

(图 1-1) 仪器基本结构

GC-9790 II 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。其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。

仪器采用微机控制，键盘式操作，液晶屏幕显示。具有电子线路集成度高、可靠性能好、操作简单、适应长时间运行等优点。

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。

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。

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。

仪器的信号输出可以接至记录仪、积分仪和计算机等外围绘图设备。

二、仪器技术指标

2. 1、综合参数

外形尺寸： 565×510×490[mm]；（长×高×宽）。

柱箱尺寸： 260×250×150[mm]；（长×高×深）。

色谱柱安装间隔尺寸：152.4mm；（6英寸标准接口）。

色谱柱： 填充柱外径 $\Phi 3\sim\Phi 5\text{mm}$ ；（金属柱或玻璃柱）。

仪器重量：50Kg

2. 2、温度控制

柱箱温度控制：

室温加 6℃~350℃；(以 1℃增量任设)（指标参数），

（设定参数上限可达 399℃有效，可允用户使用但不保证技术指标）。

温度波动：不大于±0.1℃；（环境温度变化 10℃或电源电压变化 10%）。

温度梯度：±1%（温度范围 100℃~350℃）。

程序升温

程序阶数：7阶。

升温速率：0~40℃/min（以 0.1℃增量任设）。

降温速率：柱箱温度从 200℃降至 100℃时间不大于 3min。

时间设定：6000（min）。

热导检测器温度控制

室温加 20℃~350℃（指标参数）。

（设定参数上限可达 399℃有效，可允用户使用但不保证技术指标）。

控温精度： 不大于±0.1℃。

其余加热区温度：

室温加 20℃~350℃（指标参数）。

（设定参数上限可达 399℃有效，可允用户使用但不保证技术指标）。

控温精度： 不大于±0.2℃。

2. 3、FID 检测器

检测限： $\leq 5 \times 10^{-12}$ g/s[n-C16]。

噪声： $\leq 5 \times 10^{-14}$ A。

漂移： $\leq 5 \times 10^{-13}$ A/30min。

动态线性范围： $\geq 10^6$ 。

2. 4、应用环境

环境温度：（5~35）℃。

相对湿度：不大于 85%。

供电电压：（220±22）V。

供电频率：（50±0.5）Hz。

最大消耗功率：2500W。

室内无腐蚀性气体,工作台不得有强烈的机械振动,周围不应有强烈的电磁场干扰,室内温度无剧烈变化,空气无大的对流存在。

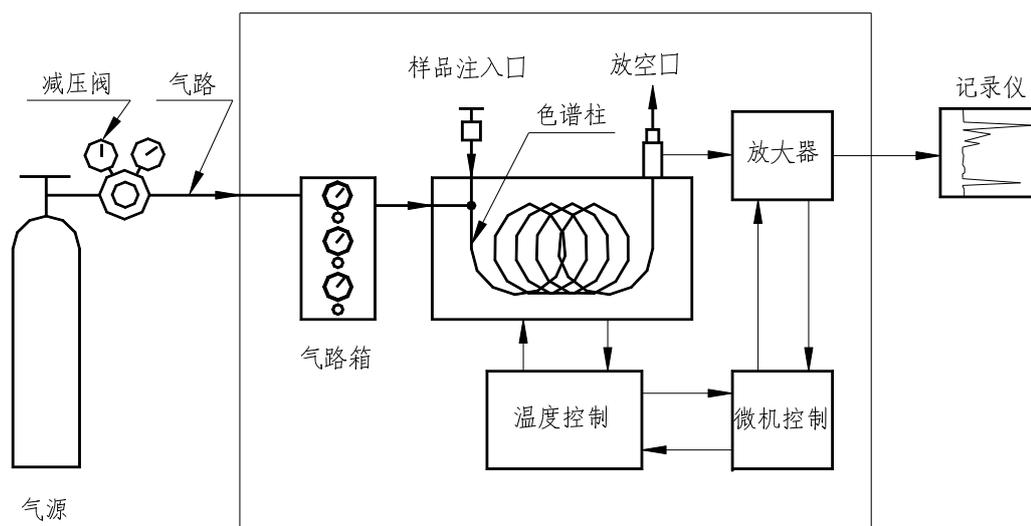
三、仪器成套性

3.1、GC-9790 II 型气相色谱仪(按订货单配置).....	1 台
3.2、GC-9790 II 型气相色谱仪安装使用说明书.....	1 本
3.3、GC-9790 II 型气相色谱仪相应检测器说明书(不包括 FID 检测器)	1 本
3.4、GC-9790 II 型气相色谱仪出厂合格证	1 张
3.5、GC-9790 II 型气相色谱仪备品备件	1 套
3.6、GC-9790 II 型气相色谱仪备品备件清单	1 份
3.8、产品保修卡	1 张
3.9、积分仪或记录仪(按订货单配置)	1 台

四、仪器工作原理

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4-1]。

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。

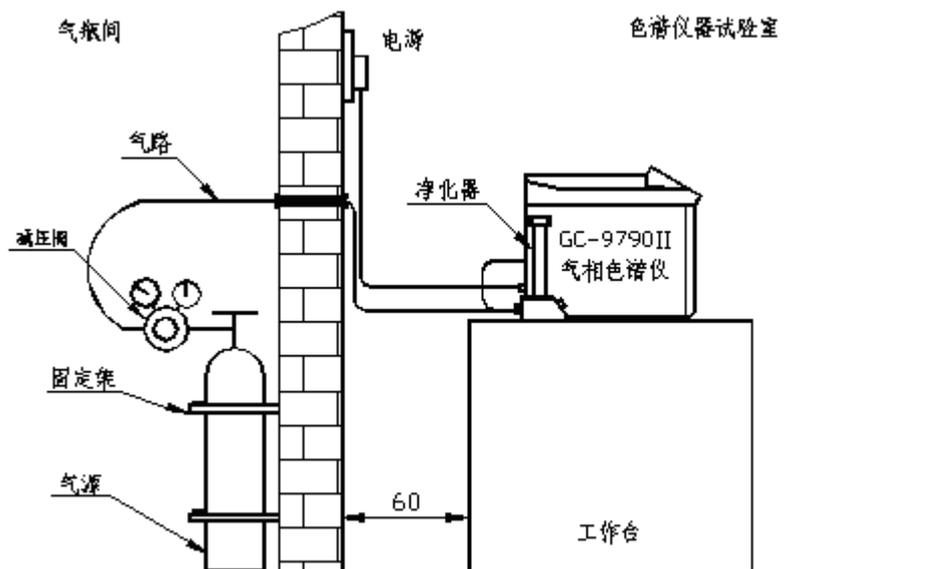


[图4-1] 气相色谱仪流程图

五、安装

5.1、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 5-1）。



〔图 5-1〕 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 5-1）。

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）。

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

（表 5—1）

5.2、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。

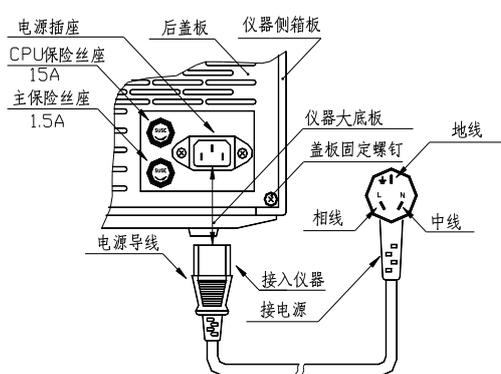
仪器到货以后请及时检查仪器外包装质量，并对照发货单清点及检查数量的完整性。如发现外包装已破损或有配套部件遗失时，请不要立即拆箱或将仪器发回生产厂，要及时与运输部门取得联系，并通知生产厂的有关部门，以便及时妥善地处理或能够及时的索赔，使用户和生产厂双方的损失减至最小。

