线

当打开电源时，在以下各处也存在潜在危险电压：

- 仪器中的所有电路板以及与这些电路板相连的内部电线及电缆，特别是带有高压的检测器板以及彩色液晶的背景光驱动板

提示：为了避免发生触电危险，在打开仪器后盖板或侧板更换部件之前，必须关机并移除

电源线，等待数分钟后再开始后续操作。

如果电源线绝缘磨损或擦破，必须更换。

### 1.8.2 静电放电

静电放电对 GC9710 的电子部件是一个威胁，静电放电可损坏仪器的电路板，除非绝对必要，不得碰任何电路板。如果必须移动或更换电路板，必须戴上接地腕带，并进行其它防静电准备。

### 1.8.3 高热区域

GC9710 许多部件非常热

仪器的许多部件温度很高，足以造成严重烫伤，这些部件包括（但不仅限于此）：

- 进样口
- 柱箱
- 检测器收集头
- 连接柱与注射口或检测器的柱螺帽
- 后开门及柱箱电机

在 GC9710 的这些部件上进行工作时，要尽可能等它冷却到室温左右。如果您必须对热的部件进行维修，要使用扳手或戴上手套。

### 1.8.4 其他危险

进样口、检测器、柱箱的隔热材料是用耐火纤维制成的，更换时有吸入纤维颗粒的危险，必须做好适当的防护，并在处理完后立刻用肥皂洗手。

## 1.9 GC 开关机注意事项

GC9710 被设计为可以长期工作，一般可以不用关机，但是若需要关闭电源以节约电力，则必须注意：

- 关闭电源前把所有加热区的温度降低到室温，尤其是柱箱、热导池（如果安装）
- 关闭所有检测器相关的高压，并等待数分钟
- 确认没有任何文件写入操作（例如参数设置，谱图文件本机保存）

## 第二章 键盘和显示

### 2 键盘和显示

#### 2.1 键盘

“0” - “9”：数字键，设置数据时输入数据；当选择焦点在主菜单上时，作为菜单选择的快捷键。

“.”：小数点键，用于输入小数点。

“Menu”：主菜单键，使焦点回到主菜单，激活主菜单，并发送新设置的数据。

“F1” - “F6”：功能键，启动功能菜单上对应的功能。

“Start”：采样开始键。

“Stop”：采样结束键。

“↵”：回车键，确认输入或选择。

“▲” “▼” “◀” “▶”：方向键，控制设置焦点和选择焦点的移动。

#### 2.2 操作界面简介

GC9710 气相色谱仪采用 8 英寸，分辨率为 640\*480 的液晶显示屏，能够显示丰富的内容，用户可轻松获取仪器运行信息。

接通电源，打开仪器上的电源开关，在仪器完成初始化后进入如图 2.6 的界面。

所有界面由 5 部分组成：主菜单、仪器条件列表、提示信息窗口、功能菜单、详细信息。

##### 2.2.1 主菜单

如图 2.1 所示，主菜单包括柱温箱、进样器、检测器、辅助、状态、仪器、报警。其中进样器与检测器的名称、图片及位置与所配置的硬件相关。按方向键移动橙色的选择焦点，并按下确认键，左边即可显示该项下的详细内容。按“Menu”键可使焦点移动到主菜单下。

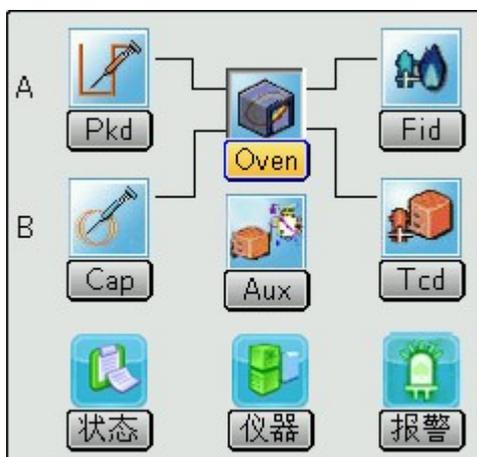


图 2.1 主菜单

### 2.2.2 仪器条件列表

在仪器条件列表中可选择调用保存在仪器中的设置。在当前仪器条件下做的设置修改将会被自动保存到该条件下。



图 2.2 仪器条件列表

### 2.2.3 提示信息窗口

提示信息窗口用于在设置数据时给出设置要求或范围，其他时间用于显示通道状态及报警信息。



图 2.3 提示信息窗口

### 2.2.4 功能菜单

功能菜单用于显示主菜单各个模块下对应的功能，“F1”到“F6”按键分别对应从左到右六项功能，显示为空白则无效。



图 2.4 功能菜单

## 2.2.5 详细信息

详细信息窗口用于显示仪器当前的运行状态，包括测量信息与设置信息。如果仪器与工作站连接，仪器上的设置将会与工作站的设置同步。

柱箱

**温度**

目标: 
设置:

当前: 
最高:

---

时间程序

No.	速率(°C/分)	温度(°C)	时间(分)
初始:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="100.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>
1st:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>
2nd:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>
3rd:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>
4th:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>
5th:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>
6th:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>
7th:	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>	<input style="width: 40px;" type="text" value="0.0"/>

图 2.5 详细信息

## 2.3 具体操作说明

### 2.3.1 Oven(柱温箱)



图 2.6 Oven 主界面

在 oven 界面下显示柱温箱当前的目标温度----“目标”，实际测量得到的温度----“当前”，以及显示在右上角的当前的加热状态。

按“F1”，即选择“温度设置”，设置焦点移动到“设置”后的框内，如图 2.7 这时可用数字键输入新的目标温度。用向下方向键将设置焦点移到设置最高温度上，即可设置最高温度。

在设置完成后，需要按一下“Menu”键，仪器才会把数据发送到相应的控制模块，这样做是为了避免误输入（以下同）。

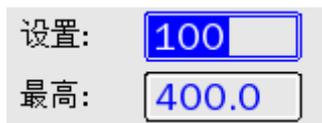


图 2.7 数据处于可修改状态

按“F2”，选择“程序升温”，设置焦点移动到是否选用时间程序上，如图 2.8，此时表示使用

时间程序控制温度，如果想使用该功能，在图 2.9 的基础上按一下回车键，“时间程序”前的方框内出现“X”，即启用时间程序。



图 2.8 启用时间程序



图 2.9 关闭时间程序

时间程序可设置八步，每步包括升温速率、目标温度、保持时间（初始步不包括升温速率，即使设置也无效）。

NO	速率(°C/分)	温度(°C)	时间(分)
初始:	12.0	100.0	0.5
1st:	1.0	60.0	1.0
2nd:	1.5	70.0	1.5
3rd:	2.0	71.0	2.0
4th:	3.0	72.0	3.0
5th:	4.0	73.0	4.0
6th:	4.0	74.0	5.0
7th:	5.0	75.0	0.0

图 2.10 时间程序

按“F3”，选择“温度曲线”，原显示时间程序的部分将显示如图 2.11 的曲线。按“F4”，选择“坐标”，在出现的设置框内输入 X 轴、Y 轴的最大最小值，如图 2.12，然后再按一下“F4”，显示即可得到调整，如图 2.13。

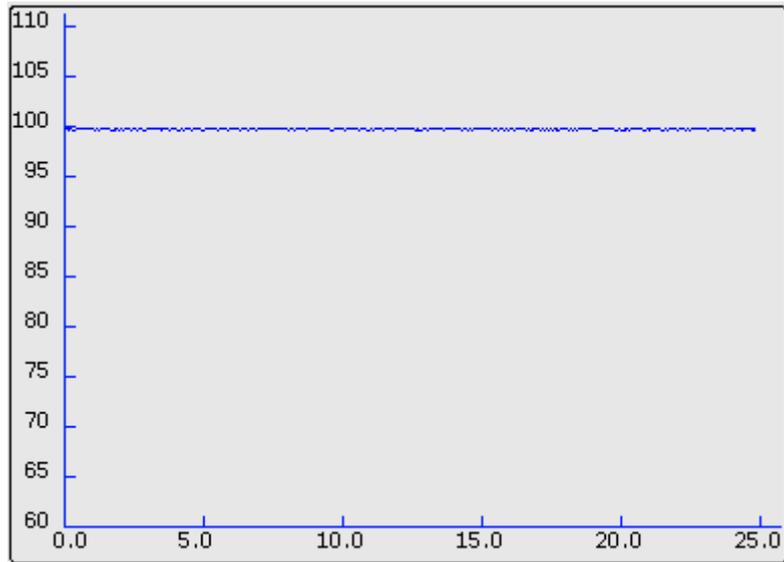


图 2.11 温度曲线

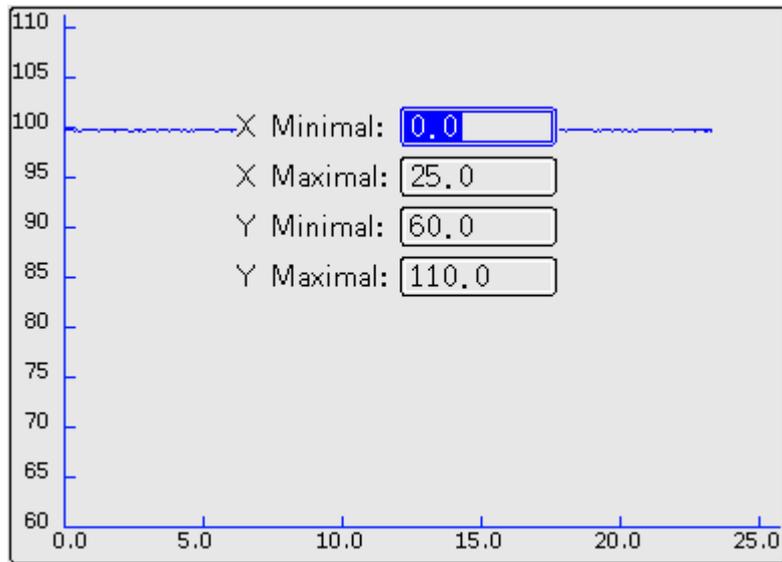


图 2.12 坐标调整前

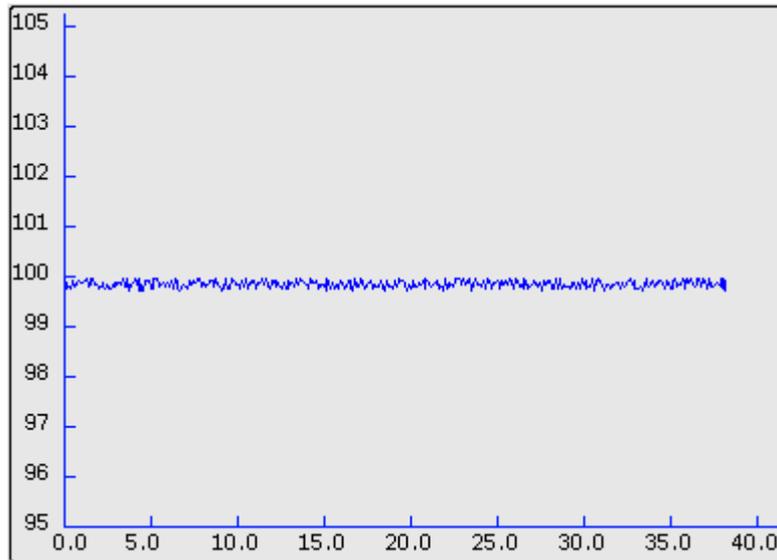


图 2.13 坐标调整后

“F6”可以开启和关闭柱温箱的加热功能。如果正常开启，右上角的  会变成 （其余部分皆同，以下不再赘述）。

### 2.3.2 PKD(填充柱进样器)



图 2.14 PKD 主界面

温度显示和控制部分与 Oven 相同。Pkd 下还显示有关载气的信息。压力 A/B 和流量 A/B 只有在接了 AFC（自动流量控制）后，设置才有效，接电子流量只能设置载气类型。

### 2.3.3 CAP(毛细柱进样器)





图 2.15 CAP 主界面

Cap 下设置与载气相关的信息同样需要接相应模块。如果使用了 EPC(电子压力控制), 就可对“柱前压”和“柱流量”进行控制, 具体模式需要选择是否使用“流量控制”。如果使用流量控制, 在“柱前压”的设置框内显示的是目标压力; 如果不使用流量控制, 在“柱流量”的设置框内将显示当前压力下的流量。如果使用了 AFC, 就可对“分流流量”和“尾吹流量”进行控制。

在“分流”设置中, 如果选择“分流”和“不分流”, 可不必设置“分流时间”和“不分流时间”。

“程序控制”用于控制 EPC 模块进行时间程序升压或升流, 具体由“流量控制”决定。

  时间程序

NO	速率(kPa/min)	柱前压(kPa)	时间(分)
初始:	0.0	41.52	1.0
1st:	1.0	1.50	1.0
2nd:	1.0	2.00	0.0
3rd:	1.0	2.50	0.0
4th:	1.0	2.00	1.0
5th:	1.0	1.50	1.0
6th:	1.0	1.00	1.0
7th:	0.0	0.00	0.0

图 2.16 EPC 时间程序升压

  时间程序

NO	速率(mL/min)	流量(mL)	时间(分)
初始:	0.0	1.00	1.0
1st:	1.0	1.50	1.0
2nd:	1.0	2.00	0.0
3rd:	1.0	2.50	0.0
4th:	1.0	2.00	1.0
5th:	1.0	1.50	1.0
6th:	1.0	1.00	1.0
7th:	0.0	0.00	0.0

图 2.17 EPC 时间程序升流

在时间程序中，如果最后一条时间为 0，在达到目标压力或流量后，压力或流量将一直保持；如果不为 0，在保持时间完成后，压力或流量将会到初始的目标值，以便进行下一次进样。

## 2.3.4 AUX(辅助)

**辅助**

温度

目标: 150.0      设置: 150.0

当前: 149.9      最高: 400.0

阀控制

阀1    阀2    阀3    阀4

阀5    阀6    阀7    阀8

时间程序

序号	时间	阀编号	动作	序号	时间	阀编号	动作
1	0.0	0	关	9	0.0	0	关
2	0.0	0	关	10	0.0	0	关
3	0.0	0	关	11	0.0	0	关
4	0.0	0	关	12	0.0	0	关
5	0.0	0	关	13	0.0	0	关
6	0.0	0	关	14	0.0	0	关
7	0.0	0	关	15	0.0	0	关
8	0.0	0	关	16	0.0	0	关

仪器条件1  
仪器条件2  
仪器条件3  
仪器条件4  
仪器条件5  
仪器条件6  
仪器条件7  
仪器条件8

通道2:停止

\* 温度设置    阀设置    时间程序    清除程序    加热

图 2.18 Aux 主界面

Aux 下“阀设置”是设置阀的初始状态，正方形框内有“X”的表示打开，没有的是表示关闭。如果使用时间程序，所选阀编号必须是存在的。

## 2.3.5 FID(火焰检测器)

**检测器A FID**

温度  
 目标: 120.0 设置: 120.0  
 当前: 119.8 最高: 400.0

控制气  
 实际 设置  
 氢气流量: 400.0 0.0  
 空气流量: 500.7 0.0

信号 1.250 mV  
 量程: 1  
 时间程序

	时间(分)	量程	
1st:	1.0	1	0.0
2nd:	1.0	2	0.0
3rd:	3.0	3	0.0
4th:	4.0	0	0.0

通道2: 停止

\* 温度设置 信号 坐标 点火 高压 加热

图 2.19 FID 主界面

FID 下的量程代表的是检测器的灵敏度，0 最大，3 最小。使用时间程序可在分析时采用不同的灵敏度。

选择功能菜单中的“信号”，显示“时间程序”的部分会和信号曲线切换，信号曲线如图 2.20 所示。

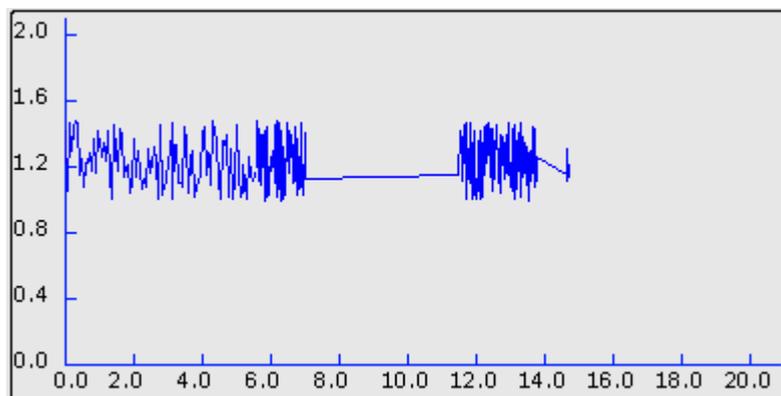


图 2.20 检测器信号曲线

功能菜单中的“高压”、“点火”分别对应图标  和 ，按下对应的功能键后，仪器正

确响应，两个图标的颜色都会发生变化，变为  和 。点火 图标在点火动作结束后会自动恢复。

FPD、NPD、WFD 的操作和界面与 FID 相同。

### 2.3.6 TCD(热导检测器)



The screenshot displays the control interface for the TCD detector. It includes a main menu on the left with icons for Pkd, Oven, Fid, Cap, Aux, Tcd, 状态, 仪器, and 报警. The central panel shows the '检测器B TCD' settings, including a temperature control section with a target of 90.0, a current of 89.9, and a maximum of 250.0. The signal section shows a reading of 3.165 mV and a polarity of '正'. Below this is a table for time programs with columns for time, polarity, and current.

	时间(分)	极性	电流
1st:	0.0	负	0.0
2nd:	0.0	负	0.0
3rd:	0.0	负	0.0
4th:	0.0	负	0.0

At the bottom of the interface, there are buttons for \* 温度设置, 信号, 坐标, 电流, and 加热.

图 2.21 TCD 主界面

TCD 的时间程序用于在分析时在不同时间里输出不同的流量，以满足分析需要。

功能菜单中的“电流”用于控制 TCD 板上电流的输出，其操作以及图标的变化与 FID 中的高压类似。

ECD 的操作和界面与 TCD 相同。

**注意：**TCD 检测器在加温和设置电流前必须先通载气，否则 TCD 中的元件--铼钨丝会损坏。

### 2.3.7 状态

	目标: 100.0		
	当前: 99.8		
	目标: 100.0	流量A: 0.9	压力A: 0.0
	当前: 99.8	流量B: 0.8	压力B: 0.0
			总压: 0.0
	目标: 50.0	柱前压: 41.5	分流流量: 100.7
	当前: 49.9	总压: 0.0	尾吹流量: 120.3
	目标: 120.0	量程: 1	氢气流量: 400.3
	当前: 119.8		空气流量: 501.0
		信号:	1.186 mV
	目标: 90.0	极性: 正	
	当前: 89.8	电流: 0	
		信号:	3.361 mV
	目标: 150.0		
	当前: 149.8		

仪器条件1  
 仪器条件2  
 仪器条件3  
 仪器条件4  
 仪器条件5  
 仪器条件6  
 仪器条件7  
 仪器条件8

通道1:准备中

图 2.22 仪器状态

在仪器状态界面下，显示了所有主要的仪器信息。每个图标对应的内容与主菜单中的图标一致。如果开启了加热，当前温度在未达到目标温度的时候为绿色，达到时显示为咖啡色

### 2.3.8 仪器

选择“仪器”，激活仪器条件列表窗口，可选择相应条件控制仪器运行。新设置的数据将保存到当前的仪器条件下。

## 2.3.9 报警



图 2.23 报警界面

在报警界面中，将显示所有的报警记录，包括报警时间，报警代码，报警内容，如果报警解除，解除记录也会记录在此。

## 第三章 流量和压力

### 3 流量和压力

#### 3.1 流量和压力调节

#### 3.2 流量和压力显示

##### 3.2.1 流量传感器

##### 3.2.2 压力传感器

#### 3.3 气路控制部件

#### 3.4 不同检测器的载气配置

GC 在开机后通过运行在线检查确认 EPC 进样口和检测器及大多数其它装置。一些信息需手动输入。这个过程叫配置。必须配置的有：

- 色谱柱的说明（任选，但毛细管柱是很需要的）。
- 无 EPC 的进样口和检测器（如在工厂安装，则已配置）。
- 使用的载气。
- 某些检测器气体（若有选择）。

##### 3.4.1 尾吹气体

##### 3.4.2 辅助通道

#### 3.5 进样口

#### 3.6 流速测量

##### 3.6.1 用皂沫流量计测量流速

皂沫流量计是一个测量气体流量非常基本又很准确的工具。在气体流过时，它生成一个穿过玻璃管的皂沫面。此皂膜移动有一量度，它的移动反应了通过玻璃管的气流速度。

##### 3.6.2 在何处测量流量

进样口—通过 GC 后部的气路部件的隔垫吹扫和分流气体出口，见图 3.1



图 3.1 分流、隔膜清洗测量口

检测器—在检测器出口测量所有流量，包括载气。

### 3.7 流量与压力问题

#### 3.7.1 气体达不到设定的压力和流量值

气体如果达不到输入的压力，一般存在如下问题：

- 供气压力太低，达不到设定值。供气压力应至少比需要的设定值高 0.1MPa。
- 系统的某处漏气严重。用检漏器进行检漏；并排除。不要忘记检查色谱柱— 色谱柱损坏将是一个大的漏气点。
- 对使用的色谱柱来说流量太小。
- 色谱柱堵塞或未安装。
- 进样口或检测器的压力传感器工作不正常。请与您的福立仪器有限公司服务代理联系。

