

# GC-7890 系列气相色谱仪

## 使用说明书



## 前 言

- (a) 首先十分感谢您购买并使用本公司生产制造的 7890 系列气相色谱仪。
- (b) 本说明书对 7890 系列气相色谱仪的操作和使用方法进行了介绍,请用户在操作使用仪器之前仔细阅读并充分理解,正确地操作使用仪器。
- (c) 7890 系列气相色谱仪在生产制造过程中所使用的材料均符合环境保护标准,但是在使用过程中涉及到的某些气体、样品若处置不当可能造成人体伤害或环境污染。请用户参照本说明书的有关介绍并遵守当地有关的法律法规,正确地使用、保管、处理可能造成人体伤害或环境污染的气体、样品等物品。
- (d) 本说明书的著作权和解释权属于上海天美科学仪器有限公司。禁止私自将本说明书的一部分或全部复印、出版。本说明书可能在未经通知的情况下进行修改。
- (e) 本说明书的版本号为 V2.08。

## 目 录

安全注意事项	5
第一章 安装准备	6
1.1 安装条件的准备	6
1.2 电器条件细则	8
1.3 接地	10
第二章 气路连接	12
2.1 气体净化器的介绍	12
2.2 气路管道的连接方法	12
2.3 气路连接示意图	14
第三章 仪器概述与主要指标	16
3.1 气相色谱原理简介	16
3.2 仪器概述	17
3.3 温控指标	18
3.4 检测器技术指标	19
第四章 色谱柱的安装	20
4.1 安装填充色谱柱	20
4.2 安装毛细管色谱柱	29
第五章 进样器	39
5.1 进样器概述	39
5.2 填充柱进样器	40
5.3 气体进样器	42
5.4 毛细管柱不分流进样附件	45
5.5 毛细管柱分流进样器	46
5.6 毛细管柱进样器的流量设置	47
第六章 气路控制系统	50
6.1 气路控制系统概述	50
6.2 7890F、7890N、7890FP 气路系统面板(填充柱进样器)	51
6.3 7890F、7890N、7890FP 气路系统面板(分流进样器)	52
6.4 7890T、7890E 气路系统面板(填充柱进样器)	53
6.5 填充柱进样器、FID(NPD、FPD)气路系统	54
6.6 分流进样器、FID(NPD、FPD)气路系统	55
6.7 双填充柱进样器、TCD(双流路)气路系统	56
6.8 填充柱进样器、TCD(单流路)气路系统	57
6.9 填充柱进样器、ECD 气路系统	58
6.10 分流进样器、ECD 气路系统	59

第七章 微机控制部分 .....	60
7.1 微机控制部分概述 .....	60
7.2 微机控制部分面板 .....	61
7.3 微机控制部分面板的键盘功能 .....	62
7.4 柱箱恒温的设置 .....	64
7.5 柱箱程序升温的设置 .....	65
7.6 进样器温度的设置 .....	68
7.7 检测器温度的设置 .....	69
7.8 其他功能 .....	70
第八章 检测器 .....	71
8.1 检测器概述 .....	71
8.2 氢火焰离子化检测器(FID).....	71
8.3 热导检测器(TCD).....	77
8.4 电子捕获检测器(ECD).....	81
8.5 氮磷检测器(NPD).....	87
8.6 火焰光度检测器(FPD).....	96
第九章 仪器的保养 .....	103
9.1 清洗与老化 .....	103
9.2 故障排除 .....	105

## 安全注意事项

### ▲氢气使用的安全注意事项

使用氢气时，需特别小心。为了防止事故，请严格遵守下述规章：

1. 气路连接应正确无误。不可将氢气管道接到仪器的空气入口处，否则氢气将大量泄漏，造成危险。
2. 仪器不用时，必须将氢气气源（气瓶或发生器）的总阀关闭，同时要始终保证氢气气源本身无泄漏。
3. 任何时候都要注意检查整个氢气气路的密封性，避免出现漏气现象。
4. 为防止氢气泄漏引起的爆炸事故，放置仪器的房间必须通风良好，并遵守消防条例的规定。
5. 实验完毕后，请首先关闭氢气气源的总阀，然后再进行其它关机操作。

### ▲紧急情况下的关机步骤

当出现紧急情况而需立即关机时，请按下述步骤操作：

1. 关闭 7890 系列气相色谱仪主机电源开关（开关扳至 OFF）。
2. 关闭所有辅助设备的电源开关（开关扳至 OFF）。
3. 将所有的气体的气源总阀关闭。
4. 拔下仪器电源插头。

紧急情况排除后，重新开启仪器，请参照有关“注意”事项。如果需要，请与所在地的天美公司办事处或指定代理商取得联系。

### ▲安全注意事项

本气相色谱仪是用于定性和定量分析的分析仪器。为了保证仪器的操作安全，请遵守下列注意事项。

1. 严格遵守本说明书所列出的操作步骤、警告和注意事项。
2. 请按照仪器的设计用途使用仪器。请不要自行拆卸或改装仪器。
3. 仪器的维修，请与所在地的天美公司办事处或代理商联系。

### ▲注意高热空气

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

### ▲注意高压危险

卸取仪器后盖板之前，必须切断仪器电源。此项工作最好由天美公司的专业维修人员进行。

## 第一章 安装准备

### 1.1 安装条件的准备

#### 1.1.1 环境条件

7890 系列气相色谱仪应该在温度和相对湿度分别为 5~35℃和 0~85%的范围内使用。推荐在人们感到舒适的环境下使用（适当的恒温、恒湿条件）。这样，仪器才能发挥最佳的性能，仪器的使用寿命也最长。

如果将仪器暴露在腐蚀性物质（不管是气体、液体还是固体）中，可能会损坏仪器的材料和零部件，降低仪器的使用寿命，所以应该避免。

安装仪器的房间应当装有排风扇，保证室内空气的流通。

#### 1.2.1 安装地点

安装 7890 系列气相色谱仪，需要一张安放仪器的工作台，台面长 120cm，宽 71cm，至少能够承受 60kg 的重量，试验台必须水平、稳固。此外，为了方便柱温箱中的高热空气排放，在 7890 II 气相色谱仪与墙面之间应留出至少 30cm 的空间，并且不应堆放物品。工作台与墙面之间应留有 30—40cm 的通道，便于安装、保养、或检修仪器。

7890 系列气相色谱仪的高度为 49cm。仪器上方不可放置、悬挂任何其它的物品、搁板等。若有阻挡物，会影响仪器顶部的散热，妨碍仪器的正常使用。

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

#### 1.1.3 电源线

为了防止出现安全事故，7890 系列气相色谱仪按照国际电工技术协会的要求，使用三芯电源线，面板和机壳均与三芯电源线中的接地端连接。因此向 7890 系列气相色谱仪供电，也应该使用三相电源插座，并且必须三相电源插座应按照有关规定，将接地端进行良好的接地。

#### 1.1.4 气源要求

某些气体供应商能提供“仪表纯”或“色谱纯”级的气体（其名称因不同供应商而异），这些气体都可用作色谱的专用气体，但是应指定纯度级别。

为了获得最佳的色谱性能，我们推荐如下的纯度值。

##### 1.1.4.1 载气和毛细管柱尾吹气的纯度

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

▲注意：使用电子捕获检测器时，载气的纯度必须大于 99.9995%。

### 1.1.4.2 检测器用辅助气的纯度

H <sub>2</sub>	99.95%
干燥空气	无水、无油

### 1.1.4.3 载气的选择

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

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

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

#### ▲注意：

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

### 1.1.5 净化器

一般来说，我们建议在载气和辅助气的气路上均装上净化器。7890 系列气相色谱仪随仪器附有一套高效气体净化器。气体净化器在使用了一段时间后，应将气体净化器内的分子筛和硅胶进行活化处理。（活化的温度一般为 260℃ 左右，活化时间不少于六小时。）

### 1.1.6 脱氧管

痕量氧气也会使 ECD 检测器的性能下降。氧气也会损害色谱柱，尤其是毛细管色谱柱。在净化器的气体出口（载气）和仪器的气体入口接头之间可以装一个脱氧管，以去掉痕量的氧气，提高 ECD 检测器的性能，保证 ECD 检测器的正常工作。7890 系列气相色谱仪如果配置 ECD 检测器，随仪器附有一个脱氧管。

## 1.2 电器条件细则

### 1.2.1 引言

一个合格的电器技术员应当能给该系统送上合适的电源。无论是改造现存的电器设备，还是安装全新的设备时都要求如此。

- 估计一下该地区的电力总需要量。
- 装上比较方便的输出线。
- 制订电器安全方面的计划。
- 要保证所有的配线都符合当地的规范。

### 1.2.2 确定电源功率的需求量

算出该地区所需的电量。

▲注意：总电量应该包括原订的设备再加上以后计划扩建时要增加的设备。

### 1.2.3 电压极限

在任何安装仪器的地点，当系统已送电的时候，相线—中线电压都应保持在额定电压的+5% ~ -10% 范围内，电压应从系统的电源输入一侧进行测量。

### 1.2.4 频率极限

允许线路频率极限取决于系统内极限范围最窄的设备（在仪器的电源线输入处测量）。7890 II 气相色谱仪的极限很宽，可在 50Hz 至 60Hz 的范围内操作。

### 1.2.5 谐波数量

仪器馈线的谐波最高总量不得超过 5%（仪器送上电后在仪器的电源输入处测量）。

### 1.2.6 电源的意外情况

在某些地区，仪器系统所用的电源线可能会出现过份的电压下降现象，或出现冲击电压，瞬变电压，断电或其它意外情况，这样，仪器系统的操作就不可靠了。因此，必须对供电的质量进行检查。如果在检查中发现有某些项目不符合系统的要求，即应纠正。

### 1.2.7 电源噪声

7890 系列气相色谱仪的结构设计是能耐受合理的输入线噪声的。但是从其它用电的公用工程来的许多噪声，7890 系列气相色谱仪是无法控制的。这种电噪声的主要来源是来自仪器附近其它较大功率电器的设备，例如电炉，电机、电磁阀，可控硅整流器和 X 光机等。

此外，还可能由于中线的接触不良而引起的“中线——接地噪声”和由于楼层接地不良所引起的“接地——接地”噪声。最大的电线允许噪声为 3V (rms)，从 30Hz 到 50Hz。

可用一台示波器来测量小的“地线——中线”电压，如果电压有畸变偏差，模拟表头上的读数就会失真。一般来说，如果电压低于测量结果就有问题。

### 1.2.8 噪声的消除

如果要消除现有电器设备或将来安装的电器设备的噪声，我们坚持这样的建议，即在主配电盘与仪器分配电盘之间要装一根合格的馈线。要检查中线接触和接地是否良好（请参阅下面“接地”一节）。

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

### 1.2.9 电源干扰

对电源输出产生干扰的输入电源噪声，或干扰系统中的信号线的输入电源噪声，都会使仪器系统的功能失常。这些输入干扰可归纳为冲击、压降和瞬变，现分述于下：

“冲击”和“下跌”是输入电压的正、负值的突然变化，其延续时间在 5 毫秒之间。一般来说“冲击”和“下跌”都不应超过正常额定线电压的±15% 左右，而且在 17 毫秒（60Hz）和 20 毫秒（50Hz）之内恢复到稳定态。“电源电压瞬变”是输入电压的正负值发生突然变化，其延续时间在 1 毫秒和 5 毫秒之间。如果这种瞬变时间大于额定电压的 20%（取决它的能量），就会使仪器的功能失常。

在监测输入电质量的好坏和评价干扰的特性时，有一台电源输入干扰监测仪是很有用的。因为电源线的干扰可能会每小时、每天和每星期都发生，所以该监测器应至少接上一个星期。也不要吧所测得的结果当成绝对值，因为季节的变化，其干扰值也会不同。

试验方法是，使用 0.5 微秒上升时间，10 微秒脉冲持续时间的尖峰信号，其幅度为电源电压的两倍。

### 1.2.10 电源处理设备

如果在装上专用的馈线和接地后，仍有瞬变现象，那么就应安装能降低输入电源线干扰的设备了。能完成这一任务的装置基本上有四种：

1. 隔离变压器
2. 电源电压调节器
3. 电动机—发电机设备
4. 不受干扰的供电系统

线路调节设备的功率必须满足现在和将来的需要。建议的最低额定值为 5KVA，这样既可满足现在的要求，也可满足将来扩建的要求

## 1.3 接地

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

### 1.3.1 安全接地

各种标准一般都要求给电器设备安装安全导体。标准中一般都有这样的要求：每根火线回线（中线）都要伴随一个安全导体。安全导体的大小必须与火线的大小一样。

一般来说，安全标准都要求把安全导体接到操作人员可能会碰到的电器设备的导电表面上，或由于电器事故可能激励起来的导电表面。在正常操作情况下，这根线不应带返回的交流电。如果仪器的框架未接地，如果火线偶然碰到框架上，该框架上的电压很可能会达到一定的危害程度。

把安全地线接到仪器的底盘上即可避免触电的危险，因为这样就形成一个极低阻抗回路，会使电路的闸刀跳闸或保险丝烧断。每台仪器产品中都有安全接地装置，只要把仪器接到有地线的接头上，或将仪器中的接地环按用户所提出的规格接到地线上，这个回路就算完成了。

如下所述，仪器中的安全地线通常是通过绝缘的接地装置接在建筑物的导管上，这样，反过来又使分电路的配电接地。在任何情况下都必须符合当地的和国家的规范。

安全地线必须正确接在总配电接地母线的端子上。一般都应当懂得，从任何负载返回总接地母线的地线阻抗必须小于 11 欧姆。

### 1.3.2 无噪声接地

为了使 7890 系列气相色谱仪运行情况良好，我们坚持建议采用无噪声接地装置。这种接地也称作“绝缘接地”，因为它是与建筑物中的其它电器接地装置分开的。当把 7890 系列气相色谱仪和其它仪器连接起来时，使用“绝缘接地”将有助于保持系统的可靠性。

在大多数情况下，普通的接地是不能满足要求的，因为该种接地方式不可能不带进一点接地不良所引起的噪声。噪声还可能来自射频播音器，这根地线还可能带有一般稳定的电流。

典型的容易产生噪声的接地情况如下：

1. 导管
2. 房顶和建筑物的横梁
3. 自来水管
4. 提升地板的支撑结构。
5. 煤气管或取暖管道

把地线接到这些管子是大多数消防规范所不容许的，也很容易受到由于接地不良所产生的建筑物噪声的影响，同时，由于天线的干扰，它们还会接收到电频的干扰。

可以接地的东西如下，（应和当地电器检查部门商量，选用当地可以接受的接地方法）：

1. 用一根尺寸合适的电线接到楼房的总管线上或接到总导管的入地处。
2. 把接地用的长钉子打进潮湿的土层里（1 米左右），并接到入地处。
3. 也可以接到其它可靠的入地处。

绝缘的地线必须牢固地接在装置上。不要用夹子把地线夹在管子或接地柱上。也不要使用其它会使接头松动的方法来连接。接头必须用铜焊或锡焊，尽可能减小接地接头处绝缘电阻的下降。如果按装得不合适，在接头处就可以量到电阻，再加上地线上的电阻就会使绝缘的接地装置上产生我们所不希望的电势。在安装地线的时候要预防它偶然和其它地线接触这会给绝缘带来不良的影响。绝缘线必须接在配电盘的绝缘母线上，再从配电盘上通过接头和电源地线分别接到仪器系统的各个

单元上。绝缘母线可由配电盘上的接地板构成。

所用的电线尺寸应使最远一点到主配电盘接地处的接地电阻最低。请与当地的电器检查部门商量所用的电线规格。

当多层建筑物中安装了电网处理装置时，应把电网处理装置的外壳与建筑物结构中的钢筋接起来，这样才能减少接地噪声。地线的一端应接到线路处理装置的外壳上，另一端应焊接在最近的楼房竖梁钢筋上。把地线接到建筑物的钢筋上比把地线接到地下室单独的接地柱上要好。

### 1.3.3 中线—地线连接质量的测定

市场上可以买到几种专门用于测定接地系统质量的设备。这些设备包括接地检测仪，用来引导地线中的电流，然后进行测试，并能指示接地的质量（显示灯或以欧姆表示的刻度）。还有一种是地线测试仪，用来测定接地系统的电阻。

如果接地阻抗太高，应对几个项目进行检查。如果没有装电网处理设备，也没有指定的接地装置就应检查一下建筑物总配电盘上中线—地线（N—G）的连接是否良好，如果已装了线路处理设备，也应再一次检查线路处理装置上的N—G接点。如果当时的N—G接头装的地方不合适应移装到合适的位置上，因为装的位置不合适，接地导线上就可能产生不希望有的电流。

应检查一下接地导线的连接是否良好。如果接地导线的尺寸小于电路上的导线，或者接地导线没有绝缘，我们建议换成一根尺寸与电路中导线相同的绝缘导线。

### 1.3.4 电负荷的平衡

使用三相和分流相系统的电负荷平衡是很重要的，因为：

1. 能减少外部电压降和电压改动对单独变压器带动的设备所产生的不利影响。
2. 能提高绝缘变压器的性能。
3. 延长变压器的使用寿命。

不平衡的负荷会在中线和地线之间产生电压差。测量这个电压就可知道负荷是否平衡。在平衡负荷时，要使用一只夹式安培计。首先应量一下每相的电流，然后从仪器系统配电盘上拆下动力线，再重新安排负荷，然后再测量一次。要反复这个程序，直至中线电流降至最低值为止。

测量中线与地线之间的电压差也可用来证明负荷是否平衡。给仪器送上电后，用一台示波器来测量仪器电源输入端子上中线和地线之间的电压差。地线夹子探针的连接越短越好。把电源线从系统配电盘上拿下来，重新安排负荷，然后再反复测量。反复进行这个程序，直至中线—地线的电压降至最低值为止。

在平衡其它馈线的负荷时，中线—地线电压可能会进一步降下来，或者在加大馈线的尺寸时，它也会降下来。如果系统配电盘上的中线—地线电压太高，就从总配电盘中挂出一条专用馈线。

## 第二章 气路连接

### 2.1 气体净化器的介绍

7890 系列气相色谱仪随机附件中有一个高效气体净化器，能为用户过滤、净化气相色谱仪所用的各种气体，保证仪器能够正常的工作。该高效气体净化器有三个气体管道，载气管道有两个净化管、氢气管道和空气管道各有一个净化管，能同时过滤、净化三种气体，有时亦可将几个管道串联以进一步提高净化效果。

使用电子捕获检测器时，净化器后还应加装一根高效脱氧管以剔除载气中痕量的氧气。

载气管道的两个净化管，一个净化管内为分子筛，用来过滤气体中的杂质；另一个净化管内为硅胶，用来过滤气体中的水份。

氢气管道和空气管道两个净化管内均为硅胶，也是为了过滤气体中的水份。

当净化器使用一个月后，要进行一次活化。活化时应把分子筛、硅胶分别倒入两个干净、耐高温的容器内，在烘箱内 260℃ 温度下，烘烤不少于 6 小时，取出冷却 2 小时后，再按原样装入净化管中。这样高效气体净化器又可以重新使用了。

### 2.2 气路管道的连接方法

7890 系列气相色谱仪的外部气路管道，采用外径  $\Phi 3 \times 0.5$ （壁厚）的聚乙烯管， $\Phi 2 \times 0.5$  不锈钢衬管、磷铜圈（铜碗）、O 型圈 2 个，M8×1 螺纹密封螺母、M8×1 螺纹接头来进行连接。

连接方法如图 2—1 所示。

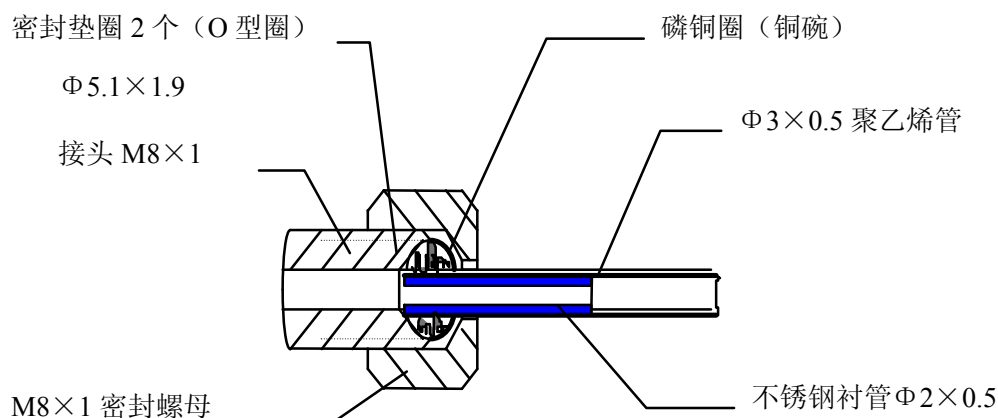


图 2—1 聚乙烯管气路连接示意图

7890 系列气相色谱仪的外部气路管道，亦可采用  $\Phi 3 \times 0.5$  外径的不锈钢管或紫铜管、密封磷铜圈（铜碗）、O 型圈 2 个，M8 $\times$ 1 螺纹密封螺母、M8 $\times$ 1 螺纹接头来进行连接。  
连接方法如图 2—2 所示。

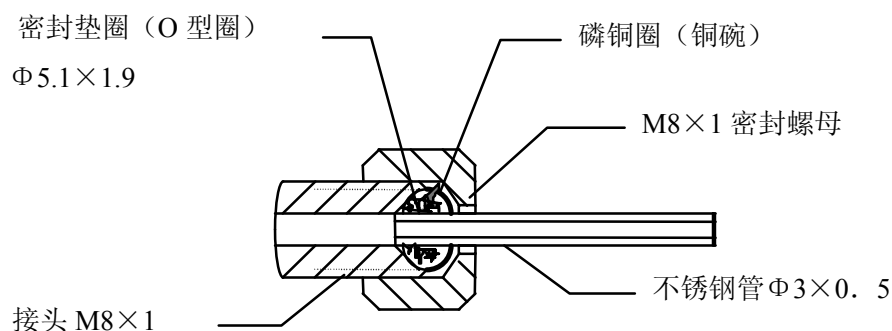


图 2—2 金属管气路管道连接示意图

连接步骤如下所述（以连接气源钢瓶与气体净化器为例）：

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

▲注意：

1. 输入到 7890 系列气相色谱仪的压力必须在 0.343Mpa—0.392Mpa 范围内（相当于  $3.5\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ ）。
2. 空气输入到 7890 系列气相色谱仪的压力必须在 0.294Mpa—0.392Mpa 范围内（相当于  $3\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ ）。
3. 氢气输入到 7890 系列气相色谱仪的压力必须在 0.196Mpa—0.392Mpa 范围内（相当于  $2\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ ）。
4. 如果使用氢气为载气时，输入到 7890 系列气相色谱仪的载气入口压力应为 0.343Mpa（相当于  $3.5\text{kg}/\text{cm}^2$ ）。

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

## 2.3 气路连接示意图

### 2.3.1 7890F、7890N、7890FP 气路连接图

7890F、7890N、7890FP 的外部气路连接如图 2—3 所示。

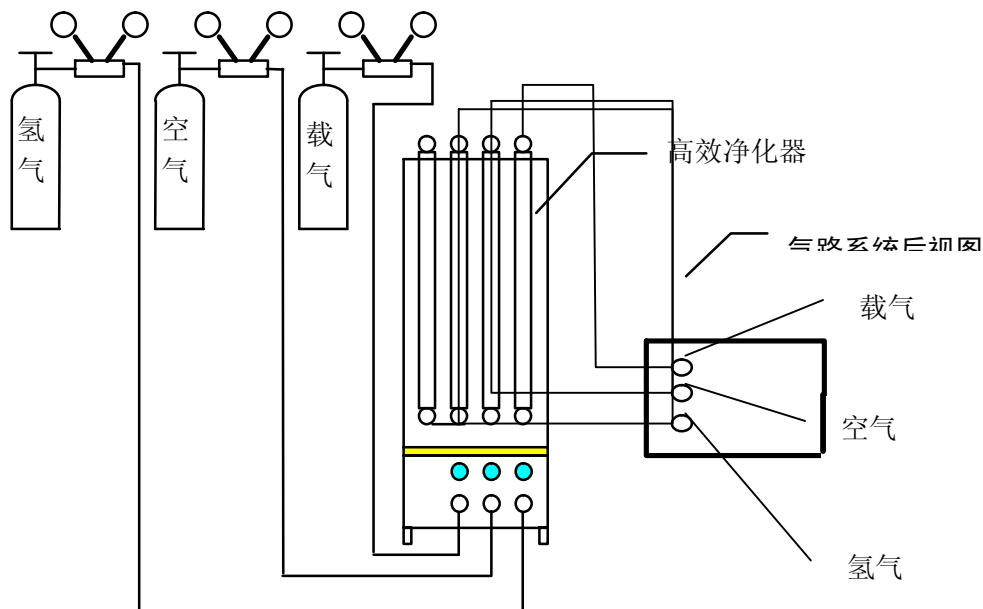


图 2—3 7890F、7890N、7890FP 外气路连接示意图

▲注意：

1. 连接 7890F、7890N、7890FP 的外部气路时，不可将氢气管道与载气、空气管道接错，否则可能造成危险。
2. 气路未连接好之前，请不要打开气源总阀。
3. 气路连接好之后，请打开气源总阀，进行探漏检查。