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。

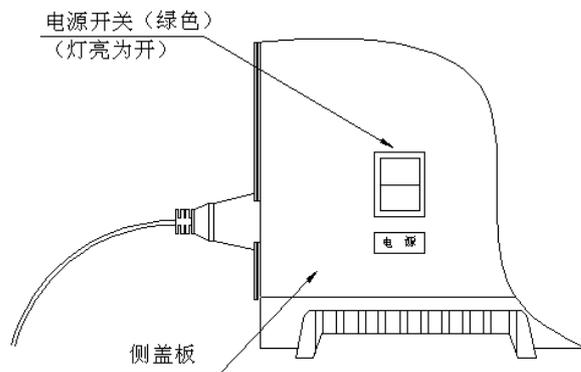
检查无误后请打开仪器柱箱门，用细螺丝刀轻轻拨动马达风扇叶轮，检查转动是否平稳、有无松动和卡滞现象。若有松动需及时排除。从备件箱中取出电源导线，按（图 5-2）进行连接，做好通电准备。通电前还要预先检查仪器电源输入端电源插头相、中线间有无短路现象，电源保险丝座是否松动，并检查电源插座的相位、电压值、功率是否满足仪器使用要求，接地线是否良好。仪器电源开关位置见（图 5-3），仪器在工作台上安装请参照（图 5-4）。

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 5-5）。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。

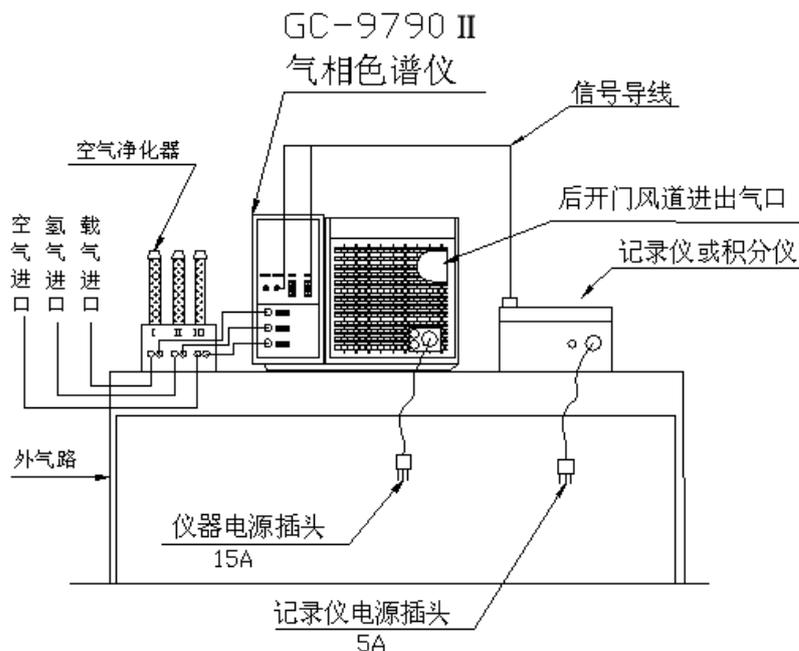
仪器检测器箱装配及线路、气路管线布置见（图 5-6）。



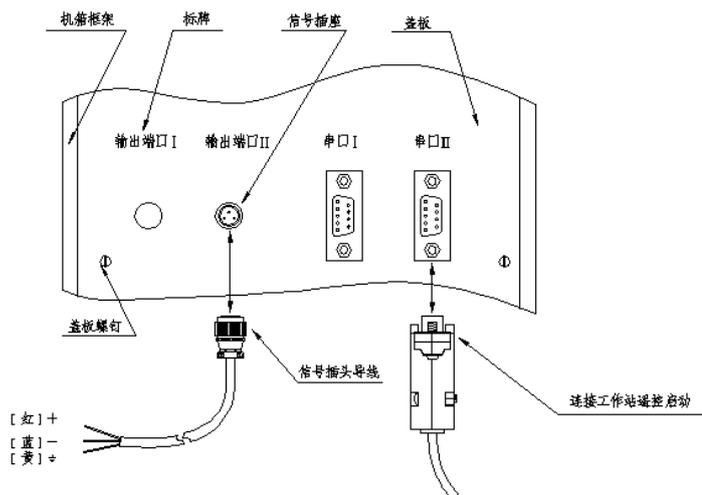
（图 5-2）电源线安装位置示意图



（图 5-3）电源开关位置示意图



（图 5-4）工作台外线路、气路连接示意图



(图 5-5) 检测器信号线连接示意图

5.3、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 $\text{M8}\times 1$ 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 5-6）。

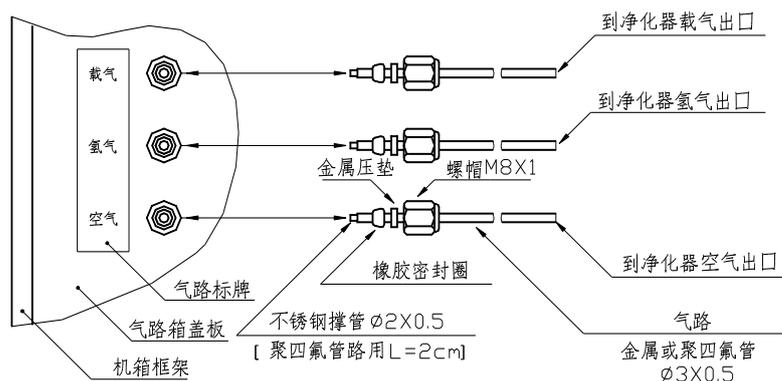
仪器与气源相连接时最好采用紫铜管或不锈钢管，为防止管路上油雾或其它化学残留物污染仪器气路系统，所使用的管路必须按下列程序严格清洗之后方可接入仪器。

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°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 5-6〕外气路连接示意图

5.4、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进样垫（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触摸，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。

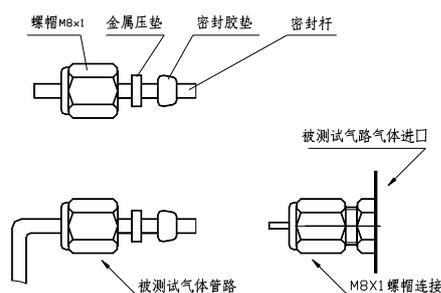
钢瓶至净化器入口处的检漏程序：

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：

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 5-7〕。



〔图 5 - 7〕密封端头结构

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。）

5.5、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。

六、操作

6.1、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。

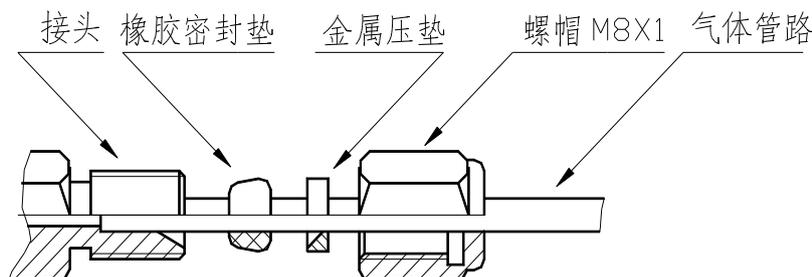
《警告》

当调试 TCD 时，如果是以氢气作为载气，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Φ 3mm 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 6-1〕。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 6-1) 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。