### 3.7.2 气体超过设定的压力和流量值

- 该设备的压力传感器工作不正常。与您的福立仪器有限公司服务代理联系。如果您使用的是分流/ 不分流进样口：
  - 分流比太高。降低分流比。

### 3.7.3 进样口压力和流量波动

进样口压力波动在运行时将引起流速和保留时间的变化。

- 流量系统内存在小的漏气。用检漏器检查漏点，并排除它。还应检查在供气部分的气路连接是否有漏点。
- 在分流/ 不分流进样口中存在大的阻碍，如衬管或分流出口捕集器堵塞，分流/ 不分流进样口的阻力大，确定您使用的是正确的衬管。更换由于设计或填料太紧引起的压力下降太大的衬管。如果衬管没有问题，那可能是分流出口捕集器堵了。与福立仪器有限公司服务代理联系。
- 在运行过程中室温变化太大。调整实验室温度问题或把仪器搬到更合适的地方。
- 注入系统的体积太大( 如果使用进样阀就有可能发生这一情况)。减少样品体积。使用 EPC 进样口就可以校正温度和压力的变化。

### 3.7.4 测量的流量与显示流量不相等

- 选择正确的气体类型，不同气体类型会造成显示流量不正确。
- 分流出口管可能部分堵塞，造成真实的进样口压力大于设定的压力值。更换分流出口管。
- 流量传感器校正发生偏差，请与福立仪器有限公司服务代理联系。

## 第四章 柱箱

### 4 柱箱

柱箱结构参见图 4.1 柱箱示意图

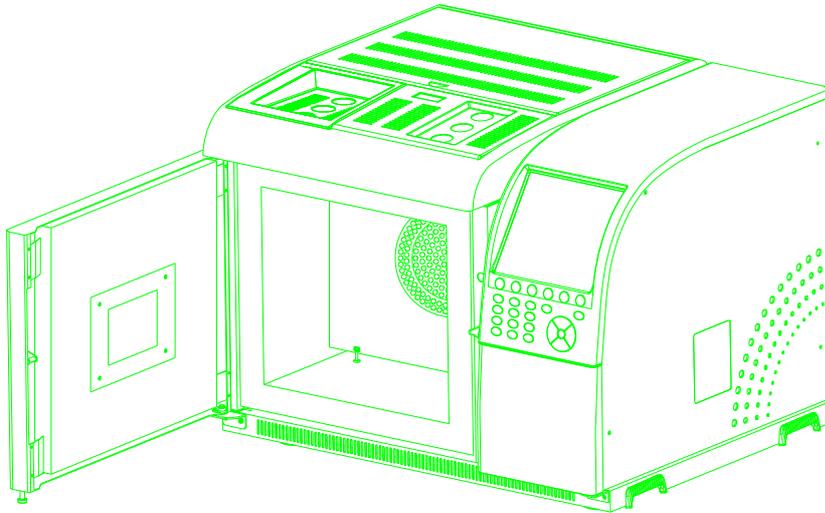


图 4.1 柱箱示意图

## 4.1 柱箱性能

温度范围	室温加 6 °C 至配置限定 °C ;(以 1 °C 增量任设 )
最高温度	350 °C (设定参数上限可达 399 °C, 但不保证技术指标)
温度波动	不大于±0.1 °C; (环境温度变化 10 °C 或电源电压变化 10 %)
温度梯度	±1 % (温度范围 100 °C ~ 350 °C)
程序升温	7 阶
升温速率	0 ~ 40 °C/min (以 0.1 °C 增量任设)。
降温速率	柱箱温度从 200 °C 降至 100 °C 时间不大于 3 min。
最长运行时间	6000 min
温度梯度速率	0-120 °C/min, 依据仪器配置。

## 4.2 柱箱安全措施

为安全起见, 打开柱箱门, 就关闭柱箱加热器和柱箱风扇的电源。  
关上柱箱门, 柱箱就返回正常操作。

## 4.3 温度设定

温度设定参见“第二章 键盘和显示”中 2.3 的内容

## 第五章 色谱柱

### 5 色谱柱

#### 5.1 毛细管柱

##### 柱悬挂架

毛细管柱缠绕在金属架上，此金属架安放于柱箱内部顶端的柱悬挂架上。

您可以在两个位置连接柱悬挂架。所用位置最好使柱在柱箱的中央。进入进样口和检测器接头的柱末端应形如平滑曲线。不要让柱的任何部位与柱箱表面接触。参见图 5.1 柱悬浮架

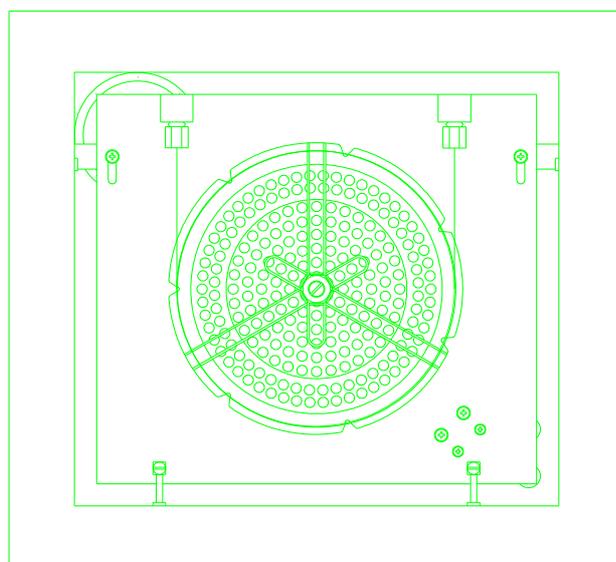


图 5.1 柱悬浮架

##### 5.1.1 毛细管柱的安装

在安装柱之前应准备毛细管柱。适当的准备可确保柱的末端没有毛边或呈锯齿状，并且不能被石墨或其它材料污染。

1. 把毛细管柱螺帽和垫圈安装于柱上。（参见图 5.2 毛细管柱的安装）

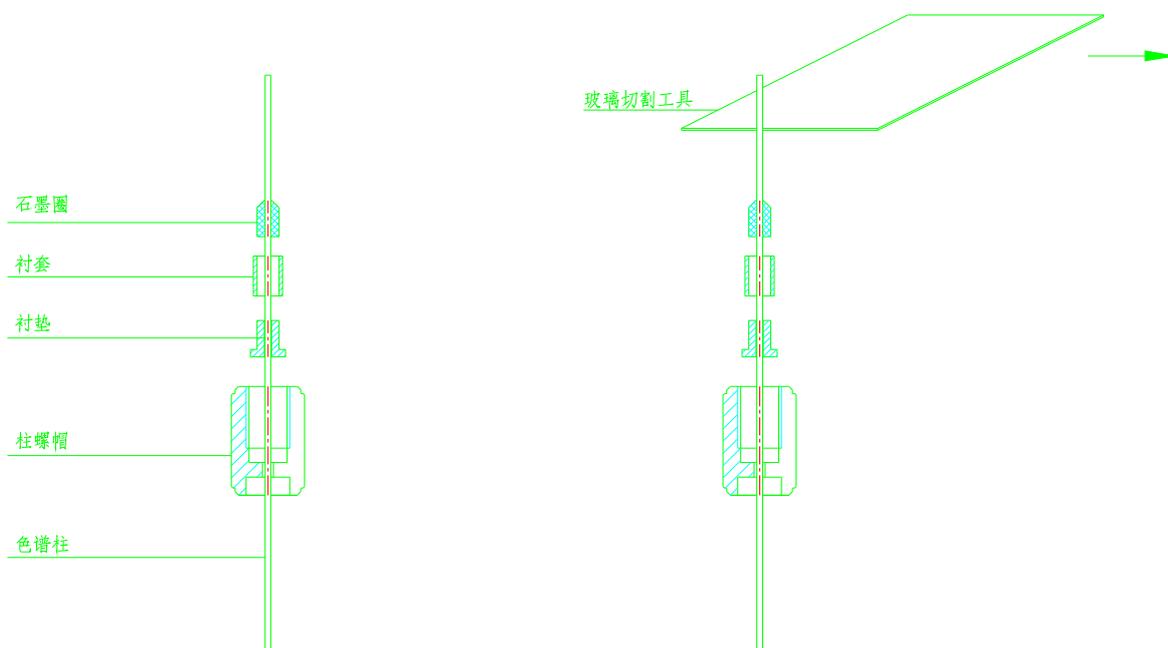


图 5.2 毛细管柱的安装

2. 使用玻璃刻痕工具刻划柱。刻痕部位必须平直，确保裂口整齐。
3. 用柱切割器的划痕部位的对面折断柱。用放大镜观察末端，确保没有毛边或呈锯齿状。
4. 用带有异丙醇的棉纸擦毛细管柱壁，去掉指纹和粉末。

### 5.1.1.1 在 NPD 和 FID 检测器上安装毛细管柱

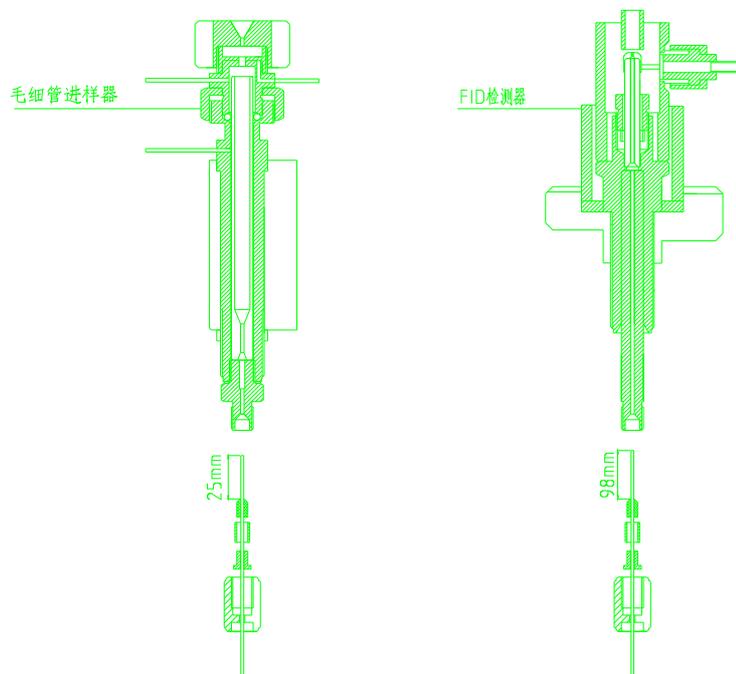


图 5.3 毛细管柱在 FID 上的安装

毛细管柱在 FID 检测器上的安装参见图 5.3。

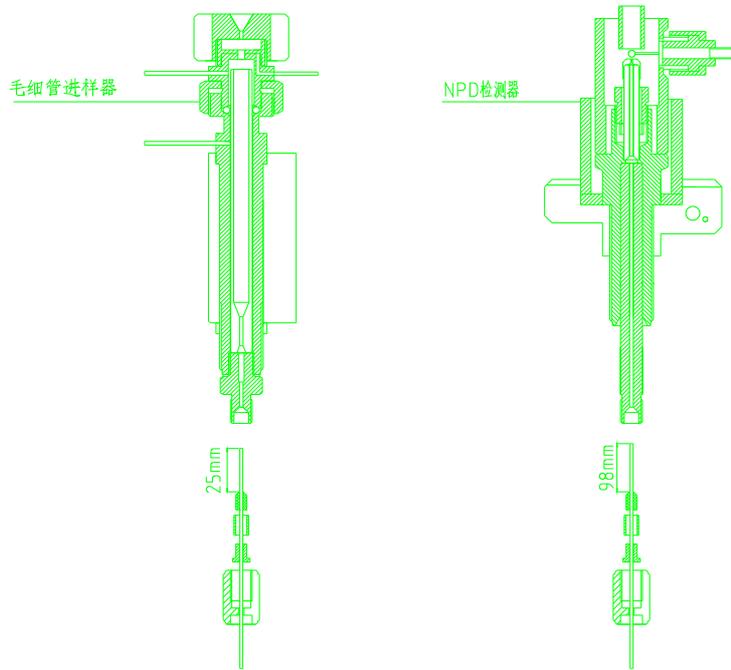


图 5.4 毛细管柱在 NPD 上的安装

毛细管柱在 NPD 检测器上的安装参见图 5.4。

### 5.1.1.2 在 TCD 上安装毛细管柱

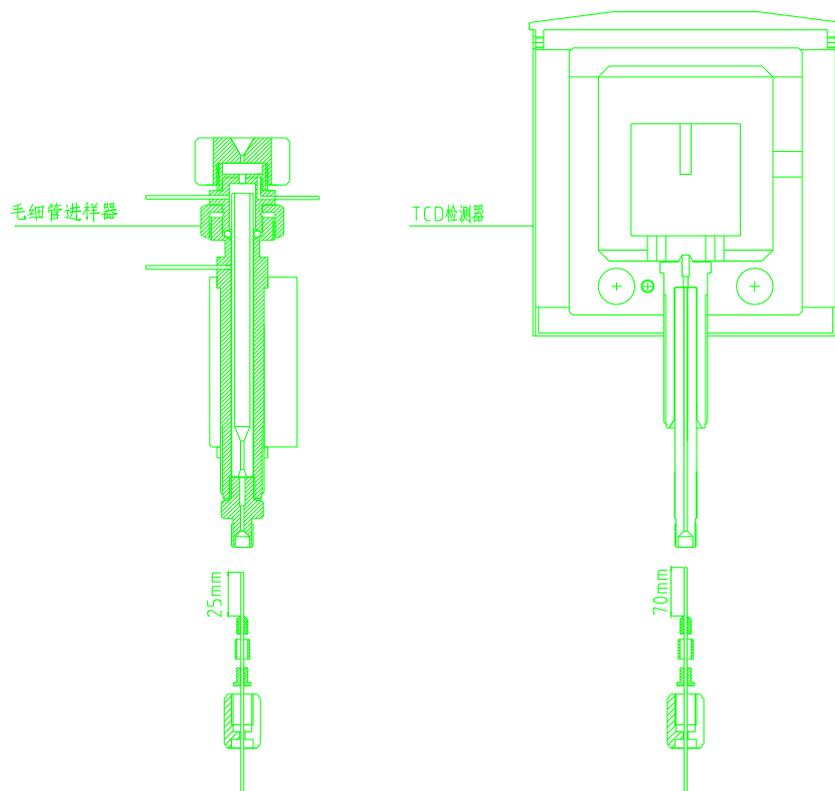


图 5.5 毛细管柱在 TCD 上的安装

毛细管柱在 TCD 检测器上的安装参见图 5.5。

### 5.1.1.3 在 ECD 上安装毛细管柱

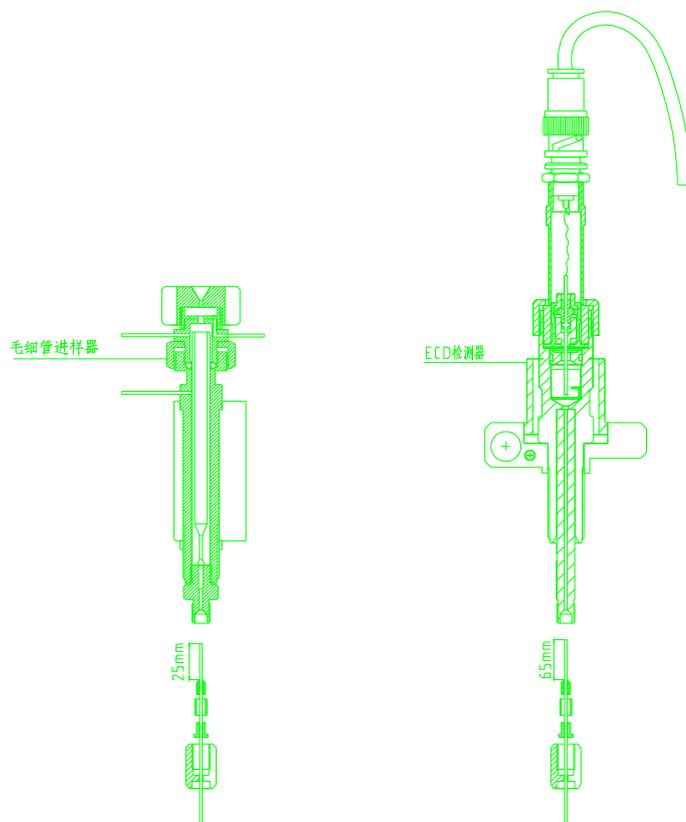


图 5.6 毛细管柱在 ECD 上的安装

毛细管柱在 ECD 检测器上的安装参见图 5.6。



### 5.1.1.4 在 FPD 上安装毛细管柱

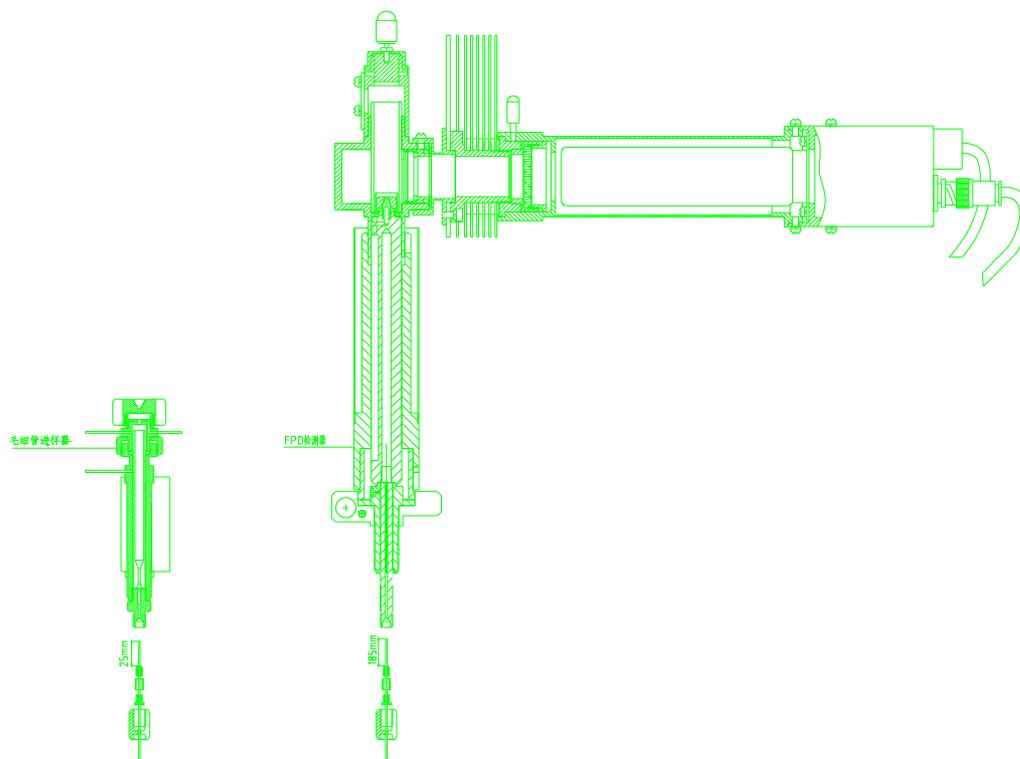


图 5.7 毛细管柱在 FPD 上的安装

毛细管柱在 FPD 检测器上的安装参见图 5.7。

### 5.1.1.5 毛细柱玻璃衬管安装

参见图 5.8 毛细柱玻璃衬管安装

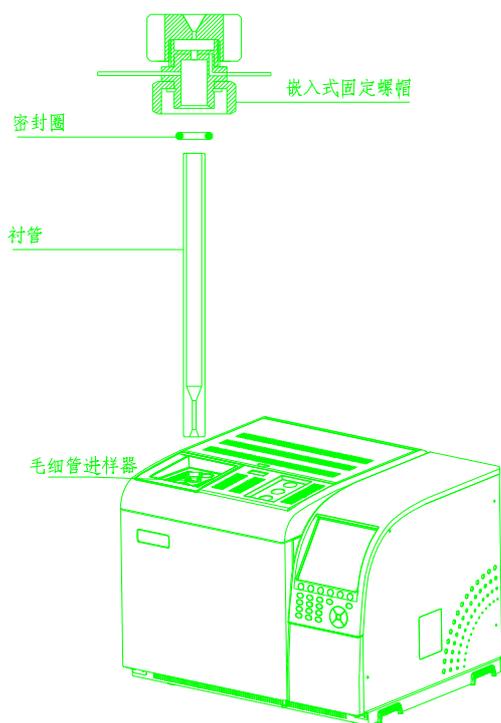


图 5.8 毛细柱玻璃衬管安装

### 5.1.2 石墨和石墨化垫圈

这些垫圈在使用前，应放在带盖的玻璃盘中置于 250 — 300 °C 的 GC 柱箱中烘烤 30 分钟，以去掉石墨吸收的有机成份。取出在 GC 柱箱中已分类垫圈的玻璃盘，要确保清洁。

垫圈在柱上应易于滑动，但在其自身重力下不应落下。如果垫圈安装正确。用手不需拧至 1/4 圈就已密封很好。如果比较松，柱螺帽必须用力拧紧以压迫环绕在柱四周的垫圈。用软石墨垫圈做这些并不困难。坚硬的垫圈可能需要很大力量去拧紧，以至于进样口接头、螺帽或垫圈可能破损。使用坚硬垫圈时，最