### 2.3.2 7890T、7890E 气路连接图

7890T、7890E 的外部气路连接如图 2—4 所示（7890T 的外部气路无高效脱氧管）。

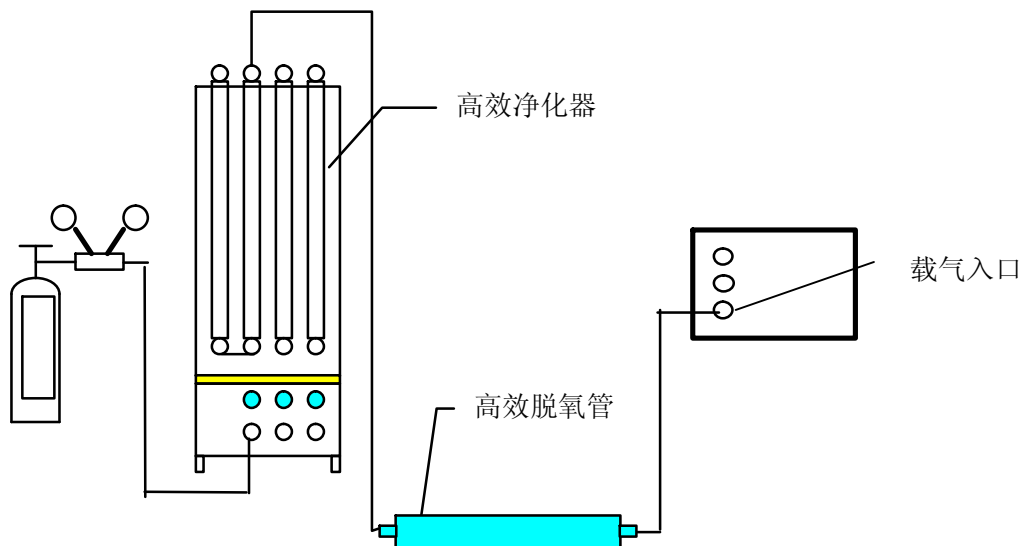


图 2—4 7890T、7890E 外气路连接示意图

▲注意：

1. 7890T 的外气路中没有高效脱氧管。
2. 以氢气作为 TCD 检测器的载气时，可将氢气气源的输出管道接到气体净化器的载气管道输入接头上。
3. 未作好 7890E 的高效脱氧管的安装准备时，请不要拧下高效脱氧管两端的闷头。
4. 安装 7890E 的高效脱氧管时，应在载气气源开启的状态下，先连接高效脱氧管的输入端，再连接高效脱氧管的输出端。
5. 安装 7890E 的高效脱氧管时，动作应尽量快，减少外部空气中的氧气对高效脱氧管的污染。
6. 气路连接好之后，请打开气源总阀，进行探漏检查。

## 第三章 仪器概述与技术指标

### 3.1 气相色谱原理简介

气相色谱仪是一种多组分混合物的分离、分析工具，它主要利用物质的物理性质对混合物进行分离，测定混合物的各个组分，并对混合物中的各个组分进行定性、定量分析。

最早色谱法被应用于分离植物的叶绿素。将植物的石油醚抽取液倒入一根装有粉状碳酸钙吸附剂的玻璃柱管内，再加入纯的石油醚，任其自由流下，结果在柱管中出现了不同颜色的谱带，因而有了“色谱”之名。后来这种方法逐渐被应用于无色物质的分离。在色谱分析中用的“色谱”名称并没有颜色特殊含意，但是“色谱”这个名称还是保留了下来，沿用到现在。

由于该分析方法有分离效能高、分析速度快、样品用量少等特点，因此目前已广泛地应用于石油化工、生物化学、医药卫生、卫生检疫、食品检验、环境保护、食品工业、医疗临床等部门。气相色谱法在这些领域中解决了工业生产的中间体和工业产品的质量检验、科学研究、公害检测、生产控制等等问题。

气相色谱仪是以气体作为流动相（载气）。当样品被送入进样器后由载气携带进入填充色谱柱或毛细管色谱柱。由于样品中各个组份在色谱柱中的流动相（气相）和固定相（液相或固相）之间分配或吸附系数的差异。在载气的冲洗下，各个组份在两相间作反复多次分配，使各个组份在色谱柱中得到分离，然后由接在色谱柱后的检测器根据组份的物理化学特性，将各个组份按顺序检测出来。最后由二次仪表（如记录仪、积分仪、色谱工作站等）将各个组份的检测结果以图形方式记录下来，积分仪或色谱工作站还可以直接打印包括各个组份检测结果数据的分析报告。

7890 系列气相色谱仪就是根据上述原理制造的分析仪器。

气相色谱广泛用于气体和易挥发的液体物质和固体样品的定量分析工作。易于挥发的有机物，一般可以直接进样分析。对于那些挥发性低和易分解的物质，则需制成挥发性大和稳定性好的衍生物后才能分析。

气相色谱法除了用于一般的定性和定量分析之外，在其它方面也得到了越来越多的应用。

例如：物性资料的测定、生产过程的控制、超纯试剂的制备等等。

## 3.2 仪器概述

7890 系列气相色谱仪由柱箱、进样器、检测器、气路控制系统和微机控制系统组成。具有大容积柱箱，安装色谱柱时，操作方便。采用优质风叶，柱箱内的温度梯度很小。

7890 系列气相色谱仪可以配置填充柱进样器，也可以选配分流进样器、不分流进样附件，适合安装各种口径的填充柱和毛细管柱。还可以选配程序升温系统。

7890 系列气相色谱仪可以根据不同的型号配备不同的检测器，如下表所示。由于 7890 系列气相色谱仪是单检测器系列，因此只能安装一种检测器，不能同时安装多个检测器。

仪器型号	配置的检测器
7890F	配置氢焰检测器 (FID)
7890T	配置热导检测器 (TCD)
7890E	配置电子捕获检测器 (ECD)
7890N	配置氮磷检测器 (NPD)
7890FP	配置火焰光度检测器 (FPD)

7890 系列气相色谱仪气路控制系统配备高精度的刻度稳流阀、稳压阀和刻度针形阀，确保流量的准确性和重复性，从而保证了仪器的定性定量的重复性，而且使用方便。载气流量控制部分包括载气稳压阀（出厂时载气稳压阀的输出压力调至 3kg/cm<sup>2</sup>），提供稳定气压的载气输入到载气稳流阀和载气压力表（柱前压力），载气稳流阀为机械刻度式。稳流阀的输出流量可以从相应的刻度～流量曲线表查得。每台 7890 系列气相色谱仪出厂时，均附有一套刻度～流量曲线表，在查表时应注意流量与气体的种类有关。稳压阀的输出气压不可自行调节，否则会影响刻度～流量曲线的有效性。由于刻度～流量曲线的流量指示值具有满量程±0.5%+指示值 0.5%的精度，故可省去转子流量计。如果需要更精确的流量值可以用皂膜流量计测量。载气压力表指示的是柱前压力，所以调节载气稳流阀，载气压力表的指示值也会跟着改变。

7890 系列气相色谱仪的控制系统采用微型计算机对柱箱、进样器、检测器进行实时温度控制，保证了仪器的可靠性和重复性。各种检测器的灵敏度选择、输出信号的衰减大小选择等都由计算机来控制完成。

7890 系列气相色谱仪的微机控制器有一个大型（16×2）双排点阵液晶显示器可以同时显示控制操作对象、设置的参数，实际状态等大量信息，微机控制器有人机对话功能、出错显示功能、电源电压检测功能、秒表和计时功能。

### 3.3 温控指标

#### 3.3.1 柱箱

- 温度控制范围： 室温上 6℃~399℃  
温度控制精度： 在 200℃以内精度为±0.1℃  
                  在 200℃~399℃以内精度为±0.2℃  
程序升温范围： 室温上 6℃~399℃  
程升阶数： 三阶  
程升速率： 0.1℃~39.9℃ (室温上 6℃~200℃)  
              0.1℃~20℃ (≥200℃)

#### 3.3.2 进样器

- 温度控制范围： 室温上 6℃~399℃

#### 3.3.3 检测器

- 氢火焰离子化检测器(FID)、火焰光度检测器 (FPD)、氮磷检测器 (NPD)  
温度控制范围： 室温上 6℃~399℃  
热导池检测器(TCD)  
温度控制范围： 室温上 6℃~399℃  
电子捕获检测器(ECD)  
温度控制范围： 室温上 6℃~350℃

### 3.4 检测器技术指标

#### 3.4.1 氢火焰离子化检测器 (FID)

灵敏度:  $Mt \leq 1 \times 10^{-11} \text{g/s}$  (正十六烷)  
噪音:  $\leq 5 \times 10^{-14} \text{A}$   
漂移:  $\leq 1 \times 10^{-13} \text{A/15min}$   
线性范围:  $\geq 10^6$

#### 3.4.2 热导池检测器 (TCD)

灵敏度:  $S \geq 2500 \text{mV} \cdot \text{ml/mg}$  (正十六烷)  
噪声:  $\leq 20 \mu \text{V}$   
漂移:  $\leq 30 \mu \text{V/15 min}$   
线性范围:  $\geq 10^4$

#### 3.4.3 电子捕获检测器 (ECD)

灵敏度:  $Mt \leq 1 \times 10^{-13} \text{g/s}$  ( $\gamma$ -666)  
噪声:  $\leq 15 \mu \text{V}$   
漂移:  $\leq 30 \mu \text{V/15min}$   
线性范围:  $\geq 5 \times 10^3$   
放射源:  $^{63}\text{Ni}$   
控制方式: 恒流式频率自动控制

#### 3.4.4 火焰光度检测器 (FPD)

灵敏度:  $Mt \leq 5 \times 10^{-11} \text{g/s}$  (对磷 P)  
 $Mt \leq 3 \times 10^{-10} \text{g/s}$  (对硫 S)  
基线噪声:  $\leq 8 \times 10^{-11} \text{A}$

#### 3.4.5 氮磷检测器 (NPD)

灵敏度: N:  $Mt \leq 5 \times 10^{-11} \text{克(氮)/秒}$   
P:  $Mt \leq 5 \times 10^{-12} \text{克(磷)/秒}$   
基线噪音:  $\leq 2 \times 10^{-13} \text{A}$   
基线漂移:  $\leq 4 \times 10^{-13} \text{A/15min}$

## 第四章 色谱柱的安装

### 4.1 安装填充色谱柱

#### 4.1.1 安装填充色谱柱的准备工作

7890 系列气相色谱仪通过使用各种不同的衬管和转接管提供了进样器、色谱柱和检测器的灵活选择。

填充柱在进样器和检测器两处的安装是类似的。将涂好固定液的担体灌入填充柱时，进样器一端应留出足够的一段空柱(至少 50mm)，以防插入的注射器针触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。在检测器一端，也应留出足够的一段空柱(至少 40mm)，以防喷嘴底端触到填在色谱柱内的玻璃纤维或色谱柱填充物。

填充色谱柱两端留空柱如图 4-1 所示。

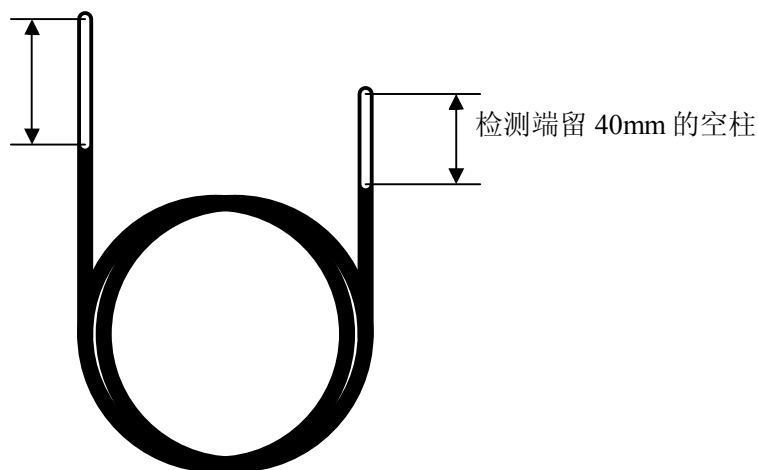
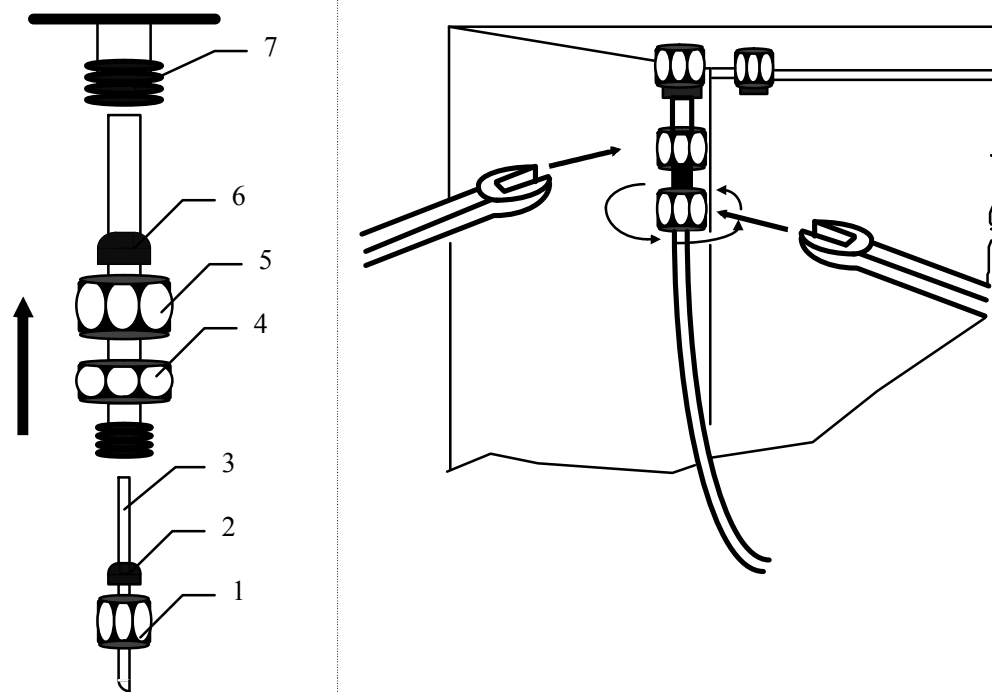


图 4-1 填充柱两端留空柱示意图

#### 4.1.2 $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$ 填充色谱柱与进样器的连接安装

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



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

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

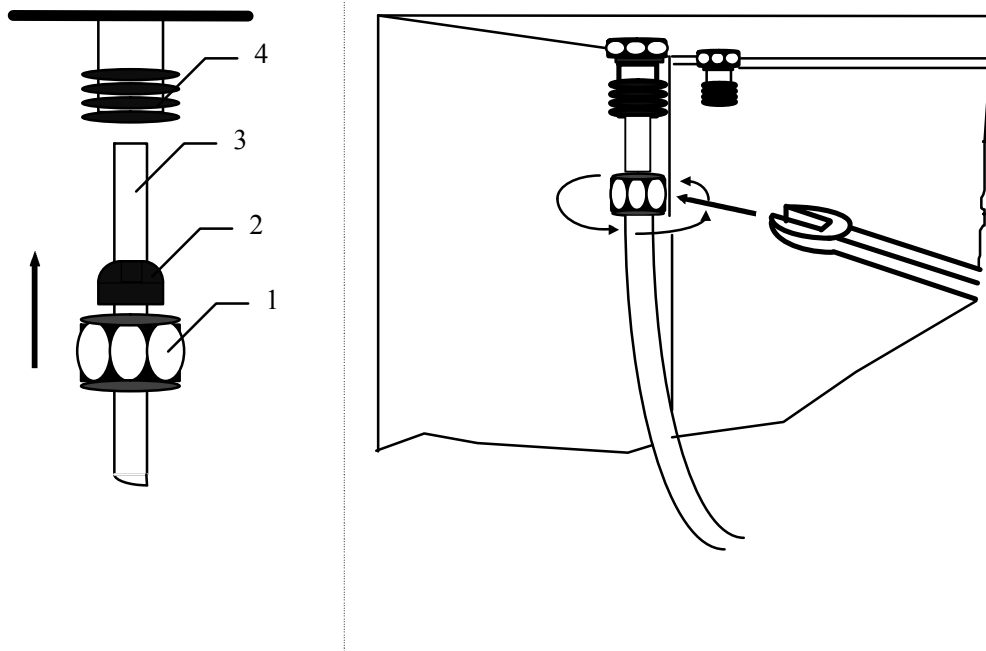
Φ3mm 和 Φ4mm 填充色谱柱与进样器的连接安装步骤如下所述:

1. 将 Φ6mm 柱螺母和 Φ6mm 石墨垫圈装上 Φ3 mm 衬管或 Φ4mm 衬管。
2. 将 Φ3 mm 衬管或 Φ4mm 衬管从进样器的汽化管底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋 Φ6mm 柱螺母直到旋紧为止。
4. 用 17mm 扳手加旋拧紧 Φ6mm 柱螺母。
5. 将 Φ3mm 或 Φ4mm 柱螺母和 Φ3mm 或 Φ4mm 石墨垫圈, 装上 Φ3mm 或 Φ4mm 外径的填充色谱柱的进样端。
6. 将进样器的散热帽旋下, 并用镊子从汽化管内取出进样垫和导向件。
7. 将色谱柱插入到相应衬管内, 此时可从汽化管内可看到色谱柱。重新装上导向件, 并使导向件插入到色谱柱中, 然后嵌入进样垫并旋上散热帽。
8. 用手旋 Φ3mm 或 Φ4mm 柱螺母直到旋紧为止。
9. 用两把 12mm 扳手, 一把 12mm 扳手固定衬管、另一把 12mm 扳手加旋拧紧 Φ3mm 或 Φ4mm 柱螺母。
10. 使用中性皂液检漏, 不应有漏气现象。
11. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意: 填充柱的进样端应保持有长度约 50mm 的空管, 不至于在进样时发生困难, 色谱柱的进样端不能和检测器端搞混, 应当在灌装填充柱时做上标志。在检测器一端, 也应留出足够的一段空柱(至少 40mm), 以防喷嘴底端触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。

#### 4.1.3 $\Phi 5\text{mm}$ 、 $\Phi 6\text{mm}$ 填充色谱柱与进样器的连接安装

$\Phi 5\text{mm}$  和  $\Phi 6\text{mm}$  填充色谱柱与进样器的连接安装如图 4-3 所示。



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

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

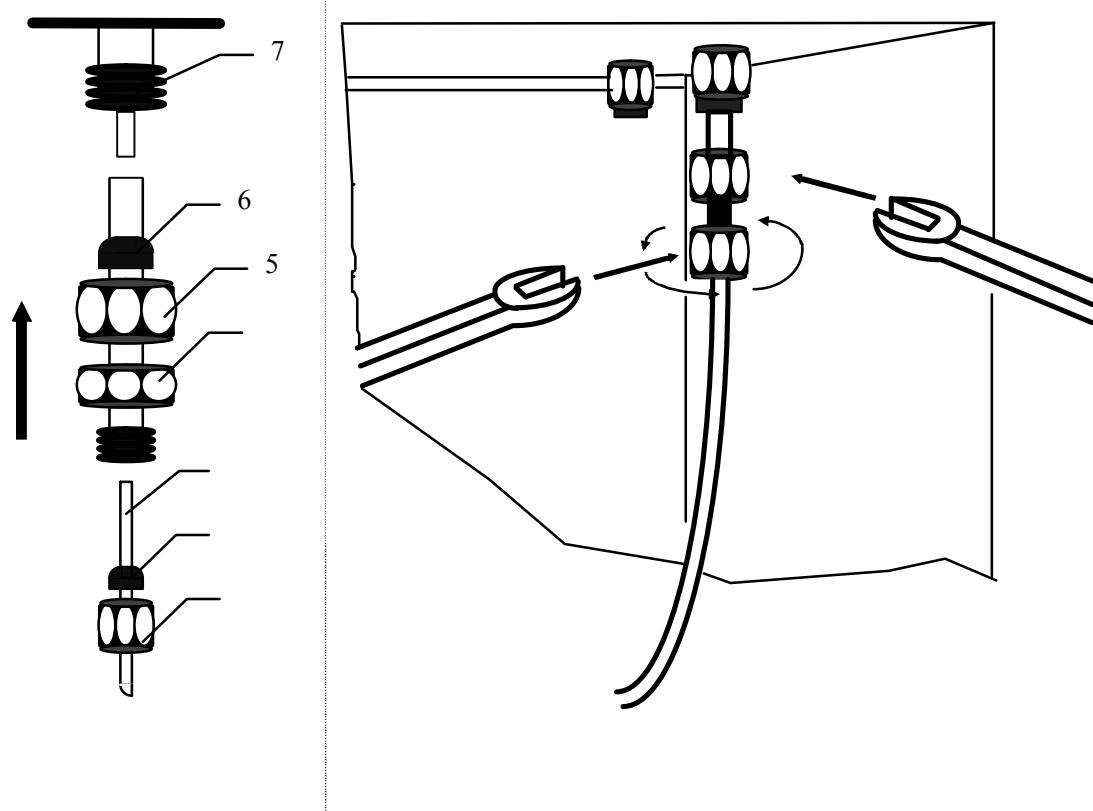
Φ5mm 和 Φ6mm 填充色谱柱与进样器的连接安装步骤如下所述:

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

▲注意:填充柱的进样端应保持长度约 50mm 的空管,不至于在进样时发生困难,色谱柱的进样端不能和检测器端搞混,应当在灌装填充柱时做上标志。在检测器一端,也应留出足够的一段空柱(至少 40mm),以防喷嘴底端触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。

#### 4.1.4 $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$ 填充色谱柱与检测器的连接安装

$\Phi 3\text{mm}$  和  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱与检测器的连接安装如图 4-4 所示。



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

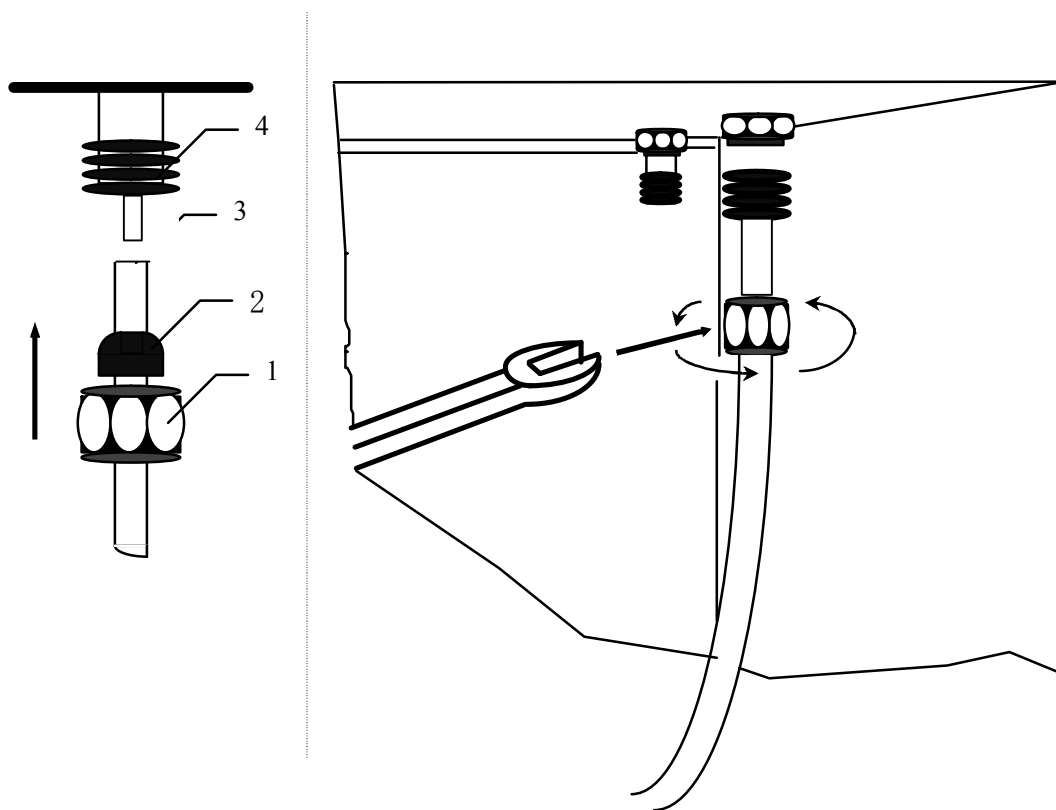
图 4-4  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱的安装（检测器）

Φ 3mm 和 Φ 4mm 填充色谱柱与检测器的连接安装步骤如下所述:

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

#### 4.1.5 $\Phi 5\text{mm}$ 、 $\Phi 6\text{mm}$ 填充色谱柱与检测器的连接安装

$\Phi 5\text{mm}$  和  $\Phi 6\text{mm}$  填充色谱柱与检测器的连接安装如图 4-5 所示。



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

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

Φ5mm 和 Φ6mm 填充色谱柱与检测器的连接安装步骤如下所述:

1. 将 Φ5mm 或 Φ6mm 柱螺母和 Φ5mm 或 Φ6mm 石墨垫圈装上 Φ5mm 或 Φ6mm 外径的填充色谱柱。
2. 将 Φ5mm 或 Φ6mm 外径的填充色谱柱从检测器的底部插入直到遇阻为止,喷嘴底部的引导管应插入到填充色谱柱内。
3. 用手旋 Φ5mm 柱螺母或 Φ6mm 柱螺母直到旋紧为止。
4. 用 17mm 扳手加旋 拧紧 Φ5mm 柱螺母或 Φ6mm 柱螺母。
5. 使用中性皂液检漏,在柱螺母处不应有漏气现象。如果有漏气现象,则旋紧密封螺母,直到不漏气为止。
6. 擦干皂液留下的痕迹。

#### 4.1.6 玻璃填充柱的安装

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

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

## 4.2 安装毛细管色谱柱

### 4.2.1 安装毛细管色谱柱的准备工作

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

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

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

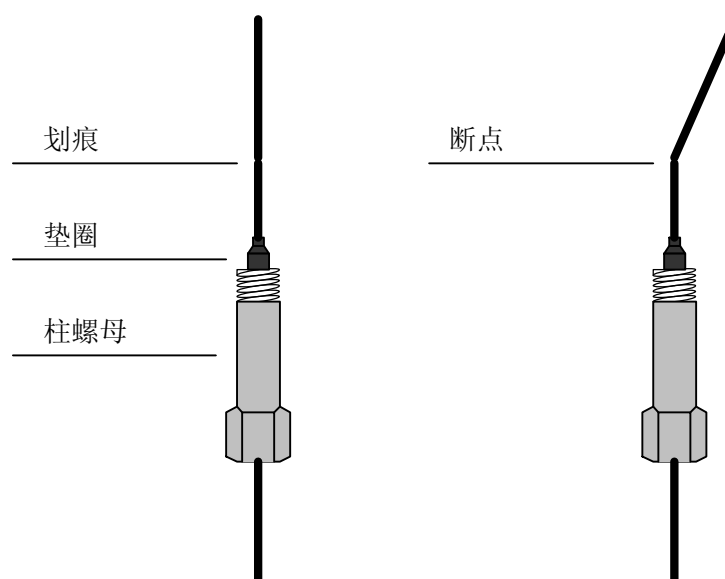


图 4-6 准备柔性石英毛细管柱

#### 4.2.2 毛细管柱在柱箱内的安装

毛细管柱通常绕在金属框上，此框应悬挂在柱箱内的毛细管柱架上。悬挂位置取决于框的直径，最好使柱位于柱箱中央。柱两端由框的底部伸出，弯曲朝向进样器接口和检测器接口。不要让柱的任何部位碰到柱箱内壁。毛细管柱架在柱箱内的位置如图 4-7 所示，毛细管柱在悬挂在毛细管柱架上如图 4-8 所示。