《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。

6.2、气体流量调节

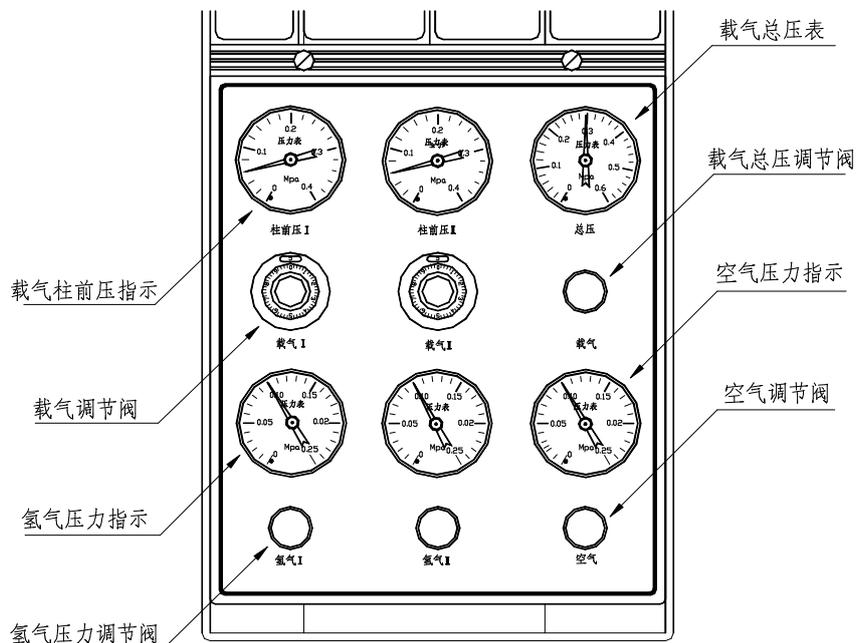
基型仪器只提供三路气体控制系统即载气、氢气和空气。其气路流程图详见第七章气路部份。仪器出厂前载气总压、氢气路、空气路的控制阀均处于关闭状态。

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±2ml，为 FID 检测器常规操作条件)。

空气气路调节

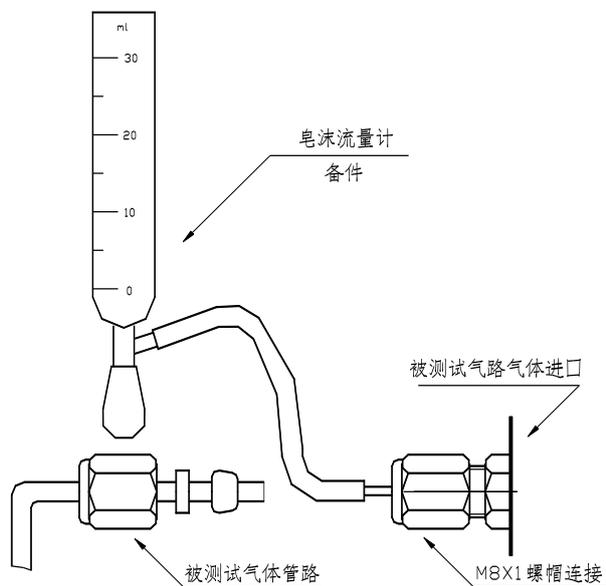
调节《空气》使相应压力表压力指示在 0.1MPa;(此时气体流速为 $300 \pm 20\text{ml}$ ，为 FID 检测器常规操作条件)。



(图 6-2) 气路控制面板

6.3、流量测量

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。其气路见连接方法图 (6-3)。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。