好先从较小孔径垫圈开始，钻孔至合适于柱安装。

## 5.2 金属填充柱

### 5.2.1 金属填充柱的安装

**注意：** 加热后，即使柱恒温箱及色谱柱冷却了，注样器、检测器的接头仍然有一定的温度，操作时要戴隔热手套或采取一定的保护措施，以免烫伤；

装柱过程中一定要停止柱箱加热，以免柱箱鼓风吹起碎屑飞入眼睛；

装配好色谱柱以后，应将柱恒温箱内的所有多余物品清理干净，并擦除柱箱表面的污物；

通入氢气应立即点火，以免气体存积产生危险。

#### 5.2.1.1 填充柱气化进样方式的安装

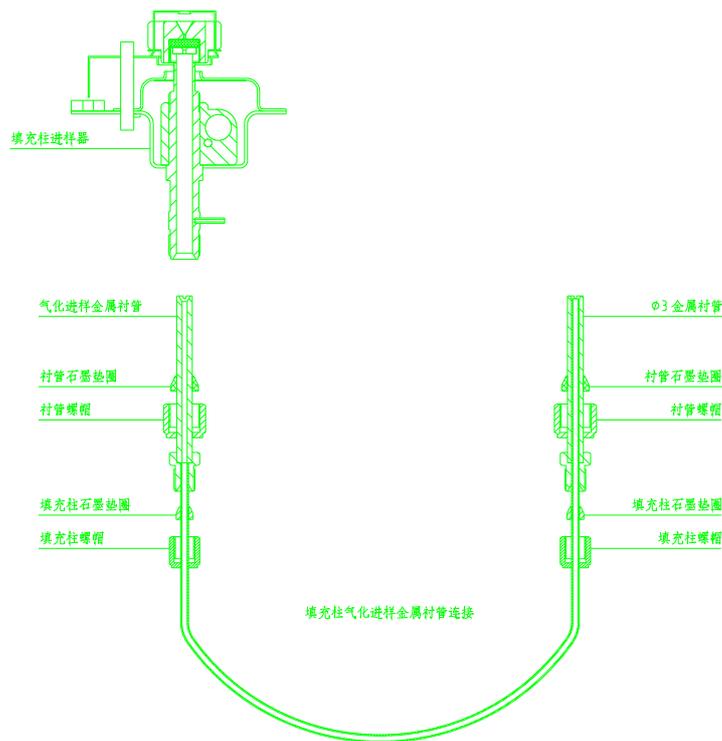


图 5.9 填充柱气化进样金属衬管连接

#### 5.2.1.2 填充柱柱头进样方式的安装

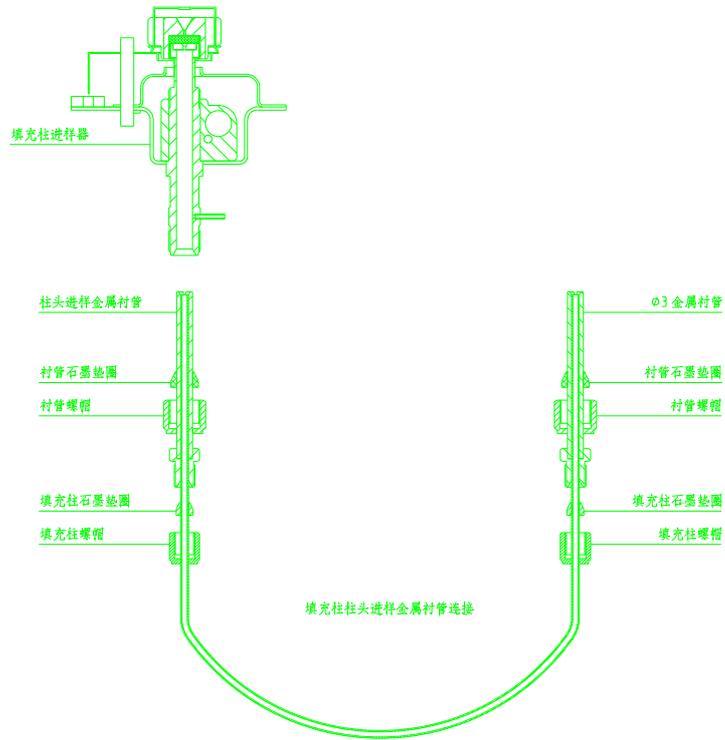


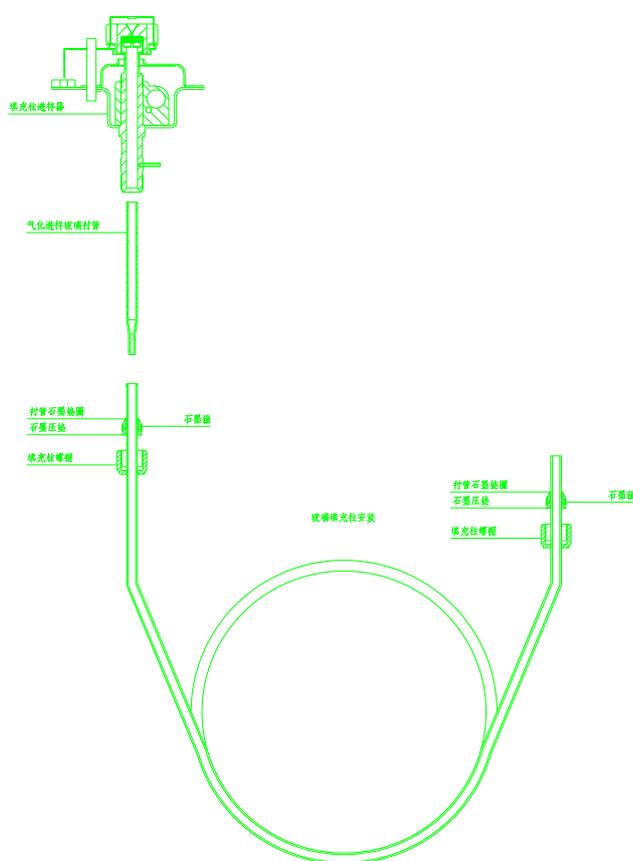
图 5.10 填充柱柱头进样金属衬管连接

## 5.3 玻璃填充柱

玻璃柱一般使用的柱温比较低，配用黄铜螺帽就可以了。密封压环常采用硅橡胶或石墨材料。装柱时不可用力过猛，若柱子的开口误差太大应更换。如果差的不太多，装配时可以轻轻地松开一点检测器或注样器恒温箱的固定螺钉，待色谱柱装好以后再重新将上述螺钉固定好。装配玻璃柱拧紧密封螺帽要格外小心，不要用扳手拧的太紧，只要能保证密封性就可以了。以免升温或柱管应力变化发生断裂。

### 5.3.1 安装玻璃填充柱

**玻璃填充柱的安装参见图 5.10 玻璃填充柱安装**



**图 5.11 玻璃填充柱安装**

## 5.4 大口径毛细管色谱柱

### 5.4.1 大口径毛细管分流玻璃衬管安装

参见图 5.11 大口径毛细管分流玻璃衬管安装

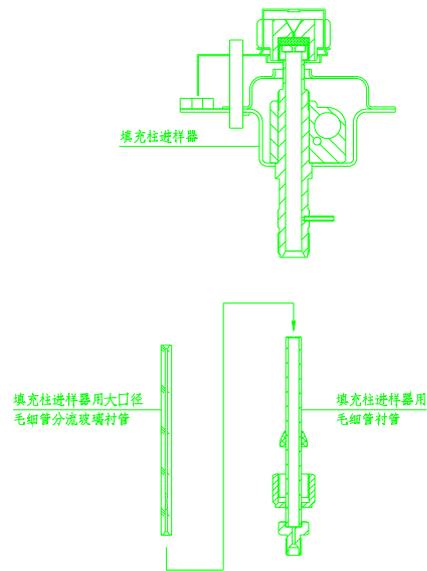


图 5.12 大口径毛细管分流玻璃衬管安装

#### 5.4.2 大口径毛细管不分流玻璃衬管安装

参见图 5.12 大口径毛细管不分流玻璃衬管安装

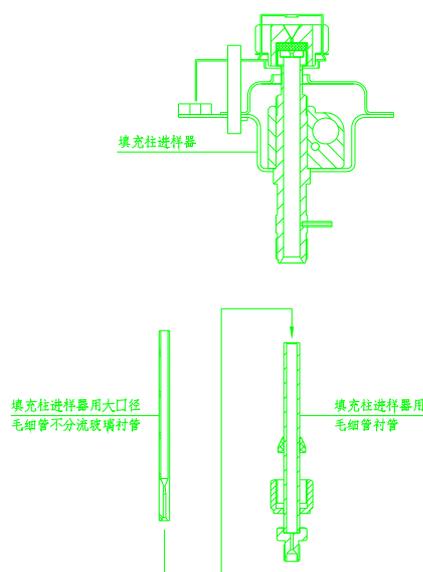


图 5.13 大口径毛细管不分流玻璃衬管安装

## 5.5 色谱柱的老化

### 5.5.1 准备

1. 关闭检测器。关闭检测器支持气。特别重要的是关闭氢气!
2. 如果要老化的柱还没有安装, 将其一端与进样口相连。如果您不清楚如何安装色谱柱, 请参见本章前面的介绍。决不能将另一端与检测器相连。
3. 果您想在分流/ 不分流进样口老化一根毛细管柱, 安装一个合适的衬管并与色谱柱以一般方式相接, 记住要有 5 — 7 mm 的柱露在 (在前面) 柱垫圈之外。
4. 用无孔垫圈和柱螺帽盖上检测器接头。

### 5.5.2 毛细管柱的老化

老化时不能用氢气作为载气! 它可能排入柱箱并存在爆炸的危险。

1. 选择一个适当的柱压。
2. 输入所选压力, 让气流在室温下通入柱内约 15 — 30 min, 以便赶走空气。
3. 将柱箱温度从室温升到柱的最高温度。升温速率约 10 — 15 °C /min, 并保

持最高温度约 30 min。

4. 如果您不是马上用老化后的色谱柱，将其从柱箱中取出。两端堵上堵头以防止空气、水汽和其它污染物进入色谱柱。

### 5.5.3 填充柱的老化

**警告：** 老化时不能用氢气作为载气！它可能排入柱箱并存在爆炸的危险。

1. 选择适当的柱流量：

Σ对于 2mm 内径的玻璃柱或 1/8in 外径的金属柱，流量为 20 — 30 mL/min。

Σ对于 4mm 内径的玻璃柱或 1/4in 外径的金属柱，流量为 50 — 60 mL/min。

2. 老化温度不能大于柱的最高限制温度；比最高温度低 30 °C通常比较有效。将柱箱温度缓慢升至柱的老化温度。

3. 在终温下老化过夜。如果不马上用老化后的色谱柱，将其从柱箱中取出。两端堵上堵头以防止空气、水汽和其它污染物进入色谱柱。

## 第六章 进样口

### 6 进样口

#### 6.1 进样口类型

基型仪器上装配的注样器，可进行填充柱柱头注样或快速汽化注样（应用色谱柱的直径3~5mm），可使用金属柱或玻璃管柱。其他种类的注样器请见相应独立的说明书。

##### 6.1.1 技术参数

注样器体：色谱柱外径3~5mm，长122mm；

材料：注样器体为全不锈钢；加热块为铝合金；

注样帽：铝散热器并装有不锈钢锥形注样针头导向口；

柱头注样色谱柱衬管：不锈钢内径3~4mm；

快速汽化注样色谱柱衬管：玻璃外径5mm；

注样器垫：硅橡胶，外径5mm；

安装方式：夹在注样器箱内。

温度控制：键盘设置，微机控制；

加热功率：150瓦；

感温元件：陶瓷铂电阻  $R_0=100\Omega$ ；

温度范围：高于室温  $20^\circ\text{C}\sim 350^\circ\text{C}$  以  $1^\circ\text{C}$  增量任设；

温度稳定性：24小时内温度波动不大于  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

##### 6.1.2 注样器安装

基型仪器填充柱注样系统可同时安装两只注样器，注样器的设计保证了仪器垂直进样操作方式。注样器在使用中除消耗品进样垫需要经常更换以外（经多次注样以后针孔扩大产生漏气现象时应及时更换。），一般不用拆卸或维护。

注样器的基本结构和安装方法见〔图6-1〕注样器安装方法示意图，有关注样器色谱柱与衬管的使用和安装方法请参照本说明书第五章《色谱柱安装方法》。

#### 6.2 注样器温度选择

注样器的温度选择对样品的峰形和组份的分离有着很大的影响，温度过低，将产生前延峰，温度过高，峰形前沿直立或产生样品分解产生的色谱峰。

注样器的使用温度一般可根据样品的组成，柱温与样品用量的大小来确定。要保证样品中所

有的组份在不分解的情况下瞬间汽化。适当地提高注样器的温度，特别是使用样品量较大时，是比较有利的。但温度不可太高，应尽量避免引起色谱柱前端部份固定相的剥落和分解（特别是使用柱头注样器操作时。），造成基线不稳或出现“假峰”现象。

注样器温度一般控制在比沸点组份的沸点高 30~50℃为宜。

### 6.3 注样隔垫的使用

注样隔垫内部有机物的挥发和样品污染是高灵敏度分析中基线不稳或出假峰的主要来源，特别是在毛细管和程序升温操作中尤为突出。为了使隔垫对分析的干扰减至最小，在使用要求较高时，应对隔垫在使用前进行预处理。操作方法是：将隔垫放入柱恒温箱内，设定柱箱温度 200~250℃烘烤 8 小时，降温后使用。烘烤过的隔垫其寿命将有所减少，使用时要防止漏气。

高温操作时，仪器升温以前注样器帽不可拧的太紧，以防止温度升高以后，注样时针头扎不进或弯曲。严重时注样器帽会发生亲和而不能旋转。

### 6.4 注样器清洗

一般的高温注样器只适用于稳定性好且不与金属表面起反应的样品。当样品中含有高沸点的物质及热不稳定或腐蚀性组份时，样品中的残留物会在注样器体内沉积或碳化。随着时间沉积物也会硬化成碳状物质，这些物质一旦与其他的样品接触，将会发生相应的反应。有可能使峰形发生变化或出现多余的怪峰。相应的降低了仪器定量、定性的重复性。所以注样器应根据仪器的使用及分析样品的变化情况，及时的进行清洗。

- 1 常用的清洗溶液是丙酮、乙醚、正乙烷、无水乙醇等，清洗后，用蒸馏水冲洗，清洗后吹干，并在仪器上通气 30 分钟再加热到 120℃保温 4~8 小时，即可恢复

### 6.5 氢气使用

在使用氢气作载气时，必须严格进行气路密封性测试，防止氢气泄露到柱箱内（氢气在柱箱内积累到一定程度可能会有危险发生）；

如果使用 TCD 检测器时，应该用聚四氟乙烯管将 TCD 出口处的氢气连接到室外，直接排放到大气中

### 6.6 配置

仪器配备毛细柱进样器时，必需详细输入色谱柱的柱长、内径等参数。

选择正确的载气类型。

详细操作参见第二章 键盘和显示中相关内容。

## 2 第七章 气路及控制阀

### 7 气路及控制阀

#### 7.1 概述

仪器气路箱内装有稳压阀、稳流阀、针形阀以及所有其他的管路部件，各调节阀均安装在气路面板上。打开气路箱小门可方便地进行各种气体流量调节。

气路部件的配置取决于检测器系统，用 TCD、ECD 检测器时，只提供载气流量控制，其他的检测器还需提供氢气、空气流量控制。当柱箱增加低温操作系统、毛细管注样器、气体进样阀、柱切换阀、补充气阀或其他辅助装置时，气路部件的配置将作相应修改。

##### 7.1.1 气路流程

基型仪器气路流程 见图 7.1

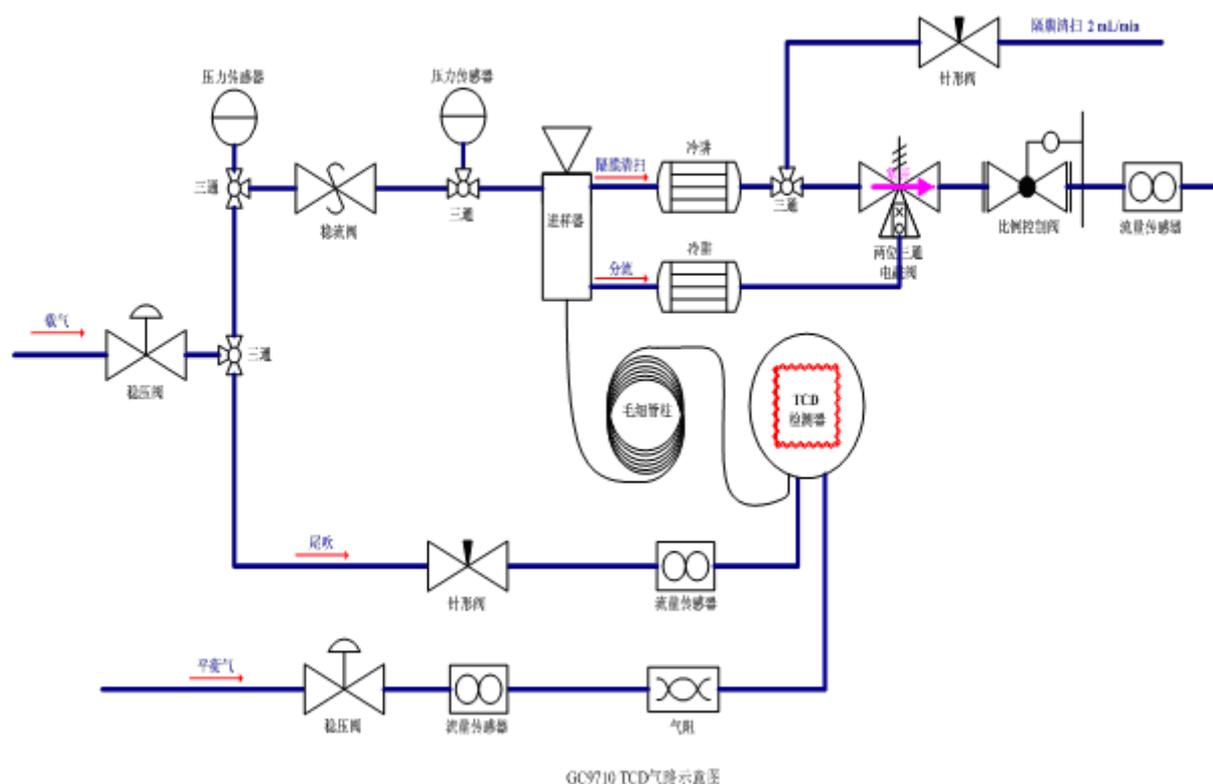


图 7.1 基型仪器气路流程

#### 7.1.2 稳压阀

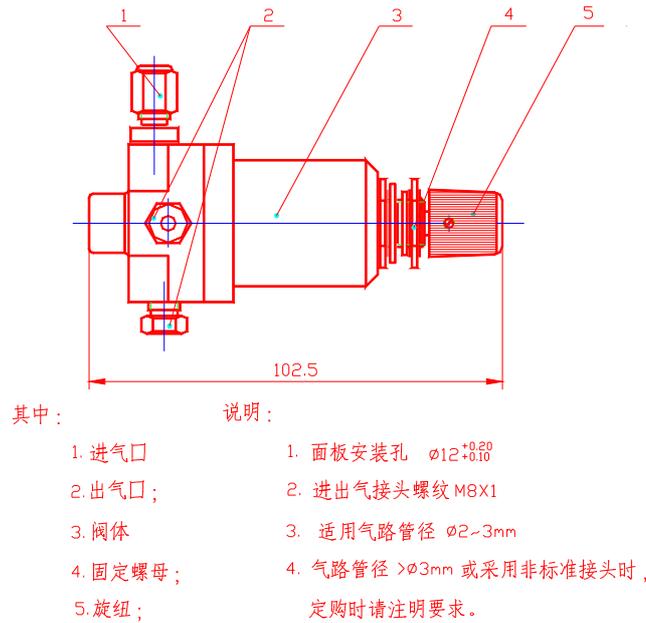


图 7.2 稳压阀的外观结构

### 7.1.2.1 技术参数

最大输入压力：0.6MPa

最大输出压力：0.4 MPa

最大输出流量：1000ml/min

### 7.1.2.2 使用与维护

稳压阀进气口装有粉末烧结过滤器，但是通入稳压阀的气体仍要求清洁，无粉尘、机械杂质、油雾等。稳压阀在关闭情况（阀杆逆时针旋转）其出口应无气体流量输出，如有微小流量时，则说明阀件内部脏了，需要进行清洗。但希望用户不要自行拆卸，最好的办法是送回制造厂修理或调换。稳压阀的外观结构外观结构见图 7.2。