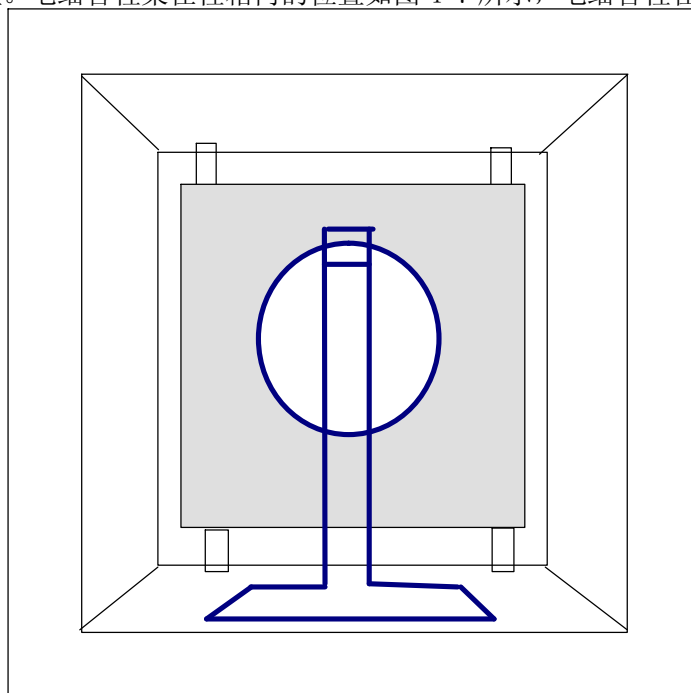


图 4-7 毛细管柱架在柱箱中的位置

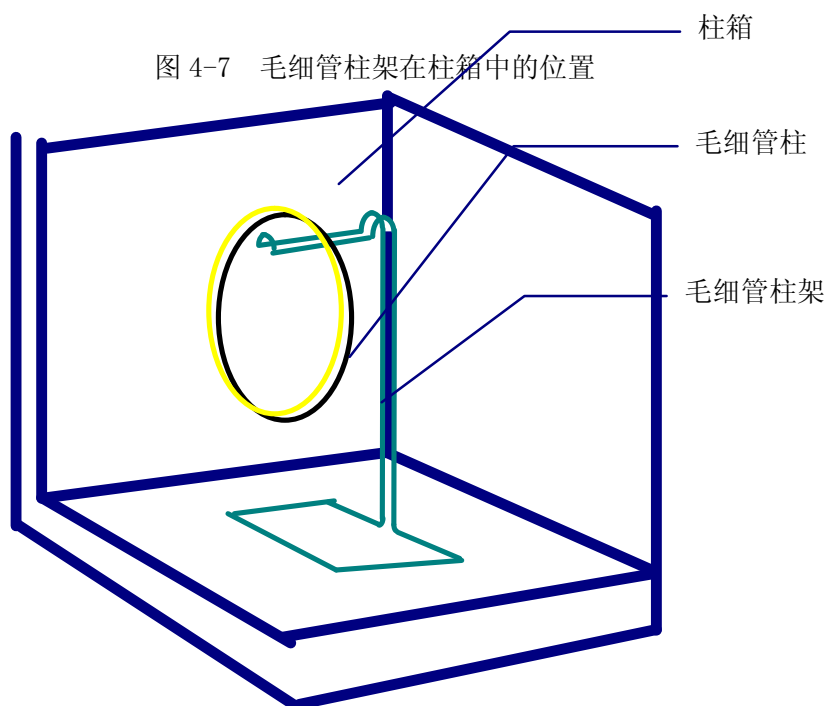
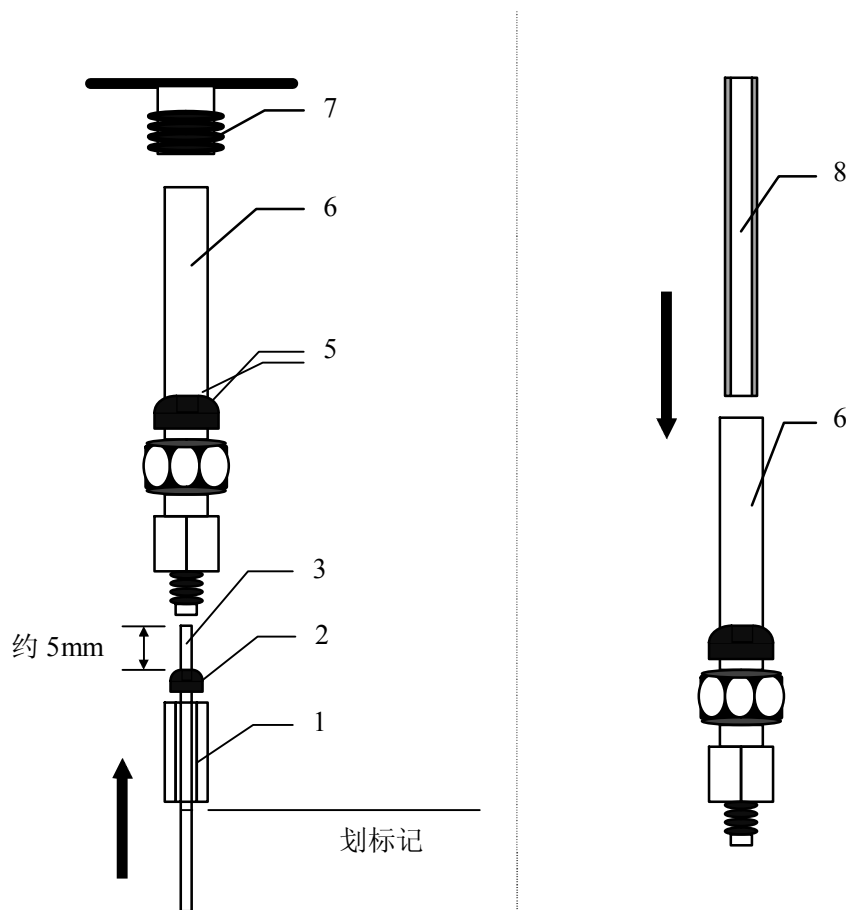


图 4-8 毛细管柱的悬挂

### 4.2.3 大口径毛细管色谱柱与进样器的连接安装（不分流进样系统）

不分流进样系统（不分流进样附件）及 $\Phi 0.53\text{mm}$ 毛细管色谱柱的安装如图 4-9 所示。



1. 毛细管柱螺母（开槽）
2.  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈
3.  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱
4.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母
5.  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨垫圈
6. 不分流不锈钢衬管
7. 进样器汽化管
8. 不分流石英玻璃衬管

图 4-9  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱的安装（不分流进样系统）

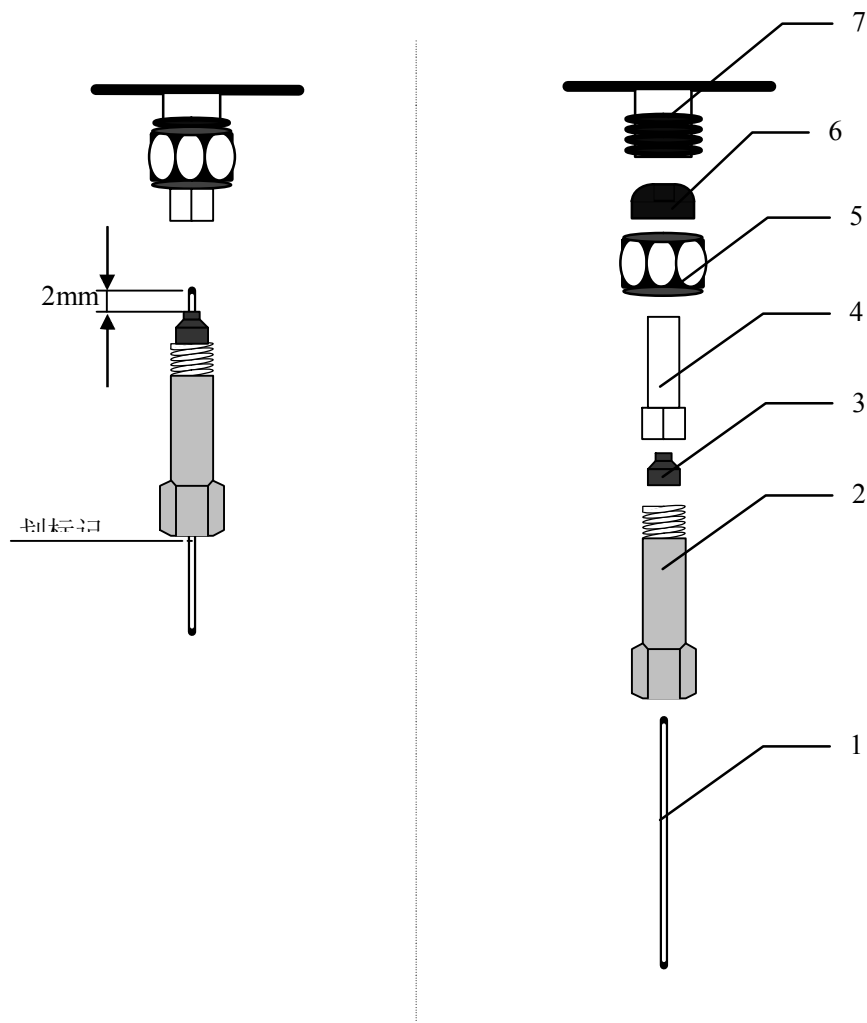
Φ0.53mm 毛细管柱及不分流进样系统的安装步骤如下：

1. Φ6.6mm 柱螺母和 Φ6.5mm 石墨圈装上不分流不锈钢衬管。
2. 将不分流石英玻璃衬管插入不分流不锈钢衬管。
3. 将进样器的散热帽旋下，并用镊子从汽化管内取出进样垫和导向件，将不分流不锈钢衬管从进样器的汽化管底部插入。
4. 用手旋 Φ6.6mm 柱螺母直到旋紧为止，并使不分流不锈钢衬管处于合适的高度。
5. 重新装上导向件（毛细管柱专用），然后嵌入进样垫并旋上散热帽。
6. 用 12mm 扳手加旋拧紧 Φ6.6mm 柱螺母。
7. 将毛细管柱螺母（开槽）和 Φ0.9mm 毛细管带壳石墨垫圈装上 Φ0.53mm 毛细管柱，并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 5mm(穿过的那端)，在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记，打字修改液是很好的标记材料。
8. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入分流不锈钢衬管底部，同时保持标记与柱螺母底端齐平。
9. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
10. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
11. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。如果有漏气现象，则旋紧密封螺母，直到不漏气为止。
12. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：石英玻璃衬管内必须定时清洗。毛细管柱应悬挂在 7890 系列气相色谱仪毛细管专用挂架上。

#### 4.2.4 毛细管色谱柱与分流进样器的连接安装

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱与分流进样器的连接安装如图 4-10 所示。



1.  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管柱
2. 分流进样器毛细管柱螺母
3.  $\Phi 0.4\text{mm}$  分流进样器毛细管石墨垫圈
4. 分流进样器过渡接头（套）
5.  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨圈
6.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母
7. 毛细管柱分流进样器

图 4-10  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管柱的安装（分流进样器）

▲注意：必要时， $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱也可安装在分流进样器上使用，但是必须选择大口径的分流进样器过渡接头。

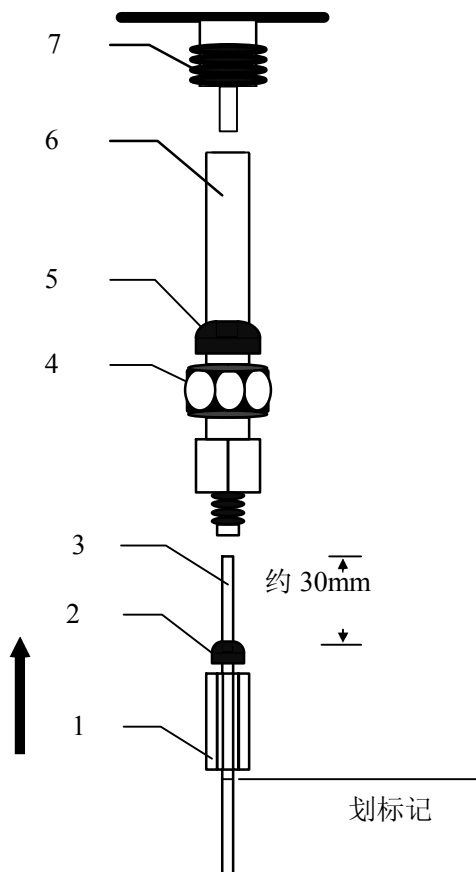
Φ0.25mm、Φ0.32mm 毛细管柱与分流进样器的连接安装步骤如下：

1. 根据进样方式选择相应石英玻璃衬管。
2. 将分流进样器的玻璃衬管固定螺母旋下（固定进样垫的散热螺母不必从玻璃衬管固定螺母上移去），用镊子或类似工具移去原来的石英玻璃衬管。
3. 在选定的石英玻璃衬管上套上硅酮 O 型圈，将石英玻璃衬管装入分流进样器的气化管，重新装上进样器的玻璃衬管固定螺母，并用扳手拧紧，确保不漏气。
4. 将Φ6.6mm 柱螺母和Φ6.5mm 石墨圈套入分流进样器过渡接头。
5. 将分流进样器过渡接头从毛细管分流进样器底部插入。
6. 用手旋Φ6.6mm 柱螺母直到旋紧为止，用一把 17mm 扳手加旋拧紧Φ6.6mm 柱螺母。
7. 将分流进样器毛细管柱螺母和Φ0.4mm 分流进样器毛细管石墨垫圈套上Φ0.25mm 或Φ0.32mm 毛细管柱。并使穿过毛细管石墨垫圈及毛细管柱螺母的毛细管柱露出约 2mm(穿过的那端)。
8. 在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记，打字修改液是很好的标记材料。
9. 将上述毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入分流进样器过渡接头，同时保持标记与柱螺母底端齐平。
10. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
11. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
12. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。
13. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：石英玻璃衬管必须定时清洗，安装时应避免污染石英玻璃衬管。毛细管柱应悬挂在 7890 系列气相色谱仪毛细管柱专用挂架上。

#### 4.2.5 毛细管色谱柱与 FID、NPD 检测器的连接安装（包括尾吹衬管）

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱及尾吹衬管与 FID、NPD 检测器的安装连接如图 4-11 所示。



1. 毛细管柱螺母（开槽）
2.  $\Phi 0.3\text{mm}$ 、 $\Phi 0.4\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈
3.  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  或  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱
4.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母
5.  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨圈
6.  $\Phi 0.6\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  FID、NPD 尾吹衬管
7. FID、NPD 检测器

图 4-11 毛细管柱的安装（FID、NPD 检测器）

#### ▲注意：

1. FID、NPD 检测器的尾吹气已在仪器内部与氢气混合，因此 FID、NPD 检测器的尾吹衬管没有专门用于连接尾吹管道的尾吹接头。
2. 用于安装  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱的 FID、NPD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.6\text{mm}$ ，用于安装  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱的 FID、NPD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.9\text{mm}$ ，不可混淆。

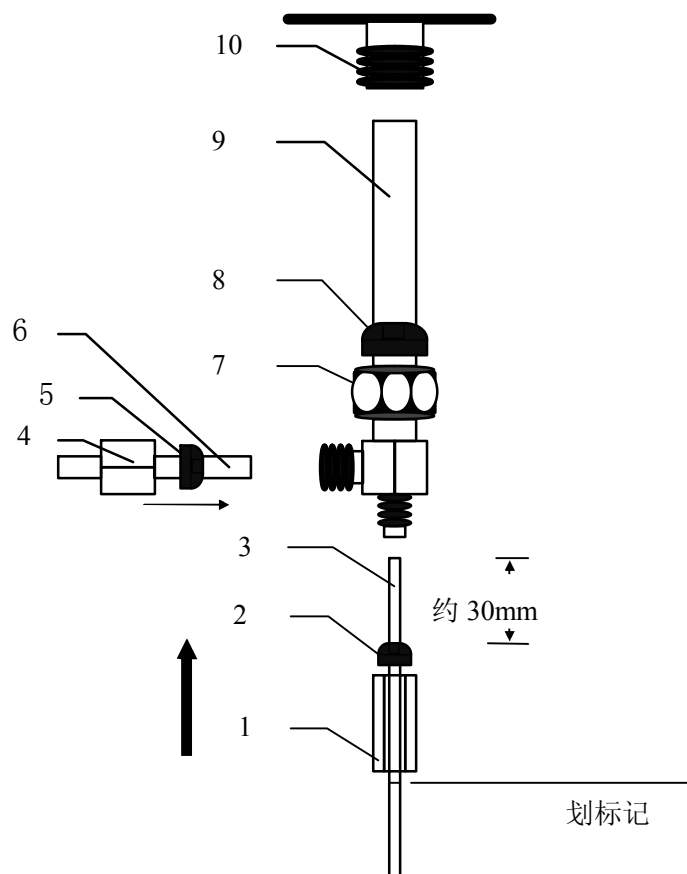
Φ0.25mm、Φ0.32mm、Φ0.53mm 毛细管色谱柱及尾吹衬管与 FID、NPD 检测器的安装连接步骤如下：

1. 将Φ6.6mm 柱螺母和Φ6.5mm 石墨垫圈装上 FID、NPD 尾吹衬管。
2. 将 FID、NPD 尾吹衬管从检测器的底部插入直到受阻为止。
3. 用手旋Φ6.6mm 柱螺母直到旋紧为止。分别用两把 12mm、17mm 扳手，一把 12mm 扳手固定 FID、NPD 尾吹衬管、另一把 17mm 扳手加旋拧紧Φ6.6mm 柱螺母。
4. 将毛细管柱螺母（开槽）和Φ0.3mm、Φ0.4mm 或Φ0.9mm 毛细管带壳石墨垫圈装上Φ0.25mm、Φ0.32mm 或Φ0.53mm 毛细管柱，并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 30mm(穿过的那端)。在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记。打字修改液是很好的标记材料。
5. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入 FID、NPD 尾吹衬管，同时保持标记与柱螺母底端齐平，毛细管应插入喷嘴底部的引导管内。
6. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
7. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
8. 使用中性皂液检漏，在柱螺母处不应有漏气现象。
9. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：毛细管柱应悬挂在 7890 系列气相色谱仪的毛细管柱专用挂架上。

#### 4.2.6 毛细管色谱柱与 ECD、FPD、TCD 检测器的连接安装（包括尾吹衬管）

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱及尾吹衬管与 ECD、FPD、TCD 检测器的安装连接如图 4-12 所示。



1. 毛细管柱螺母（开槽）
2.  $\Phi 0.3\text{mm}$ 、 $\Phi 0.4\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈
3.  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  或  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱
4.  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母
5.  $\Phi 2\text{mm}$  石墨垫圈
6.  $\Phi 2\text{mm} \times 0.5\text{mm}$  不锈钢尾吹导管
7.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母
8.  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨垫圈
9.  $\Phi 0.6\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  ECD、FPD、TCD 尾吹衬管
10. ECD、FPD、TCD 检测器

图 4-12 毛细管柱的安装（ECD、FPD、TCD 检测器）

▲注意:

1. 装 ECD、FPD、TCD 检测器的尾吹衬管, 需要将尾吹管道连接到尾吹衬管上专门的尾吹接头上。
2. 用于安装  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱的 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.6\text{mm}$ , 用于安装  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱的 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.9\text{mm}$ , 不可混淆。
3. TCD 检测器只能使用  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱 (不分流系统), 不能使用  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱 (分流进样器)。

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱及尾吹衬管与 ECD、FPD、TCD 检测器的安装连接步骤如下:

1.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨垫圈装上 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管。
2. 将 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管从检测器的底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止。分别用两把 12mm、17mm 扳手, 一把 12mm 扳手固定 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管、另一把 17mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母。
4. 将  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母和  $\Phi 2\text{mm}$  石墨垫圈分别装上尾吹导管, 并将尾吹导管插入 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管的尾吹接头。
5. 用手旋  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母直到旋紧为止, 然后用一把 10mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母。
6. 将尾吹导管从柱箱的顶部穿出柱箱, 并与柱箱顶部的气路接头中相应的尾吹接头 (MAKE UP) 相连接。
7. 将毛细管柱螺母 (开槽) 和  $\Phi 0.3\text{mm}$ 、 $\Phi 0.4\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈装上  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  或  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱, 并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 30mm (穿过的那端)。在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记。打字修改液是很好的标记材料。
8. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管, 同时保持标记与柱螺母底端齐平, 毛细管应插入喷嘴底部的引导管内。
9. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
10. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母, 以手不能拉动毛细管柱为准。
11. 使用中性皂液检漏, 在柱螺母处不应有漏气现象。
12. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意: 毛细管应悬挂在 7890 系列气相色谱仪的毛细管柱专用挂架上。

## 第五章 进样器

### 5.1 进样器概述

7890 系列气相色谱仪的填充柱进样器、气体进样器、毛细管柱进样器等均安装在柱箱顶部的左侧，填充柱进样器、毛细管进样器由微机控制器设置并控制其温度，可以进行液体样品的汽化进样。一般情况下，液体进样器温度应设置在样品沸点以上  $20^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$ 。气体进样器（平面六通阀），可以进行气体样品的进样。

7890 系列气相色谱仪的填充柱进样器可以直接安装外径为  $\Phi 5\text{mm}$ 、 $\Phi 6\text{mm}$  的不锈钢填充柱和玻璃填充柱。通过安装不同的衬管，填充柱进样器还可以安装外径为  $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$  的不锈钢填充柱。

7890 系列气相色谱仪的填充柱进样器也可以不分流衬管附件，组成毛细管柱不分流进样系统，用于安装使用  $\Phi 0.53\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。还可以安装毛细管柱分流进样器，组成毛细管柱分流进样系统，用于安装使用  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。

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

▲注意：每隔一个进样周期，请及时更换此进样垫，以免进样垫漏气而造成仪器工作不正常。

## 5.2 填充柱进样器

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

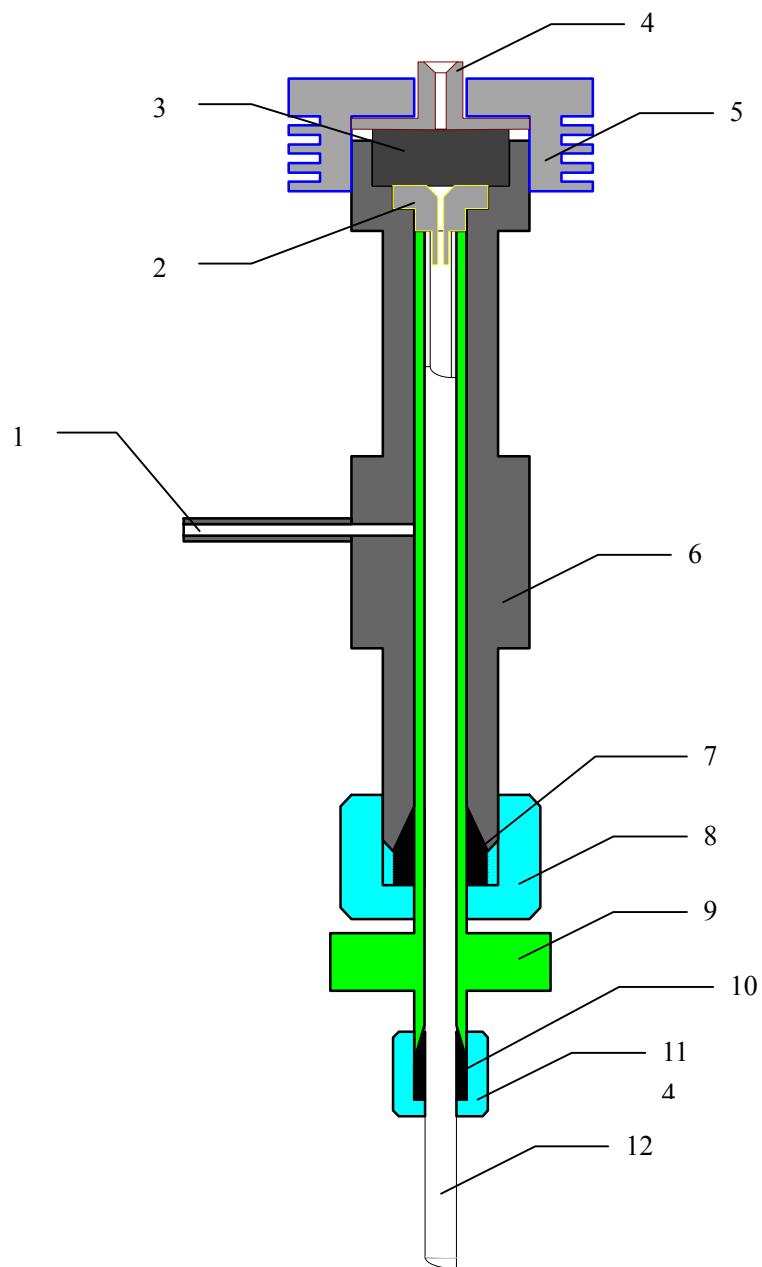


图 5—1 填充柱进样器（ $\Phi 3\text{mm}$  填充柱）

图中：

1. 载气输入端
2. 散热帽导向件
3.  $\Phi 10\text{mm} \times 5\text{mm}$  进样垫
4. 填充柱导向件
5. 散热帽
6. 填充柱进样器汽化管
7. 石墨垫圈 ( $\Phi 6$ )
8. 柱螺母 ( $\Phi 6.2$ )
9.  $\Phi 3\text{mm} \times 100\text{mm}$  衬管
10.  $\Phi 3\text{mm}$  石墨垫圈
11.  $\Phi 3.2\text{mm}$  柱螺母
12.  $\Phi 3\text{mm}$  (外径) 填充柱