(图 6-3) 流量测量示意图

6.4、装柱

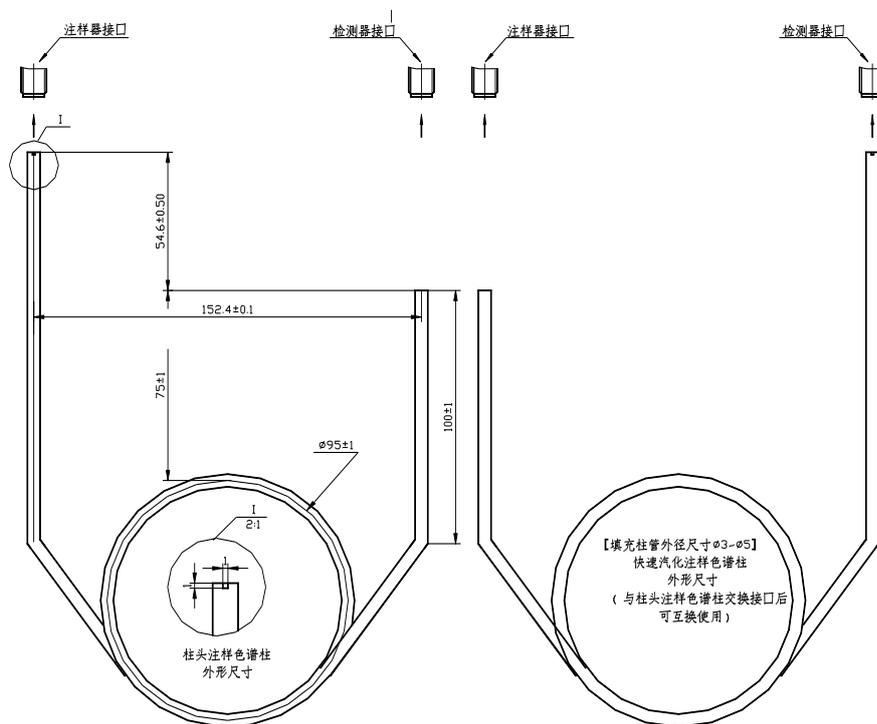
《注意》

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。

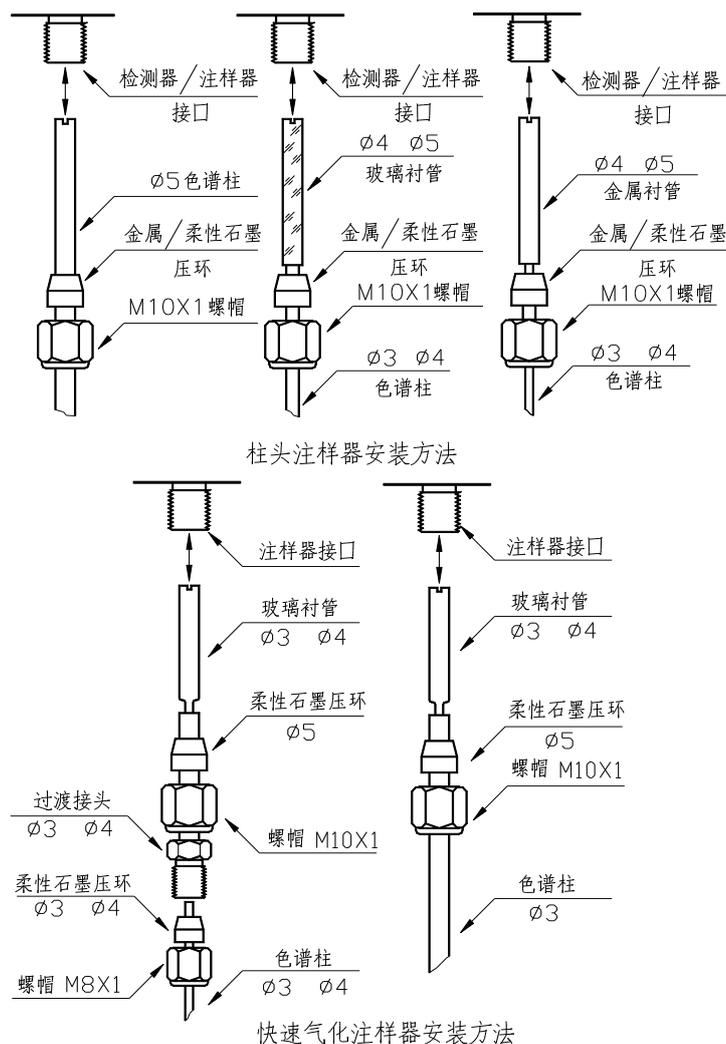


〔图 6-4〕 色谱填充柱外观尺寸

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 (6-4)。色谱柱的密封结构及安装方法见图 (6-5)。连接检测器、色谱柱、注样器的接头为 M10×1 公制螺纹。



(图 6-5) 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。(操作中可参照第八章注样器安装图)

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。

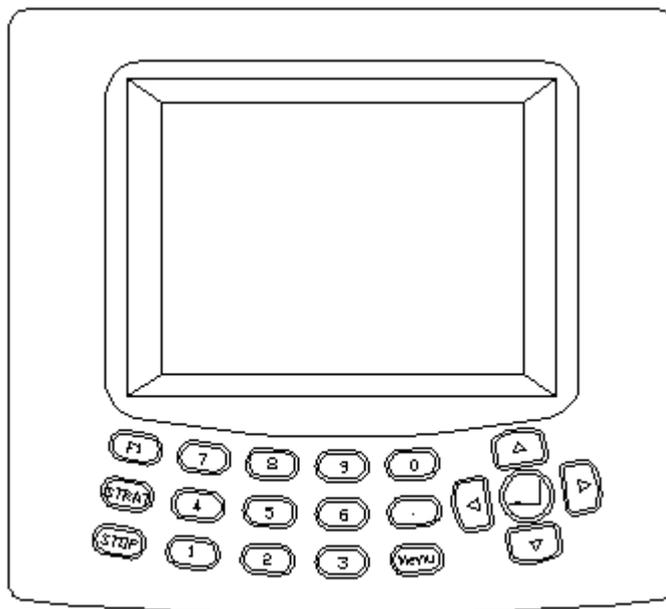
重新旋下注样器散热帽，更换进样隔垫。

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。

6.5、键盘操作



〔图 6—6〕 仪器控制面板

本节主要介绍 GC-9790 II 型气相色谱仪的键盘操作方法及各键的功能等。仪器操作键盘位于气路箱的上部，为便于使用者操作及观察，面板为倾斜设计，并采用大屏幕液晶显

示，共有 20 个操作键位，布置见〔图 6-6〕。界面操作简单、易懂，现将各键功能介绍如下：

- 《0~9》-----数字键；
- 《·》-----按一次为小数点键，按二次为清除键；
- 《START》-----程序运行启动键；
- 《STOP》-----程序运行终止键；
- 《Menu》-----菜单键；
- 《F1》-----清除报警功能键；
- 《△》-----光标向上移动键；
- 《▽》-----光标向下移动键；
- 《◀》-----光标向左移动键；
- 《▶》-----光标向右移动键；
- 《↵》-----回车键。

打开位于机箱左侧板的电源开关，仪器通电，液晶显示屏点亮。仪器经过自检，数秒钟后，显示如〔图 6-7〕界面。再经过数秒后，界面显示为如〔图 6-8〕。

（当光标处于后面任一界面最下面的状态时，可按“0”键回到此界面。）



〔图 6-7〕



(图 6-8)

此界面为温度控制界面，此时光标位于温度设定栏。如果要将检测器升温至 320℃，只需将光标移至检测器的设定温度处，依次按下：《3》+《2》+《0》+《←↓》键，此时检测器的设定温度为 320℃，检测器的目标温度变为 320℃。如果输入错误可按两次“·”键进行清除，重新设定温度。用同样的方法可以给柱箱、进样器、检测器设定温度。运行时间栏是从此次开机开始计时到关机前的时间，下次开机，重新计时。加热状态栏，“0”表示关，“1”表示开。即将光标移至加热状态栏，依次按《1》+《←↓》键 将显示“开”状态，依次按《0》+《←↓》键，将显示“关”状态。

在设置温度时必须注意不能超过保护温度，仪器设定初始保护温度值为 400℃。当仪器某一温度加热区温度参数设置不当或由于各种原因产生仪器温度失控。温度达到保护温度值时，仪器将自动关闭全部加热电源，蜂鸣器报警，并显示报警代号及错误信息，此状态将一直保持到关闭仪器总电源为止（或人为处理并清除报警状态）。报警以后请不要立即关闭仪器总电源，要查看报警代号、查找原因及错误信息，并根据错误信息解决故障。

在仪器工作过程中能够合理地使用过温保护，在温度一旦失控时，可对仪器和外围设备进行有效地保护，以免承受不必要的损失。

《注意》

过温保护温度的设置一定要大于使用温度的 10℃ 或 10℃ 以上，最高不能高于 400℃，若低于使用温度或设置错误，系统将出现报警提示，保护温度设置数据仍为原来的数据，仪器将处于保护状态，不能正常工作。

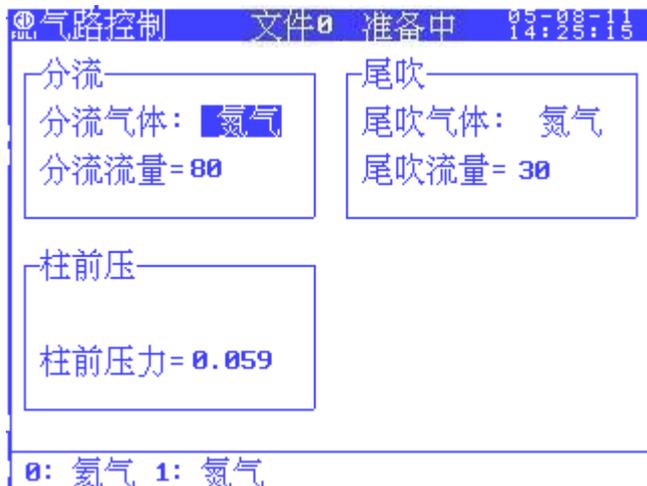
按菜单键《Menu》，则状态栏显示 **温控 | 检测器 | 气路 | 事件 | 程升 | 辅助**，再按右移光标键《▷》，将光标移到《检测器》栏上，然后按《↵》键，则显示屏显示〔图 6-9〕界面。