### 7.1.3 稳流阀

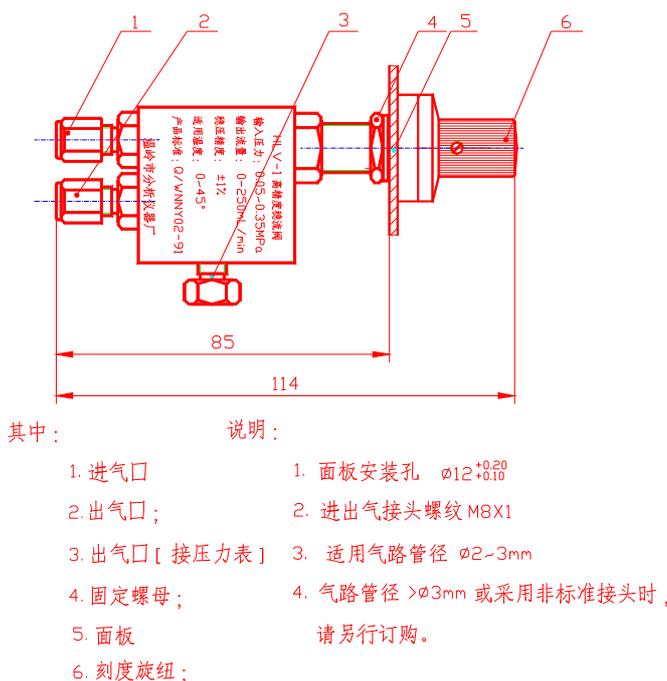


图 7.3 稳流阀外观结构

基型仪器载气气路系统是采用稳流阀来提供载气的，稳流阀的入口配有稳压阀以提供一个恒定的气源，保证稳流阀的正常工作。

稳流阀的工作特性是，当给定一个恒定的入口压力时，它就产生一个恒定的输出流量，而不受出口阻力的限制，其流量的大小取决于阀针的开度。利用这一优点，仪器在做程序升温操作或更换色谱柱时，虽然阀后的阻力发生变化，但原设定的流量数值保持不变，这样就简化了仪器操作中的调整过程。

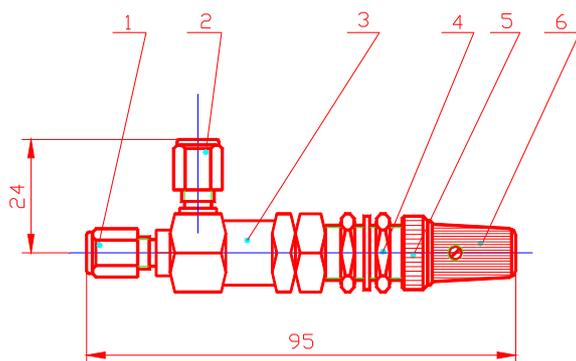
仪器工作时也可观察到由于柱温变化时，色谱柱的阻力也相应变化，柱前压力也随之增加或减小。为此仪器出厂前绘制了稳流阀在一定压力下的流量、调节圈数曲线（氢气、氮气）。需要调节气体流量时按曲线查到相对的刻度值，旋转阀杆手柄调节到该刻度值就可得到相应的气体流量。稳流阀外观结构见图 7.3。

### 7.1.3.1 技术参数

最大输入压力：0.35MPa

最大输出流量：250ml/min

### 7.1.4 针形阀



其中：

- 1. 进气口
- 2. 出气口；
- 3. 阀体
- 4. 固定螺母；
- 5. 挡圈
- 6. 旋钮；

说明：

- 1. 面板安装孔  $\phi 12^{+0.20}$
- 2. 进出气接头螺纹 M8X1
- 3. 适用气路管径  $\phi 2\sim 3\text{mm}$
- 4. 气路管径  $>\phi 3\text{mm}$  或采用非标准接头时，  
请标明使用要求。

图 7.4 针形阀外观结构

### 7.1.4.1 技术参数

最大输入压力：0.6MPa

最大输出流量：350ml/min

### 7.1.4.2 使用与维护

通入针形阀的气体要求清洁,无粉尘、机械杂质、油雾等。针形阀在调节时最好不要调节到关闭状态,以免阀针损坏。针形阀外观结构见图 7.4。

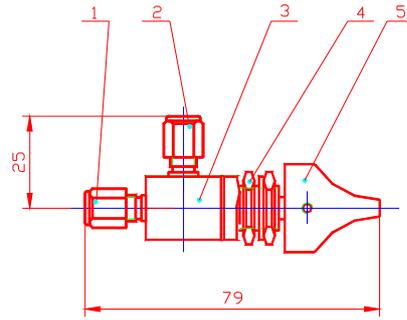
注：基型仪器没有使用针形阀,当仪器配置增加时将要用到该阀件。

## 7.1.5 开关阀

### 7.1.5.1 技术参数

最大输入压力：0.6MPa

开关阀外观结构见图 7.5。



- |          |                                       |
|----------|---------------------------------------|
| 其中：      | 说明：                                   |
| 1. 进气口   | 1. 面板安装孔 $\phi 12^{+0.010}$           |
| 2. 出气口；  | 2. 进出气接头螺纹 M8X1                       |
| 3. 阀体    | 3. 适用气路管径 $\phi 2\sim 3\text{mm}$     |
| 4. 固定螺母； | 4. 气路管径 $>\phi 3\text{mm}$ 或采用非标准接头时， |
| 5. 旋钮；   | 请标明使用要求。                              |

图 7.5 开关阀外观结构

### 7.1.6 气阻

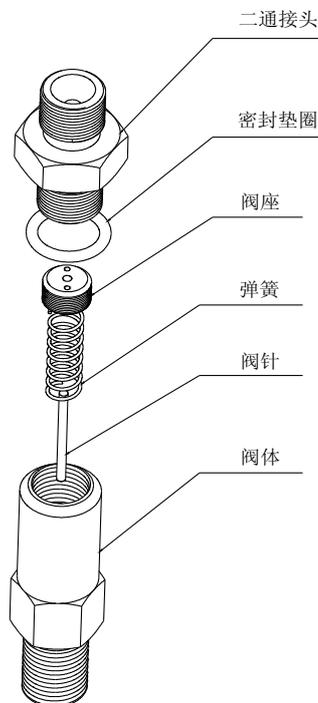


图 7.6 气阻装配结构

仪器气路中采用固定气阻的优点很多，安装在稳压阀的出口处可提高输出压力范围和流量调节精度，并可控制稳压阀工作在稳压精度较高的工作区域内。在常规操作中，操作者也可以

根据仪器给出的气体流量操作，简化了操作程序。仪器在氢气和空气路使用了固定气阻。其装配结构见图 7.6，额定压力下的气体流量是：

氢气 (H<sub>2</sub>) 压力 0.1MPa 30±5ml/min

空气 (Air) 压力 0.1MPa 300±5ml/min

### 7.1.7 减压阀

减压阀是将高压钢瓶的高压气体降到 0.1~0.6MPa 低压气的装置，输出的低压气可以根据需要进行调节，同时保持低压气在高压气体压力变化和流量波动时基本保持不变。因此减压阀的功用就是减压和起一定的稳压作用。

减压阀一般不和仪器配套，需要用户按下列技术要求进行选购。

技术要求：

- a、进气最大压力 15MPa，最低工作压力应大于低压输出压力的二倍；
- b、输出工作压力范围 0.1~0.6MPa；
- c、最大输出气体流量大于 40m<sup>3</sup>/h；
- d、输入输出压力表精度 2.5 级；
- e、当输入压力和输出流量在允许范围内波动时，输出压力波动不大于最高输出压力的 1.5%；
- f、输入接头螺纹尺寸 G5/8 英寸。

减压阀选用注意事项：

- a、一般气体和可燃气体 (H<sub>2</sub>) 的减压阀结构完全相同，仅连接螺纹旋向相反；
- b、输出压力一般 0~0.6MPa 即可以，输出压力越大，稳压精度越差；
- c、输出流量在气相色谱仪上最大需求 (空气) 一般为 60 升/小时，大约是市场上出售的减压阀输出流量的千分之一，所以选购时尽量选输出流量比较小的。

### 7.1.8 气体净化

气体净化的目的主要是除去 H<sub>2</sub>O、O<sub>2</sub> 等有害的有机物质和机械杂质等。

气体净化器是仪器配备的工作气体净化专用设备，该装置具有相互独立的三路气路流程，其结构和使用方法见 GPI-2 气体净化器使用说明书。

常用净化物质的使用和活化：

a、活性炭：

购进的产品使用前要筛去微小的颗粒，用苯浸泡几次以除去其中的硫磺、焦油等物质，然后在 380°C 下通入过热蒸气，吹至乳白色消失为止，保存在磨口瓶内。使用前，在 160°C 下烘烤 2 小时即可使用。

b、硅胶

购进的产品使用前要筛去微小的颗粒，用 6N 盐酸浸泡 1~2 小时，然后用蒸馏水浸泡至无氯离子 (用 AgNO<sub>3</sub> 检查)，方入烘箱烘烤 6~8 小时后保存待用。使用前在 200°C 下通气活化 2

小时。

c、分子筛：

筛去微小的颗粒，在 350~580°C 烘烤 3~4 小时。（最高活化温度不要超过 600°C。）

d、105 催化剂：

105 催化剂是一种含钨除氧催化剂。活化方法将催化剂放入脱氧管中，在 360°C 温度下脱水两小时，冷却至室温，将欲钝化的氢气通入催化剂，还原活化一小时，含氧 1% 的氢气一次通过催化剂后含氧量可降至低于 0.2ppm。

e、活性铜催化剂：

该催化剂为条状呈棕色。使用前通氢在 300~400°C 温度下活化，它可在 300~400°C 有效地除去氮气中的氧，使含氧量降低到 10ppm 以下。催化剂颜色变黑说明需要再生活化。

f、银 X 型分子筛

201、202 银 X 型分子筛是一种多用途的催化剂，其除氧性能尤为突出，201 催化剂不仅可脱除氢气中的微量氧，亦可在常温下脱除氮气及稀有气体中的微量氧。使用前需要加热活化（100~160°C），用氢气缓慢吹洗，使银 X 型分子筛还原为金属态后即可使用。失效后可通入氢气还原，还原十余次后，需要将催化剂升温活化除去水份。

## 7.2 阀的配置

## 7.3 阀控制

### 7.3.1 阀驱动装置

### 7.3.2 时间程序中阀的控制

详见“第二章 键盘和显示”中 2.3.4 节。

## 第八章 检测器

### 8 检测器

#### 8.1 概述

GC9710 有几种检测器系统，基型仪器配有氢火焰检测器（FID），可在订购时指定所需的检测器或者将来再加装其它检测器，可向福立仪器或其授权代理商了解最新的信息。

表 8.1 检测器一览

名称	灵敏度	响应	说明
热导检测器 (TCD)	中等	除载气外的一切化合物	对一切样品均适用的“通用型检测器”
火焰离子化检测器 (FID)	高	几乎所有的有机化合物	有机物的“通用型检测器”
电子捕获检测器 (ECD)	很高	有限的化合物，主要是卤代烃	广泛用于痕量农药和除草剂分析
氮磷检测器 (NPD)	很高	氮或磷化合物	多用于药物和环境样品的分析
火焰光度检测器 (FPD)	高	硫或磷化合物	多用于环境及生命科学样品的分析

#### 8.2 载气及尾吹气

使用氢气 (H<sub>2</sub>) 作为载气或燃气时，应意识到氢气可能进入柱箱内而引起爆炸危害。因此在连接完成之前，应确保气源关闭，在氢气 (H<sub>2</sub>) 供给仪器时，应确证进样口和检测器柱接头与色谱柱已连接好，或者已加盖密封好。

氢气 (H<sub>2</sub>) 是可燃性的，当在一个有限的密闭的空间漏气时，可能起火或引起爆炸性伤害。在任何使用氢气的场合，操作仪器前都要对所有连接处、管线和阀进行检漏。在仪器使用 H<sub>2</sub> 以前应关闭氢气源。

尾吹气从接近于色谱柱末端进入检测器。其目的是加速峰通过检测器（特别用于毛细管柱）以便经柱子获得分离的峰不会在通过检测器时再混合使分离变差。

#### 8.3 数据速率

GC9710 的所有检测器的数据速率均为 50Hz/s。

#### 8.4 火焰离子化检测器 (FID)

##### 8.4.1 概述

样品和载气经过色谱柱后进入 FID 的氢气—空气火焰中。氢气—空气焰本身只产生少许离

子，但是当有机化合物燃烧时，产生的离子数量增加。极化电压把这些离子吸引到火焰附近的收集极上。产生的电流与燃烧的样品量成正比，电流检测电路检测到这个电流并转换成数字信号，送到输出装置。

氢火焰离子化检测器属于质量型检测器，不但具有灵敏度高线性范围宽的优点，而且对操作条件变化相对不敏感，稳定性好。特别适合于做微量或常量的常规分析。因为响应速度快，所以和毛细管分析技术配合使用可完成痕量的快速分析，FID 是气相色谱仪中应用最广泛的检测器之一。

## 8.4.2 FID 气路

### 8.4.2.1 气体

氢火焰离子化检测器正常工作需要三种气体，氢气、空气、载气。检测器的性能依赖于三种气体流速的恰当选择。要取得好的稳定性和灵敏度，其气体纯度和压力范围的选择应符合表 8.1 的要求。

表 8.1

### 8.4.2.2 气体流量条件选择

选择最佳点的气体配比不但响应值高，而且气体流速变化对响应的影响也最小。因此最佳的气体配比可使定量分析的误差减小，提高仪器稳定性，有利于微量组份分析。

### 8.4.2.3 载气和氢气的比例

载气的最佳流速是根据色谱柱最佳分离条件所决定的，氢气的最佳流速应根据载气而合理地选择，通常两种气体的配比在 1:1~2:1 之间。氢气与灵敏度的关系见图 8.1。氢气的最佳流速可通过一定试验的方法进行确定。即微量的调节氢气流速后，由注样器注入一次定量的样品，经过反复的调节，比较检测器的信噪比来实现。也可以通过氢气和基流的关系来选择。仪器工作过程中，载气中总有一定量的有机物和固定相的微量流失，这些物质在最佳的氢气流速下，必然也要显示最大的基流，由此，便可选择最佳的氢气气体流速。

其操作方法是：在适当的灵敏度下选择较小（大）的氢气流速，调节记录仪在有效刻度范围内，此时缓慢增加（或降低）氢气流速，使记录仪表笔向单方向移动，在移动中出现拐点时的氢气流速就是最佳流速。

### 8.4.2.4 最佳空气流速

空气在检测器中的作用不仅为火焰提供助燃作用，还要将气体燃烧物带走的清洗作用。空气流速较小时，灵敏度随空气流速增加而加大，当到达一定点后，再增加空气灵敏度将基本保持不变。为了能够充分的起到清洗的作用，选择最佳空气的原则是在灵敏度不再变化时的流速状态下再加大 50ml/min 左右的气体流量。当空气流速过大时，气体流速吹动火焰将引起较大的基线噪声，也容易出现不规则的响应，或出现灭火现象。其灵敏度与空气关系曲线见图 8.2。一般情况下当载气流速 30ml/min，空气 300~400ml/min，经过试验得出氢气 30ml/min，检测器对丙烷的响应出现最大值。因此氢气的气体流速一般为 30ml/min 左右。而空气的流速 10 倍于氢气流速时，火焰比较稳定，离子化的效率最高。

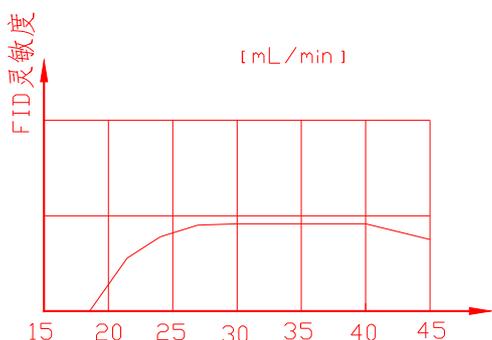
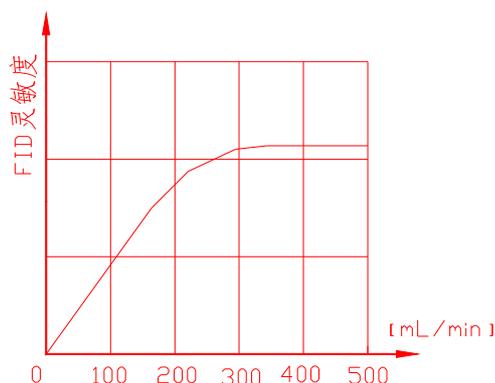
图 8.1 FID 灵敏度与 H<sub>2</sub> 关系曲线

图 8.2 FID 灵敏度与空气关系曲线



### 8.4.3 8.4.3 喷嘴

#### 8.4.3.1 更换或清洗喷嘴

#### 8.4.3.2 清洗收集极

### 8.4.4 温度

### 8.4.5 自动点火

GC9710 的 FID 配备了自动点火功能，点火过程可以由程序控制，也可以在仪器面板上手动控制。

### 8.4.6 FID 操作

#### 8.4.6.1 一般说明

氢火焰检测器在仪器上安装和拆卸，请参照 8.3 的顺序进行。

出厂的仪器都已经调整好并经过严格的产品测试。在您收到仪器后，安装正常，通入气体经过检漏后检测器就可以正常的工作。

除非检测器系统内部受到样品的严重污染外，一般情况下用户请不要轻易的拆卸检测器，以免造成检测器器件污染使仪器不能正常工作。

拆卸检测器一定要由有经验的操作人员进行，或通知福立仪器或其授权代理商请求帮助。

#### 8.4.6.2 注样器出口之前的载气气路检漏

首先用盲螺帽封住注样器出气口，通入载气后，调节载气路稳流阀将压力表指示稳定在 0.4MPa，关闭净化器载气路关闭阀，观察半小时，气体压力降应小于 0.005MPa。

### 8.4.6.3 安装色谱柱

应先安装与注样器连接的一端，通入载气 0.4MPa，由色谱柱出口测量气体流量符合要求，开口状态吹洗色谱柱至少半小时（未经活化的色谱柱按色谱柱活化方法进行），后连接检测器一端。

### 8.4.6.4 启动仪器和工作站软件

打开电源开关、加热开关仪器通过自检后，证明一切正常将等待用户设定参数。此时若用户不进行参数设定，仪器将按照上一次所设定参数进行工作。仪器进入升温（或初始化）状态。

打开配套的工作站软件（假设串口电缆已经正确连接），设置通讯口后会显示仪器的各种状态数据和检测器数据。

### 8.4.6.5 检测器点火

待仪器温度稳定以后，对照仪器给定的气体压力流量曲线，调节相应气体流量控制阀，设定氢气 30ml/min、空气 150ml/min 左右，通过仪器面板手动进行点火（参考第二章 键盘和显示）。此时观察基线数据，气体点燃后信号应急剧增大，若回到原来基线位置，说明火焰没有点燃，可适当增加氢气流速再次点火。若仍不能点火则应检查下列事项：

- a、氢气、空气气路是否连接正确，气路是否畅通；
- b、观察点火键按下后点火线圈是否发红；
- c、用小镜子靠近检测器气体放空口，观察镜面有无冷凝现象。有冷凝水出现时则说明气体已经被点燃。

火焰点燃以后，将空气调节到 300ml/min。按照上述的方法选择最佳气体配比条件。

调整结束后应保证仪器有一定的稳定时间，稳定时间的长短应根据仪器灵敏度使用范围合理选择。

### 8.4.7 FID 测试条件及技术指标

在正常的工作条件下，采用 5% 的 OV-101 填充柱，载气为高纯氮气（N<sub>2</sub>）以正十六烷为测试样品时，检测器指标应符合下列要求：

线性范围	大于 10 <sup>6</sup>
检测限	不大于 5×10 <sup>-12</sup> g/s
噪声	不大于 5×10 <sup>-14</sup> A
漂移	不大于 5×10 <sup>-13</sup> A/30min

### 8.4.8 FID 的应用范围

氢火焰离子化检测器除对 H<sub>2</sub>、He、Ar、Kr、Ne、Xe、O<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、CS<sub>2</sub>、COS、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>、NO、N<sub>2</sub>O、NO<sub>2</sub>、NH<sub>3</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O、SiCl<sub>3</sub>、SiF<sub>4</sub>、HCHO、HCOOH 等响应很小或没有响应外，对于大多数有机化合物都有响应。

由于检测器对水、空气没有什么响应，故特别适合于含生物物质的水相样品和空气污染物

的测定。又因对 CS<sub>2</sub> 的灵敏度低，使得 CS<sub>2</sub> 成为 FID 检测器被测样品的极好溶剂。

在定量分析中，检测器对不同烃类灵敏度非常接近，因此在进行石油组份等烃类分析时，可以不用定量校正因子而直接按峰面积归一化计算。

#### 8.4.9 FID 的维护

- a、每次开机以前，需要检查气路系统的密封性能，以防止漏气事故产生；
- b、仪器工作时应将检测器机箱盖板盖好，防止温度波动，降低仪器稳定性；
- c、仪器电源要有良好的接地线，禁止将地线接在自来水管上；
- d、仪器放置不用时应将稳压阀调节到松弛状态（逆时针旋转），以防止弹性元件失效；