### 5.3 气体进样器

气体进样器（平面六通阀）是 7890 系列气相色谱仪的选配件，用于气体样品的进样分析。气体进样器（平面六通阀）的结构及工作状态如图 5-2、图 5-3 所示。在采样状态下，气体样品进入气体进样器（平面六通阀）的定量管；在进样状态下，载气将定量管中的样品带入填充色谱柱，完成进样过程。载气流量由载气稳流阀进行设置，载气压力表指示的是填充色谱柱的柱前压力。由于样品处于气体状态，气体进样器通常不必进行温度控制。

A. 待测气体进定量管

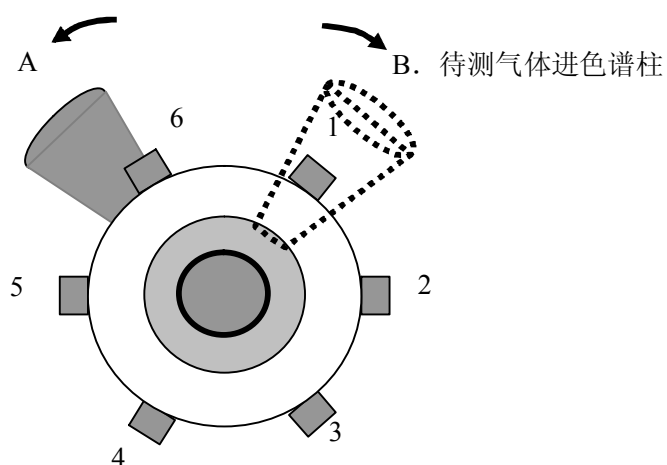
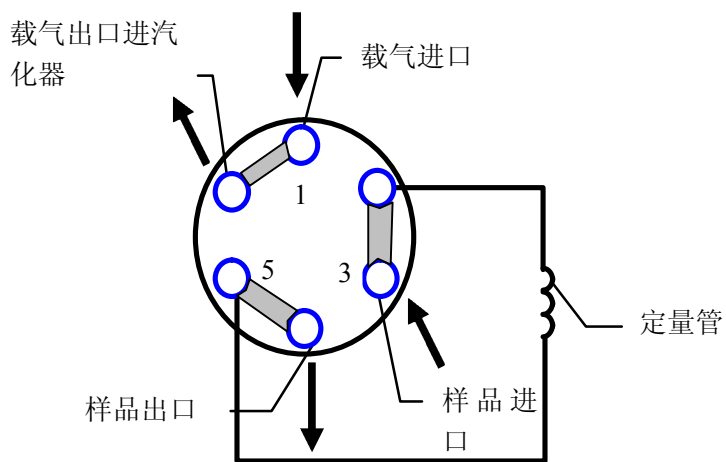
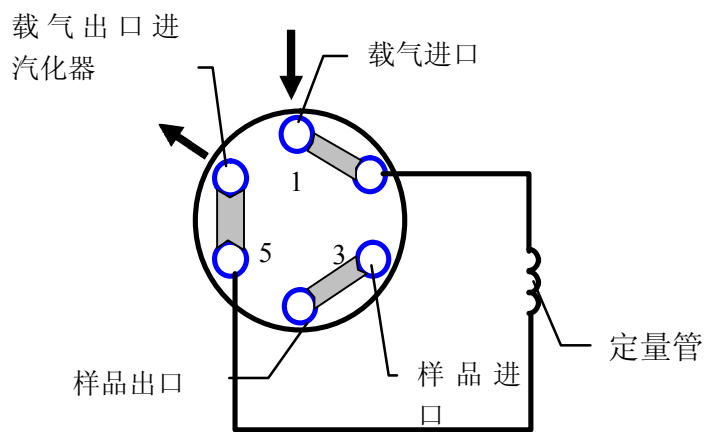


图 5-2 气体进样器采样及进样状态



A. 采样状态



B. 进样状态

图 5-3 气体进样器（平面六通阀）功能结构示意图

气体进样器（平面六通阀）一般安装在仪器顶部左后侧，安装步骤如下：

1. 平面六通阀安装板用四个 M3×8 螺钉固定在顶盖上。
2. 在平面六通阀上装上所需的定量管。
3. 参照图 5-2 及图 5-3 连接好载气管道和样品气管道。
4. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。
5. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：样品出口的管道应连接到室外，避免污染室内伤害操作人员。

## 5.4 毛细管柱不分流进样附件

在 7890 系列气相色谱仪上，毛细管柱不分流衬管附件可以安装在填充柱进样器上，组成不分流进样系统。不分流进样系统一般用于安装使用  $\Phi 0.53\text{mm}$  的大口径玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。

毛细管柱不分流衬管附件的安装方法请参见 4.2.3 小节，不分流进样系统的工作原理与填充柱进样系统是一样的，但是使用毛细管柱不分流进样系统时需要检测器部分配有尾吹阀。

其实无论使用哪一种进样系统（或方式），凡是使用毛细管柱，均需要检测器部分配有尾吹阀。

## 5.5 毛细管柱分流进样器

分流进样器的结构如图 5-4 所示。样品注入后，大部分被分流流量带走并放空，少部分样品进入毛细管色谱柱。

由于毛细管色谱柱的柱容积较小，较大的进样量可能损坏毛细管柱，因此这种进样方式一般用于分析较高浓度或较大进样量的样品。

分流比可以根据需要设定。

隔膜清洗流量用于吹扫进样时，进样垫可能分解出的化学物质。

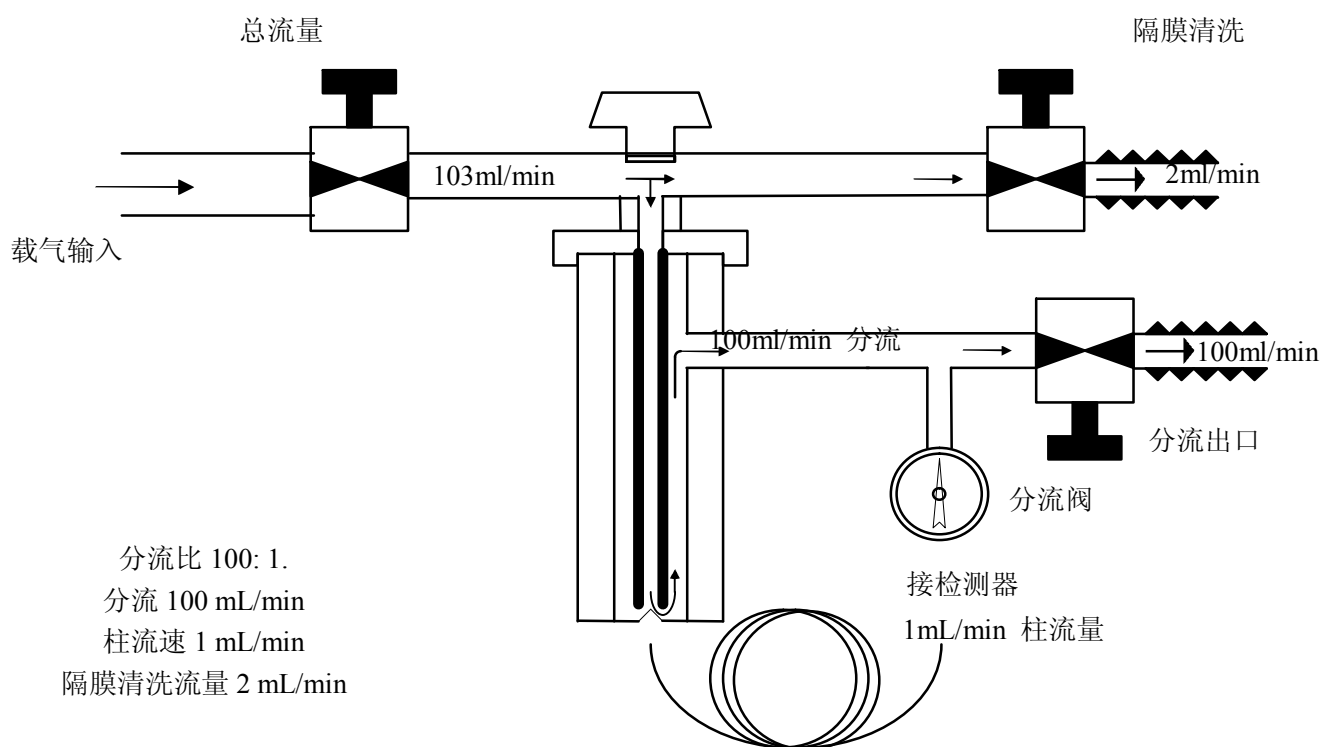


图 5-4 毛细管柱分流进样器结构原理示意图

## 5.6 毛细管柱进样器的流量设置

### 5.6.1 毛细管柱流量的测定及柱前压力的设定

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

毛细管柱的流量也可以由进一个含有不滞留成分样品来测量（典型样品是 CH<sub>4</sub> 或空气），测得不滞留成分的保留时间后，由下式计算出线速度

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

毛细管柱子的体积流速用下式计算:

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

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

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

表 1 推荐的毛细管柱前压力:

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

在每个范围中，柱前压力是大多数分析开始点的推荐值，是由高效和快速分析而得出的。当使用 5M  $\Phi$ 0.53mm 内径的测试毛细管柱时，最佳的柱前压力为 0.015Mpa，相当于载气流量 20mL/min。

### 5.6.2 设定分流流量

使用分流进样方式时，如果测试危险化学品药品、或用氢气作为载气时，分流出口处应接一个收集或捕获装置。为确保正常操作，载气钢瓶的输出压力必须大于 0.343Mpa(3.5kg/cm<sup>2</sup>)。

确定毛细管柱安装正常后，请按下述步骤进行分流流量设置：

1. 调节气路控制面板上的载气控制阀，使气路控制面板上的载气控制阀有一定的流量输出。
2. 调节气路控制面板上的分流控制阀，设置初始柱前压力。
3. 调节气路控制面板上的载气控制阀，使总流量增加，使分流出口的流量为适当值。
4. 调节气路控制面板上的分流控制阀，使柱前压力达到需要值。
5. 设置柱箱加热温度达到需要值。

### 5.6.3 设定隔膜清洗流量

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

表 2 设置隔膜清洗流量

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

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

#### 5.6.4 分流比的测量及计算

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

分流比的定义如下式所述：

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

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

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

#### 5.6.5 设定尾吹气流量

毛细管尾吹气是加入检测器以补偿毛细管柱低载气流量的各路气体，使检测器达到最佳工作状态。

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

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

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

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

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

## 第六章 气路控制系统

### 6.1 气路控制系统概述

7890 系列气相色谱仪的气路控制面板因型号而异，不同的检测器配置构成不同的型号，例如：7890F 配置 FID 检测器、7890T 配置 TCD 检测器、7890F 配置 ECD 检测器、7890N 配置 NPD 检测器、7890FP 配置 FPD 检测器。

同时，7890 系列气相色谱仪中不同型号的仪器又可以配置填充柱进样器，作填充柱色谱分析。或者在填充柱进样器的基础上，通过配装毛细管柱不分流附件，作毛细管柱色谱分析。也可配置毛细管柱分流进样器，作毛细管柱色谱分析。

7890 系列气相色谱仪气路控制系统采用手动调节机械刻度式稳流阀、针形阀，即刻度对应流量，并且具有满量程 $\pm 0.5\%$ 指示值的 $\pm 0.5\%$ 精度，具体刻度和流量关系由于气体的不同其刻度和流量的关系也不同。应用时请查阅附件中各种气体的刻度~流量表，表中的横坐标表示流量，以 mL/min 为单位，纵坐标表示刻度，以圈数表示。

载气气路先经过稳压阀稳压，压力稳定在 0.294Mpa(3kg/cm<sup>2</sup>)左右（出厂时已调整好）。此压力数值与刻度~流量表的精度有关，所以请用户不要自行调节此稳压阀，以免刻度~流量表失效。然后载气经过机械刻度稳流阀输出流量恒定的载气，稳流阀输出流量和刻度的关系可在附件中的刻度~流量表中查得。流量与气体种类有关，查表时请注意。

空气气路先经稳压阀稳压，压力稳定在 0.147Mpa(1.5kg/cm<sup>2</sup>)左右（出厂时已调整好）。此压力数值与刻度~流量表的精度有关，所以请用户不要自行调节此稳压阀，以免刻度~流量表失效。然后空气经过机械刻度针形阀输出一定流量的空气，针形阀输出流量和刻度的关系可在附件中的针形阀空气刻度~流量表中查得。

氢气气路先经稳压阀稳压，压力稳定在 0.98Mpa (1kg/cm<sup>2</sup>) 左右（出厂时已调整好）。此压力数值与刻度~流量表有关的精度，所以请用户不要自行调节此稳压阀，以免刻度~流量表失效。然后氢气经过机械刻度针形阀输出一定流量的氢气，针形阀输出流量和刻度的关系可在附件中的针形阀氢气刻度~流量表中查得。

▲注意：在关闭气路时，调节刻度旋钮不能小于 1.0 圈，以免损坏稳流阀、针形阀，影响刻度指示值。关闭气路时，应尽量关闭高效净化器中各相应气路的开关阀。

## 6.2 7890F、7890N、7890FP 气路系统面板（填充柱进样器）

图 6-1 所示的是 7890F、7890N、7890FP 上配置填充柱进样器、FID 检测器（NPD 检测器、FPD 检测器）气路系统的控制面板。

▲注意：填充柱进样器的气路系统与不分流进样器的气路系统一样。FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样，均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构，因此使用两路空气。

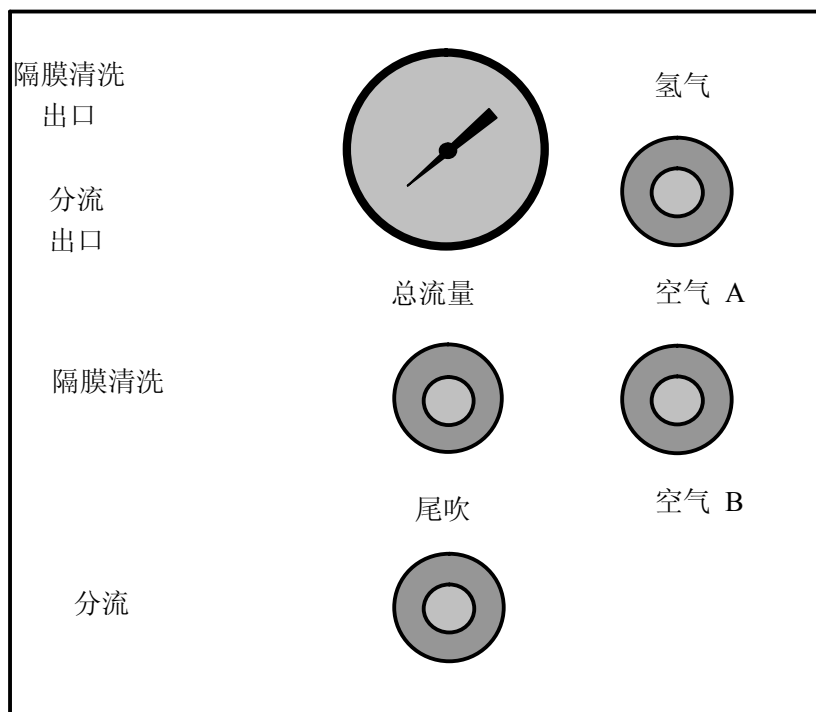


图 6-1 填充柱进样器、FID（NPD、FPD）气路控制系统面板

### 6.3 7890F、7890N、7890FP 气路系统面板（分流进样器）

图 6-2 所示的是 7890F、7890N、7890FP 上配置分流进样器、FID 检测器（NPD 检测器、FPD 检测器）气路系统的控制面板。

▲注意：FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样，均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构，因此使用两路空气。

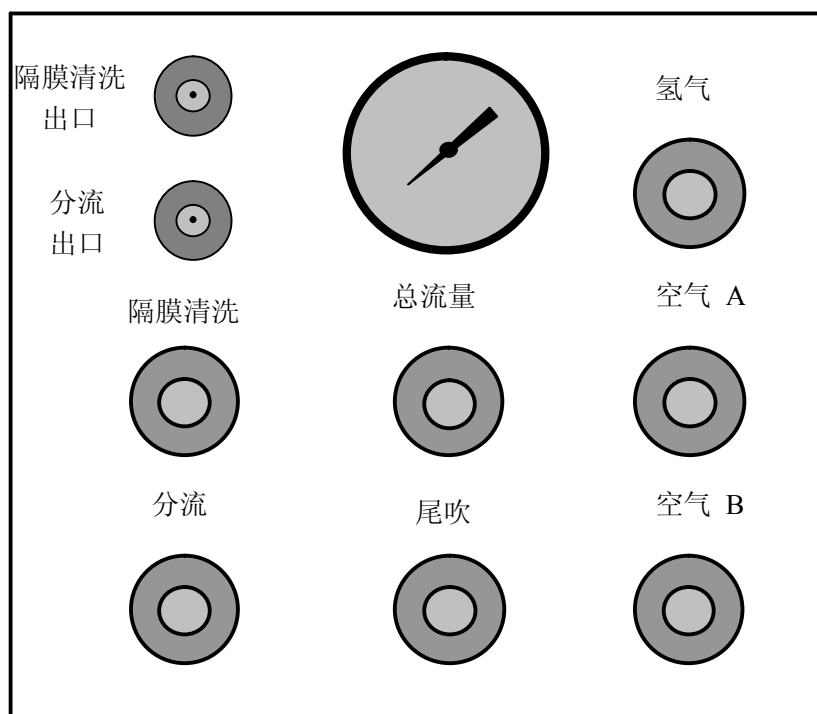


图 6-2 分流进样器、FID（NPD、FPD）气路控制系统面板

## 6.4 7890T、7890E 气路系统面板（填充柱进样器）

图 6-3 所示的是 7890T、7890E 上配置填充柱进样器、TCD 检测器（ECD 检测器）气路系统的控制面板。

▲注意：填充柱进样器的气路系统与不分流进样器的气路系统一样。TCD 检测器的气路系统与 ECD 检测器的气路系统一样。7890E 上如果配置分流进样器，可以使用图 6-2 所示的气路系统控制面板，关闭氢气、空气控制阀即可。

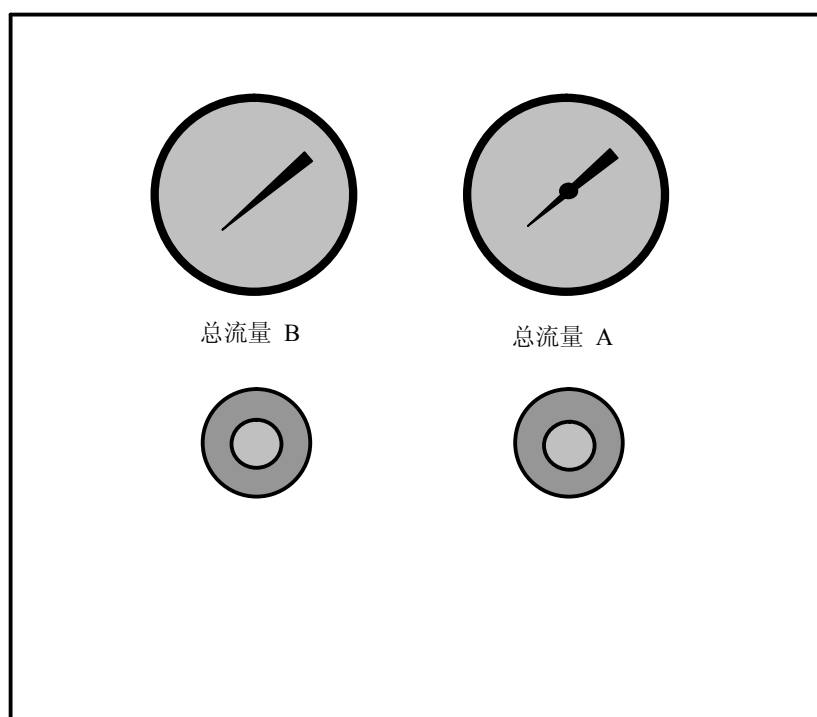


图 6-3 填充柱进样器、TCD（ECD）气路控制系统面板

## 6.5 填充柱进样器、FID (NPD、FPD) 气路系统

图 6-4 所示的是 7890F、7890N、7890FP 上配置填充柱进样器、FID 检测器 (NPD 检测器、FPD 检测器) 的气路系统。该气路系统是最常见、最简单的一种气路系统, 也是其他比较复杂的气路系统的基础。

▲注意: 填充柱进样器的气路系统与不分流进样器的气路系统一样。FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样, 均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构, 因此使用两路空气。

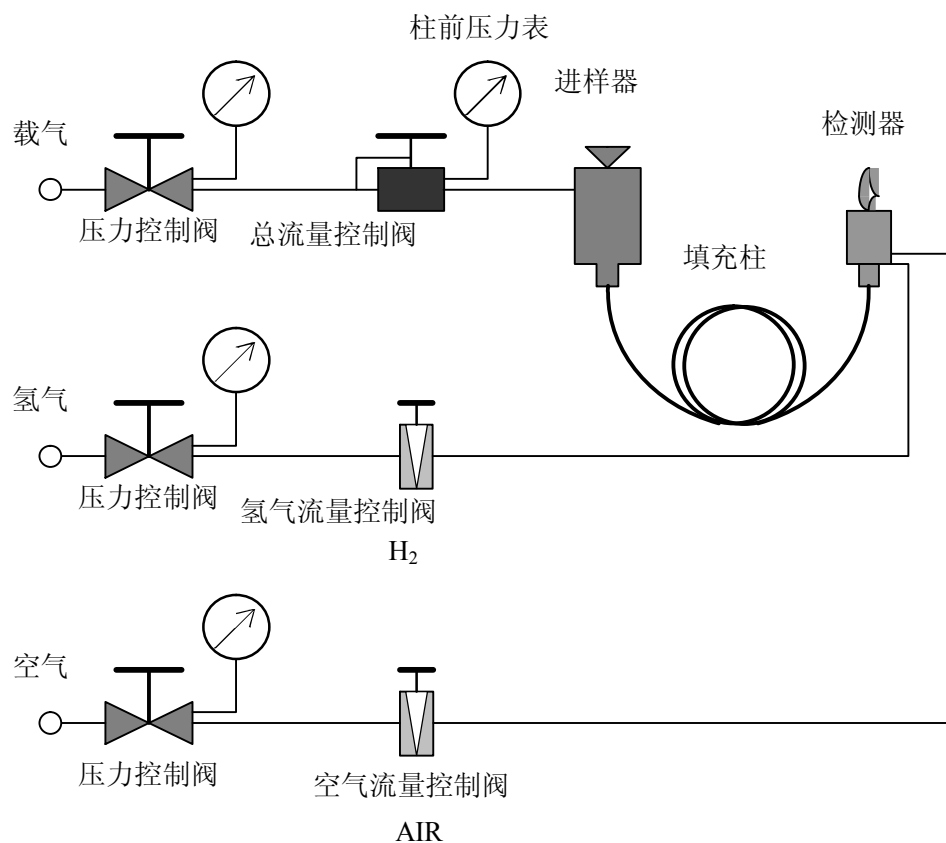


图 6-4 填充柱进样器、FID (NPD、FPD) 检测器气路系统

## 6.6 分流进样器、FID (NPD、FPD) 气路系统

图 6-5 所示的是 7890F、7890N、7890FP 上配置分流进样器、FID 检测器 (NPD 检测器、FPD 检测器) 的气路系统。

▲注意: FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样, 均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构, 因此使用两路空气。

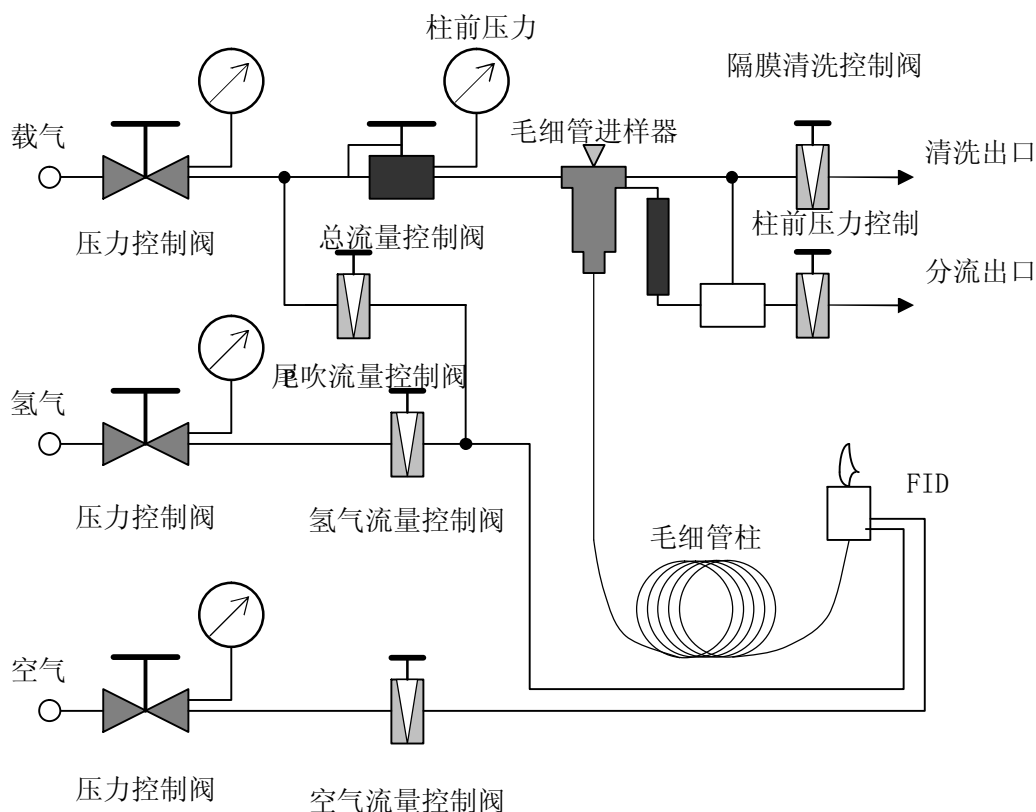


图 6-5 分流进样器、FID (NPD、FPD) 检测器气路系统

## 6.7 双填充柱进样器、TCD（双流路）气路系统

图 6-6 所示的是 7890T 上配置双填充柱进样器、TCD 检测器（双流路）的气路系统。该气路系统是双流路 TCD 检测器的专用气路系统，在程序升温分析时具有补偿作用，但是需要两根口径、长度、填料均一样的配对填充色谱柱。