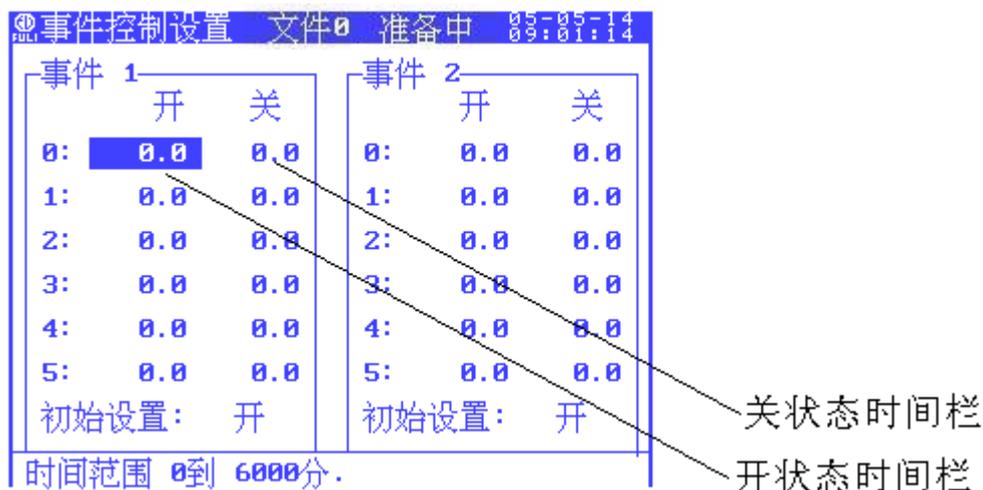
〔图 6-9〕

此时光标处于 TCD 极性位置时，下面状态栏显示：0=负，1=正，即按《0》+《↵》键，输入负；按《1》+《↵》键，输入正。当光标处于 TCD 电流位置时，下面状态栏显示：TCD 热丝电流 0 到 250mA，即 TCD 热丝电流范围 0~250mA。FID 极性和 TCD 极性显示相同 0=负、1=正，FID 的灵敏度为 0 到 4，0 灵敏度最高、4 最低。ECD 的灵敏度为 0 和 1，0 最高灵敏度、1 最低灵敏度，ECD 电流：0=0.5nA、1=1nA。FPD 的灵敏度为 0 到 3，0 灵敏度最高、3 最低。NPD 的灵敏度为 0 到 3，0 灵敏度最高、3 最低。在运行不同的检测器时，必须选择相对应的极性、电流、量程的值。具体的输入方法：同上述一样，将光标移至你将要设置的极性、电流或量程的位置依次按《数字》+《↵》键即可。

按《Menu》键，状态栏将显示为 **温控 | 检测器 | 气路 | 事件 | 程升 | 辅助**，再按《▷》键，将光标移至《气路》项，即 **温控 | 检测器 | 气路 | 事件 | 程升 | 辅助**，按《↵》键，即可进入以下界面：



此界面为气路控制界面，此时光标位于分流气体“氮气”处，按《0》+《↵》组合键即可输入氮气，按《1》+《↵》组合键即可输入氮气。分流流量的大小可调节气路盒上的分流针形阀来获取；调节气路盒上的尾吹针形阀可获取所需的尾吹流量。柱前压的大小可调节气路盒上的载气稳压阀来获取。（流量单位为 ml/min，压力单位为 Mpa）



〔图 6-10〕

在此状态栏 **温控 | 检测器 | 气路 | 事件 | 程升 | 辅助**，按右移光标键《 \rightarrow 》，将光标移到《事件》栏上，然后按《 \leftarrow 》键，则显示屏变为图[6-10]界面。此界面为事件控制设置，事件分事件 1 和事件 2，事件 1、事件 2 均设有 5 开 5 关。可进行全部设置，例如电磁阀开关的控制等。将光标移至初始设置处，按《0》+《 \leftarrow 》组合键，即可输入开，初始设置为开，分流将一直保持开通状态，即分流状态。初始设置为关时，分流将一直保持关闭状态，即不分流状态。

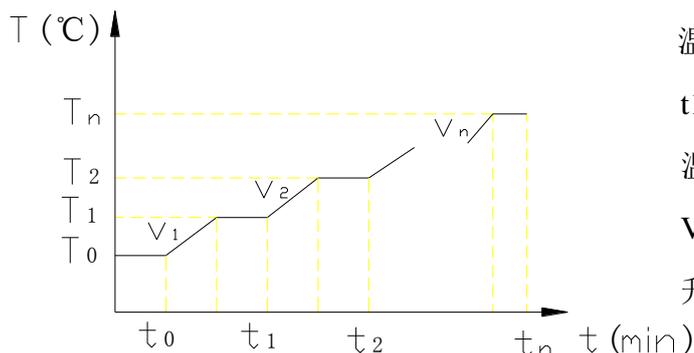
按《Menu》键后，将光标右移至《程序升温》栏上，再按《 \leftarrow 》，则显示屏显示〔图 6-11〕界面。如图 0 状态为恒温状态(即初温温度恒定状态)。程序升温阶数共 7 阶，恒温温度范围 0~400℃，时间范围 0~6000 分钟，升温速率 0~40℃/min。程序 1 显示为以 5℃/min 的速率从 50℃升温至 60℃，60℃恒温 1 分钟。在程序升温工作状态中，界面上将显示

	升温速度	恒温温度	恒温时间
0		50.0	4963.0
1	5.0	60.0	1.0
2	5.0	65.0	1.0
3	5.0	70.0	1.0
4	0.0	0.0	0.0
5	0.0	0.0	0.0
6	0.0	0.0	0.0
7	0.0	0.0	0.0

恒温温度范围 0-400度.

数字/数字、 数字/数字或 数字/数字符号，其中 表示处于恒温状态， 表示处于升温状态， 表示处于降温状态，数字/数字：上面的数字表示现所处的阶数，下面的数字为程序升温的总阶数。柱恒温箱程序升温曲线见〔图 6-12〕。

〔图 6-11〕



〔图 6-12〕程序升温时间程序示意图

T_1 、 T_2 … T_n 分别为第一阶、第二阶…第 n 阶终温温度， T_0 为初温温度。

t_1 、 t_2 … t_n 分别为第一阶、第二阶…第 n 阶终温温度恒定时间， t_0 为初温温度恒定时间。

V_1 、 V_2 … V_n 分别为第一阶、第二阶…第 n 阶升温速率。

设置好升温速率、恒温温度、恒温时间后，按《START》键启动程序，或按两次《Menu》键，状态栏显示 **启动程序 | 停止程序 | 查看/清除报警**，再按《 \leftarrow 》键启动程序。

再按《Menu》键，状态栏显示 **温控 | 检测器 | 气路 | 事件 | 程升 | 辅助**，将状态栏的光标，移至《辅助功能》栏，并按确定键《 \leftarrow 》，则状态栏显示 **用户配置 | 仪器参数 | 保护温度 | 秒表**，此时光标处于《用户配置》栏，再按确定键《 \leftarrow 》后，则显示〔图 6-13〕界面。

键盘音的设置：0~99，0 声音最小、99 声音最大。设置方法：将光标移至键盘音处，依次按《4》+《5》+《 \leftarrow 》键即可，此时键盘音设置为 45。

报警音的设置：0~99，0 声音最小、99 声音最大。设置方法与键盘音设置方法相同。

亮度设置：亮度范围 0~99，0 最暗、99 最亮。设置方法与上述键盘音设置方法相同。也可按《Menu》键+《 \triangleleft 》或《 \triangleright 》来增加或减小亮度。

对比度设置：对比度范围 0~99，0 最小、99 最大。也按《Menu》键+《 \triangle 》或《 ∇ 》



〔图 6-13〕

来增大减小对比度。

语言选择有汉语和英文，0=汉语，1=英文，即将光标移至语言处，依次按《0》+《 \leftarrow 》键，此时语言选择的是汉语。

文件号：0~9，90 为清除当前、99 为清除所有。文件号的输入即将光标移至文件号处依次按《8》+《 \leftarrow 》键即可。此时文件号为 8，则仪器内所有设置的参数为 8 号文件的内容，若输入其它文件号，则 8 号文件仅储