#### 8.4.10 FID 故障排除

序号	现象	可能原因	故障排除
1	仪器不能升温且报警	a、加热保险丝烧断。	a、更换新的保险丝。
2	仪器个别加热区不能升温且报警	a、加热丝(棒)断路； b、测温铂电阻断路； c、控温电路故障。	a、检查、更换； b、检查、更换； c、检修或更换控温线路板。
3	检测器高灵敏操作噪声大	a、使用的气体纯度低； b、检测器零件被污染。	a、更换纯度高的气体； b、清洗检测器。
4	检测器基线不稳定。	a、柱流失； b、柱连接漏气； c、检测器系统有冷凝物污染。	a、重新活化或更换色谱柱； b、重新检漏； c、适当提高检测器、注样器温度，提高载气流量吹洗仪器 2 小时。
5	检测器响应小、或没有响应。	a、检测器灭火； b、气体配比不当； c、色谱柱阻力太大，载气不通。 d、火焰喷嘴有异物堵住。	a、重新点火； b、重新调整气体比例； c、更换色谱柱。 d、疏通或更换喷嘴。
6	检测器不能点火	a、空气流量太大； b、氢气流量太小； c、气路不通。	a、适当降低空气流量； b、适当加大氢气流量； c、疏通气路。
7	峰形变宽	a、载气流量小； b、柱温低； c、注样器、检测器温度低； d、系统死体积大。	a、适当增加载气流量； b、适当提高柱温； c、适当提高温度； d、检查色谱柱安装。
8	出现反常峰形	a、隔垫污染或漏气； b、样品分解； c、检测器有污染物质； d、柱污染。	a、更换或活化隔垫； b、适当改变分析条件； c、清洗检测器； d、更换或活化色谱柱。

## 8.5 热导检测器 (TCD)

### 8.5.1 概述

TCD 比较两种气流的热导率。两种气流是纯的载气（也叫参比气）和带样品成分的载气（也叫柱流出物）。

这种检测器有一个恒流通过的热丝构成的电桥，当参比气和不含样品的载气通过电桥的对称臂时，电桥四个热丝电阻不变，电桥为平衡状态，电压输出为 0。当加上样品时，温度的变化会导致电桥输出失衡，输出电压的变化被测量并记录下来。

氮（或氩）作为载气时，样品引起热导率下降。使用氮气时，由于大多数物质都比氮气的传导性好，所有热导率通常增加。

因为在检测过程中 TCD 不会破坏样品，所以这种检测器可串联装在火焰离子检测器和其他检测器前面。

### 8.5.2 TCD 气路

#### 8.5.2.1 气体压力

### 8.5.3 热丝的钝化

为了防止氧气损害热丝，TCD 检测器的钨—铼热丝已经进行了化学钝化处理。

可是，像酸和卤代化合物等化学活泼物质仍可以腐蚀热丝。直接的后果就是，由于热丝阻值的变化导致检测器灵敏度发生永久的变化。

如果可能的话，应避免使用这些有危害的化合物。否则，热丝必须经常更换。

### 8.5.4 载气、参比气和尾吹气

参比气和尾吹气必须与载气相同，为使检测器的电路工作正常，必须在进样口和检测器控制表中指定气体的类型。

使用填充柱时，为获得更好的峰形，建议使用小的尾吹气流量（2-3 mL/min）。

选择一个合适的用于毛细管柱或填充柱的参比气流量。在± 0.25 之间任何比率的流量都是合适的。

### 8.5.5 极性

一些热导率比载气高的样品组分会产生负峰。例如，用氮或氩气—甲烷作载气，氮或氩形成负峰。

可在色谱仪的 TCD 设置页面或者色谱工作站热导设置页面上修改极性，使得峰形形成正峰。

### 8.5.6 温度

TCD 检测器单元的温度设置一般需要高于柱箱温度设置值 10~20°C

### 8.5.7 TCD 测试条件及技术指标

试验条件:

COL=140°C      H2: 25ml/min      电流: 130~150mA;

INJ=220°C

TCD=200°C

基线稳定走直后, 读取噪声,

要求  $\leq 20\mu\text{V}$ ,

任取 15min 一段, 读取漂移值 ,

要求:  $\leq 50\mu\text{V}/15\text{min}$ ;

取标样正十六烷—异辛烷溶液浓度为 3g/L, 连续进样 6 次, 进样量 1 $\mu\text{L}$  取 nC16 峰面积算术平均值,

$$\text{灵敏度 } S = \frac{A \times F_c}{W}$$

S——TCD 灵敏度 (mV.ml/mg)

A——nC16 峰面积算术平均值(mV.min)

Fc---校正后的载气流速(ml/min)

W---- nC16 进样量 (mg)

要求: S 值  $\geq 8000\text{mV}\cdot\text{ml}/\text{mg}$  (nC16)

附:

载气流速的校正:

检测器出口测得的载气流速需按下式校正.

$$F_c = j F_o \left( 1 - \frac{T_c P_w}{T_r P_o} \right)$$

式中:

Fc---校正后的载气流速(ml/min)  
 Fo---室温下检测器出口的载气流速(ml/min)  
 Tc---柱温(K)  
 Tr---室温(K)  
 Pw---室温下的饱和蒸气压(MPa)  
 Po---大气压强(MPa)  
 j----压力梯度校正因子.

$$j = \frac{3 (P_i/P_o)^2 - 1}{2 (P_i/P_o)^3 - 1} X$$

式中:Pi---注入压强(MPa)

### 8.5.8 TCD 的维护

- 1.使用 TCD 检测器时,必须先通载气,后通热导恒流源,在使用结束后,先关电源,后关载气。(TCD 温度必须降至 100°C 以内,才能关断载气)
- 2.期停机后重新启动,应先通载气 15 分钟后,再使检测器通电,以确保铼钨丝不被氧化和破坏。
3. TCD 长期不使用时须将进气口、出气口堵死,以确保铼钨丝不被氧化。
- 4.由于 TCD 国内一般采用氢气做载气,使用时请务必注意安全,严禁烟火。
- 5.桥流大于 85mA 时,低纯度载气对灵敏元件寿命不利。

### 8.5.9 TCD 故障排除

## 8.6 氮磷检测器 (NPD)

### 8.6.1 概述

NPD 通过氢气 / 空气等离子体传送样品和载气。一个加热陶瓷源 (通常叫铷珠) 处于喷嘴上方。低的氢气 / 空气比率不能维持火焰,使碳氢化合物的电离减至最小,而铷珠表面的碱离子促进有机氮或有机磷化合物的电离。输出的电流与收集到的离子数成正比,电流检测电路检测到这个电流并转换成数字信号,送到输出装置。

## 8.6.2 NPD 气路

### 8.6.2.1 气体纯度

由于 NPD 是高灵敏检测器，NPD 要求很高纯度的气体，我们极力建议对载气和所有控制器气体都用脱水管和烃捕集管，其中检测器气体包括氢、空气和尾气。

## 8.6.3 喷嘴

### 8.6.3.1 更换或清洗喷嘴

### 8.6.3.2 清洗收集极

## 8.6.4 铷珠

### 8.6.4.1 延长铷珠的寿命

- 使用最低的调整补偿或最低的常用铷珠电压。
- 分析清洁的样品。
- 不用时关闭铷珠。
- 检测器保持较高的温度(320 — 335 °C)。
- 出溶剂峰期间关闭氢气。
- 如果 NPD 在高湿度的环境中长期关闭，检测器内可能积水，要蒸发出这些水份，可以：
  - a. 将检测器温度调到 100 °C，并保持 30 min。
  - b. 将检测器温度设定为 150 °C，也保持 30 min。

## 8.6.5 NPD 测试条件及技术指标

### 8.6.5.1 NPD 的检测限的测试

操作参数

柱箱温度 COL： 180°C

注样器温度 INJ： 230°C

检测器温度 DET： 250 °C

载气流量： 30 ± 5ml/min

氢气流量： 4 ± 0.5ml/min

空气流量： 70 ± 5ml/min

测试柱：外径 3mm, 内径 2mm，长度 0.5m，固定相 OV-101 重量比 5% 担体 ChromG. 目数 100-200 目

电流： 3.2-3.6A

量程： 1

记录仪量程： 1Mv(50 $\mu$ V/cm)

纸速： 60cm/h

用微量注射器注入 1 $\mu$ l 浓度为 10ng/ $\mu$ l 的偶氮苯 -10ng/ $\mu$ l 马拉硫磷 - 异辛烷混合溶液，连续进样 6 次，计算偶氮苯 (或马拉硫磷) 峰面积的算术平均值。

检测限的计算

$$\text{氮 } D_{\text{NPD}} = \frac{2NW_{nN}}{A}$$

式中： W： 注入的样品中所含偶氮苯的含量 ( g ) ；

A： 偶氮苯峰面积的算术平均值；

偶氮苯分子中氮原子的个数

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

$$= \frac{2 \times 14}{182.23} = 0.154$$

$$\text{磷 } D_{\text{NPD}} = \frac{2NW_{\text{nP}}}{A}$$

式中： W： 注入的样品中所含马拉硫磷的含量（ g ）；  
A： 马拉硫磷峰面积的算术平均值；

$$\text{np} = \frac{\text{马拉硫磷分子中氮原子的个数}}{\text{马拉硫磷的摩尔质量}} \times \text{磷的原子量}$$

$$= \frac{31}{330.35} = 0.0938$$

#### 8.6.5.2 技术指标

加热供电方式： 恒加热电流

加热电流范围： 0-5A

电离源： 硅酸铷

极化极电压： -150V DC

检测限： 对 N 不大于  $1 \times 10^{-12} \text{g(N)/s}$  (偶氮苯)

对 P 不大于  $5 \times 10^{-13} \text{g(P)/s}$  (马拉硫磷)

噪声：  $2 \times 10^{-13} \text{A}$

漂移：  $5 \times 10^{-12} \text{A/30min}$

量程： 1、 10、 100

### 8.6.6 NPD 的维护

为了使 NPD 保持其最佳性能，预防损坏和出现事故，使用中需注意以下四方面的操作：

#### 1. 电离源的维护

(1) 老化 电离源老化时，切勿将柱连至检测器，可将柱卸下用闷头螺丝将检测器入口密封，通氢、空气老化之。

(2) 开电加热 开加热电源后，应逐渐升高加热电流，切勿突然用大电流加热电离源。

(3) 氢气流速 只要灵敏度等能满足分析方法要求，应尽量用低氢气流速，以延长电离源寿命。

(4) 关电加热 关电加热前，务必先将加热旋钮退回至不加热状态，然后关电源。以防下次开电源时加热电流过大。

(5) 休息 如果较长时间不工作（如过夜），应关加热电流，以延长电离源寿命。

#### 2. 避免大量具电负性的化合物进入检测器

(1) 溶剂 应避免使用氯代烃溶剂，如： $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{CHCl}_3$  等。它会使灵敏度急剧下降；虽然以后灵敏度还会逐渐恢复，但影响寿命。水、甲醇、乙醇等溶剂对电离源的性能和寿命也有一定影响，同样尽量避免。在一定要用氯代烃或用其他溶剂时，为避免溶剂峰后基线不能恢复，从进样至出溶剂峰期间，关闭氢气，当溶剂峰出完后再恢复氢流速至原设定值。这样，NPD 可很快恢复稳定的基线。

(2) 固定液和磷酸 切勿用带氰基的固定液，如 OV-225、OV-275、XE-60、FFAP、TCEPE 等。还应避免用磷酸处理载体和玻璃毛等。

(3) 水 如 NPD 长期闲置在高温环境中，检测器内可能积水，造成基流升高。这时，可在通气的前提下，将检测器温度逐渐升至 70°C、100°C 各保持 30min，再升至 150°C 约 10min，基流即可降至 1PA 以下。平时正常使用时，检测器温度应保持在 150°C 以上。

#### 3. 氢气的安全和对 NPD 性能的影响

(1) 防漏 切勿让氢气漏入柱恒温箱，以防爆炸。具体操作同 FID。

(2) 氢载气 不要用氢气作载气，它将极大地影响 NPD 的灵敏度和专一性。如一定要用氢作载气，流量必须小于 3ml/min。

#### 4. 其他

(1) 柱流失和气路漏 NPD 对柱流失和气路漏不像 FID 那样敏感，因它是对 N、P 化合物专一性响应的检测器。尽管如此，实际操作中还是应避免出现这些异常为妥。

(2) 清洗在用聚硅氧烷类固定液或作大量硅烷化衍生物样品后，电极和喷嘴均必须定期清洗。

#### 8.6.7 NPD 故障排除

故障	原因	排除方法
噪声大	① 在火焰喷嘴或收集极上有沉积物质 ② 铷珠触到火焰喷嘴或收集极 ③ 铷珠有裂痕或碎了 ④ 铷珠过热 ⑤ 偏压不正确 ⑥ 检测器顶端处的柱垫环松了 ⑦ H <sub>2</sub> 气路中有颗粒物 ⑧ 铷珠电极松动	① 清洗 ② 重装铷珠 ③ 更换铷珠 ④ 重调节珠电流 ⑤ 重调节珠极化电压 ⑥ 拧紧接头 ⑦ 加大氢气流速吹洗 ⑧ 紧固伸出探头
响应低或没有响应	① 铷珠表面有沉积物 ② 铷珠温度过低“灭火” ③ 铷珠损坏 ④ H <sub>2</sub> 或空气流量不合适 ⑤ 铷珠加热线圈外露（失去铷珠颜色） ⑥ 色谱柱有吸附	① 清洗 ② 重调节珠电流 ③ 更换铷珠测头 ④ 重调 H <sub>2</sub> 或空气流量 ⑤ 更换铷珠 ⑥ 更换柱子
峰拖尾严重	① 注射或溶剂有污染（N、P 或 C1 化合物） ② 注样器中，瞬间溶剂过多 ③ 注样器过热 ④ 含氢溶剂	① 使用纯溶清洗注射器 ② 放慢注样速度 ③ 降低温度 ④ 正式分析前，多进几次样品
负峰	固定相流失过多（特别是当固定相含 N 或 P 化合物时）	处理或更换柱子（避免使用含 N、P 的固定相）

## 8.7 电子捕获检测器 (ECD)

### 8.7.1 8.7.1 法规和安全说明

#### 8.7.1.1 $^{63}\text{Ni}$ 同位素

池内放射性同位素是  $^{63}\text{Ni}$ 。它被镀在池体的内表面。它在色谱使用的温度下是固体。其它性质如下表：

半衰期	101.1 年
放射量	最大量 65.87 keV, $\beta$ 射线
熔点	1453 °C

#### 8.7.1.2 许可证

#### 8.7.1.3 ECD 警告

虽然  $\beta$  粒子在此能级几乎没有穿透力（皮肤表层或几张纸皆能将其多数阻止），但如果同位素被摄取或吸入则可能有危险。基于此原因，检测池必须小心使用，在规定的间隔内必须进行放射泄漏检验，当检测器不用时，入口和出口要堵住，腐蚀性化学品不得进入检测器，检测器内流出物要排出到实验室外。

与  $^{63}\text{Ni}$  源反应的物质、或能与  $^{63}\text{Ni}$  形成挥发性物质或是会使镀膜受降解的物质，都要避免。这些化合物有氧化性化合物、酸、潮湿的卤素、潮湿的硝酸、氢氧化铵、硫化氢、PCB、和一氧化碳，这些化合物并不是所有的，只是指出这些类化合物会和  $^{63}\text{Ni}$  检测器有反应。

不要使用溶剂清洗 ECD。

请勿擅自打开 ECD 池体。拆卸 ECD 违反了一般许可证的规定，而且可能导致危险。

#### 8.7.1.4 安全预防措施

在处理 ECD 时不得吃、喝或吸烟。

在接近打开的 ECD 工作时一定要带上安全眼镜。

穿上防护服如实验室外套、安全眼镜和手套，并遵循优良的实验室规范，在处理完 ECD 之后，要用非研磨性洗涤剂彻底清洗手臂。

ECD 在不用时把进口和出口堵上。

把 ECD 排出口放空到通风橱中，或引到室外。

严格遵循国家对相关放射性物质的管理条例。

#### 8.7.1.5 放射性泄漏检测

ECD 必须至少每六个月进行一次放射性泄漏检测。如果需要，可以进行更频繁的检测。

## 8.7.2 概述

ECD 包括一个镀有  $^{63}\text{Ni}$ （一种放射性同位素）的检测器池。 $^{63}\text{Ni}$  释放  $\beta$  粒子，它与载气分子碰撞，产生低能电子（每个  $\beta$  粒子能产生大约 100 个电子）。这些自由电子形成小电流（称为参比或固定电流）在一个脉冲回路中被收集并被测定。

当样品组分的分子进入并与自由电子碰撞，电子则被样品分子捕获而产生负电荷离子。池两极被通过以脉冲电压以收集剩余自由电子，而较重的离子相对不受影响并且由载气带出检测器出口。测定池电流并与参比电流比较。调节脉冲频率以保持恒定的池电流。未被捕获的电子越多，所需的与参比电流相匹配的脉冲频率越低。当捕获电子的一个组分通过池时，脉冲频率增加，此脉冲频率被转化为电压并转换成数字信号，送到输出装置。

## 8.7.3 ECD 气路

### 8.7.3.1 气体

使用氮气或使用氩/甲烷气作为尾吹气和阳极气体。

由于检测器的灵敏度很高所以载气和尾吹气必须含水份和氧气，对载气和尾吹气，必须用高质量的脱水管、化学品捕集管和脱氧管。

## 8.7.4 线性

ECD 的响应因子对应于浓度的曲线是线性的，对大多数化合物的线性为 4 个数量级或更高一些（线性动态范围= 10<sup>4</sup> 或更高）。您还是要对您要分析的化合物进行校准曲线的测定，以确定所测定化合物的线性范围和极限。

## 8.7.5 温度

为了避免拖尾和保持检测器池清洁，检测器温度必须要高于使用的柱温。温度设定取决于最后流出化合物的温度，如果在过高的温度下运行也没有必要，这样会增加样品和色谱柱的分解机会。

## 8.7.6 ECD 测试条件及技术指标

### 8.7.6.1 ECD 的检测限的测试

操作参数

柱箱温度 COL: 160°C

进样器温度 INJ: 250°C

检测器温度 DEJ: 250°C

电 流: 0.5nA

量 程: 1

注入 1 $\mu\text{l}$  ECD 的标样，连续进样 6 次，取丙体六六六峰面积的算术平均值。

要求 ECD 的检测限  $\text{DECD} \leq 1 \times 10^{-13} \text{g/ml}$

计算检测限的公式如下:

$$D_{\text{ECD}} = \frac{2NW}{A \cdot FC}$$

$D_{\text{ECD}}$ : ECD 检测限(g / ml)  
 $N$ : 基线噪声 (mV)  
 $W$ :  $\gamma$ -666 的进样量 (g)  
 $A$ :  $\gamma$ -666 峰面积的算术平均值 (mV·min)  
 $FC$ : 校正后的载气流速 (ml/min)

附:载气流速的校正:

检测器出口测得的载气流速需按下式校正

$$F_c = j F_o \left( \frac{T_c}{T_r} \right)^{1 - \frac{P_w}{P_o}}$$

式中:

- $F_c$ : 校正后的载气流速(ml/min)  
 $F_o$ : 室温下用皂沫流量计测得的检测器出口的载气流速(ml/min)  
 $T_c$ : 柱温(K)  
 $T_r$ : 室温(K)  
 $P_w$ : 室温下的饱和蒸气压(MPa)  
 $P_o$ : 大气压强(MPa)  
 $j$ : 压力梯度校正因子.

$$j = \frac{3}{2} \frac{(P_i/P_o)^{2-1}}{(P_i/P_o)^{3-1}}$$

式中:

- $P_i$ : 注入压强(MPa)

#### 8.7.6.2 技术指标

供电方式: 恒流脉冲源;

放射源:  $^{63}\text{Ni}$  放射源活度 10mCi/一枚;

ECD 池：共轴型电极，带清洗气路；

ECD 电源：0.5、1.0、2.0nA 或×0.1 变成 0.05、0.1、0.2；

线性： $10^4$  ( $\gamma$ -666)；

检测极限：0.5pg( $\gamma$ -666)；

最高使用温度：350°C（带有 350°C 过温保护功能）；

量程： $10^0$ 、 $10^1$  两档；

### 8.7.7 ECD 的维护

### 8.7.8 ECD 故障排除

故障	可能的原因	故障排除
ECD 噪声大	A. 电极绝缘降低 B. ECD 池污染 C. 电极与 ECD 极引线接触不良 D. 电极引线与接地接触	A. 清洗或更换 B. 清洗 C. 拆卸电极 D. 拆卸电极
ECD 灵敏度低	A. 放射源受污染 B. 放射源受腐蚀 C. ECD 板内绝缘子漏电 D. 电极引级与 ECD 电源之间接触不良或与地短路 E. 载气不纯	A. 清洗或更换 B. 更换 C. 清洗或更换 D. 拆卸电极 E. 更换气体
出负峰	A. 辐射源受污染 B. 脉冲发生器不正常	A. 清洗 B. 检查峰值形状
基线漂移大	A. ECD 温度不稳 B. 辐射源受污染 C. 柱内流出大量电负性化合物 D. 电流设定过大	A. 检查 ECD 温度 B. 清洗 C. 升高柱温, 老化柱 D. 降低电流
线性差	A. 载气杂质太多 B. 辐射源受污染	A. 更换气体 B. 清洗
不能调零	A. 绝缘子绝缘不良 B. 电极引线接地	A. 清洗或更换 B. 拆卸电极

## 8.8 火焰光度检测器 (FPD)

### 8.8.1 概述

样品在富氢火焰中燃烧，在此一些碎片被还原并受到激发，气体把激发的碎片带到火焰上方的低温发射区，衰变并出现光辐射，通过带宽狭窄的滤光片选择特定的碎片，进入到光电倍增管 (PMT) 的碳发射光被屏蔽掉。