▲注意：填充柱进样器可用作不分流进样器。使用不分流进样方式、双流路 TCD 检测器时，除需要两根配对的大口径（ $\Phi 0.53\text{mm}$ ）毛细管色谱柱外，还需要两套不分流进样附件及相应的尾吹阀。

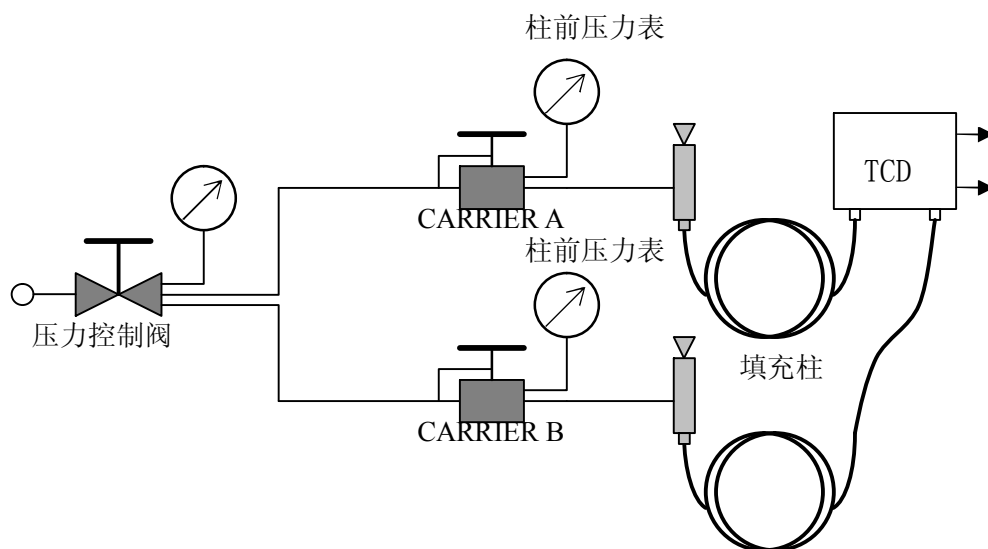


图 6-6 双填充柱进样器、TCD 检测器（双流路）气路系统

## 6.8 填充柱进样器、TCD（单流路）气路系统

图 6-7 所示的是 7890T 上配置填充柱进样器、TCD 检测器（单流路）的气路系统。这是 7890T 的标准配置。

▲注意：填充柱进样器可用作不分流进样器。使用不分流进样方式、单流路 TCD 检测器时，需要配置不分流进样附件及相应的尾吹阀。单流路 TCD 检测器的气路系统与 ECD 检测器的气路系统一样。

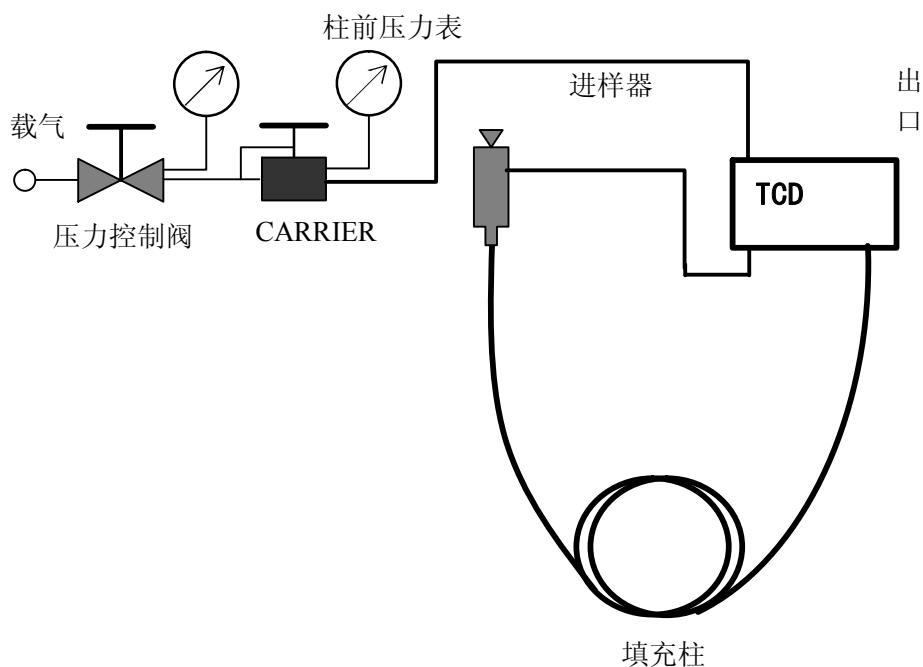


图 6-7 填充柱进样器、TCD 检测器（单流路）气路系统。

## 6.9 填充柱进样器、ECD 气路系统

图 6-8 所示的是 7890E 上配置填充柱进样器、ECD 检测器的气路系统。

▲注意：填充柱进样器可用作不分流进样器。单流路 TCD 检测器的气路系统与 ECD 检测器的气路系统一样。ECD 检测器的载气通常为氮气 N<sub>2</sub>，纯度应大于 99.9995%。

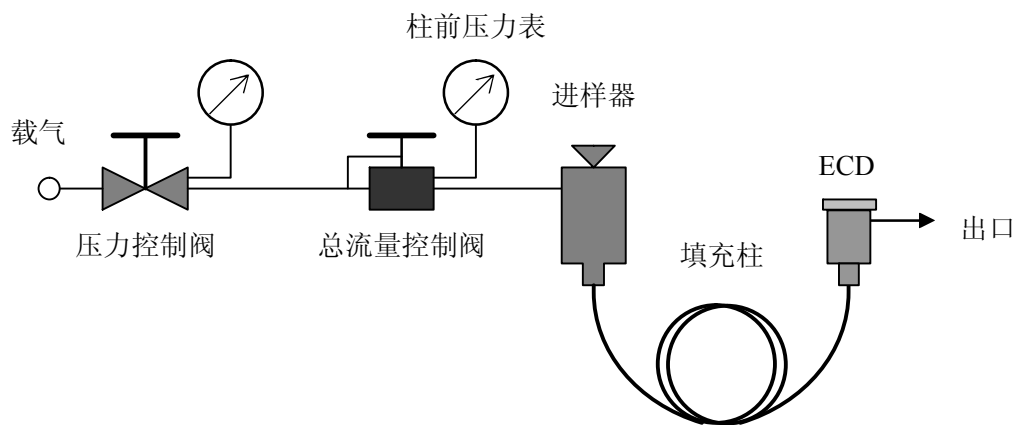


图 6-8 填充柱进样器、ECD 检测器气路系统

## 6.10 分流进样器、ECD 气路系统

图 6-9 所示的是 7890E 上配置分流进样器、ECD 检测器的气路系统。

▲注意：单流路 TCD 检测器的气路系统与 ECD 检测器的气路系统一样。ECD 检测器的载气通常为氮气 N<sub>2</sub>，纯度应大于 99.9995%。

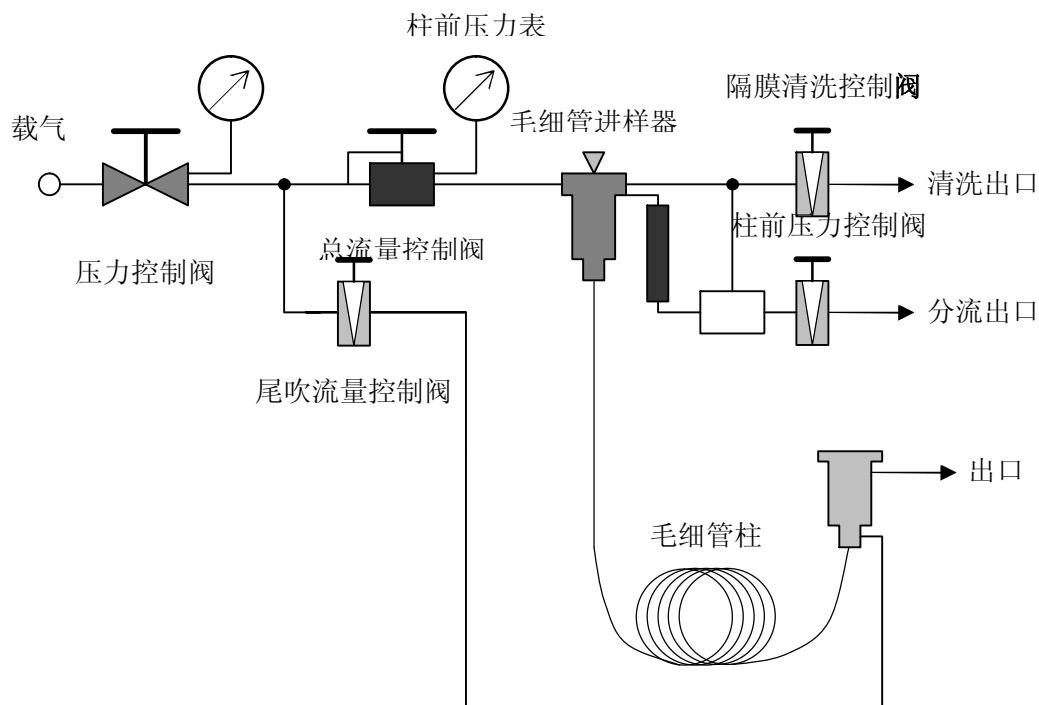


图 6-9 分流进样器、ECD 检测器气路系统。

## 第七章 微机控制部分

### 7.1 微机控制部分概述

7890 系列气相色谱仪的微机控制部分在仪器的右侧上部。微机控制部分，可以同时控制柱箱、进样器、检测器进行温度设置和温度控制，其温度控制精度为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

微机控制部分有一个大型双排点阵（ $16\times 2$ ）液晶显示器，可以同时显示控制对象、设置参数，实际状态等大量信息。

微机控制部分有人机对话功能、出错显示功能、电源电压检测功能、秒表和计时功能等，并且操作非常方便。

7890 系列气相色谱仪检测部分的输出信号零位由控制器（参见图 7-1）的一个电位器调节。

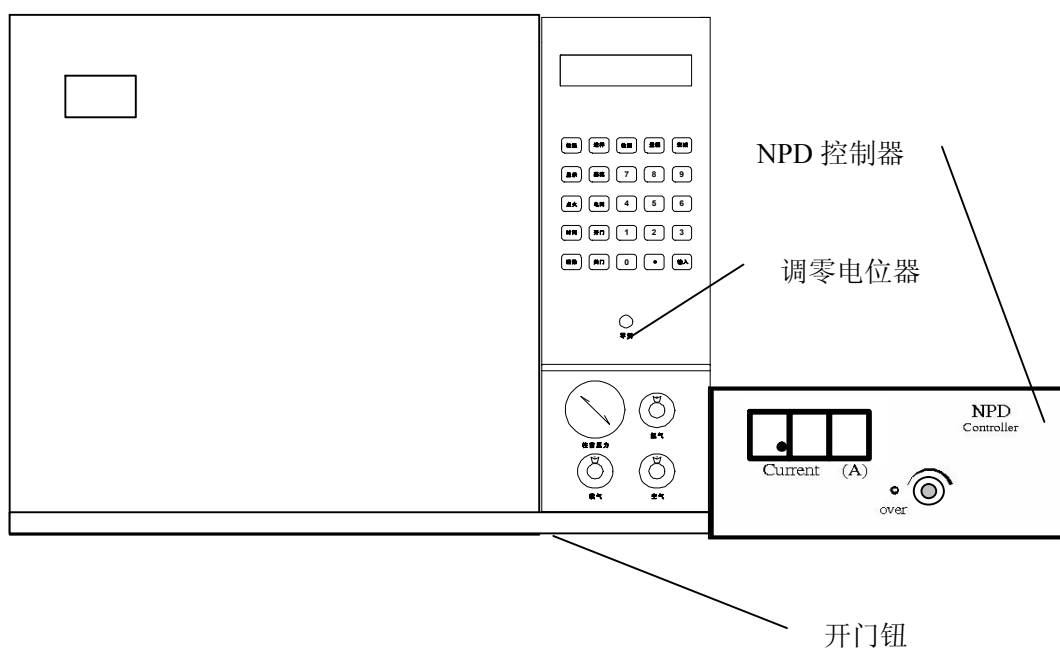


图 7-1 7890 系列气相色谱仪正面图

## 7.2 微机控制部分面版

7890 系列气相色谱仪的微机控制部分有两种形式。图 7-2 中，左图是对柱箱进行恒温控制（不可进行程序升温控制）的形式，右图是对柱箱进行程序升温控制（也可进行恒温控制）的形式。

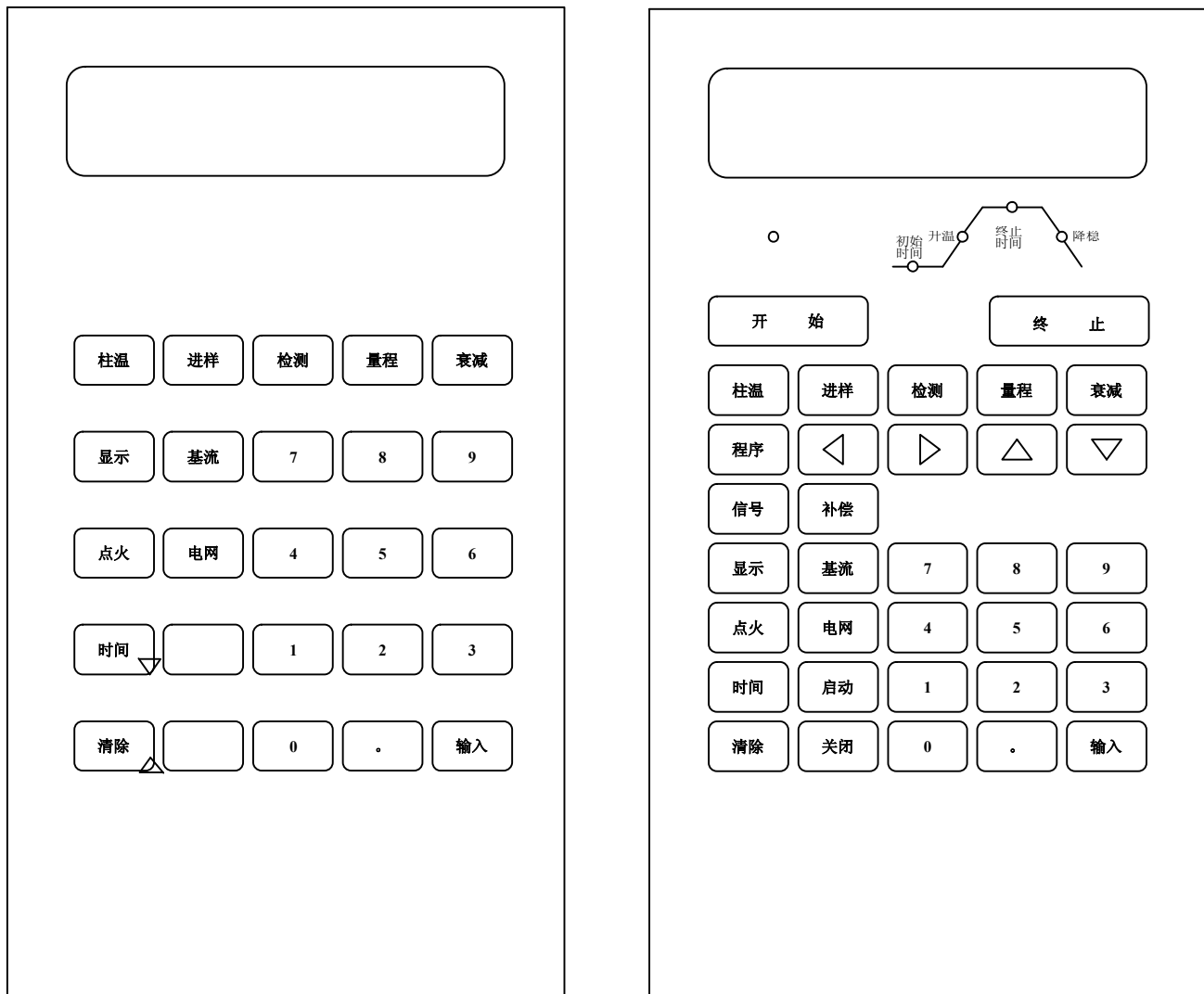


图 7-2 微机控制部分面版

### 7.3 微机控制部分面版的键盘功能

	设定和显示柱箱温度功能键。
	设定和显示进样器温度功能键。
	设定和显示检测器温度功能键。
	设定和显示检测器灵敏度范围的功能键(7890T 为电流设置)。
	设定和显示检测器输出信号衰减的功能键(7890T 除外)。
	设置柱箱程序升温的功能键。
	暂无此功能。
	暂无此功能。
	设置柱箱程序升温的功能键 (逆序)。
	设置柱箱程序升温的功能键 (顺序)。
	暂无此功能。
	暂无此功能。
	显示温度控制精度的功能键。
	显示检测器输出信号电平值的功能键。
	FID 点火的功能键。(此键用于 7890F、7890FP)
	显示电源电压功能键。
	显示程序升温时间以及秒表功能键。
	暂无此功能。
	秒表复位功能键。
	暂无此功能。

1	数字设定功能键。
2	数字设定功能键。
3	数字设定功能键。
4	数字设定功能键。
5	数字设定功能键。
6	数字设定功能键。
7	数字设定功能键。
8	数字设定功能键。
9	数字设定功能键。
0	数字设定功能键。
.	小数点设定功能键。
输入	输入功能键。
开始	起动柱箱程序升温键。
终止	停止柱箱程序升温键。

## 7.4 柱箱恒温的设置

7890 系列气相色谱仪色谱柱箱的温度设置范围为室温以上 6℃~399℃，温度控制精度为±0.1℃。柱箱的加热丝功率大约 1600W，升温迅速。

当控制柱箱温度的控制器发生故障时，可能会造成柱箱内温度直线上升，当柱箱内温度超过设定温度 20℃时，微机控制部分会自动切断加热电源，同时关闭叶轮的电源，并在显示器上显示“OVEN TEMPERATURE SCR ERROR”。当柱箱温度超过 420℃时，色谱柱箱内的熔断片会熔化，切断柱箱加热电源，保护柱箱。重新开机前应该更换熔断片。7890 系列气相色谱仪的附件中备有熔断片。

柱箱温度设置是通过 7890 系列气相色谱仪的[柱温]键、数字键和[输入]键来完成的。

例如需要设置柱箱温度为 150℃，请按下表的操作顺序进行操作：

顺 序	按 键	显 示 器 内 容	
1	柱温	OVEN 100	TEMPERATURE 10
2	1	OVEN	TEMPERATURE 1
3	5	OVEN	TEMPERATURE 15
4	0	OVEN	TEMPERATURE 150
5	输入	OVEN 150	TEMPERATURE 10

按照上表顺序按键操作，柱箱的温度即被设置为 150℃。柱箱的实际温度（TEMPERATURE）会迅速上升至 150℃，显示屏上也会显示出来。

此时如果再按[显示]键，显示屏将显示出实际温度的小数点后二位数，如下图所示：

OVEN	TEMPERATURE
150	150.03

## 7.5 柱箱程序升温的设置

7890 系列气相色谱仪的色谱柱箱能够进行三阶程序升温操作，操作步骤如下：  
按[程序]键显示屏显示如下：



例如需要设置图 7-3 所示的一阶程序升温曲线。

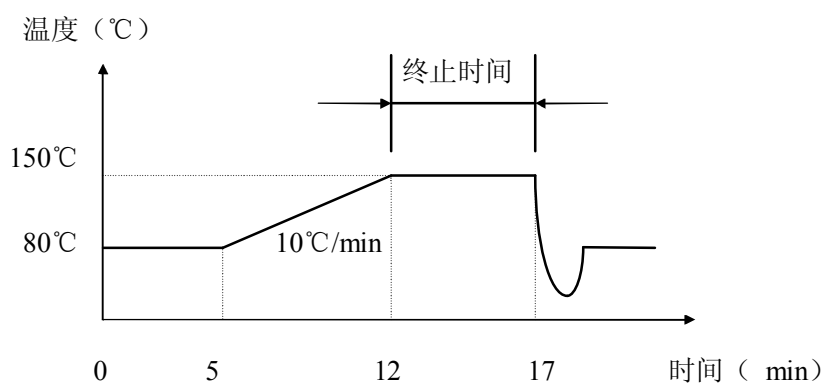


图 7-3 程序升温曲线举例（一阶）

名称说明：

INITIAL（初始温度）：	图示 80°C 处
INITIAL TIME（初始时间）：	图示 0~5min 处，即 5min
RATE（升温速率）：	图示 10°C/min 处
FINAL TEMP（终止温度）：	图示 150°C 处
FINAL TEME（终止时间）：	图示 12~17min 处，即 5min

首先请按照 7.4 小节（柱箱温度的设置），将柱箱温度设置为 80℃。  
然后按下表进行程序升温设置：

顺 序	按 键	显 示 器 内 容		
1	▽	INITIAL	TIME	0
2	5	INITIAL	TIME	5
3	输入	INITIAL	TIME	5
4	▽	PRG1	RATE	0
5	1	PRG1	RATE	1
6	0	PRG1	RATE	10
7	输入	PRG1	RATE	10
8	▽	PRG1	FINAL	TEMP
9	1	PRG1	FINAL	TEMP
10	5	PRG1	FINAL	TEMP
11	0	PRG1	FINAL	TEMP
12	输入	PRG1	FINAL	TEMP
13	▽	PRG1	FINAL	TIME
14	5	PRGI	FINAL	TIME
15	输入	PRGI	FINAL	TIME
				5

如果需要进行多阶程序升温操作，继续按 ▽ 键，重复上述步骤进行设置即可。  
完成以上参数设置后，待柱箱温度达到初始温度并且稳定（设定值与实际值一致），准备灯点亮后，按[开始]键，即开始程序升温控制。

▲注意：程序升温程序设定后，可以随时修改设定的参数（正在运行的参数除外）。

程序升温完成后，自动回复到初始温度，等待第二次程序升温过程。启动程序升温后，如果要终止此次程序升温，按[终止]键即可。

▲注意：程序升温结束后，柱箱温度必须降低到低于初始温度 25℃后，才会回复到初始温度。

设置了三阶程序升温后，如果需要运行一阶程序升温，这时可以将二阶终止温度（PRG2 FINAL TEMP）和三阶终止温度（PRG3 FINAL TEMP）都设置为零。

设置了三阶程序升温后，如果需要运行二阶程序升温，这时可以将三阶终止温度（PRG3 FINAL TEMP）设置为零。

设置了二阶程序升温后，如果需要运行一阶程序升温，这时可以将二阶终止温度（PRG2 FINAL TEMP）设置为零。

二阶终止温度（PRG2 FINAL TEMP）或三阶终止温度（PRG3 FINAL TEMP）设置为零的方法如下所述：

参照程序升温设置方法选择到二阶终止温度（PRG2 FINAL TEMP）或三阶终止温度（PRG3 FINAL TEMP）的设置对话框，按下表按键即可。

顺 序	按 键	显 示 器 内 容		
1	0	PRG2	FINAL	TEMP 0
2	ENTER	PRG2	FINAL	TEMP 0

然后待仪器温度稳定并且准备灯亮后，进样并同时按[开始]键，仪器即开始程序升温控制。



## 7.7 检测器温度的设置

7890 系列气相色谱仪检测器的温度设置范围有两类：FID、ECD、NPD、FPD 检测器为室温以上 6℃~399℃，TCD 检测器为室温以上 6℃~350℃。温度控制精度均为±0.1℃。

当控制检测器加热的控制器发生故障时，色谱仪检测器的温度超过设定温度 50℃时，微机控制器会自动切断加热电源，并在显示器上显示“DET1 TEMPERATURE SCR ERROR”。

7890 系列气相色谱仪的检测器温度设置是通过[检测]键、数字键和[输入]键来完成的。例如需要设置检测器温度为 220℃，按下表进行进样器温度设置：

顺 序	按 键	显 示 器 内 容	
1	检测	DET 180	TEMPERATURE 10
2	2	DET	TEMPERATURE 2
3	2	DET	TEMPERATURE 22
4	0	DET	TEMPERATURE 220
5	输入	DET 220	TEMPERATURE 10

按照上表顺序按键，则检测器的温度被设置为 220℃。检测器的实际温度会迅速上升至 220℃。

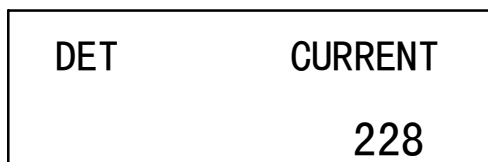
按照上表顺序按键后，再按[显示]键，显示屏将显示出进样器实际温度的小数点后二位数值。如下图所示：