存，若要找回 8 号文件的内容，只需将文件号输入为 8 并按确定键即可。



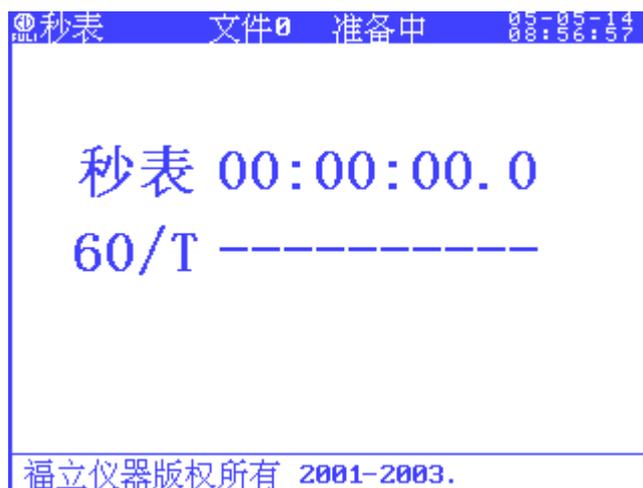
〔图 6-14〕

按《Menu》键，状态栏显示 **用户配置 | 仪器参数 | 保护温度 | 秒表**，并将光标右移至《保护温度》，按确定《 \leftarrow 》键，则显示屏显示〔6-15〕界面。此界面为设置保护温度界面，可根据实际情况设置柱箱、进样器、检测器、热导池、辅助炉的保护温度值。仪器系统设置的最高保护温度为 400℃。仪器实际工作的设置温度值要求低于保护温度 10℃ 或 10℃ 以下，否则系统会自动报警。

按《Menu》键，则状态栏显示 **用户配置 | 仪器参数 | 保护温度 | 秒表**，将光标右移至《秒表》，按确定《 \leftarrow 》键，则显示屏显示〔6-16〕界面。



〔图 6-15〕



〔图 6-16〕

此界面为设置秒表计时界面，第一次按《 \leftarrow 》键，开始计时，第二次按《 \leftarrow 》键停止

计时同时显示 60 秒除以即时时间值，放便用户计算分钟流量。第三次按《←》键，清除计时时间。或按方向键《△》开始计时，按《▽》停止计时，按方向键《▷》清除计时时间。当光标处于后面任一界面最下面的状态标，可按“.”键回到此界面。

按两次《Menu》键，状态栏变为

温控	检测器	气路	事件	程升	辅助
----	-----	----	----	----	----

，此时光标处于《辅助功能》栏，移动光标选定菜单，按确定键可进入以上任何一个界面。

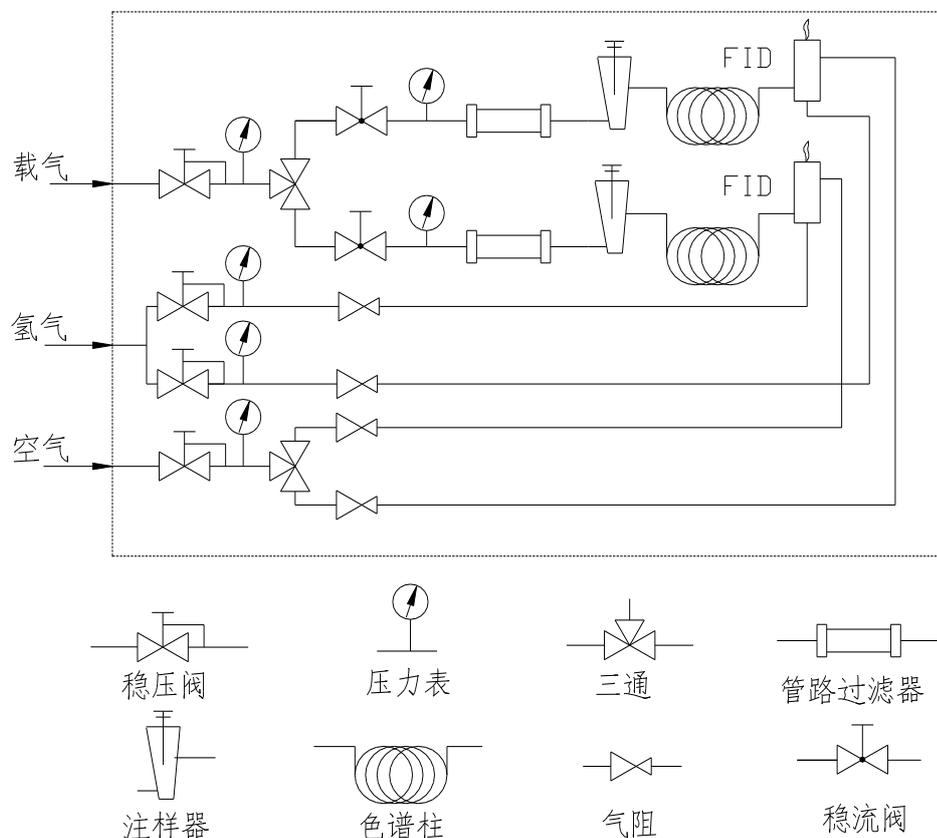
七、气路

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、基型仪器气路流程

〔图 7-1〕为基型仪器气路流程



〔图 7-1〕基型仪器气路流程；

7.2、主要部件参数介绍

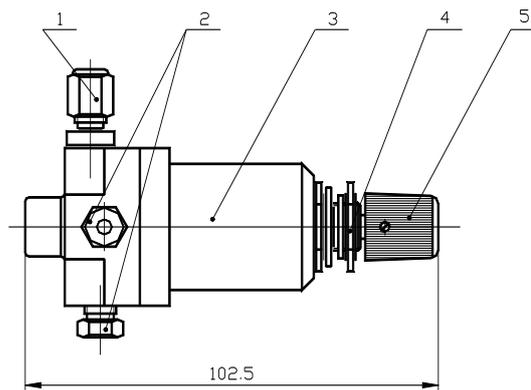
7.2.1、稳压阀：

a、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

b、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（图 7-2）稳压阀的外观结构的外观结构见（图 7-2）。



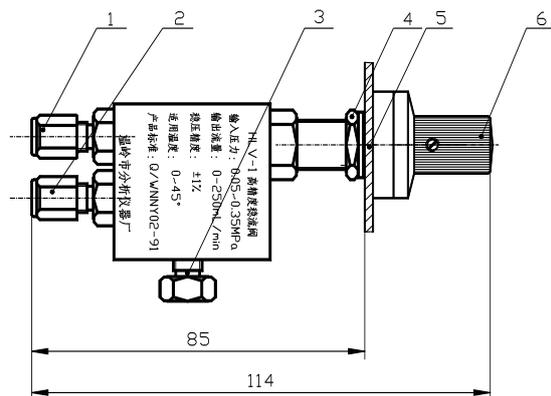
- 其中： 说明：
- | | |
|----------|---------------------------------------|
| 1. 进气口 | 1. 面板安装孔 $\phi 12^{+0.020}$ |
| 2. 出气口； | 2. 进出气接头螺纹 M8X1 |
| 3. 阀体 | 3. 适用气路管径 $\phi 2\sim 3\text{mm}$ |
| 4. 固定螺母； | 4. 气路管径 $>\phi 3\text{mm}$ 或采用非标准接头时， |
| 5. 旋钮； | 订购时请注明要求。 |