光碰撞到光电倍增管的光敏表面，光子逐出电子，在光电倍增管中电子被放大到 100 万以上。

从 PMT 出来的电流又被放大并转换成数字信号，送到输出装置。

FPD 不能在高于 50 °C 的条件下存放，对 PMT 要根据厂家的指标来对待。

### 8.8.2 FPD 气路

### 8.8.3 部件维护

#### 8.8.3.1 清洗/更换窗口、滤光片和密封垫

色谱柱流出物和/或样品流出物会污染最靠近检测器部件的第一个石英窗口（隔热屏）。灰尘、指纹、大气污染物可能把石英窗口、滤光片和/或光电倍增管窗口弄脏。火焰到光电倍增管之间的任何地方受到污染都会造成检测器灵敏度的降低。

1. 关闭高压。

2. 把通向检测器的氢气、空气、尾吹气关闭，关闭加热器，等检测器冷却下来。

**注意：** 在拿开光电倍增管套之前一定要把静电计关闭，以免损坏光电倍增管。

**注意：** 确保光电倍增管套开口端尽可能地要加盖，以免光线进入并损坏光电倍增管。

3. 取下光电倍增管套，卸下滤光片。用无毛棉纸擦拭滤光片的两面，从套的内部清理光电倍增管窗口。不要使用清洁剂，它在干后会给表面留下一层膜。

4. 检查滤光片：在散射光路上是否有裂纹、划痕和/或碎裂处，它们会降低灵敏度，必要时进行更换。

检查光电倍增管窗口是否有损坏，必要时进行更换。

a. 卸下 PMT 凸缘适配连接器上的四个螺丝，把凸缘适配连接器拿下来，在石英窗口露出来时要小心别让它掉下来，用擦镜头纸清理窗口。

b. 从不锈钢连接法兰盘上卸下四个螺丝，并小心地把连接法兰盘拿下来，固定在上方的窗口会掉下来，用擦镜头纸清理窗口。

5. 要记下拆卸下来零件的地方和密封垫的型号，更换新部件时要换上新的密封垫。

6. 检查窗口：在散射光路上是否有裂纹、划痕和/或碎裂处，这样会降低灵敏度，必要时进行更换。

7. 以逆顺序重新把各个部件装好，一定要注意各个密封垫的型号和位置要正确。把螺丝拧紧，保证气密和光学部件之间密封。如果滤光片有镀银面，就让它向着火焰（指示箭头> 在滤光片一边指向 PMT）。

### 8.8.3.2 清洗/更换喷嘴

如果碰到响应的故障（灵敏度、噪音、选择性）就要检查 FPD 的喷嘴是否有沉积，必要时进行清理或更换。要适当地维修喷嘴，必需把检测器部件从仪器上卸下来，之后可进行适当的维修。

### 8.8.3.3 更换光电倍增管

如果光电倍增管有问题（打开高电压并点燃火焰：没有信号或信号值低，和/或没有其他原因产生高噪音，如电缆不好、漏光、高温、信号板有故障等），这时要更换光电倍增管。

1. 把气相色谱仪电源关闭，把总电源插头拔下。

**注意：** 在打开光电倍增管套之前一定要把静电计或总电源关闭，以免损坏光电倍增管。

2. 从支座夹上把光电倍增管的电缆拿下来。把电缆通过电缆结向一端的帽拉出几英寸，从光电倍增管组件上把帽拧下来，把电缆从组件上顺出来。

3. 把电阻网络电缆组件和光电倍增管及插座从光电倍增管套中拉出，使管子露出约 1 英寸。

**注意：** 尽可能保护新的光电倍增管不受光照以免 PMT 损坏。

4. 卸下 PMT 的插座，取下旧 PMT，换上新的 PMT 管。

5. 在新的 PMT 上安装插座时，要注意在管座上缺针处要与插座的缺口吻合。

6. 以逆顺序重新把各个部件装好，一定要注意擦去对着检测器部件 PMT 窗口上的油污、指印、灰尘等，要把 PMT/ 电阻桥路组件上的 O 型圈位置装对，因为这是严格的光密封件，如果 O 形圈损坏了就把它换掉。

7. 把 PMT 组件一端帽上的螺丝拧紧，通过电缆带拉出电缆，以免电缆在 PMT 组件末端松动。把电缆夹在 PMT 套支架的一边。

### 8.8.4 线性

硫的发射有几种产生的机理，被激发的碎片是双原子的，所以发光强度和硫原子的浓度平方成正比。

磷的激发碎片是单原子的，所以发光强度和磷原子浓度成线性关系。

### 8.8.5 温度

FPD 火焰会产生相当多的水蒸汽，它必须在高于 120 °C 的条件下运行以防水蒸汽凝结。

也不要太高的温度下工作，以免会引起热不稳定的含硫和含磷化合物热分解。

检测器温度对硫的灵敏度会有很大的影响，如果被分析化合物的沸点很高，检测器温度应设定在比柱箱终温高 25 °C—如果使用温度极限为 250 °C。

## 8.8.6 FPD 测试条件及技术指标

### 8.8.6.1 FPD 的检测限 的测试

操作参数

柱温 COL: 210°C

量程: 1 (1×10<sup>-9</sup>A/mV)

注入 1μl FPD 标准样品甲基对硫磷—无水乙醇溶液, 连续进样 6 次, 记录硫或磷的峰面积

和峰高, 取其算术平均值, 计算对 S P 的检测限。

要求:

对甲基对硫磷中的硫  $S \leq 5 \times 10^{-11} \text{g/s}$

对甲基对硫磷中的磷  $P \leq 1.4 \times 10^{-12} \text{g/s}$

检测限的计算:

$$\text{硫: } D_{\text{FPD}} = \sqrt{\frac{2N(Wns)^2}{H(W_{1/4})^2}}$$

$$\text{磷: } D_{\text{FPD}} = \frac{2NWnP}{A}$$

式中:  $D_{\text{FPD}}$ : FPD 对磷或硫的检测限(g/s)

N: 基线噪声(mV)

A: 磷峰面积的算术平均值(mV.s)

W: 甲基对硫磷的进样量(g)

H: -硫的峰高(mV)

$W_{1/4}$ : 硫的峰高 1/4 处的峰宽(s)

## 8.8.7 FPD 的维护

### 1. 柱的选择

因为微量的含硫/磷组分容易被吸附, 选择柱子应选用活性小的材料作柱子, 比如玻璃、聚四氟乙烯、石英。

### 2. 含硫物质的非线性响应

分析含硫物质时必须注意到 FPD 对含硫物质的响应是非线性的。而与含硫重量的平方成线性。

### 3. 熄火现象

当大量样品进入 FPD 而空气流量偏大时，容易产生熄火现象。

#### 8.8.8 FPD 故障排除

故 障	可 能 的 原 因	故 障 排 除
不出峰	A. 检测器温度不够高 B. 未点着火 C. 石英桶污染 D. 光电倍增管无高压 E. 滤光片未安装 F. 光电倍增管损坏 G. 不合适的色谱柱	A. 加热器断，更换 B. 调节流量后点火 C. 清洗石英桶 D. 修理 FPD 控制板 E. 选择合适的滤光片 F. 换光电倍增管 G. 更换
灵敏度低	A. 气体流量不合适 B. 石英桶污染 C. 滤光片、光电倍增管或石英窗脏 D. 柱对产品有吸附 E. 喷嘴位置不合适	A. 改变流量 B. 清洗石英桶 C. 用擦镜布擦干净 D. 换柱 E. 调节喷嘴位置
重复性差	A. 气路污染 B. 柱不合适 C. 高压不正常 D. 火焰不稳定	A. 清洗气路 B. 更换色谱柱 C. 修理控制 FPD 板 D. 检漏
基线漂移	A. 光电倍增管损坏 B. 气路管道污染	A. 更换光电倍增管 B. 清洗气路
基线上有噪声	A. 漏光 B. 光电倍增管坏	A. 检查检测器部件 B. 更换光电倍增管

## 第九章 信号处理

### 9 信号处理

#### 9.1 概述

GC9710 采用全数字化处理，绝大部分的数据处理必须通过配套色谱工作站才能完成。

#### 9.2 色谱工作站

参见色谱工作站的操作说明书。

# 第十章 基本操作

## 10 基本操作

### 10.1 样品

### 10.2 准备 GC 进行样品分析

1. 检查气源（钢瓶或气体发生器）及其压力。
2. 检查电源，若中断就重新接好。
3. 接通 GC、计算机和通讯系统的电源。
4. 检查所安装的色谱柱标识是否正确。
5. 需要时更换色谱柱，参见“更换色谱柱”。
6. 检查待分析样品是否准备好。
7. 确证需要什么方法和序列。

### 10.3 进样

#### 10.3.1 手动进样

1. 准备 GC。
  2. 准备要进样分析的样品。
  3. 设定或者调用所需方法。
  4. 等待 GC 达到可分析状态。
  5. 用注射器取好样品。
  6. 在注射样品的同时按下[Start] 键。
- 到分析结束，按下[Stop] 键。

#### 10.3.2 自动液体进样器或阀进样

1. 准备 GC。
2. 准备要进样分析的样品。
3. 若使用 GC 的自动液体进样器，就将样品瓶放在自动液体进样器的样品托盘或转动架上。记住每个样品瓶在样品盘或转塔上的位置。
4. 调用所需序列。
5. 开始运行序列，并持续到序列结束。

### 10.4 方法

1. 设定柱箱参数。

2. 设置色谱柱参数。
3. 设置进样口参数。
4. 设置检测器参数。
5. 设置柱流速或压力

## 10.1 维护

### 更换色谱柱

1. 选择适当的接头和适配器。
2. 准备色谱柱
3. 将柱箱、进样口和检测器的温度降低 到  $<40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
4. 检查衬管。确保您安装了正确的衬管（或其他进样口硬件）。
5. 安装色谱柱
6. 需要时老化色谱柱， 参见“老化色谱柱”。
7. 如果使用毛细管柱，就按要求进行配置。

**注意：** 现在可能是检查您的进样口隔垫的好时机，需要时更换之。

# 第十一章 场地准备

## 11 场地要求

在仪器到货前，确保您的实验室满足以下环境、重量、电源和气体的要求：

- 场地通风良好，没有腐蚀性物质和无悬垂障碍物。
- 场地温度应处于推荐范围 20—27℃之间。
- 场地湿度应在推荐范围 50—60% 之间。
- 工作台空间：50cm × 58.5cm × 50cm。
- 工作台能支撑 GC9710 系统的重量。
- 电源插座接地。
- 电源要满足仪器的用电要求。
- 电压要适合柱箱类型。
- 气源要满足各类色谱柱和检测器的要求。
- 气体应满足纯度要求，所有气体都应是色谱纯—99.9995 % 或更高纯度，空气为零级或更好。
- 进样口和检测器气源应安装好二级压力调节器。

### 11.1 温度和湿度范围

在推荐范围内操作 仪器， 确保最佳的仪器性能和使用寿命。

表 11.1 温度和湿度范围

推荐温度范围	20-27 °C
温度范围	5-40 °C
推荐湿度范围	50-60%
湿度范围	温度不超过 31°C时， 5-80% 温度为 40°C时， 5-50%
推荐海拔高度范围	最高 2000 m

注意：当 仪器 暴露在极限温度和湿度条件后，要等待 15 分钟，以便仪器返回到推荐的条件范围。

### 11.2 通风要求

GC 是用对流方式冷却的：空气从侧板和仪器底部孔隙进入，热空气通过顶部，后面，和侧板排除。切勿在仪器周围阻塞空气的流动。

注意：一般安全起见，仪器一定要在安装着盖板的状态下进行操作。

### 11.3 柱箱排气出口

柱箱内热空气（最高 450°C）经后面排气口排出。仪器后面至少留有 20cm(10 in) 空间以便热空气扩散。

**警告：** 切勿把温度敏感的物品（例如，气瓶，化学药品，压力表和塑料管）放在热气出口的通道上。否则，这些物品会受到损害，塑料管会熔化。降温期间在仪器后面工作时要小心避免热气烧伤。

### 11.4 有毒或有害气体的排放

配置多种检测器和进样口的 GC 在正常操作期间，有些载气和样品会排放在仪器外面。如果某些样品组分有毒或有害，或如果氢气用作载气，则排出气体必须排放到通风柜。也可把 GC 放在防护罩内或用一根大直径排气管连接到合适的通风出口。

### 11.5 工作台空间要求

GC9710 的尺寸为：50 cm \* 50cm \* 50cm（长、宽、高）。

GC 上方应是开阔的，没有限制仪器顶部操作和影响冷却的柜架或悬挂物等。您也许要留出与 GC 配套使用的其它仪器的空间。

### 11.6 电气要求

#### 11.6.1 接地

GC9710 需要适当地接地线，否则有漏电和损坏外围设备的潜在危险。

为用户安全起见，金属仪器控制板和机壳都要通过三芯电源线接地。

当三芯电源电缆线插入合适的接地插座时，仪器就接地并把电击的危险减到最小，合适的接地插座要连接与之相适应的地线。

接地导线的中断或电源线断开会引起电击，造成人身伤害。

#### 11.6.2 电源电压

GC9710 以特定的电压工作；仪器的电压要求打印在电源线附近的标牌上。

### 11.7 气体要求

#### 11.7.1 用于填充柱的气体

所用载气由检测器类型和性能需要而定。表 11.2. 列出了推荐用于填充柱的气体，一般来说，填充柱不需要尾吹气。

表 11.2. 推荐用于填充柱的气体

检测器	载气	说明	检测器，阳极吹扫，或参比气体
电子捕获	N <sub>2</sub> Ar/CH <sub>4</sub>	最大灵敏度 最大动态范围	N <sub>2</sub> Ar/CH <sub>4</sub>
火焰离子化	N <sub>2</sub> He	最大灵敏度 可供选择	检测器用 H <sub>2</sub> 和空气
火焰光度	H <sub>2</sub> He N <sub>2</sub> Ar		检测器用 H <sub>2</sub> 和空气
氮磷	He N <sub>2</sub>	性能最佳 可供选择	检测器用 H <sub>2</sub> 和空气
热导	He H <sub>2</sub> N <sub>2</sub> Ar	通用 最大灵敏度（注释 A） 氢气检测（注释 B） 对氢气的灵敏度最大（注释 B）	参比气体必须与载气相同

注释 A：灵敏度比用氦气稍大。不能用于某些化合物。

注释 B：分析氢和氦，但对其他化合物的检测灵敏度大大降低。

### 11.7.2 用于毛细管柱的气体

使用毛细管柱时，为了获得最佳的灵敏度，GC 检测器需要一路单独的尾吹气，

对于每种检测器和载气，都有一种最佳选择的尾吹气。表 11.3. 列出了推荐用于毛细管柱的气体。

表 11.3. 推荐用于毛细管柱的气体

检测器	载气	最佳选择的 尾吹气	第二选择	检测器, 阳极吹扫, 或 参比气
电子捕获	H <sub>2</sub>	Ar/CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>	阳极吹扫必须和尾气 相同
	He	Ar/CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>	
	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	Ar/CH <sub>4</sub>	
	Ar/CH <sub>4</sub>	Ar/CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>	
火焰离子化	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	He	检测器用 H <sub>2</sub> 和空气
	He	N <sub>2</sub>	He	
	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	He	
火焰光度	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>		检测器用 H <sub>2</sub> 和空气
	He	N <sub>2</sub>		
	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>		
	Ar	N <sub>2</sub>		
氮磷	He	N <sub>2</sub>	He**	检测器用 H <sub>2</sub> 和空气
	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	He**	
热导	H <sub>2</sub> *	载气和参比气 必须相同	载气和参比气 必须相同	载气和参比气 必须相同
H <sub>2</sub>				
N <sub>2</sub>				

\* 当热导检测器使用的是氢气时, 将检测器的出口气体排放到一个通风柜或一个专用气体排放口以避免氢气的累积。

\*\* 尾吹气流速>5 ml/min 时, 不建议用氦气作为尾吹气。流速在 5 ml/min 以上会缩短检测器的寿命。

### 11.7.3 气体纯度

一般来说, 所有使用的气源范围都应在 99.995% 到 99.9995% 之间。氧气和总烃的含量必须非常低 (< 0.5 ppm)。不推荐使用油泵的气体, 因为它们可能含有大量的烃类。

表 11.4. 推荐的气体纯度

载气和毛细管尾吹气	
He	99.9995%
N <sub>2</sub>	99.9995%
H <sub>2</sub>	99.9995%
Ar/CH <sub>4</sub>	99.9995%
检测器辅助气	
H <sub>2</sub>	99.9995%
空气（干燥）	零级或优于零级

## 11.8 气体管线连接

### 11.8.1 载气和检测器气体供应管线

切勿使用二氯甲烷和其他含卤素溶剂清洗用于电子捕集检测器的管线。这会  
引起基线升高和检测器噪声，直到这些溶剂被完全吹扫出系统。

气体必须通过经预处理的铜管提供给仪器，（部件号 5180-4196），切勿使用  
普通铜管，因为它可能含有油和污染物。

### 11.8.2 二级减压阀

为消除压力突变，在每一气瓶上都应使用二级减压阀，推荐使用不锈钢隔膜  
型调节器。

使用减压阀类型根据气体类型和气源而定。

### 11.8.3 减压阀—气源管线连接

减压阀出口和要连接的气体管线的接头之间应采用配件内提供的密封连接。  
切勿使用“管涂料”的密封带，它含有污染管线的挥发性物质。

## 11.9 捕集器

使用色谱纯气体以保证系统内气体的纯度。然而，为获得高的检测灵敏度，  
应在气体管线上连接高质量的捕集器，以除去微量的水或其它污染物。在安装捕

集器之后，要检查气源管线是否有泄漏。

## 第十二章 安装

### 12 安装

GC-9710 型气相色谱仪清单：

- 1、GC-9710 型气相色谱仪(按订货单配置).....1 台
- 2、GC-9710 型气相色谱仪安装使用说明书.....1 本
- 3、GC-9710 型气相色谱仪相应检测器说明书(不包括 FID 检测器) .....1 本
- 4、GC-9710 型气相色谱仪出厂合格证 .....1 张
- 5、GC-9710 型气相色谱仪备品备件 .....1 套
- 6、GC-9710 型气相色谱仪备品备件清单 .....1 份
- 8、产品保修卡 .....1 张

#### 12.1 实验室的准备

仪器应安装在专用的色谱仪器分析实验室内，以便于将仪器与气源分开管理。仪器应安装在牢固无振动的水泥或木质工作台上，工作台的台面上应留有足够的空间，以便于放置记录仪、积分仪等外围设备，工作台的背后应留有一定的间隙以备于仪器维护保养。电源应有足够的功率。仪器应远离火种，室内不得有强腐蚀性气体，应避免室内温度剧烈波动和空气的过分流动。工作台的设置请参照图 12.1。

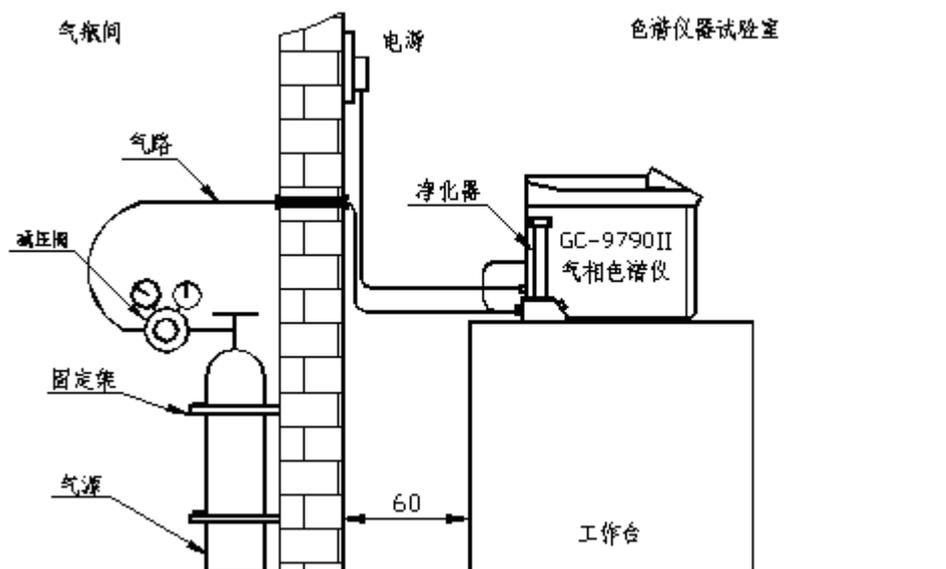


图 12.1 实验室设置

仪器所需要的载气和辅助气体，一般可由高压气体钢瓶、气体发生器、无油空气压缩机等装置提供，高压气体要经过减压阀减压后供给仪器。气源部份一般不和仪器配套，需要用户自己准备。气源是仪器启动的前提条件，所以必须提前考虑。若用户订货时提出具体的使用要求时，制造厂可以协助用户购置必要的设备。仪器根据检测器的配置情况应选择不同的气体，气体的种类和基本参数及选用原则请参照表 12.1。