FID	TEMPERATURE
220	220.00

## 7.8 其它功能

### 7.8.1 检测器信号显示功能

按[基流]键，显示屏将显示出检测器输出信号的电平值，作为观察仪器工作状态的参考。如下图所示：



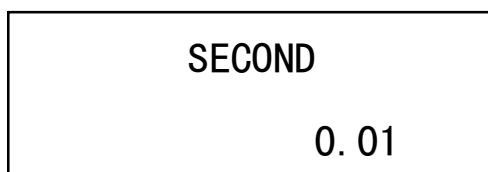
### 5.8.2 电源电压的监视功能

7890 系列气相色谱仪可以随时测量和监视供电电源的电压值，按[电网]键，显示器将显示出供电电源电压。如下图所示：



### 5.8.3 秒表功能

7890 系列气相色谱仪具有秒表功能，可用于流量测定。按[时间]键，显示器将显示出秒表，如下图所示：



按[时间]键后，再按[输入]键，则秒表开始计时。秒表计时开始后，再按[输入]键，则秒表暂停计时。再按[输入]键，则秒表继续计时。按[清除]键，则秒表清零。

## 第八章 检测器

### 8.1 检测器概述

7890 系列气相色谱仪可以选配五种检测器，并根据选配的检测器确定型号：7890F 配置 FID 检测器、7890T 配置 TCD 检测器、7890E 配置 ECD 检测器、7890N 配置 NPD 检测器、7890FP 配置 FPD 检测器。

7890 系列气相色谱仪是单检测器系列，只能安装一种检测器，不能同时安装两种以上的检测器。

### 8.2 氢火焰离子化检测器（FID）

#### 8.2.1 FID 检测器的结构原理

FID 检测器的结构如图 8-1 所示：

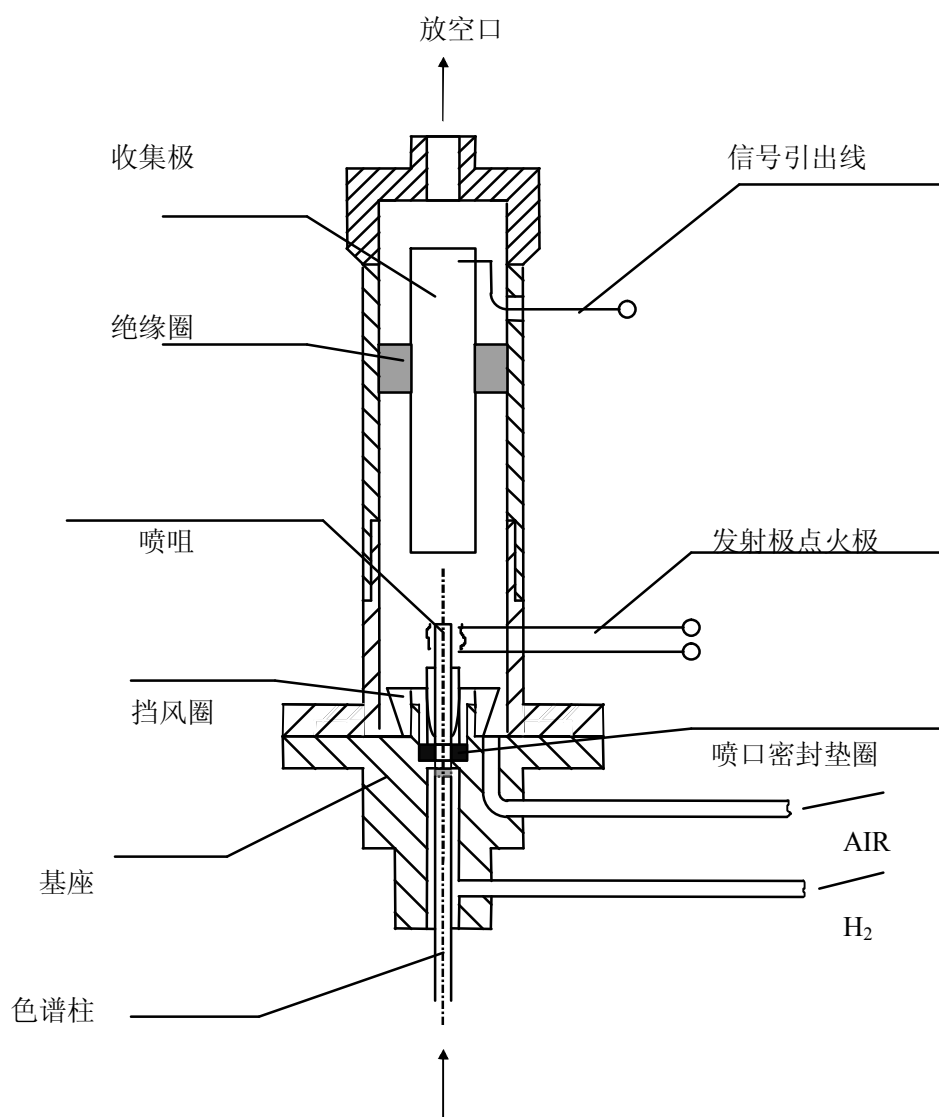


图 8-1 FID 检测器结构示意图

FID 检测器已经成为气相色谱仪最常用的一种检测器。由于 FID 检测器有灵敏度高、线性范围宽、响应速度快、结构简单、维修简单等优点，很受广大分析者的欢迎。FID 检测器的工作原理是，样品在氢火焰燃烧产生离子，该离子在外加电场的作用下作定向迁移，从而产生极微弱的电流信号，然后由收集极收集，再经过微电流放大器放大后，输出到记录仪或色谱数据处理机，绘出相应的色谱图。这种检测器的优点是在使用水或二硫化碳作溶剂时，不会产生溶剂峰或溶剂峰很小。

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

FID 检测器对所有的有机物都有响应，对无机物无响应或响应很小。FID 检测器必须有足够的空气流量，才能保证火焰的正常燃烧，并把燃烧后的杂质吹扫出检测器。氢气与载气流量之比影响到 FID 检测器灵敏度和线性，氢气流量大约应该是载气流量的 85%~90%，图 8-2 表示了固定载气的流量下，氢气流量与灵敏度的对应关系，过大的氢气流量会使噪声提高而影响灵敏度。

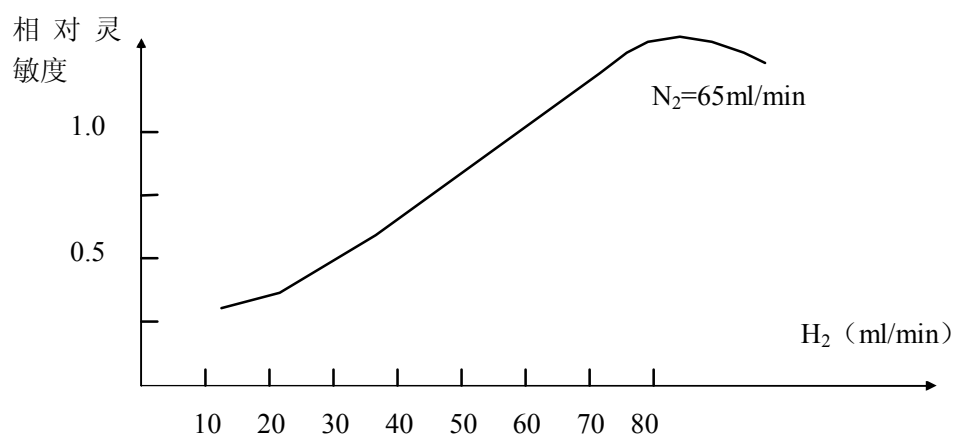


图 8-2 氢气流量与灵敏度的关系

空气流量对灵敏度的影响不像载气和氢气那样明显，但是较大的进样量必须要较大的空气流量才能使氢气完全燃烧，并使燃烧产物顺利排出离子室外。例如：2 毫升的丙烷气体样品需要 700ml/min 的空气流量才能使氢气和丙烷完全氧化。空气流量太小时，氢气和样品燃烧不完全会降低 FID 检测器的灵敏度，空气流量过大时（大于 500ml/min）也会出现噪声。空气流量与灵敏度的关系如图 8-3 所示。

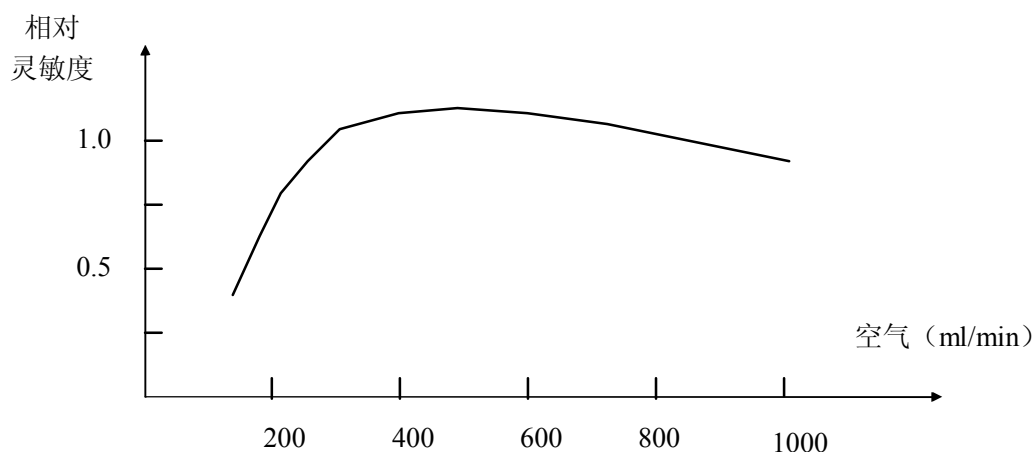


图 8-3 空气流量与灵敏度的关系

FID 检测器是质量型检测器，对样品具有破坏性。检测器的柱外效应几乎为零，所以响应时间只有几个毫秒。对碳氢化合物敏感度达  $10^{-12}$  克/秒，但信号的响应受化合物结构的影响较大。带杂原子化合物的响应信号低，但具有非常宽的线性范围。

7890 系列气相色谱仪的 FID 检测器由离子室、离子信号线、微电流放大器等组成。离子信号线把离子室收集的离子流信号送到微电流放大器进行放大，并经过可调节的衰减和 1:12 的放大器固定衰减，输出到色谱数据处理机或色谱工作站。FID 检测器安装在仪器主机顶部的右侧，微电流放大器安装在主机右侧的机箱内。

筒形的检测器基座在结构上保证了色谱柱与喷口间有极小的柱后死体积，氢火焰喷嘴对地绝缘良好且不易烧裂，由铂丝绕制而成的发射极兼作点火之用，此发射极不应与喷口接触。不锈钢圆筒状收集极对地绝缘良好，且具有较高的收集效果。FID 检测器的喷嘴结构如图 8-4 所示。

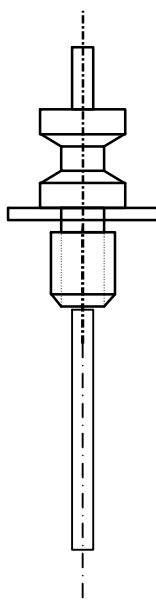
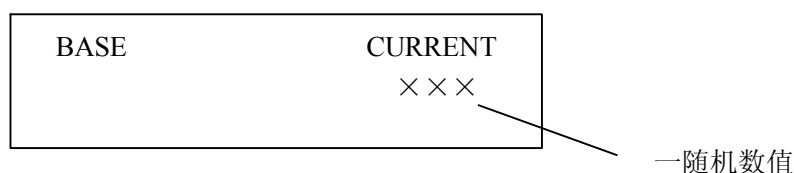


图 8-4 FID 检测器的喷嘴结构

### 8.2.2 FID 检测器的操作使用

FID 检测器的操作步骤如下所述：

1. 按照所用色谱柱的老化条件充分老化色谱柱。
2. 将色谱柱安装到 FID 检测器。
3. 打开净化器上的载气开关阀，然后用检漏液检漏，保证气密性良好。调节载气流量为适当值（根据刻度～流量计或用皂膜流量计测得）。
4. 打开电源开关，根据分析需要设置柱温、进样温度和 FID 检测器的温度（FID 检测器的温度应 $>100^{\circ}\text{C}$ ）。
5. 打开净化器的空气、氢气开关阀，分别调节空气和氢气流量为适当值（根据刻度～流量计或用皂膜流量计测得）。
6. 按[基流]键，显示屏显示如下：



7. 调节基流补偿旋钮，使数字接近零。
8. 待 FID 检测器温度升高到  $100^{\circ}\text{C}$  以上，按[点火]键，点燃 FID 检测器的火焰。在检测器温度低于  $100^{\circ}\text{C}$  时点火，会造成检测器内积水而影响检测器的基线稳定性。
9. 点火后再观察基流值，如此时基流显示值大于原来的显示值。说明 FID 的火焰已点燃。一般来说，在 FID 放大器量程为 10 时，此时该数值为几千到几万。基流显示在 FID 放大器量程为 10 时一个数字约等于  $40\mu\text{V}$  的电压量。在计数值大于 47500 后产生溢出。
10. 设置 FID 检测器微电流放大器的量程。量程分为 10、9、8、7 四档，量程为 10 时，FID 检测器的微电流放大器灵敏度最高，量程为 9 则灵敏度降低 10 倍，其余依此类推。量程通过[量程]键来设置，设置步骤按下表顺序进行（假定设置量程为 8）：

顺 序	按 键	显示内容
1	量程 A	FID RANGE 10
2	8	FID RANGE 8
3	输入	FID RANGE 8

11. 设置输出信号的衰减值。衰减分 0~8 九档，分别表示输出信号的  $2^0 \sim 2^8$  衰减输出，如下式所述：

$$\text{仪器输出信号} = \frac{\text{微电流放大器输出信号}}{\text{衰减}}$$

衰减通过[衰减]键来设置，设置步骤按下表顺序进行（假定设置衰减为 3）：

顺 序	按 键	显示内容	
1	衰减 A	DET1 0	ATTENUATION
2	3	DET1 3	ATTENUATION
3	输入	DET1 3	ATTENUATION

12. 将信号线与积分仪连接，即将仪器所附的信号线插到信号插座上，将信号线另一头的叉形焊片与积分仪连接。

13. 调节调零电位器使 FID 输出信号在积分仪的零位附近（基流显示数字接近零）。

14. 进样后如出反峰，请将信号线叉形焊片的正负位置对调。

### 8.2.3 FID 检测器的灵敏度测试

#### 1. 测试条件:

柱温: 140°C—180°C

检测器温度: 180°C—220°C

进样器温度: 180°C—220°C

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

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

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

色谱柱: 内径为 Φ2mm, 长 0.6M, OV--101 不锈钢柱

放大器: 灵敏度与衰减置适当值

样品: 正十五烷, 正十六烷, 溶剂为正辛烷

进样量: 0.5 μl ~ 1 μl

#### 2. 计算方法 (以正十六烷计算):

$$Mt = \frac{2Rn \times V \times d}{E_{\max} \times 2\Delta t^{1/2}}$$

式中:

E<sub>max</sub>—峰高 (mV)

2Δt<sup>1/2</sup>—半峰宽 (sec)

V—进样体积 (μl)

d—样品浓度 (g/μl)

Rn—基线噪声 (mV)

### 8.2.4 关机步骤

7890F 气相色谱仪在日常的关机时, 应当先将高效净化器的氢气和空气的开关阀关闭, 以切断 FID 检测器的燃气和助燃气将火焰熄灭, 然后降温, 在柱箱温度低于 80°C 以下才能关闭载气和电源开关。

▲注意: FID 检测器用氢气作燃气, 如果氢气气路是打开的, 而且色谱柱没有连接在检测器上, 这时氢气就会泄漏在柱箱内, 如果柱箱升温就有爆炸的危险。因此在色谱柱与检测器没有连接时, 氢气气路必须关闭, 或在 FID 检测器的柱接头上旋上闷头。

## 8.3 热导检测器 (TCD)

### 8.3.1 TCD 检测器的结构原理

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

TCD 检测器的载气一般用氢气或氦气,也可以用氮气。TCD 检测器为一不锈钢块体, 内部加工成对称的两个腔室, 两个腔室内安装一组热敏元件 (钨丝), 并组成惠斯顿电桥, 电桥上加有恒定的电流。两个腔室其一为参比池, 另一为测量池。参比池仅通过载气气流, 从色谱柱溜出的样品组份, 由载气携带进入测量池。

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

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

载气的热导系数与被测组分的热导系数相差越大, 被测组分的响应值就越大。几种化合物的热导率和响应值参见下表:

化合物	在 100℃时的热导率 (卡/cm·sec) (数字×105)	He=100 的热导率	克分子 响 应
载气			
氦	5.2	12.5	
二氧化碳	5.3	12.7	
氮	41.6	100.0	
氢	53.4	128.0	
氧	7.5	18.0	
样品			
乙烷	7.3	17.5	51
正丁烷	5.6	13.5	85
正壬烷	4.5	10.8	177
1-丁烷	5.8	14.0	82
环己烷	4.2	10.1	114
苯	4.1	9.9	100
丙酮	4.0	9.6	86
乙醇	5.3	12.7	72
氯仿	2.5	6.0	108
甲基碘	1.9	4.6	96
乙酸乙脂	4.1	9.9	111

从表中可以看出，对大多数样品来讲，选择氢气或氦气作载气时，TCD 检测器的灵敏度较高。但是如果检测氢气或氦气时，选择氮气作载气，TCD 检测器的灵敏度较高。

TCD 检测器为浓度型和通用型检测器，不破坏样品，可串联其它检测器一起使用。TCD 线性范围为  $10^4$ ，它的检测上限是目前所有检测器中最高的。

TCD 检测器的工作原理如图 8-5 所示：

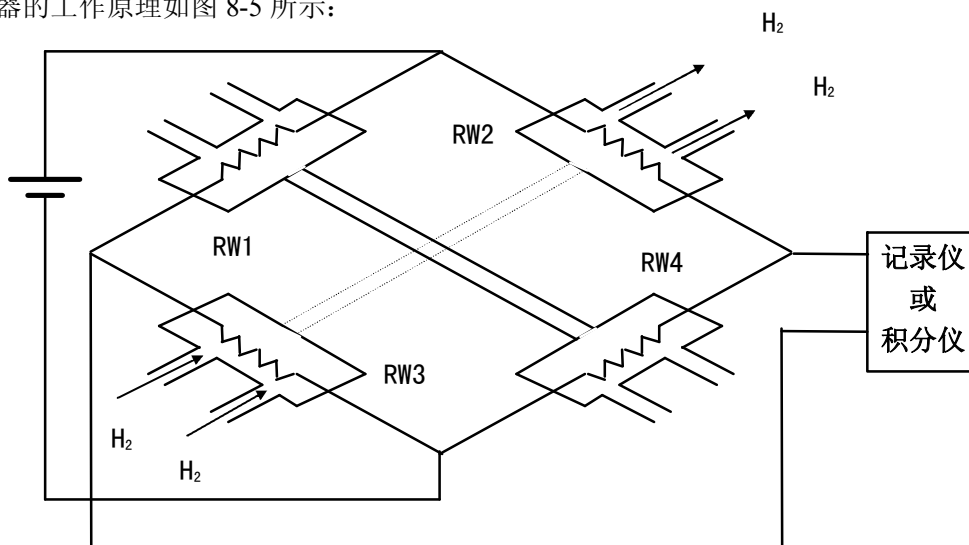


图 8-5 TCD 检测器工作原理示意图

TCD 检测器的内部结构如图 8-6 所示：

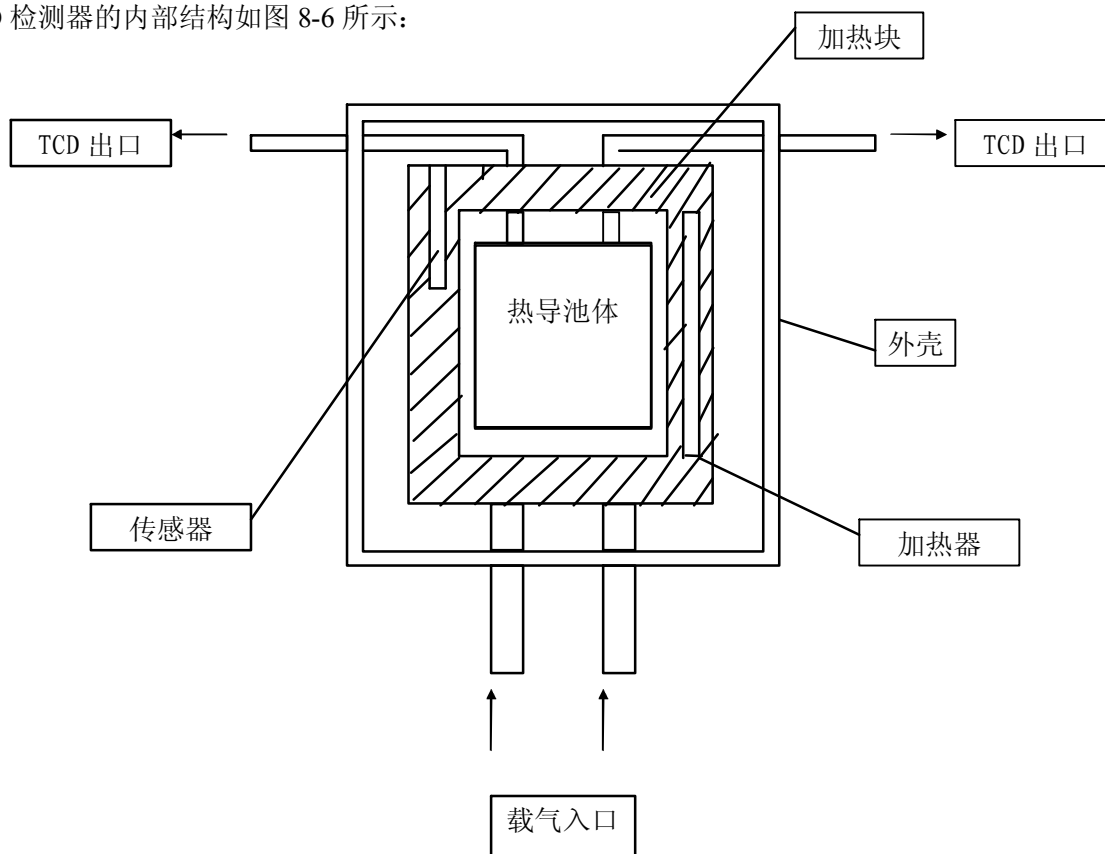


图 8-6 TCD 检测器内部结构

### 8.3.2 TCD 检测器的操作使用

TCD 检测器的操作步骤（双流路 TCD 检测器）：

1. 按照所用色谱柱的老化条件充分老化色谱柱。
2. 将色谱柱安装到 TCD 检测器上。
3. 打开净化器上的载气开关阀，然后用检漏液检漏，保证气密性良好。
4. 调节两路载气的稳流阀到适当值（根据刻度～流量计或用皂膜流量计实际测定），并使两路载气的流量相等。
5. 打开电源开关，根据分析需要设置柱温、进样器温度、TCD 检测器温度。
6. 确认载气流入 TCD 检测器的前提下，设置 TCD 检测器电流。TCD 电流设置范围为 50mA～250mA，增量为 10mA。电流设置的步骤请按下表顺序进行（假定设置 200mA）：

顺 序	按 键	显 示 内 容	
1	量程	TCD 0	RANGE
2	2	TCD 2	RANGE
3	0	TCD 20	RANGE
4	0	TCD 200	RANGE
5	输入	TCD 200	RANGE

7. 将信号线与积分仪连接，即将仪器所附的信号线插到信号插座上，将信号线另一头的叉形焊片与积分仪连接。
8. 调节调零电位器使 TCD 检测器的输出信号在积分仪的零位附近。

### 8.3.3 TCD 检测器的灵敏度测试

#### 1. 测试条件

色谱柱：内径为Φ2mm，长0.6M，OV--101 不锈钢柱

柱温：120~160℃

进样器温度：180~220℃

TCD 温度：180~220℃

载气：氢气，经分子筛净化，纯度不低于99.95%，流量为15ml/min~50ml/min

桥路电流：190mA~210mA

样品：正十五烷，正十六烷，溶剂为正辛烷

进样量：0.3μl~1μl

#### 2. 计算方法（以正十六烷计算）：

$$S = 1.065 \times \frac{h \times W_{h/2} \times F_0}{V \times C} \times \frac{T_{\text{检}}}{T_{\text{室}}}$$

式中：

h—峰高(A)

W<sub>h/2</sub>—半峰宽度(S)

V—进样体积(μl)

C—样品浓度(mg/μl)

F<sub>0</sub>—柱后体积流速(ml/min)

T<sub>检</sub>—池体温度(K)

T<sub>室</sub>—室温(K)

### 8.3.4 关机步骤

7890T 气相色谱仪的 TCD 检测器在结束日常的分析工作后，应当先将检测器的电流设置为零，再将柱箱、进样器和检测器的温度降低到 80℃ 以下才能关闭载气及电源开关。

▲注意：TCD 检测器用氢气作载气，因此必需进行严格的探漏试验，防止氢气泄漏造成危险。在载气未打开的情况下，不能设置电流，否则可能烧断钨丝。

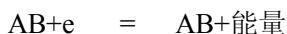
## 8.4 电子捕获检测器 (ECD)

### 8.4.1 ECD 检测器的结构原理

ECD 检测器是目前气相色谱仪比较常用的一种检测器,是具有高选择性和高灵敏度的检测器。高选择性是指它只对具有电负性的物质,如含有卤化物,以及过氧化物、硝基化物、金属有机物、甾类化合物、多环芳烃和共轭羰基化合物等,有很高的信号。样品的电负性越强,则所给出的信号越大,检测限量可达  $10^{14}$ g/ml 的范围。所以电子捕获检测器在医务、食品检验、动植物的农药残留量、大气及水质污染等领域得到日益广泛的应用。

7890 系列气相色谱仪的 ECD 检测器用  $^{63}\text{Ni}$  作放射源。在电极室里封装着  $^{63}\text{Ni}$  放射性同位素,当载气 ( $\text{N}_2$  或  $\text{Ar}$  气) 进入检测器的电极室时,在  $\beta$  粒子的轰击下被电离,形成正离子和自由电子。当一个脉冲电压加到这一电极室里的电极上时,就有电离电流流出,形成了基流(这一基始电流经控制器变换后就成为基频  $f_0$ )。当对电子有亲和力的化学组分进入这一电极室时,形成基流的电子就会被样品组分所捕获而形成负离子。

样品组分捕获电子有以下两种反应机理:



AB 表示样品分子, e 表示电子。

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

这样脉冲频率就将与对电子有亲和力的化学组分的浓度成正比

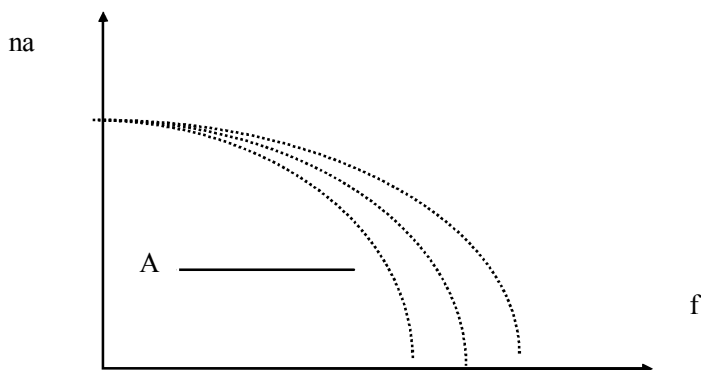
$$\Delta f = f - f_0 = kc$$

f 为脉冲频率

$f_0$  为载气中不含对电子有亲和力的化学组分时的脉冲频率(基频)

K 为和电子捕获几率等等有关的一个常数。

C 为对电子有亲和力的化学组分的浓度。



如果第一次使用 ECD 检测器或长期未用,在使用前就应该接上色谱柱,通入载气,并将电子捕获检测器的尾吹气也打开,将 ECD 检测器进行加热老化(250℃以上,48 小时以上)。电子捕获检测器需要使用高纯氮,纯度应大于 99.999%。ECD 检测器排出的废气必须接到室外,废气管出口的高度应在实验室附近最高建筑物顶 2 公尺以上,因为 ECD 检测器的放射源会产生  $\beta$  粒子,并随着载气流出检测器外。通常 ECD 检测器的使用温度在 250℃~300℃之间较为常见。

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

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

为了扩大 ECD 线性、增大基流和防止样品在柱后扩散，ECD 经常加一般辅助气（或称清洗气、冲洗气），辅助气的增加将损失一点灵敏度，但得到了比较理想的色谱图，通常是使用载气作辅助气，载气与辅助气比例为 2.5: 1 和 3: 1 之间。纯氮和氩气加 5%甲烷都被认为是最理想的载气，氩气加 5%甲烷得到的基流与线性比较高，与氮气相比氩气加 5%甲烷作 ECD 检测器载气的灵敏度也略高一点。

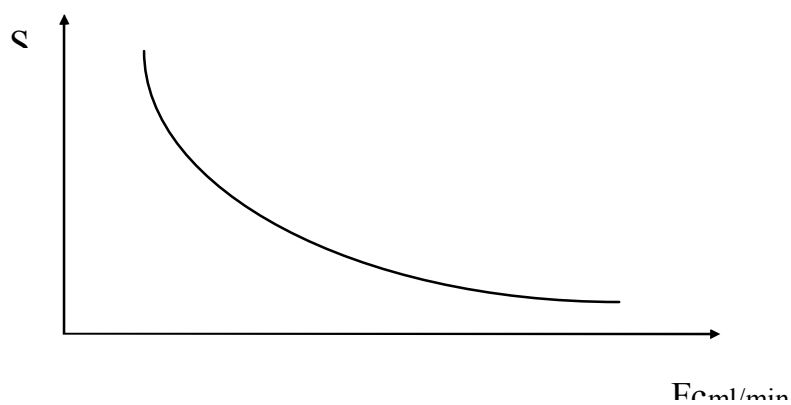
无论使用那一种载气和辅助气，都必须经过严格净化，通过 ECD 检测器的载气和辅助气必须除氧，因为电负性的氧随载气和辅助气进入 ECD 会影响 ECD 性能。氧的存在主要影响基流和灵敏度。

7890 系列气相色谱仪的 ECD 检测器配有专用的脱氧管，使用 ECD 检测器时必须将脱氧管接在气体净化器后，对载气和辅助气进行除氧。

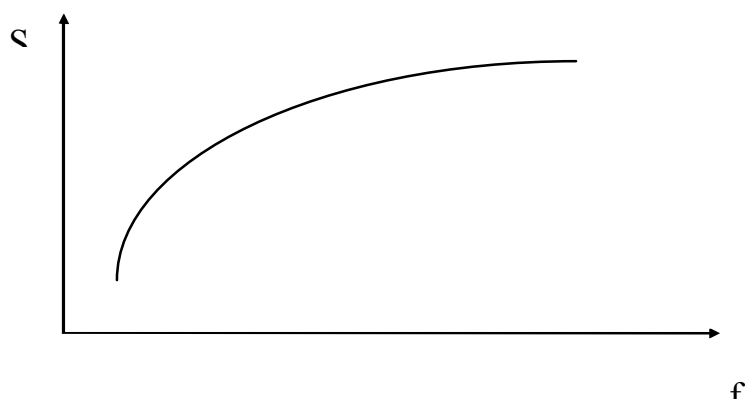
常用的载气和辅助气参见下表：

	Ar	He	GH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	效 果
载  气	95	-	5	-	-	-	较好
	90	-	10	-	-	-	可用
	-	100	-	-	-	-	可用，必须加辅助气
	99	-	-	1	-	-	较好
	-	-	-	100	-	-	灵敏度低
	95	-	-	5	-	-	较好
	99	-	-	-	1	-	较好
	-	-	-	-	-	100	较好
	95	-	-	-	-	5	较好
辅 助 气	95	-	5	-	-	-	较好
	90	-	10	-	-	-	可用
	-	-	-	-	-	100	较好
	99	-	-	1	-	-	较好
	95	-	-	5	-	-	较好
	95	-	-	-	-	5	较好
*载气及辅助气必须严格除氧和其它电负性杂质							

ECD 为浓度型检测器，灵敏度随载气的增大而减小，如下图所示。



ECD 检测器的灵敏度随脉冲频率的增大而增大，如下图所示。



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

ECD 检测器的内部结构如图 8-7 所示：

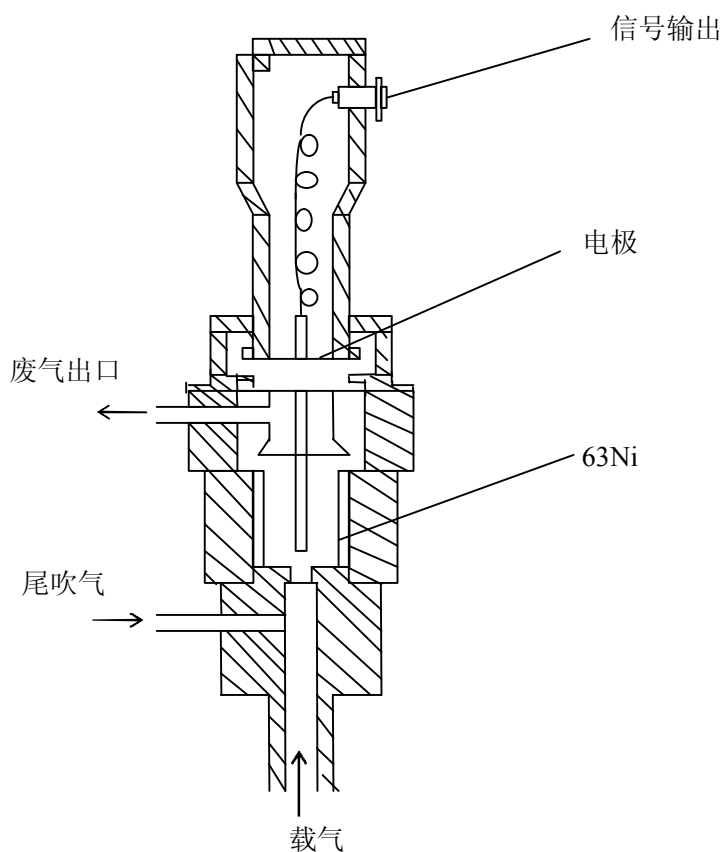


图 8-7 ECD 检测器的内部结构

### 8.4.2 ECD 检测器的操作使用


ECD 检测器的操作步骤:

1. 在仪器气路系统背面的放空接头上, 连接放空管道并排到窗外。将脱氧管安装在净化器后。
2. 按照所用色谱柱的老化条件充分老化色谱柱。
3. 将色谱柱安装到 ECD 检测器上。
4. 打开净化器上的载气开关阀, 然后用检漏液检漏, 保证气密性良好。
5. 调节载气稳流阀流量为适当值 (根据刻度~流量计或用皂膜流量计测得)。
6. 打开电源开关, 根据分析需要设置柱温、进样器温度和 ECD 检测器的温度。
7. ECD 检测器需要设置的参数有二个, 一个是频率, 另一个是电流。

电子捕获检测器的频率有两档 ( $\times 1$ 、 $\times 10$ ), 如果需要设置为 10, 设定方法如下表:

顺 序	按 键	显 示
1	量程	ECD VFC RANGE 1
2	1	ECD VFC RANGE 1
3	0	ECD VFC RANGE 10
4	输入	ECD VFC RANGE 10

电子捕获检测器的频率有三档(0.5nA、1nA、2nA), 如果需要设置为 2nA, 设定方法如下表:

顺 序	按 键	显 示
1	量程	ECD VFC RANGE 10
2		ECD CURRE 1
3	$\Delta$	ECD CURRE 1
4	2	ECD CURRE 2
5	输入	ECD CURRE 2

8. ECD 检测器输出信号的衰减分 0~8 共九档，分别表示输出信号为  $2^0 \sim 2^8$  输出，如需设置输出信号为  $2^3$  输出，请按下表顺序进行。

顺 序	按 键	显示内容	
1	衰减	DET1 0	ATTENUATION
2	3	DET1 3	ATTENUATION
3	输入	DET1 3	ATTENUATION

9. 将信号与积分仪连接。即将仪器所附信号线的插头插到信号插座上，将信号线另一头的叉形焊片与积分仪连接。

10. 调节调零电位器使 ECD 检测器的输出信号在记录仪或积分仪零位附近。

11. 进样后如出反峰，请将信号线的正负极性位置对调。

### 8.4.3 ECD 检测器的敏感度测试

1. 测试条件:

柱温: 170℃

检测器温度: 200℃

进样器温度: 250℃

载气: 经干燥处理的高纯 N<sub>2</sub>, 纯度不低于 99.999%, (+ 401 脱氧剂), 流量为 20~30ml/min

氢气: 经分子筛净化, 纯度不低于 98%, 流量为 15~70ml/min

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

色谱柱: 内径为 Φ2mm, 长 0.6M, OV-101 不锈钢柱

放大器: 灵敏度与衰减置适当值

样品: γ-BHC、艾氏剂, 溶剂为异辛烷

进样量: 0.5 μl ~ 1 μl

2. 计算方法 (以 γ-BHC 计算):

$$Mt = \frac{2Rn \times V \times d}{E_{\max} \times 2\Delta t^{1/2}}$$

式中:

E<sub>max</sub>—峰高 (mV)

2Δt<sup>1/2</sup>—半峰宽 (sec)

V—进样体积 (μl)

d—样品浓度 (g/μl)

Rn—基线噪声 (mV)

### 8.4.4 关机步骤

7890E 日常的关机应当先将柱箱、进样器和检测器的温度降低到 80℃ 以下, 然后再关小载气, 应保留一定流量 (约 5ml/min) 的载气以保护放射源, 最后再关闭电源。

▲注意:

1. ECD 检测器排出的废气必须接到室外, 管子出口的高度应在实验室建筑物顶 2 公尺以上, 因为 ECD 使用的 <sup>63</sup>Ni 放射源产生的 β 粒子将随着载气流出 ECD 检测器外。
2. 如果 ECD 检测器发生故障, 应送回本公司处理。请用户不要自行打开 ECD 检测器, 避免受到放射性物质的伤害。
3. 在处理废弃的 ECD 检测器时, 必须请有资质的专门废物处理公司进行处理, 必要时, 可由本公司代为处理。禁止将随意丢弃 ECD 检测器, 造成对人体的伤害和对环境的污染。

## 8.5 氮磷检测器 (NPD)

### 8.5.1 NPD 检测器的结构原理

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

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

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

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

NPD 检测器的工作原理如图 8-8 的框图所示：

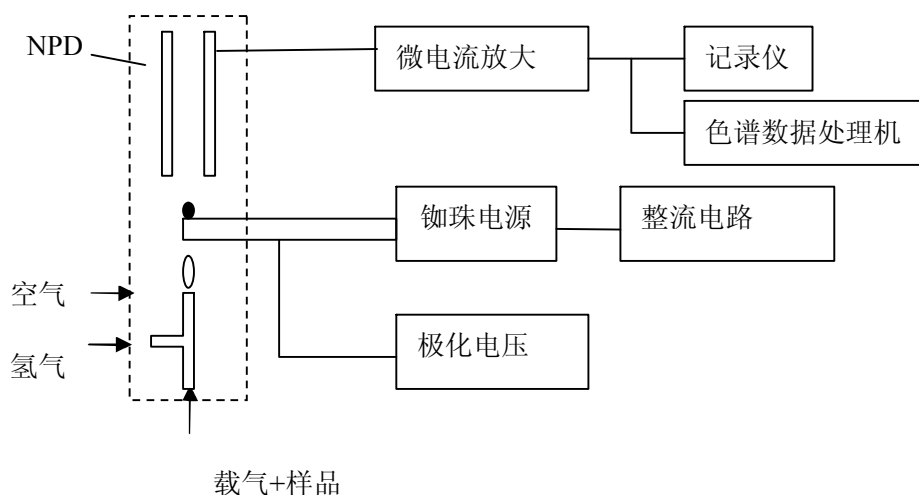


图 8-8 NPD 检测器原理框图

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

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

NPD 检测器的内部结构如图 8-9 所示：

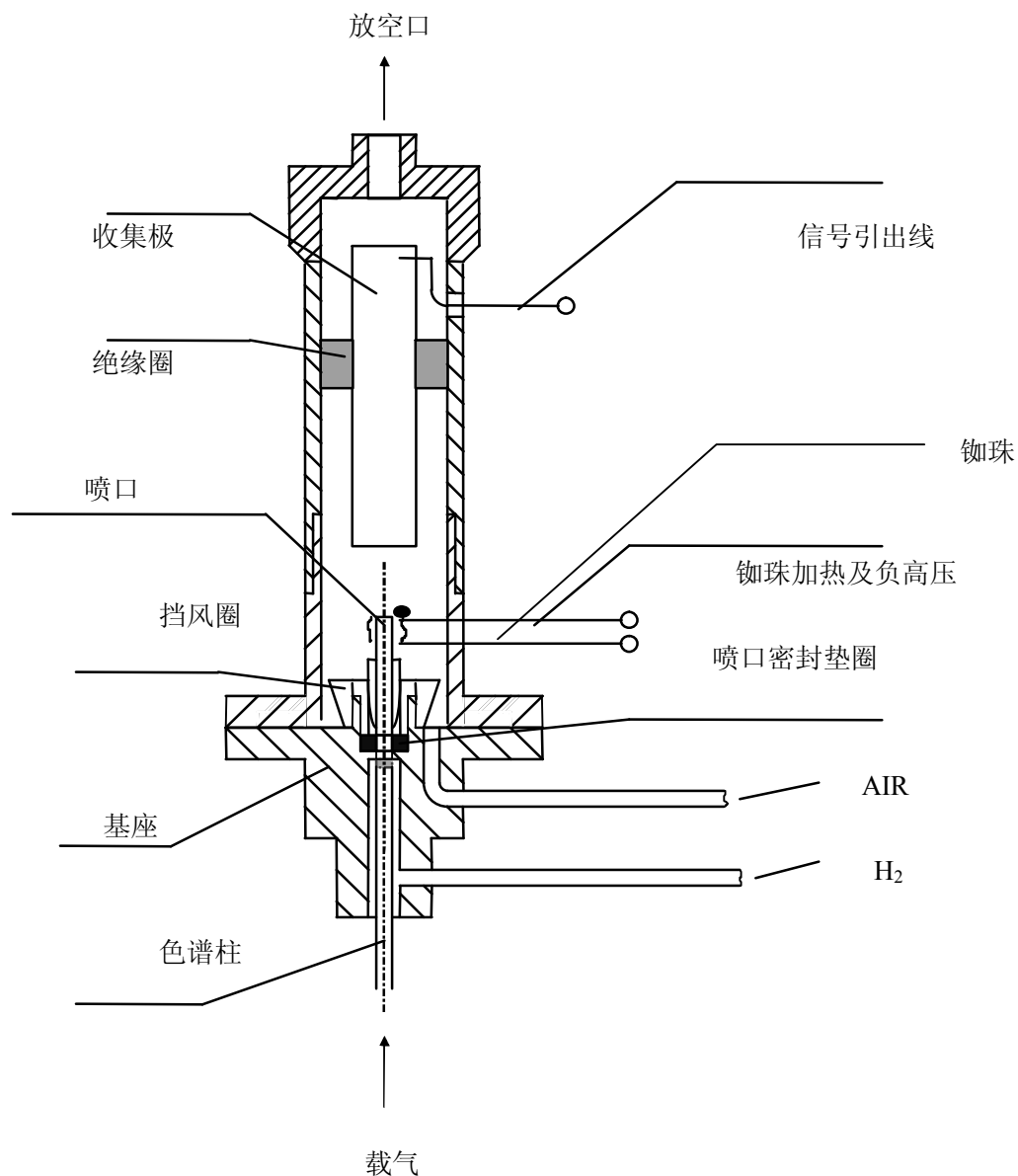


图 8-9 NPD 检测器的内部结构

NPD 检测器的电源控制器是一个单独部件，由可调式高稳定性铷珠稳压电源和-250V 极化电压组成。铷珠加热电流由电源控制器上的电位器来调节，范围在 0.5A-3.5A，该输出电流连续可调，可对铷珠进行老化，并可根据铷珠的损耗情况，调整相应的电流值，使 NPD 检测器的灵敏度处于较佳位置。铷珠的加热电流可以直接从电源控制器的显示屏上读出。如果显示为 2.75，代表铷珠加热电流为 2.75A。

NPD 检测器的电源控制器结构如图 8-10 所示：

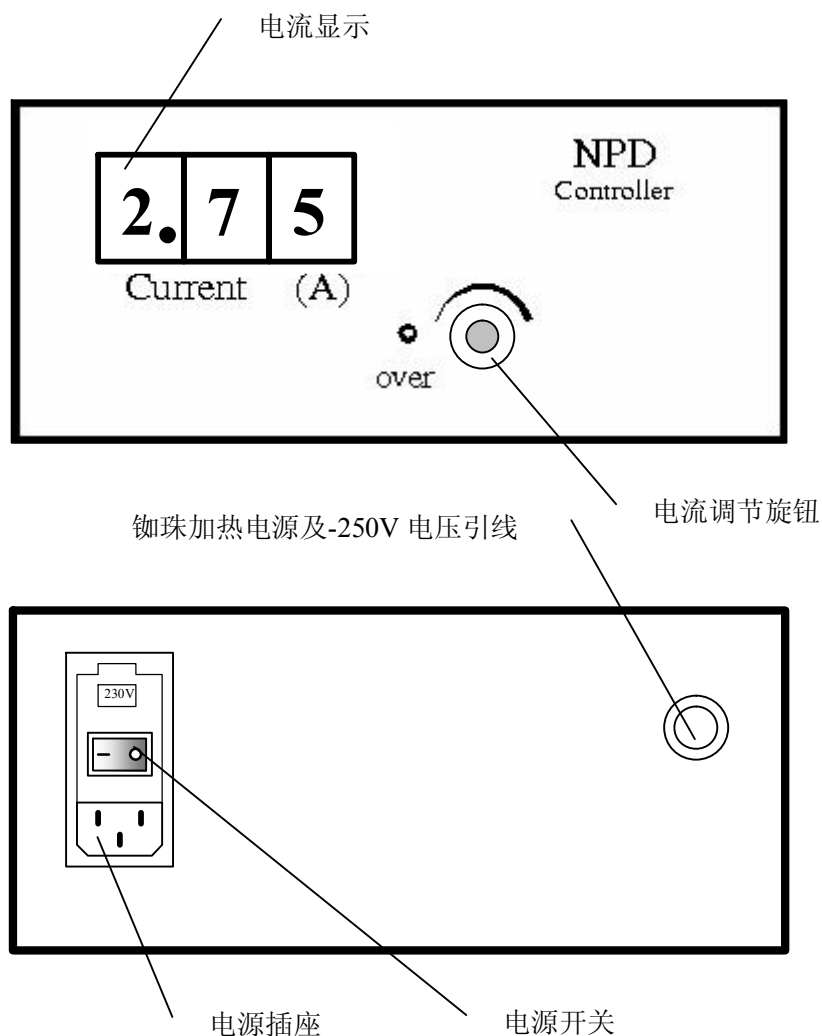


图 8-10 NPD 检测器的电源控制器结构

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

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

基流和灵敏度（响应值）的大小与氢气、空气的流量也有一定关系，图 8-11 所示的是基流和灵敏度（响应值）与氢气、空气流量的特性曲线(流速关系)。图中，氢气流量的单位是 mL/min、空气流量的单位是 100mL/min、灵敏度（响应值）的单位是  $10^{-12}A$ 。

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

基始电流的测试方法为：放大器置为  $10^8 \Omega$ ，衰减置为 2，从 NPD 检测器上拔下信号线，观察积分仪并读取电平，再将信号线重新接上，观察积分仪重新读取电平，并计算出两电平的差值。

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

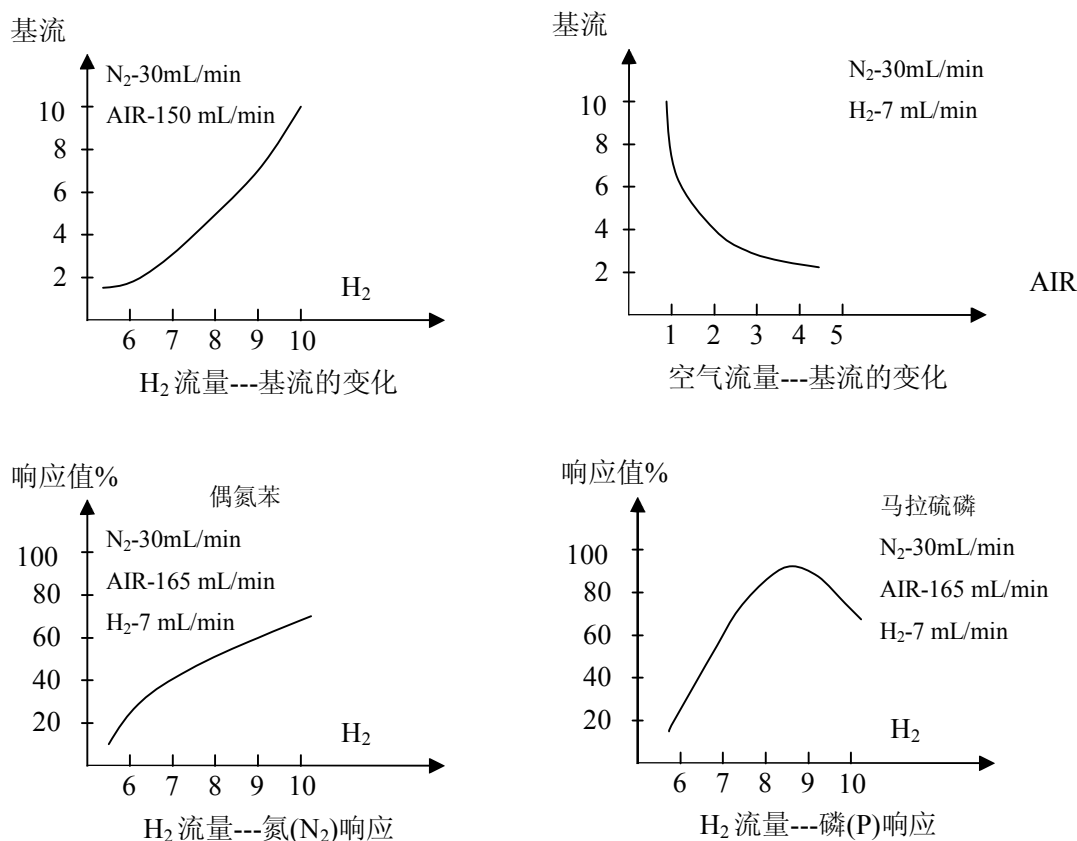


图 8-11 基流、灵敏度（响应值）与氢气、空气流量的特性曲线

### 8.5.2 NPD 检测器的操作使用

NPD 检测器的操作步骤:

1. 确定 NPD 检测器、微电流放大器、电源控制器已正确安装，连接好离子信号线、铷珠电源线、电源控制器的电源线、以及接地线等。
2. 打开净化器上的载气开关阀，然后用检漏液检漏，保证气密性良好。调节载气流量为适当值（根据刻度~流量计或用皂膜流量计测得）。
3. 按照所用色谱柱的老化条件充分老化色谱柱。
4. 将色谱柱与 NPD 检测器相连接。
5. 打开主机电源开关，根据分析需要设置柱温、进样温度和 NPD 检测器的温度。
6. 打开净化器的空气、氢气开关阀，分别调节空气和氢气流量为适当值（根据刻度~流量计或用皂膜流量计测得）。
7. 设置 NPD 检测器微电流放大器的量程。一般情况下，NPD 检测器微电流放大器的量程选择是用主机控制面板上的[量程]键。但是，当主机上同时装有 FID 检测器和 NPD 检测器时，NPD 检测器微电流放大器的量程选择是用主机控制面板上的[量程]键。

NPD 检测器微电流放大器的量程选择范围为 9, 8, 7 三档，量程为 9 时，NPD 检测器的微电流放大器灵敏度最高，量程为 8 则灵敏度降低 10 倍，其余依此类推。设置步骤按下表顺序进行（假定设置量程为 8）:

顺 序	按 键	显 示 内 容
1	量程	NPD RANGE 9
2	8	NPD RANGE 8
3	输入	NPD RANGE 8

8. 设置输出信号的衰减值。衰减分 0~8 九档，分别表示输出信号的  $2^0 \sim 2^8$  衰减输出，如下式所述：

$$\text{仪器输出信号} = \frac{\text{微电流放大器输出信号}}{\text{衰减}}$$

衰减通过[衰减]键来设置，设置步骤按下表顺序进行（假定设置衰减为 3）：

顺 序	按 键	显示内容
1	衰减	DET1 ATTENUATION 0
2	3	DET1 ATTENUATION 3
3	输入	DET1 ATTENUATION 3