（图 7-2）稳压阀的外观结构

7.2.2、稳流阀：

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。



- 其中： 说明：
- | | |
|---------------|---------------------------------------|
| 1. 进气口 | 1. 面板安装孔 $\phi 12^{+0.020}$ |
| 2. 出气口； | 2. 进出气接头螺纹 M8X1 |
| 3. 出气口 [接压力表] | 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. 面板 | 请另行订购。 |
| 6. 刻度旋钮； | |

（图 7-3）稳流阀外观结构

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）。

技术参数

最大输入压力：0.35MPa

最大输出流量：250ml/min

7.2.3、针形阀：

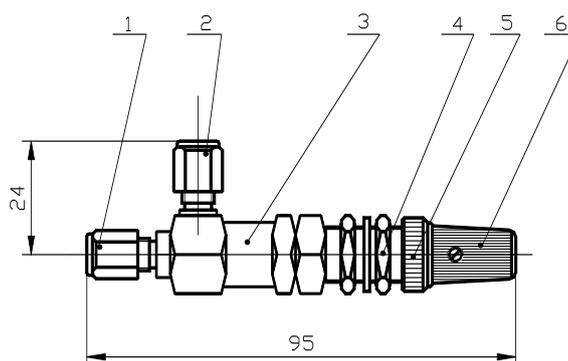
a、技术参数

最大输入压力：0.6MPa

最大输出流量：350ml/min

b、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〕



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 $\phi 12^{+0.020}$
- 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。

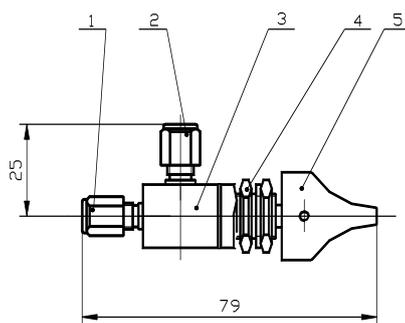
〔图 7-4〕 针形阀外观结构

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。

7.2.4、开关阀：

技术参数：最大输入压力：0.6MPa

开关阀外观结构见〔图 7-5〕。



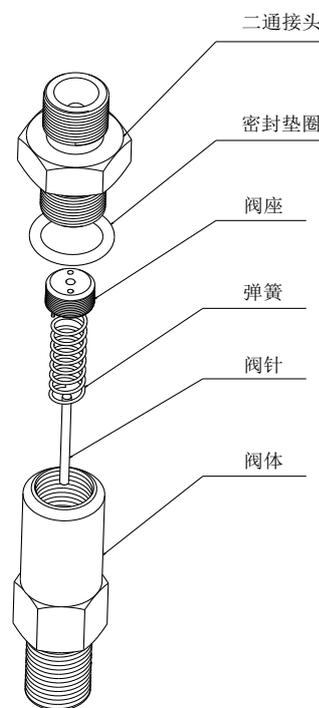
其中：

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

说明：

- 1. 面板安装孔 $\phi 12^{+0.020}$
- 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 7-5〕 开关阀外观结构



〔图 7-6〕 气阻装配结构

7.2.5、气阻：

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（H₂）压力 0.1MPa 30±5ml/min；

空气（Air）压力 0.1MPa 300±5ml/min；

7.2.6、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 40m³/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（H₂）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。

7.2.7、气体净化：

气体净化的目的主要是除去 H₂O、O₂ 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、活性碳：

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℃ 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℃ 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_3 检查），方入烘箱烘烤 6~8 小时后保存待用。使用前在 200℃ 下通气活化 2 小时。

c、分子筛：

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

d、105 催化剂：

105 催化剂是一种含钼除氧催化剂。活化方法将催化剂放入脱氧管中，在 360℃ 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℃ 温度下活化，它可在 300~400℃ 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℃），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。

八、注样器

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。

8.1 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°C 增量任设；

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

8.2 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 8-1〕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六章《〔图 6-5〕色谱柱安装方法》。

8.3 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。

8.4 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。

8.5 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。

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

九、氢火焰离子化检测器

9.1 概述

本节叙述仪器氢火焰离子化检测器（FID）操作、安装及其应用中应注意事项等内容，FID 检测器装配在仪器检测器的恒温箱内，双气路的配置可同时装配两只检测器。FID 的控制部份安装在仪器气路箱上部电器箱内。检测器基本结构请参照〔图 9—1〕，电器控制部份见〔图 9—2〕。

气体流量的调节和控制设定方法请参照第 5.6 节气路调节部分。

1、FID 检测器主要技术指标：

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（N₂）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 10⁶；

敏感度：不大于 5×10⁻¹²g/s；

噪声：不大于 5×10⁻¹⁴A；

漂移：不大于 5×10⁻¹³A/30min；

2、FID 放大器技术参数：

量程设定：0—1×10⁻¹²A/mV；

1—1×10⁻¹¹A/mV；

2—1×10⁻¹⁰A/mV；

3—1×10⁻⁹A/mV；（对所有量程的线性为±5%）

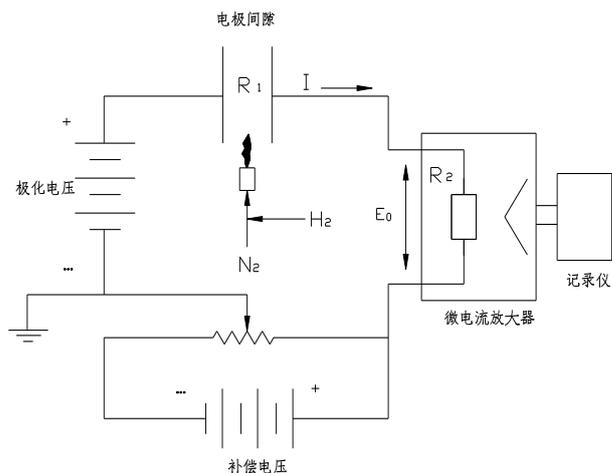
极化电压：220±10V

9.2 工作原理

氢火焰离子化检测器是将被分析的样品在氢火焰中燃烧，产生离子流。其离子化机理是化学电离。电离产生的离子流在外电场的作用下，离子被检测。其讯号的大小即是被分析样品含量的多少。（图 9—3）是一个氢火焰检测器的工作原理示意图。载气携带样品组份从色谱柱流出，经过电极间隙，气体中的一些分子被氢火焰电离成的带电粒子，在电场作用下，产生电流 I ，电流流过间隙和测量电阻 R_2 ，在 R_2 两端产生电压降 E_0 ，通过微电流放大器放大后，输给记录仪。其电极间隙如同一个可变电阻 R_1 ，电阻值的大小取决于间隙内带电粒子的数量。当只有纯载气（实际工作中载气中存有有机物质和色谱柱流失的固定液等物质）经过电极间隙时，产生一个对流恒定电流 I ，这个恒定电流称为基流或称本底电流，氢火焰离子化检测器应用时对基流的要求是越小越好，只有在小的基流情况下才能

使电流的微小变

化检测出来。检测器在只有载气通过时，为了能够抵消基流的影响使放大器输入（出）为零，所以在输入端给定了一个与 I 乘上 R_2 相等、且极性相反的补偿电压。此时正负抵消，放大器输出信号等于零，在记录仪上绘出一条直线。当载气中含有被测样品通过电极间隙时，组份分子被电离，电荷粒子数目急剧增加，使气体导电的这个可变电阻 R_1 减小，引起一个增加量 R_2 ，于是记录仪上绘出一个信号谱图。