仪器允许使用化学、电解等工作原理生产的气体发生器、无油空气压缩泵等装置，提供仪器工作气源。但由于气体发生装置或空气泵产生的气体含水量一般比较高，特别是比较陈旧的气体发生装置使用时一定要格外注意。使用时一定要采取必要的防护措施，为此仪器配套了气体净化装置。使用气体净化装置时要注意对该装置的定期保养。净化装置内部的填充物质要做到定期活化或更换，否则将失去应有的作用。长期使用含水量高的气体会减少色谱柱的使用寿命，降低仪器的稳定性，或污染气路系统使仪器不能正常工作。（其活化方法和周期请参照第七章气路的有关部分）。

表 12.1 气体种类及其基本参数

检测器	气 源	入口压力	纯 度
TCD	H <sub>2</sub> 或 He	0.3 MPa	99.999%
FID	H <sub>2</sub>	0.3 MPa	99.995%
	N <sub>2</sub> 或 He	0.4~0.5 MPa	99.998%
	Air	0.3MPa	无灰尘、油雾、水分等
ECD	N <sub>2</sub> 或 He	0.4~0.5 MPa	99.998%
	或 Ar/CH <sub>4</sub>		H <sub>2</sub> O ≤ 0.002 Pma
			O <sub>2</sub> ≤ 1ppm
FPD	H <sub>2</sub>	0.3 MPa	99.995%
	N <sub>2</sub> 或 He	0.4~0.5 MPa	99.998%
	Air	0.3 MPa	99.998%

## 12.2 拆箱

### 注意

任何时候打开仪器有电源标志的盖板、侧板时，请注意箱体内部有强电。在维护保养仪器中，需要打开时，必须预先拔掉电源插头，以保证人身安全。

仪器到货以后请及时检查仪器外包装质量，并对照发货单清点及检查数量的完整性。如发现外包装已破损或有配套部件遗失时，请不要立即拆箱或将仪器发回生产厂，要及时与运输部门取得联系，并通知生产厂的有关部门，以便及时妥善地处理或能够及时的索赔，使用户和生产厂双方的损失减至最小。

拆箱后请检查仪器外观质量，查看在运输中是否有破损现象，并对照装箱清单清点附件、备件数量是否相符。仪器配置情况与产品订货单是否一致，功能是否完整，各转动活动部位是否灵活可靠。若发现遗漏物品、装配差错或工作性能不完整时，请您及时将信息反馈到制造厂。以便于您免受不必要的经济损失或延误您的工作。

检查无误后请打开仪器柱箱门，用细螺丝刀轻轻拨动马达风扇叶轮，检查转动是否平稳、有无松动和卡滞现象。若有松动需及时排除。从备件箱中取出电源导线，按图 12.2 进行连接，做好通电准备。通电前还要预先检查仪器电源输入端电源插头相、中线间有无短路现象，电源保险丝座是否松动，并检查电源插座的相位、电压值、功率是否满足仪器使用要求，接地线是否良好。仪器电源开关位置见图 12.3，仪器在工作台上安装请参照图 12.4。

仪器信号输出分 TCD、FID 二路，输出信号可以接入记录仪、积分仪、色谱工作站等记录装置。其接线方式见图 12.5。记录装置用户可以根据应用情况合理选择。检测器的数量一般根据仪器配置情况而设定，但安装位置一般情况下保持不变。基型仪器信号输出只有 FID 一路。仪器检测器箱装配及线路、气路管线布置见图 12.6。

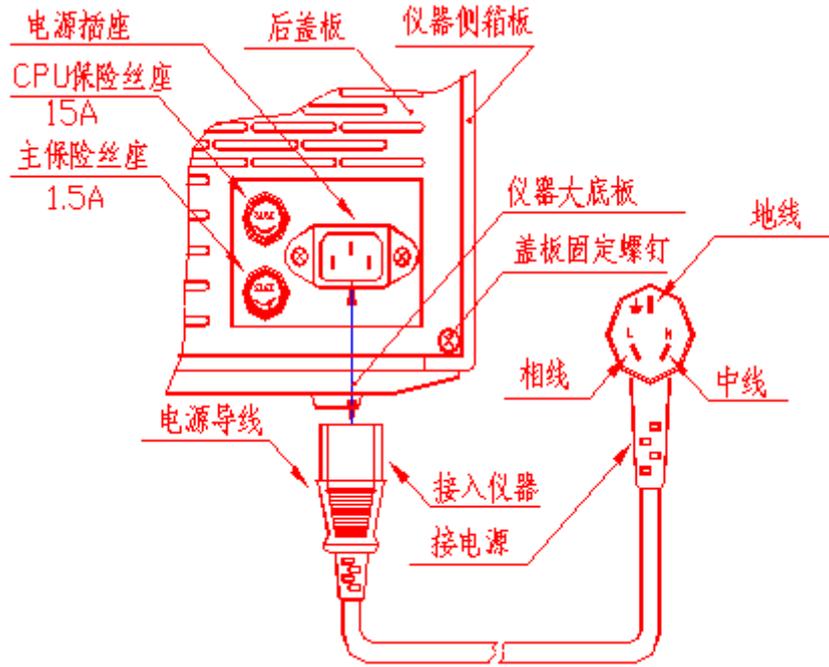


图 12.2 电源线安装位置示意图

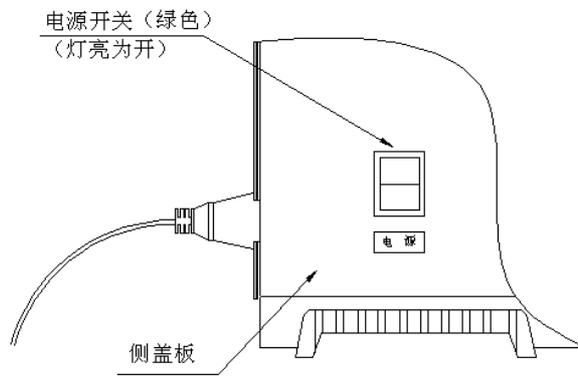


图 12.3 电源开关位置示意图

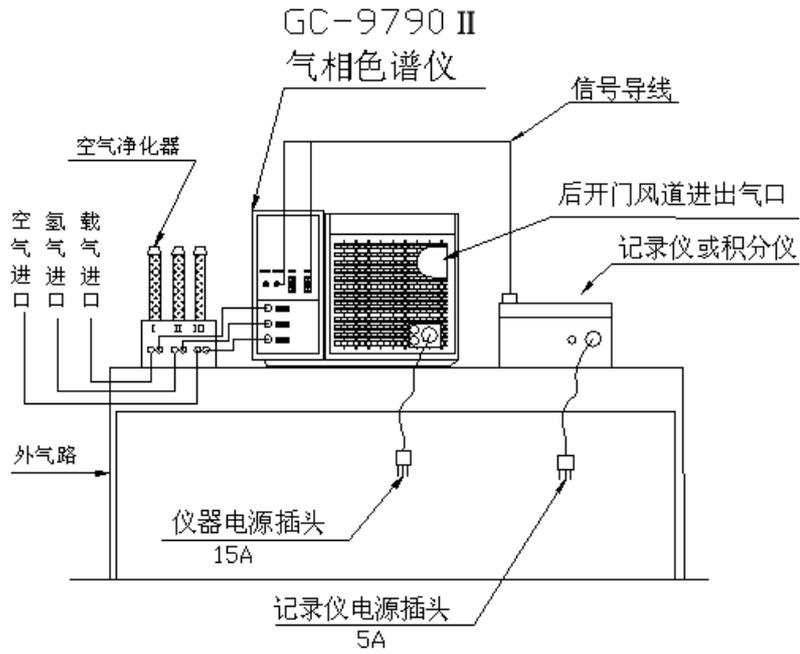


图 12.4 工作台外线路、气路连接示意图

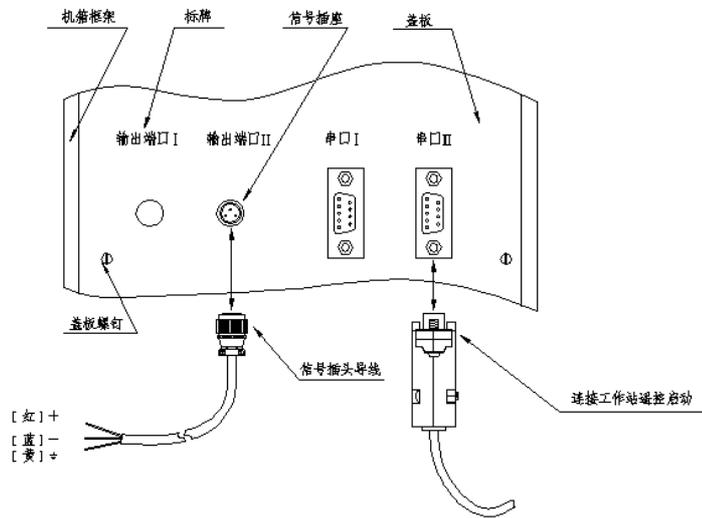


图 12.5 检测器信号线连接示意图

## 12.3 气路连接

### 注意

未经清洗的管路将直接污染仪器气路、检测器系统，使仪器稳定性能下降，或长时间不能正常工作。

仪器所有气源均通过  $\Phi 3\text{mm}$  的管路与仪器气路箱的气体入口处相连接。气路箱入口处标有所通入具体气体的标志，其接头用  $M8 \times 1$  的螺帽连接。操作 TCD、ECD 检测器只需准备载气管路，操作其它的检测器还需准备氢气和空气的管路。连接方法见图 12.6。

仪器与气源相连接时最好采用紫铜管或不锈钢管，为防止管路上油雾或其它化学残留物污染仪器气路系统，所使用的管路必须按下列程序严格清洗之后方可接入仪器。

清洗方法：

- 1、用亚甲氯化物或丙酮清洁溶剂，冲洗管路内壁。除去残油，每米管路约用 150ml 溶剂，除油后用无水乙醇脱附干净。
- 2、清洗后将管路卷绕，放入烘箱中升温到  $300^{\circ}\text{C}$ ，同时通入氮气  $30\text{ml}/\text{min}$ ，连续吹洗一小时，待管路温度降低后封好端头装入专用袋中以防再次污染。

其它的管路如尼龙管也可以使用，但这类的管路不容易清洗干净，易产生挥发物质影响仪器的稳定性能。而且易老化容易出现漏气现象，当使用氢气时发生漏气现象是十分危险的，所以这一类的管路在使用中要注意经常性地检查、维护，以防止泄漏事故的发生。

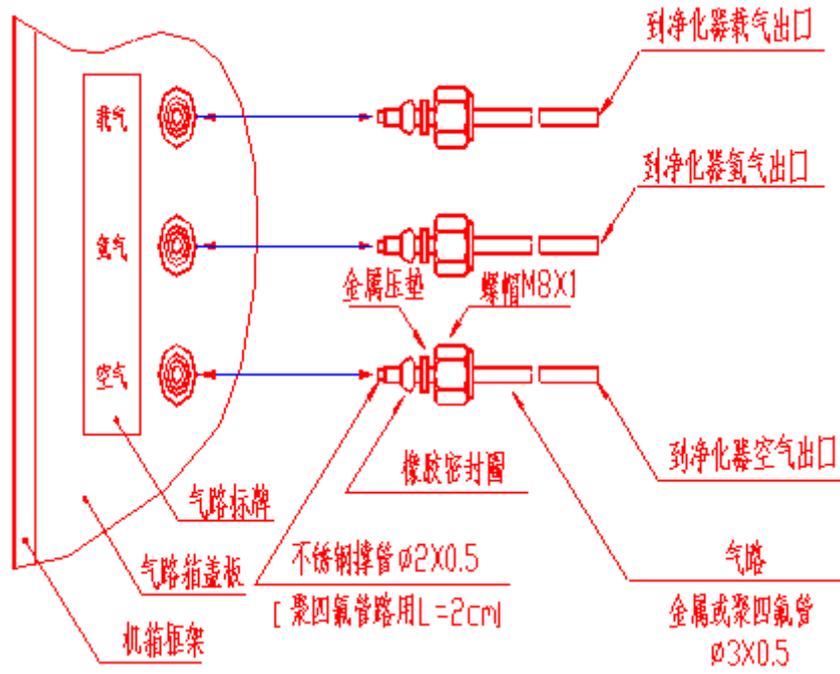


图 12.6 外气路连接示意图

## 12.4 系统检漏

### 注意

仪器出厂前所有的气路均进行了严格的气密性能试验，仪器系统内部一般不会产生漏气现象，漏气一般常发生在色谱柱的接口或注样垫（由于进样次数多了以后针孔扩大降低了密封性能，应及时更换。）等处。

FID 检测器的氢气、空气两路气体到检测器后的阻力很小即使有一点点的微漏，对仪器一般不会产生大的影响。所以无特殊情况请不要拆卸气路、检测器部份，仪器启动只要保证外气路部分不漏气就可以进行下一步调试。

当仪器出现故障或不能正常工作，要求拆卸检测器、气路部件时，应请有一定操作经验的人员进行维护，维护仪器首先要保证清洁，特别对一些重点部件如陶瓷件、喷嘴等部位请不要用手直接接触，应戴上干净的细纱手套以防污染部件，保持仪器的稳定性能。

仪器系统检漏一般分两步进行：通气后首先要检查气源出口至净化器入口处气路部分（减压阀及接头包括气路引线部分）；第二步检查仪器气路系统至净化器出口，仪器气路系统的密封性能。

钢瓶至净化器入口处的检漏程序：

气源接通后由减压阀给定压力 0.5MPa 关闭净化器面板上相对应的关闭阀；

关闭减压阀，并观察减压阀上的低压压力指示，记录 10 分钟的压力变化值。若压力明显下降则说明系统有漏气现象，此时必须进行检漏试验。气路系统检漏可以用检漏液进行，（若一时没有检漏液可以用白猫牌洗涤剂和水溶液代替，配制的方法是：在温水中加入一定剂量的洗涤剂，搅拌时能够起泡就可以了）。在系统保持一定压力的状态下，将检漏液少量的涂在有可能产生漏气的接头或接点上，并观察此点有无鼓泡现象。按此方法逐点进行检查并排除漏气点。检漏过程中要尽量少的使用检漏液，而且检漏后应及时将检漏液擦干净，以防止压力降低后检漏液泄漏污染气路系统。

系统气密性检查程序：

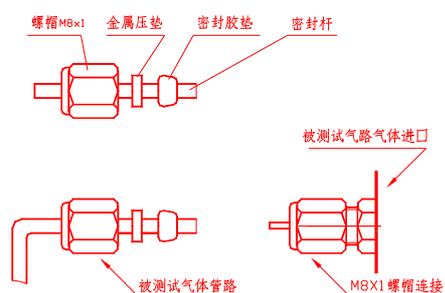


图 12.7 密封端头结构

打开仪器检测器箱盖板，松开相应气路紧固压帽，将气路接线端用盲堵头封闭。并保证出气口的气密性。参照图 12.7。

打开气路箱侧板。

打开相应净化器的关闭阀，让系统充氮气到 0.35MPa，关闭关闭阀；气体平衡 2 分钟后观察气路箱内相应压力表的压力变化，10 分钟后压力若有显著变化，则说明系统有漏气，需要进行检漏试验，其检漏方法同上。（检漏过程中一定要尽量少的使用检漏液，检漏后必须及时清除检漏液以防污染气路系统。）

（注：仪器出厂前系统气密性经过严格试验，仪器启动前此项不是必做项目。只有确切系统有故障，或更换气路部件方可进行此试验。）

## 12.5 通电前的检查

### 注意

仪器未装入色谱柱以前可以开机练习面板的各项操作。但不能通入任何气体，特别是氢气以免发生危险。

检查电源接线是否正确；

检查气路连接是否完整，并检查气体种类是否与要求相符；

检查钢瓶是否固定，减压阀的压力范围是否符合要求；

检查并熟悉仪器整体结构。键盘设定方法、各项控制开关、气路系统，并参照本说明书的有关章节熟悉每个气体流量调节阀的作用及调节方法。

## 12.6 气源

气源是气相色谱仪载气和辅助气的来源。仪器一般使用的载气有氢气、氮气、氦气、氩气等，辅助气有氧气或空气等。

选择载气首先要满足检测器的要求，还要考虑到分析方法对分析周期、柱效率及灵敏度的影响。例如从柱效率考虑。要求载气的扩散系数要小，为得到好的峰型，常用氮气作载气。要减小分析周期氦气要比氮气好。对 TCD 检测器来讲，为提高灵敏度常用热传导大的氢(氩)作载气，而不使用氮气或氩气。从安全和分析周期来讲，氦气都比氢气要好，但我国的氦气资源较少，价格比较高，因此使用氢气作载气比较普遍。对于 FID 用氮气作载气即安全又可得到比较好的灵敏度。而用氢气作载气，为提高灵敏度在进入检测器之前还要进行尾吹处理。综上所述 TCD 检测器用氢气、氦气比较好，用氮气、氩气、空气时灵敏度比较低且易出现 N 型或 W 型峰。FID、FPD 检测器常用氮气作载气，在特殊情况下时也可用氢气。ECD 检测器一般用氮气作载气。一般载气选用原则是：

惰性气体(分析中不与样品或固定相发生化学反应)，无腐蚀性、在 200~400℃ 范围内不分解；  
气体扩散系数小，以提高柱效率；  
价格合理、且能够满足检测器的使用要求。

气源的种类和纯度，应与所分析的样品和所要求达到的分析精度进行合理的选择，也可从化学分析手册中查到。

### 警告

当调试 TCD 时，如果是氢气作为载气，务必旋紧色谱螺母，并关闭毛细管气路盒总压，以免氢气进入柱箱，加热后加热丝形成火源发生氢气爆炸。

仪器所有气源入口均采用  $\Phi 3\text{mm}$  管路接在仪器气路箱后面板的接头上，其接头螺纹采用

M8×1 公制螺纹，密封结构见图 12.1。操作 TCD 和 ECD 检测器只需要一路载气，而操作 FID、FPD、NPD 检测器还需要氢气和空气。

当气源使用钢瓶供气时每个钢瓶必须装配一个气体减压阀，以将高压气体减到所需的压力值，减压阀只能使用一种气体，不得混用。有关减压阀的选用和使用注意事项见 7.2 主要部件参数介绍。

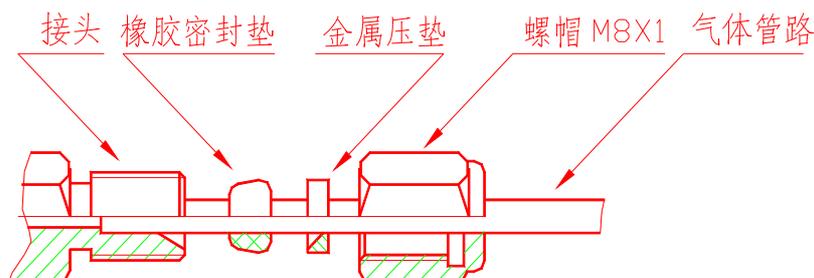


图 12.8 密封结构示意图

一般钢瓶贮存的气体最高压力为 15、20、30MPa 三种。其中最常用的为 15MPa 的气体钢瓶，钢瓶气的容量为 40 升左右。由于钢瓶内部气体压力比较大，所以使用时一定要注意安全。必须严格遵守有关钢瓶的使用规则。使用钢瓶气的优点是种类齐全，压力稳定、气体纯度高、安装容易、更换方便。缺点是某些城市供应比较困难，运输麻烦且价格比较高。

## 12.7 气体流量调节

### 注意

请不要移动装有减压阀的钢瓶，钢瓶运输时要取下减压阀并装好安全帽，以保护气瓶输出接咀不受碰撞或冲击。

使用钢瓶时装上减压阀以后，必须严格进行检漏测试。站立的钢瓶要有钢瓶架固定。

气瓶间要远离火种、热源，避免放置于雨淋、暴晒以及温差过大的场所。

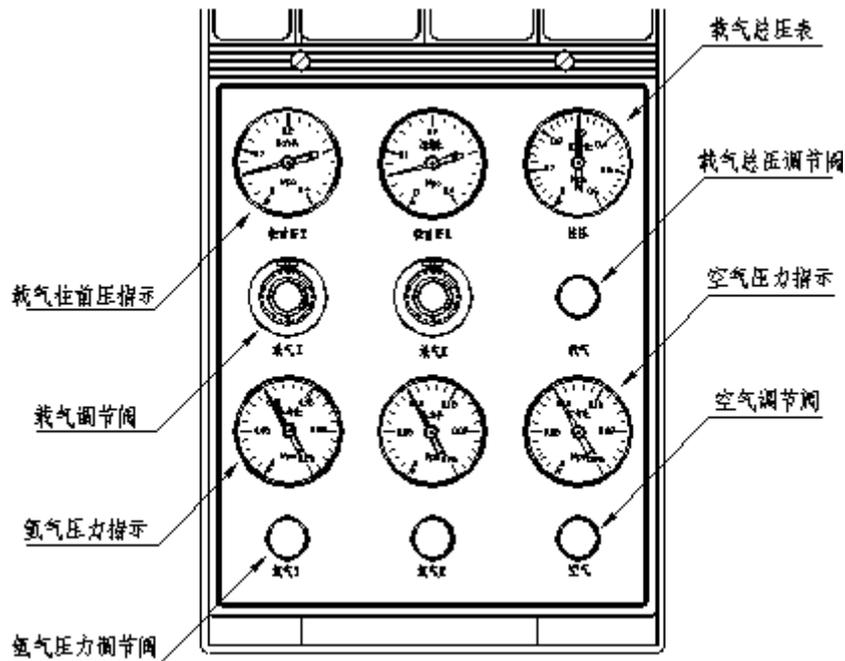
基型仪器只提供三路气体控制系统即载气、氢气和空气。其气路流程图详见第七章气路部份。仪器出厂前载气总压、氢气路、空气路的控制阀均处于关闭状态。