9. 调节 NPD 检测器电源控制器的电位器，使电流为适当值。氮磷检测器(NPD)铷珠表面温度是一个关键因素，一般来说要提高检测器的灵敏度，与提高铷珠表面温度是正比例关系，但是对基线的噪音也会同时增大，检测器的基始电流在很大程度上受铷珠温度的控制。在操作时建议调节铷珠电流使基始电流处于  $2 \times 10^{-11} \text{A} \sim 2.5 \times 10^{-11} \text{A}$  范围内，此时检测器有较高的灵敏度与信噪比，为了获得更好的信噪比，可以通过改变氮气流量，氢气流量与铷珠的加热电流的方法来获得。

10. 将信号与积分仪连接，即将仪器所附信号线插到信号插座上，将信号线另一头的叉形焊片与积分仪连接。

11. 调节调零电位器 A 使 NPD 输出信号在记录仪或积分仪零位附近。

12. 进样后如出反峰，请将信号线正负极性位置对调。

### 8.5.3 NPD 检测器的灵敏度测试

1. 测试条件:

柱箱温度:	150°C-170°C
进样器温度:	200°C-220°C
NPD 温度:	200°C-220°C
氮气流量:	20-40ml/min
氢气流量:	6.5-8ml/min
空气流量:	120-180 ml/min
色谱柱:	内径Φ2mm, 柱长 0.5-0.6M, OV-101 不锈钢柱
样品:	偶氮苯、马拉硫磷, 溶剂异辛烷
进样量:	0.5 μ L -1 μ L
铷珠电流:	2.8A-3.2A

2. 计算方法 (对氮以偶氮苯计算、对磷以马拉硫磷计算):

$$Mt = \frac{2Rn \times V \times d}{E_{\max} \times 2\Delta t^{\frac{1}{2}}} \quad \text{g/s}$$

式中:

$E_{\max}$ —峰高 (mV)

$2\Delta t^{1/2}$ —半峰宽 (sec)

V—进样体积 (μ l)

d—样品浓度 (g/μ l)

Rn—基线噪声 (mV)

#### 8.5.4 关机步骤

7890N 日常的关机应当先关闭将铷珠电流，即先用电源控制器上的电流设定电位器将铷珠电流调到最小，然后关闭电源控制器的电源开关。再关闭氢气、空气，让 NPD 检测器熄火。再将柱箱、进样器和检测器的温度降低到 80℃ 以下，然后关闭电源。最后关闭载气。

▲注意：NPD 检测器的铷珠是易耗品，不属于保修范围

▲注意：

1. NPD 检测器的铷珠电源线必须小心连接，不可插错，以免烧坏铷珠。铷珠电流不可设置太大，否则也有可能烧坏铷珠。
2. 基始电流用补偿电位器调节不能调节回零时，可调节电源控制器的铷珠电流调节电位器来减小基流，也可调节氢气流量来减小基流。
3. NPD 检测器的氢气流量较小，一般在 5~8ml/min，不得随意增加氢气流量，以免烧坏铷珠。
4. 虽然提高铷珠温度会使灵敏度增加，但提高铷珠温度到一定值后，噪音也随着增大，信噪比并无明显改善。铷珠温度过高会减少铷珠使用寿命。
5. NPD 检测器使用氢气，如果氢气气路是打开的，而色谱柱没有连接在检测器上，这时氢气就会泄漏在柱箱内，一旦柱箱升温可能引起爆炸。因此在色谱柱与检测器没有连接时，氢气气路必须关闭。

## 8.6 火焰光度检测器 (FPD)

### 8.6.1 FPD 检测器的结构原理

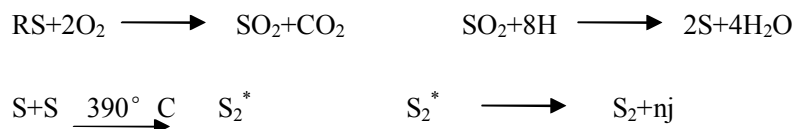
FPD 检测器是一种富氧、富氢焰型双火焰光度检测器，专用于在色谱流出物中，选择性地检测硫磷化合物，具有较高选择性、灵敏度。7890 系列气相色谱仪的 FPD 检测器有上下两个火焰，下火焰为富氧火焰，用于将有机硫磷化合物及烃类氧化生成相应的氧化物，上火焰将硫磷氧化物还原为  $S_2$ 、HPD 等化学发光分子，而烃类的氧化物如  $CO_2$ 、 $H_2O$  等为无光信号，所以 FPD 能够排除烃类干扰，而有选择性地测量硫磷化合物。

FPD 检测器具有灵敏度高、选择性好、响应时间快等特点，可以用于毛细管柱、填充柱。在作定量分析时，硫信号严格与硫化物浓度的平方成线性关系（或信号的平方根与浓度成线性关系），而与硫化物的类型无关，因此可用于大量烃类中测定微量硫磷化合物。

FPD 检测器利用元素光谱的强弱与元素在物质中的含量有一定的比例关系来定量分析，并用干涉滤光片滤除干扰光，经过光电倍增管把光讯号转换成电讯号，再由微电流放大器放大，输出的讯号可由色谱数据处理机、色谱工作站等二次仪表进行计算。该检测器的上下两个火焰，能排除烃类杂质对硫磷化合物样品的干扰，即样品溶剂对被测硫磷化合物的干扰。

上火焰称第二火焰呈富氢焰性质，其作用使第一火焰中生成的硫磷化合物充分还原，生成激发状态的  $S_2$  分子和 HPD 磷碎片，从而产生发射光谱，具体反映机理如下：

1. 测硫：



含硫化物在富氢火焰中达到  $390^\circ C$  温度时，发射能生成激发态的  $S_2^*$  粒子，当其回到基态时，就发射出波长在  $3500-4300\text{\AA}$  的特征光谱，利用相应的干涉滤光片可检测其特征光而进行测量。从反应式可知，发射光强度正比  $[S_2^*]$ ，而  $[S_2^*]$  与  $[S]$ （即  $SO_2$  浓度平方）成正比，即  $R=K1[SO_2]^2$ 。

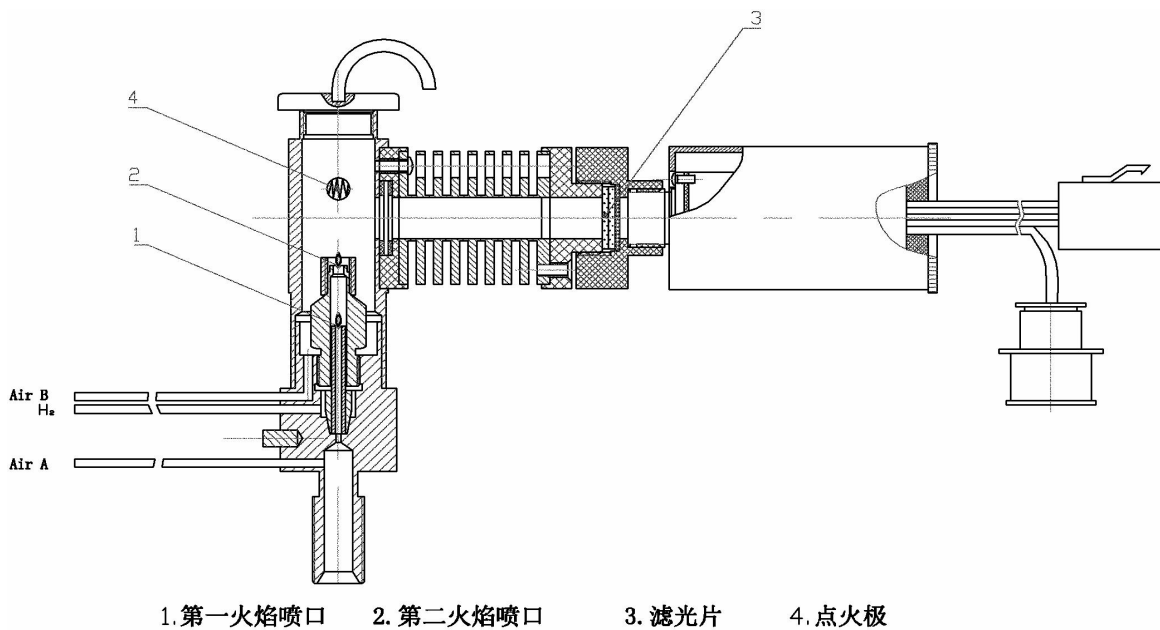
对该式两边取对数，得  $\text{Log } R = \text{Log } [SO_2]^2 + K1$ （ $R$  为响应信号， $K1$  为此例常数），证明 FPD 检测器在测硫时线形比较差。

2. 测磷：

一般认为测磷条件比测硫的条件宽，含磷样品只需在第一火焰中氧化后，进入第二火焰中还原成化学发光分子 HPO 碎片，即可检测它发出的特征光（波长为  $5260\text{\AA}$ ），因此利用相应的干涉滤光片可检测其特征光而进行测量。

因为发射光强度正比于 HPO 浓度，即  $R=K1(HPO)$ ，对该式两边取对数得  $\text{Log } R = \text{Log}(HPD+KI)$ 。在双对数坐标底上，响应信号对浓度作图即得一直线，其截距为  $K1$ ，斜边近似等于 1，由此可见 FPD 检测器在测磷时是比较线性的检测器。

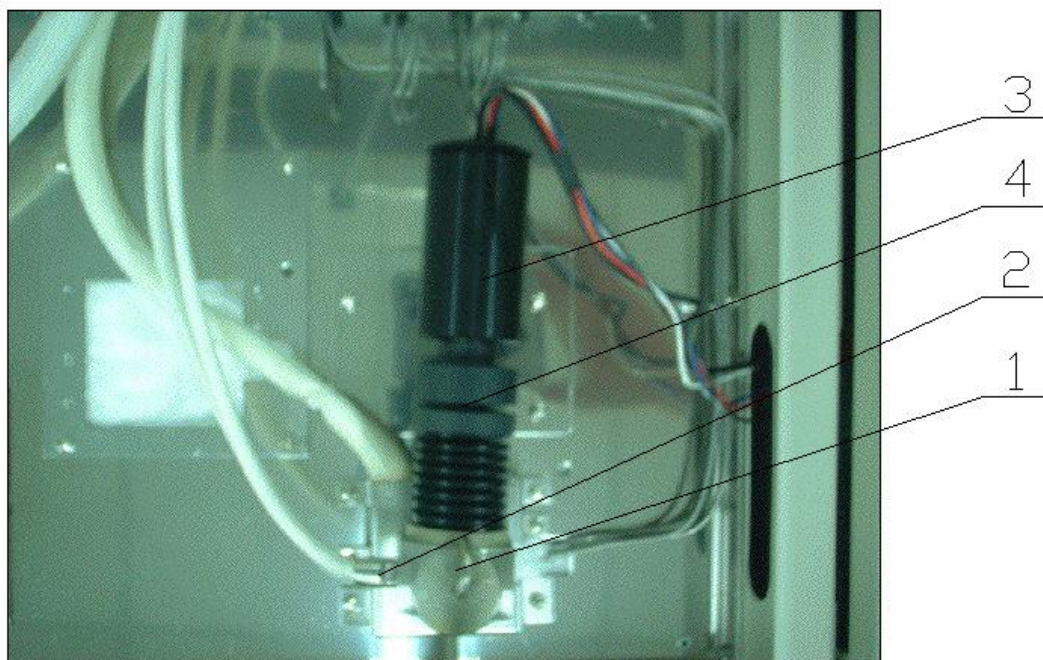
FPD 检测器的内部结构如图 8-12 所示。



图一

图 8-12 FPD 检测器的内部结构

FPD 检测器的外型结构如图 8-13 所示。



1) FPD 检测器 2) 点火极 3) 光电倍增管 4) 干涉滤光片

图 8-13 FPD 检测器的外型结构

FPD 检测器的结构可分为双氢火焰和光路系统两部分，大小喷嘴均为不锈钢制成，两喷嘴间的密封用锥形紫铜密封圈密封，喷嘴上部装有点火极供点火之用。光路部分主要由光导纤维管干涉滤光片，光电倍增管等部件组成，在火焰窗口装有石英玻璃片，起密封、隔热、防水蒸气等作用。检测器上部有一弯曲半圆管，作为气体放空出口。FPD 检测器的加热基座采用方形铝块，加热器采用 220V、70W 加热丝，控温组件采用铂电阻，印板的小型方盒内装有光电倍增管、微电流放大、高压源等关键元器件，切勿拆开，以免损坏。

### 8.6.2 FPD 检测器的操作使用

FPD 检测器的操作步骤如下所述:

1. 确认 FPD 检测器、FPD 电路板（微电流放大器）等已安装好，连接好光导纤维管、信号线等。
2. 打开净化器上的载气开关阀，然后用检漏液检漏，保证气密性良好。调节载气流量为适当值（根据刻度~流量表或用皂膜流量计测得）。
3. 按照所用色谱柱的老化条件充分老化色谱柱。
4. 将色谱柱安装到 FPD 检测器。
5. 打开电源开关，根据分析需要设置柱温、进样温度和 FPD 检测器的温度。
6. 打开净化器的空气、氢气开关阀，分别调节空气和氢气流量为适当值（根据刻度~流量表或用皂膜流量计测得）。
7. 待 FPD 检测器的温度升高到 100℃ 以上后，按[FIRE]键，点燃 FPD 检测器的火焰，由于 FPD 检测器的空气和氢气流量较大，因此点火时可听到明显的爆鸣声。如果 FPD 检测器的温度低于 100℃ 时点火，会造成检测器内积水，影响检测器的稳定性。
8. 设置 FPD 检测器微电流放大器的量程。量程分为 10、9、8、7 四档，量程为 10 时，FPD 检测器的微电流放大器灵敏度最高，量程为 9 则灵敏度降低 10 倍，其余依此类推。FPD 检测器较常用的量程为 8。量程通过[量程]键来设置，设置步骤按下表顺序进行（假定设置量程为 8）:

顺 序	按 键	显 示 内 容
1	量程	FID RANGE 10
2	8	FID RANGE 8
3	输入	FID RANGE 8

9. 设置输出信号的衰减值。衰减分 0~8 九档，分别表示输出信号的  $2^0 \sim 2^8$  衰减输出，如下式所述：

$$\text{仪器输出信号} = \frac{\text{微电流放大器输出信号}}{\text{衰减}}$$

衰减通过[衰减]键来设置，设置步骤按下表顺序进行（假定设置衰减为 3）：

顺 序	按 键	显示内容
1	衰减	DET1 ATTENUATION 0
2	3	DET1 ATTENUATION 3
3	输入	DET1 ATTENUATION 3

10. 将信号线与积分仪连接，即将仪器所附的信号线插到信号插座上，将信号线另一头的叉形焊片与积分仪连接。
11. 调节调零电位器使 FID 输出信号在积分仪的零位附近。
12. 进样后如出反峰，请将信号线叉形焊片的正负位置对调。

### 8.6.3 FPD 检测器的灵敏度测试

1. 测试条件:

柱箱温度:	150°C-170°C
进样器温度:	200°C-250°C
FPD 检测器温度:	200°C-250°C
氮气流量:	20-40ml/min (一般为 30ml/分, 5.26 圈)
氢气流量:	150-180ml/min (一般为 45ml/分, 9.5 圈)
空气 A 流量:	70-170ml/min (一般为 4.5 圈)
空气 B 流量:	180-225ml/min (一般为 6.0 圈)
色谱柱:	内径Φ2mm, 柱长 0.5-0.6M, OV-101 不锈钢柱
样品:	甲基对硫磷
进样量:	0.5 μ L -1 μ L
量程:	8
衰减:	4

2. 计算方法 (对硫以甲基对硫磷中硫计算、对磷以甲基对硫磷中磷计算):

计算灵敏度公式:

$$\text{测硫: } D_{FPD} = \sqrt{\frac{2N(WN_s)^2}{h(W_{1/4})^2}} \quad \text{测磷} \quad D_{FPD} = \frac{2NWN_p}{A}$$

$D_{FPD}$ —FPD 对硫或磷的检测限 (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)

$N_s$ —0.122

$N_p$ —0.118

#### 8.6.4 关机步骤

7890FP 在日常的关机时，应当先将高效净化器的氢气和空气的开关阀关闭，以切断 FPD 检测器的燃气和助燃气将火焰熄灭，然后降温，在柱箱温度低于 80℃ 以下才能关闭载气和电源开关。

▲注意：FPD 检测器用氢气作燃气，如果氢气气路是打开的，而且色谱柱没有连接在检测器上，这时氢气就会泄漏在柱箱内，如果柱箱升温就有爆炸的危险。因此在色谱柱与检测器没有连接时，氢气气路必须关闭，或在 FPD 检测器的柱接头上旋上闷头。

▲注意：在使用 FPD 检测器时必须特别注意以下事项：

1. FPD 检测器在长期不使用时，必须将干涉滤光片拆下，在干燥器中保存好，以免受潮发霉，并在光电管的入光处用附件中的密封螺帽旋上，不能让光直接射到光电倍增管上，影响使用寿命。
2. 在整机通电之前，必须将光电管安装圆筒装上，以免光直接射入光电管上，因为当电源打开，FPD 印板上就有供电电源，光电倍增管处于工作状态。
3. FPD 检测器在使用过程中必须先开载气，再开始将检测器升温到 150° C 以上，待恒温好后（使用温度）然后开空气，再开氢气再马上点火，以免积水。

## 第九章 仪器的保养

正确的维护仪器不仅能够使仪器始终处于正常工作状态，而且能够延长仪器的使用寿命。使用、维护仪器时必须注意：

1. 仪器应严格地在规定的条件下工作，在某些条件不符合时，必须采取相应的措施。
2. 严格按照操作规程进行工作，严禁油污，有机物及其它物质进入检测器及管道，避免造成管道堵塞或仪器性能恶化。
3. 严禁柱温超过色谱柱固定相中固定液允许使用温度，避免造成色谱柱流失，损坏色谱柱并污染检测器。
4. 一般柱温设置应低于固定液允许使用温度，在作高灵敏度操作时，柱温选择应更低。
5. 仪器开机时必须先通载气，然后才能开机升温，避免损坏色谱柱并污染检测器。
6. 使用 FID、NPD、FPD 检测器时，必须待检测器温度超过 100℃ 后才能点火，避免检测器积水。
7. 仪器关机时，必须先关闭氢气（使用 FID、NPD、FPD 检测器时），待检测器熄火后，再进行降温，然后才能关断载气。
8. 在很多情况下，所谓的故障是由于老化不充分引起的。所以在必要的时候，应该进行对进样器、检测器、色谱柱等进行老化，避免出现不必要的所谓故障。

### 9.1 清洗与老化

#### 9.1.1 FID 检测器的清洗

1. 可拆下 FID 外罩，取下电极和绝缘垫圈，把外罩、电极和绝缘垫圈等用丙酮或酒精清洗然后烘干。
2. 如果污染严重，可以将待清洗零件放入超声波清洗液中，经超声波清洗后，用清水淋洗干净，然后用酒精清洗并烘干。
3. 装配时应注意，点火线圈应位于喷口四周，不能与金属外壳（接地）相碰，高度不能超过喷嘴口，如超过喷嘴口时点火后点火极会发红会影响检测器的灵敏度。
4. 如果是色谱柱固定液流失污染检测器，则先选择能溶解固定液的溶剂进行溶解，然后按上述方法进行清洗。

#### 9.1.2 进样器的清洗

1. 进样器比较容易污染，特别是汽化管容易污染，为此清洗进样器就显得比较重要。进样器汽化管可用溶剂棉球直接穿洗，穿洗后用大气流吹一下（主要吹掉棉球纤维并吹干溶剂），然后装好汽化管衬垫和密封螺母。
2. 如果污染严重，可以将汽化管等待清洗零件放入超声波清洗液中，经超声波清洗后，用清水淋洗干净，然后用酒精清洗并烘干。

### 9.1.3 检测器的老化

1. 电子捕获检测器的老化：在载气进入电子捕获检测器的情况下，将电子捕获检测器温度设置在 200℃ 以上进行十小时以上的老化。适当增加载气流量，可以提高老化效率或减少老化时间。
2. 热导钨丝的老化：在载气进入热导检测器的情况下，将热导电流设置在使用值以上 10~20mA 左右，进行数小时的老化。适当增加载气流量，可以提高老化效率或减少老化时间。
3. 氮磷检测器铷珠的老化：在载气进入氮磷检测器的情况下，将铷珠电流设置在使用值以下 0.4A 和 0.2A，各进行二十分钟左右的老化。
4. 检测器的一般老化：在载气进入检测器的情况下，将检测器温度设置在 200℃ 以上进行数小时的老化。

### 9.1.4 进样器的老化

在载气进入进样器的情况下，将进样器温度设置在 200℃ 以上进行数小时的老化。

### 9.1.5 色谱柱的老化

1. 在载气进入色谱柱的情况下，将柱箱温度设置在色谱柱允许的最高温度以下 30℃，或正常使用温度以上 30℃，进行十小时以上的恒温老化。
2. 在载气进入色谱柱的情况下，设置 3~5℃/min 的升温速率，50~60℃ 的起始温度，色谱柱允许的最高温度以下 30℃ 的终止温度，进行一阶程序升温老化。
3. 适当增加载气流量，可以提高老化效率或减少老化时间。

### 9.1.6 净化器的活化

1. 气路系统中，接有净化过滤器，净化管中放置有 5A 分子筛、活性炭等过滤剂。5A 分子筛、活性炭需要定期（一般三个月到半年一次，取决于用户处的工作条件）更换或活化。
2. 将 5A 分子筛、活性炭从净化管中倒出，放置在烘箱中进行烘烤活化。如果没有烘箱，也可借用 7890 系列气相色谱仪柱箱，但要采取保护仪器的措施，例如取下色谱柱，闷住进样器、检测器接头等。
3. 5A 分子筛、活性炭的活化温度为 260℃，活化时间为 24 小时。

## 9.2 故障排除

### 9.2.1 微机控制器出错

在仪器正常运转时，如果外界有一突然的强电干扰，使仪器原设定的数据冲掉无法正常工作，这时可以关掉电源开关，再开启电源开关，重新设定参数即能清除这方面的故障。

### 9.2.2 没有色谱峰

#### (A) 故障判断

1. 放大器电源断开。
2. 离子线断。
3. 没有载气流过。
4. 积分仪/色谱工作站信号线接触不良。
5. 积分仪/色谱工作站故障
6. 进样器温度太低，样品没有汽化。
7. 微量注射器堵塞。
8. 进样器硅胶垫漏气。
9. 色谱柱安装连接不规范。
10. 火未点着 (FID)。
11. FID 极化电压未接或接触不良。

#### (B) 检查方法及修复

1. 检查放大器，保险丝。
2. 检查离子线。
3. 检查流路是否阻塞，气源是否用完。
4. 检查积分仪/色谱工作站接线。
5. 排除积分仪/色谱工作站故障。
6. 增加进样器温度。
7. 更换注射器。
8. 更换进样器硅胶垫。
9. 重新安装、拧紧色谱柱。
10. 重新点火。
11. 接上极化电压，排除接触不良。

### 9.2.3 保留时间正常但灵敏度下降

#### (A) 故障判断

1. 衰减太大
2. 没有足够样品量
3. 样品进样过程中的损耗
4. 注射器漏或堵
5. 载气漏气
6. 氢气和空气流量选择不当 (FID)
7. 极化电压不正常 (FID)

#### (B) 检查方法及修复

1. 降低衰减,增加量程范围
2. 增加进样量
3. 保证样品全部进入系统
4. 更换注射器
5. 探漏并排除漏气
6. 调整氢气和空气流量
7. 检查并排除极化电压故障

### 9.2.4 拖尾峰

#### (A) 故障判断

1. 进样温度太低
2. 进样器汽化管污染或进样垫残留
3. 色谱柱温度太低
4. 进样技术太差
5. 色谱柱选择不当

#### (B) 检查方法及修复

1. 重新调节进样器温度
2. 清洗进样器或清除进样垫的残留
3. 升高色谱柱温度
4. 改进进样技术
5. 选择适当的色谱柱

### 9.2.5 伸舌峰

#### (A) 故障判断

1. 样品量太大色谱柱过载
2. 样品凝聚在系统中

#### (B) 检查方法及修复

1. 降低样品量
2. 升高温度老化系统

### 9.2.6 色谱峰分离不好

#### (A) 故障判断

1. 色谱柱温度太高
2. 色谱柱太短
3. 载气流速太高
4. 色谱柱选择不当

#### (B) 检查方法及修复

1. 降低柱温
2. 选择较长的色谱柱
3. 降低载气流速
4. 选择适当的色谱柱

### 9.2.7 平顶峰

#### (A) 故障判断

1. 放大器饱和
2. 积分仪/色谱工作站故障

#### (B) 检查方法及修复

1. 降低进样量或降低放大器灵敏度
2. 排除积分仪/色谱工作站故障

### 9.2.8 基线有不规则波动

#### (A) 故障判断

1. 仪器接地不好
2. 检测器污染
3. 气流选择不当
4. 放大器不好

#### (B) 检查方法及修复

1. 改善接地
2. 清洗检测器
3. 选择合适气流量
4. 检查放大器

### 9.2.9 基线噪声大

#### (A) 故障判断

1. 色谱柱污染
2. 气体不纯
3. 接地不良
4. 检测器污染
5. 检测器电缆接触不良

#### (B) 检查方法及修复

1. 更换色谱柱
2. 净化气体使达到要求
3. 改善接地
4. 清洗检测器
5. 更换或修复电缆

### 9.2.10 基线单方向漂移

#### (A) 故障判断

1. 载气逐渐有完
2. 系统漏气

#### (B) 检查方法及修复

1. 更换气瓶
2. 探漏

生产本产品的上海天美科学仪器有限公司质量体系  
通过了由认可的认证机构依据 ISO9001 进行的认证

注册证号：CQEC 30400A015