载气气路调节：调节《总压》使载气压力指示在 0.3MPa；根据色谱柱使用要求合理地选择气体种类和气体流速，参照仪器所提供的气体流速曲线调节《载气 I》和《载气 II》确定载气气体流速。

(载气气体流速确定后，柱前压力表将会根据色谱柱的阻力指示相应柱前压力值。若流速调节好以后仪器开始升温，此时柱前压力表压力指示会随着温度的升高而有一定地调整，这是稳流阀的工作性质所决定的说明稳流阀正常地工作)。

氢气气路调节：参照气体压力流量曲线调节“氢气 I”和“氢气 II”，使相应压力表压力指示对在相应的流量范围内。一般气体流量 30ml 时压力指示在 0.1MPa；(此时气体流速为  $30 \pm 2\text{ml}$ ，为 FID 检测器常规操作条件)。

调节“空气”使相应压力表压力指示在 0.1MPa；(此时气体流速为  $300 \pm 20\text{ml}$ ，为 FID 检测器常规操作条件)。



12.9 气路控制面板

## 12.8 流量测量

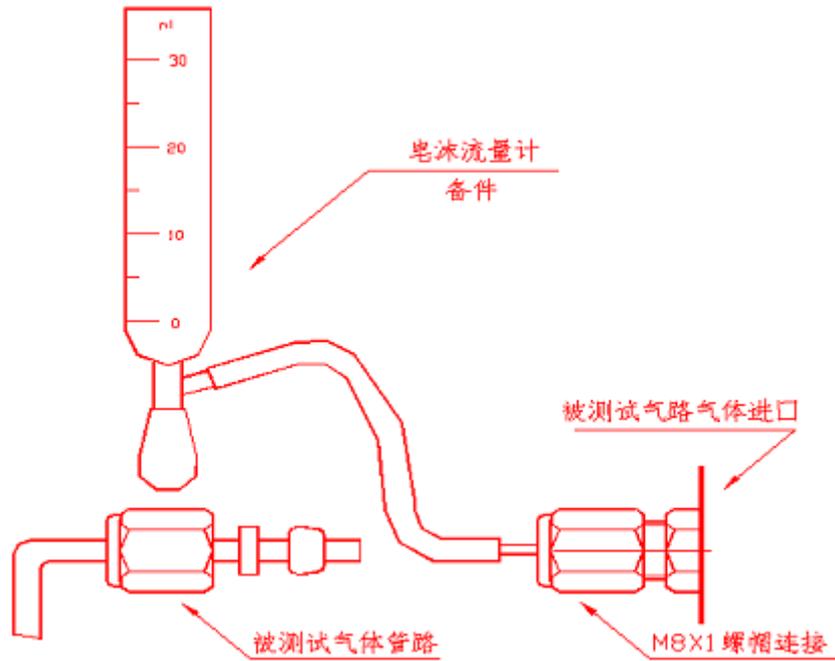


图 12.10 流量测量示意图

当对仪器气路控制系统有特殊要求时，可以用皂沫流量计重新校准气体流速。其气路连接方法如图 12.10。将皂膜流量计内装入发泡剂（发泡剂的配制可以用白猫洗涤剂配制，方法同检漏液。），并接到所需测量的检测器上。为了减小测量误差，测量空气路的气体流量时，应选用较大的皂膜流量计。通入气体后用仪器的秒表功能测量皂膜由 0 点到 10 所经过的时间，以 ml/min 计算气体流量。为了避免污染气路，一定要注意流量计内部皂液的使用高度，以防止皂膜溶液从流量计流入气路。

## 12.9 装柱

### 注意

加热后，即使柱恒温箱及色谱柱冷却了，注样器、检测器的接头仍然有一定的温度，操作时要戴隔热手套或采取一定的保护措施，以免烫伤；

装柱过程中一定要关掉“加热”开关，以免柱箱鼓风吹起碎屑飞入眼睛；

装配好色谱柱以后，应将柱恒温箱内的所有多余物品清理干净，并擦除柱箱表面的污物；

通入氢气应立即点火，以免气体存积产生危险。

在气相色谱中，样品的分离过程是在色谱柱中进行的。因此，色谱柱的填充质量和柱效率对仪器来讲是十分关键的。色谱柱的分离效能主要取决于柱中固定相的选择和填充工艺。同时色谱柱的种类，柱管的材料、形状、尺寸、安装、密封、活化处理都对样品的分离检测有很大的影响。

仪器所配制的注样器、

检测器接口(色谱柱的入口和出口)位于柱恒温箱的顶部，装有双气路系统或使用 TCD 检测器时，仪器最少要装配两根色谱柱。色谱柱的外观及柱开口尺寸见图 12.11。色谱柱的密封结构及安装方法见图 12.12。连接检测器、色谱柱、注样器的接头为 M10×1 公制螺纹。

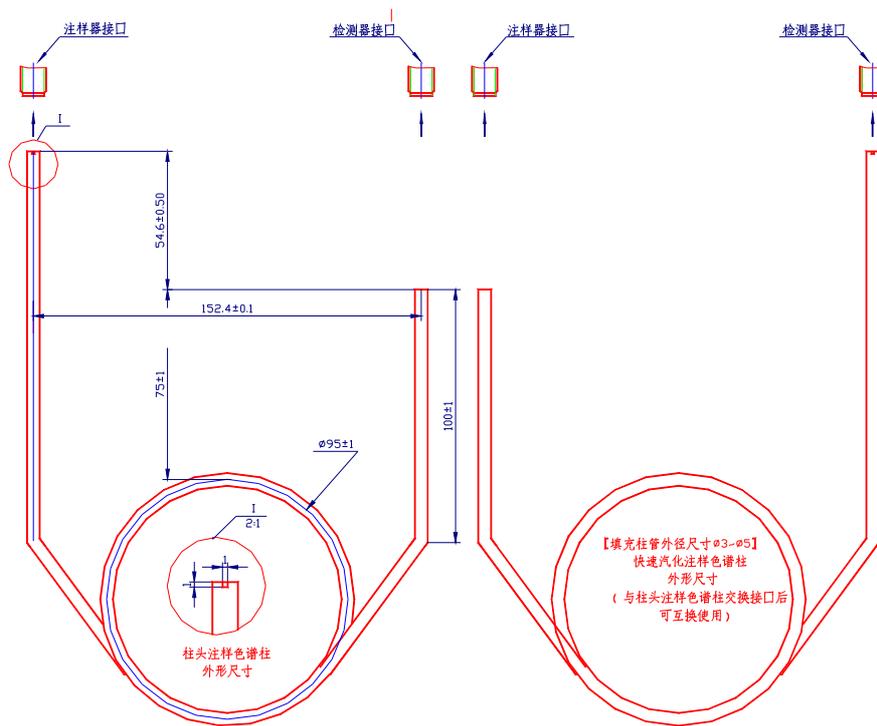


图 12.11 色谱填充柱外观尺寸

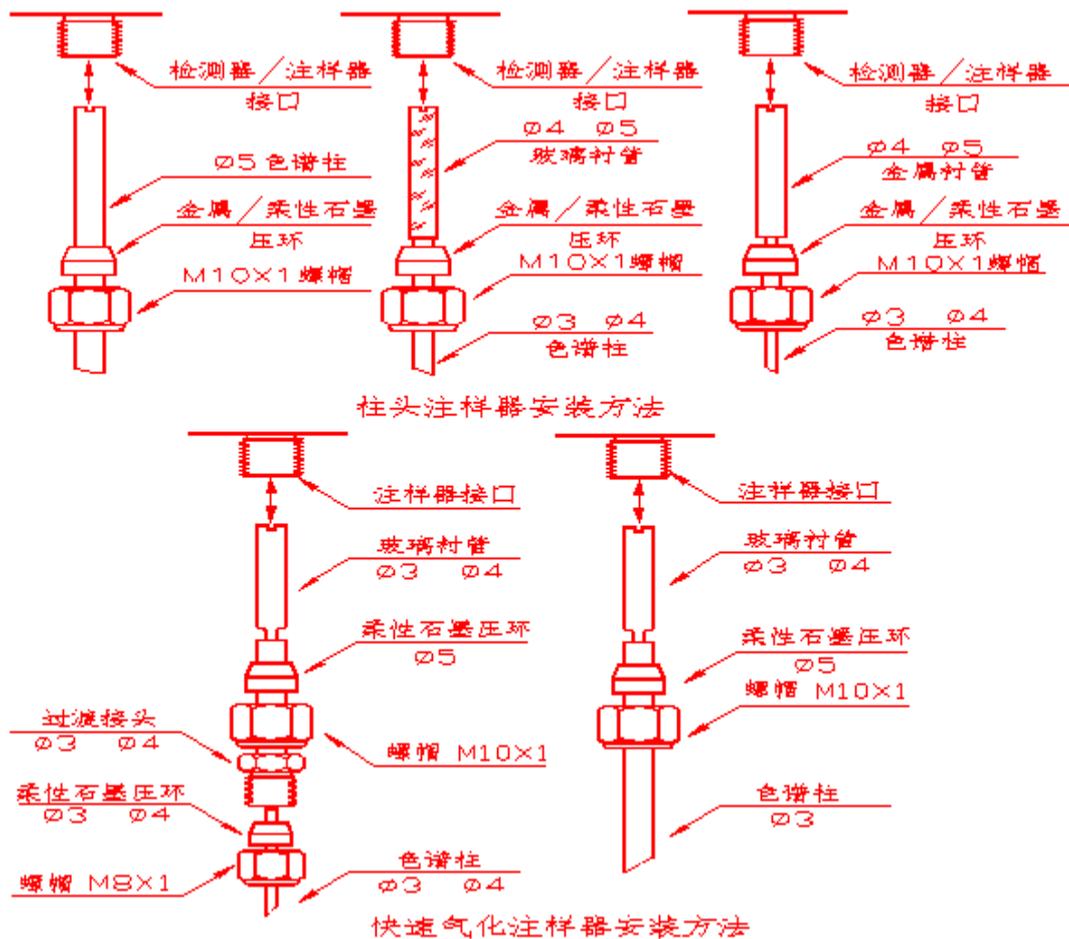


图 12.12 填充色谱柱插件安装

安装色谱柱的顺序如下：

关闭仪器侧板底部的《加热》开关，此时检测器、注样器可保持操作温度；

关闭净化器上的氢气、空气关闭阀，保留载气气体继续流动，以免空气反扩散到气路系统及过滤器；

打开柱箱门(若已经加热应让柱箱内部自然冷却至室温，以免发生烫伤事故。)，新的仪器要先取下注样器、检测器的密封螺帽。

旋下注样器散热帽，并取出进样隔垫，从备件箱中取出金属进样隔垫状堵头，安装到进样隔垫的位置后旋上注样器散热帽。其作用是为了保证色谱柱与隔垫之间的尺寸，以减少死体积。

将活化好的色谱柱或测试柱装上螺帽及密封垫圈后，沿注样器和检测器的内孔一直插到底，其顶部尽量不留有间隙，并旋紧密封螺帽。

重新旋下注样器散热帽，更换进样隔垫。

色谱柱接头处检漏试验。

金属柱一般配用不锈钢螺帽，黄铜或石墨压环。金属压环密封性能比较好，且使用的寿命比

较长，石墨压环使用比较方便易密封，但在装柱时，压紧螺帽不可旋的过紧，以免压环失去密封作用。

玻璃柱一般使用的柱温比较低，配用黄铜的螺帽就可以了。密封压环常采用硅橡胶或石墨材料。装柱时不可用力过猛，若柱子的开口误差太大应更换。如果差的不太多，装配时可以轻轻地松开一点检测器或注样器恒温箱的固定螺钉，待色谱柱装好以后再重新将上述螺钉固定好。装配玻璃柱拧紧密封螺帽要格外小心，不要用扳手拧的太紧，只要能保证密封性就可以了。以免升温或柱管应力变化发生断裂。

## 第十三章 仪器维护保养及常见故障处理

### 13 仪器维护保养及常见故障处理

使用与维护：

- a、每次开机以前，需要检查气路系统的密封性能，以防止漏气事故产生；
- b、仪器点火前应将放大器稳定半小时，并调整好记录仪的零点；
- c、点火时要将放大器的灵敏度调得低一点，放在“3”位置比较合适；
- d、仪器工作时应将检测器机箱盖板盖好，防止温度波动，降低仪器稳定性；
- e、仪器检测器输出信号端不准接地，否则将烧毁元器件；
- f、仪器电源要有良好的接地线，禁止将地线接在自来水管上；
- g、仪器放置不用时应将稳压阀调节到松弛状态（逆时针旋转），以防止弹性元件失效；
- h、仪器长期放置不用时要保持仪器定期给通电；
- i、没有必要的情况下请不要打开仪器侧盖板、后盖板等以防止触电。

故障处理：

序号	现象	可能原因	故障排除
1	仪器不能启动	a、供电电源不通； b、仪器保险丝烧断。	a、检查电源故障原因； b、更换新的保险丝。
2	仪器不能升温且报警	a、“加热”开关未打开； b、加热保险丝烧断。	a、打开“加热”开关； b、更换新的保险丝。
3	仪器个别加热区不能升温且报警	a、加热丝（棒）断路； b、测温铂电阻断路； c、控温电路故障。	a、检查、更换； b、检查、更换； c、检修或更换控温线路板。
4	检测器高温灵敏操作噪声大	a、使用的气体纯度低； b、检测器零件被污染。	a、更换纯度高的气体； b、清洗检测器。
5	检测器基线不稳定。	a、柱流失； b、柱连接漏气； c、检测器系统有冷凝物污染。	a、重新活化或更换色谱柱； b、重新检漏； c、适当提高检测器、注样器温度，提高载气流量吹洗仪器2小时。

6	检测器响应小、 或没有响应。	a、检测器灭火； b、气体配比不当； c、色谱柱阻力太大，载气 不通。 d、火焰喷嘴有异物堵住。	a、重新点火； b、重新调整气体比例； c、更换色谱柱。 d、疏通或更换喷嘴。
7	检测器不能点火	a、空气流量太大； b、氢气流量太小； c、点火枪电源不足无放电 现象； d、气路不通。	a、适当降低空气流量； b、适当加大氢气流量； c、更换点火枪电池； d、疏通气路。
8	峰形变宽	a、载气流量小； b、柱温低； c、注样器、检测器温度低； d、系统死体积大。	a、适当增加载气流量； b、适当提高柱温； c、适当提高温度； d、检查色谱柱安装。
9	出现反常峰形	a、隔垫污染或漏气； b、样品分解； c、检测器有污染物质； d、柱污染。	a、更换或活化隔垫； b、适当改变分析条件； c、清洗检测器； d、更换或活化色谱柱。

### 《附录 1》 报警代码

- 1、代码：00  
显示：无  
处理：加热区系统正常工作
- 2、代码：11  
显示：柱箱：铂电阻短路  
处理：请查柱箱铂电阻引线
- 3、代码：21  
显示：热导池：铂电阻短路  
处理：请查 TCD 检测器铂电阻引线
- 4、代码：31  
显示：检测器：铂电阻短路  
处理：请查检测器铂电阻引线
- 5、代码：41  
显示：进样器 1：铂电阻短路

- 处理： 请查进样器铂电阻引线
- 6、代码： 51  
显示： 进样器 2： 铂电阻短路  
处理： 请查辅助 1 铂电阻引线
- 7、代码： 61  
显示： 辅助炉： 铂电阻短路  
处理： 请查辅助 2 铂电阻引线
- 8、代码： 12  
显示： 柱箱： 铂电阻开路  
处理： 请查柱箱铂电阻
- 9、代码： 22  
显示： 热导池： 铂电阻开路  
处理： 请查 TCD 检测器铂电阻
- 10、代码： 32  
显示： 检测器： 铂电阻开路  
处理： 请查检测器铂电阻
- 11、代码： 42  
显示： 进样器 1： 铂电阻开路  
处理： 请查进样器铂电阻
- 12、代码： 52  
显示： 进样器 2： 铂电阻开路  
处理： 请查辅助 1 铂电阻
- 13、代码： 62  
显示： 辅助炉： 铂电阻开路  
处理： 请查辅助 2 铂电阻
- 14、代码： 13  
显示： 柱箱： 超过设定的最高温度  
处理： 请检查柱箱温度设置是否正确及加热区是否失控
- 15、代码： 23  
显示： 热导池： 超过设定的最高温度  
处理： 请检查 TCD 检测器温度设置是否正确及加热区是否失控
- 16、代码： 33  
显示： 检测器： 超过设定的最高温度  
处理： 请检查检测器温度设置是否正确及加热区是否失控
- 17、代码： 43  
显示： 进样器 1： 超过设定的最高温度  
处理： 请检查进样器温度设置是否正确及加热区是否失控
- 18、代码： 53  
显示： 进样器 2： 超过设定的最高温度  
处理： 请检查辅助 1 温度设置是否正确及加热区是否失控
- 19、代码： 63  
显示： 辅助炉： 超过设定的最高温度  
处理： 请检查辅助 2 温度设置是否正确及加热区是否失控

- 20、代码：14  
显示：柱箱：加热失败  
处理：请检查柱箱电热丝和铂电阻引线
- 21、代码：24  
显示：热导池：加热失败  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 22、代码：34  
显示：检测器：加热失败  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 23、代码：44  
显示：进样器 1：加热失败  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 24、代码：54  
显示：进样器 2：加热失败  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 25、代码：64  
显示：辅助炉：加热失败  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 26、代码：15  
显示：柱箱：温度异常  
处理：请检查柱箱电热丝和铂电阻引线
- 27、代码：25  
显示：热导池：温度异常  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 28、代码：35  
显示：检测器：加热区温度异常  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 29、代码：45  
显示：进样器 1：加热区温度异常  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 30、代码：55  
显示：进样器 2：加热区温度异常  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 31、代码：65  
显示：辅助炉：加热区温度异常  
处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线
- 32、代码：16  
显示：柱箱：门被打开  
处理：请关闭柱箱门
- 32、代码：17  
显示：后开门：定位失败  
处理：请检查后开门连线

说明：故障排除后，要用清除键关闭报警，如不关闭，此后将每隔一分钟报警三声。多个报警（例：显示 2/2 则表示有两个报警）可以用上下键查看。

## 产品说明书的使用范围及仪器操作注意事项

### 13.1 说明：

本说明书为 GC-9710 系列气相色谱仪的基型仪器安装使用指导书，重点介绍了主机和各类检测器。本说明书还重点介绍了有关气相色谱仪器实验室的准备、外气路的连接、仪器基本结构、启动及验收、重点部件等内容。对可能危及人身安全的特定情况或不当操作以“注意”的形式加以提示，并在有关章节简要地说明应注意的内容并提示了安全保障措施。愿本说明书能够对您顺利的启动仪器提供帮助。

### 13.2 注意事项：

#### 防止电事故：

- 1、拆掉仪器某些盖板部件时可能使一些电器部位暴露出来，在这些面板上一般都有危险的标志。在拆掉面板之前，一定要注意先拔掉电源插头。
- 2、为适合安装现场的电源接线而需要更换电源插头时，应注意要符合本说明书的规格并保证电源极性。
- 3、更换电源保险丝时要符合其要求，其规格在面板或本说明书中均可查到。仪器电源引线绝缘层若发生破损应及时更换，以免发生电源短路事故。
- 4、仪器更换电源接线位置时要检查供电电网的电压值、极性、功率等，只有证明其符合要求时方可接入仪器。

#### 防止烫伤：

仪器运行中其加热区温度较高，在关机以后其加热区的受热部位会在一定的时间内保持一定的温度。为防止烫伤应避免与其接触，若需更换部件时一定要待仪器温度降低以后，或使用隔热手套或其它隔热保护层才能与其接触。

#### 气 瓶：

- 1、应遵守有关的气瓶运输、储存、管理和安全使用规则。
- 2、存放气瓶要远离热源和明火并通风良好的地点，气瓶直立状态时要有牢固的固定支架，处于工作状态时不要移动。
- 3、所用气瓶应有清楚的标记，以免安装错位使仪器不能正常工作或发生危险。
- 4、气瓶与仪器间的连接气路要保持清洁，管路的耐压强度要大于减压阀的最高输出压力，减压阀和气路部份需要用户严格检漏后方可投入使用。

#### 安全措施

- 1、气路系统要定期进行密封性检查。
- 2、气路布置要合理，气瓶间不要与仪器相隔得太远，若气路太长或弯曲会增加气体的阻力易发生泄漏现象。
- 3、仪器使用的样品量是很少的一般不会产生空气污染，特别是使用质量型的检测器时，样品经火焰燃烧后排放。所以一般不需要采用专门的通风设备。但使用浓度型检测器分析有害物质时，仪器只对样品进行分离而未破坏样品的组份。此时需要使用管路将仪器放空气体从仪器的放空口排至室外。

- 1 4、常用的有机溶剂存放要远离仪器，应储存在防火的通风柜中，对有毒和易燃物品应有明显标志。