〔图 9—3〕检测器工作原理示意图

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 5—1）的要求。

9.3、基本特点

检测器内部结构和安装方法请参照见〔图 9—1〕。仪器检测器采用整体封闭式结构，以减少外界气流变化对检测器工作的影响。采用非金属喷嘴结构，其化学惰性好。喷嘴上端直径为 0.4mm、下端直径为 0.5mm（毛细管专用喷嘴上端直径为 0.3mm、下端直径为 0.5mm），在喷嘴上端的喷口处，以特殊材料与非金属封接，极化电压夹在喷口处。这样的设计不仅使离子流可以良好地传导，又避免了分析样品热分解现象的产生。

检测器筒体容积的设计保证了气体燃烧的高效率。载气和氢气是在喷嘴的内部混合，而助燃气体是从喷嘴的周围进入燃烧室。这样就有利于气体的充分混合，为高效率的燃烧和不易灭火创造了充分的条件。检测后的气体经放空口放空，气体放空的同时对检测器筒体又可起到清洗的作用，加强了检测器抵抗污染的能力。

检测器的设计保证了色谱柱的垂直安装。喷嘴与色谱柱之间的连接只有直径 1.5mm 长度 2mm 的不锈钢裸露面，在与玻璃填充柱组成分析系统时，可有效地降低金属表面对样品的吸附作用。

9.4、应用范围

氢火焰离子化检测器除对 H_2 、 He 、 Ar 、 Kr 、 Ne 、 Xe 、 O_2 、 N_2 、 CS_2 、 COS 、 H_2S 、 SO_2 、 NO 、 N_2O 、 NO_2 、 NH_3 、 CO 、 CO_2 、 H_2O 、 $SiCl_3$ 、 SiF_4 、 $HCHO$ 、 $HCOOH$ 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_2 的灵敏度低，使得 CS_2 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。

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。是气相色谱仪中应用最广泛的检测器之一。

9.5、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。

9.5.1、载气和氢气的比例

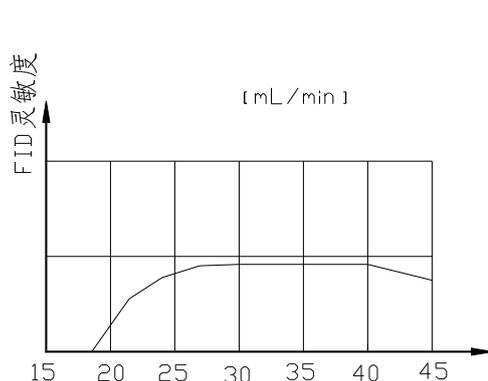
载气的最佳流速是根据色谱柱最佳分离条件所决定的，氢气的最佳流速应根据载气而合理地选择，通常两种气体的配比在 1:1~2:1 之间。氢气与灵敏度的关系见〔图 9-4〕。氢气的最佳流速可通过一定试验的方法进行确定。即微量的调节氢气流速后，由注样器注入一次定量的样品，经过反复的调节，比较检测器的信噪比来实现。也可以通过氢气和基流的关系来选择。仪器工作过程中，载气中总有一定量的有机物和固定相的微量流失，这些物质在最佳的氢气流速下，必然也要显示最大的基流，由此，便可选择最佳的氢气气体流速。

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。

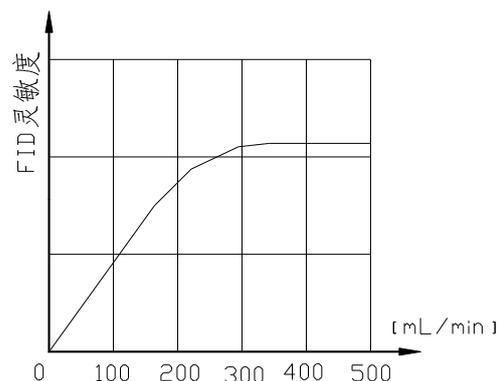
9.5.2、最佳空气流速

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 9-5〕。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 9-4) FID 灵敏度与 H_2 关系曲线



(图 9-5) FID 灵敏度与空气关系曲线

9.6、操作

氢火焰检测器在仪器上安装和拆卸，请参照〔图 9-1〕的顺序进行。一般来讲出厂的仪器都已经调整完好，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。造成不应有的损失。拆卸检测器一定要请有经验的操作人员进行，或通知制造厂请求帮助。仪器启动操作基本步骤如下：

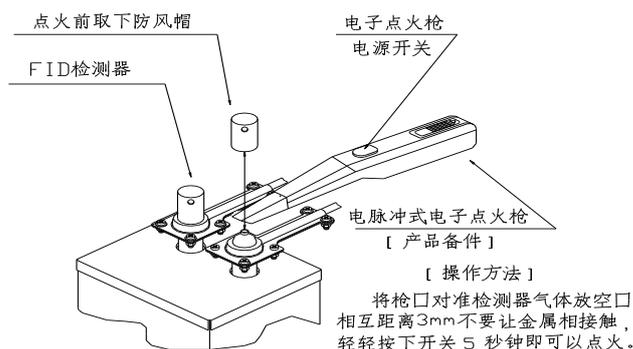
一、注样器出口之前的载气气路检漏：首先用盲螺帽封住注样器出气口，通入载气后，调节载气路稳流阀将压力表指示稳定在 0.4MPa，关闭净化器载气路关闭阀，观察半小时，气体压力降应小于 0.005MPa。

二、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。

三、启动仪器：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。

四、检测器点火：待仪器温度稳定以后，打开记录仪将表笔调节适当位置。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，用电子点火枪沿检测器气体放空口进行点火（参照示意〔图 9-6〕）。此时观察记录仪，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、检查点火枪电池连接是否正确；
- 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。



〔图 9-6〕检测器点火示意图

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而合理的选择。

《注意》

- 一、为避免氢气的聚积引起事故，只有当点火前才能打开氢气源。关机后一定要及时关闭氢气源。
- 二、点火时，请不要拔下收集极向检测器筒体内观看。
- 三、氢火焰离子化检测器的工作温度至少要比柱箱高 50℃，而且不要低于 150℃，以免有冷凝现象产生。
- 四、在安装和拆卸检测器零部件时，请不要用手直接接触零部件。在高温时，不能使用塑料手套操作。
- 五、检测器工作在高温状态时，即使关机后短时间内仍有一定的温度。请不要用手直接接触检测器表面，以免烫伤。

9.7、验收方法：

9.7.1、噪声和漂移的检查：

操作条件：

- a、载气：N₂，30ml/min；
- b、氢气：H₂，30ml/min；
- c、空气：Air 300ml/min；
- d、柱箱温度：140℃；
- e、注样器温度：200℃；
- f、检测器温度：220℃；

g、量程：1 档 $[1 \times 10^{-11} \text{A/mV}]$;

h、记录仪满量程：1mV；纸速：60cm/min；

i、测试色谱柱：50%OV-101 不锈钢柱，外径 3mm,L=500mm。

仪器稳定后，连续记录一小时的基线应符合要求。若基线不合格时，可提高柱箱温度，增加烘烤时间。

9.7.2、灵敏度操作条件：

在稳定性指标合格后，继续按照稳定性的各条款进行操作。

a、改量程：1 档 $(1 \times 10^{-11} \text{A/mV})$ ；

b、测试样品：异辛烷中 nC16(0.3ug/ul),进样量 $1\mu \text{L}$ 。连续进样三次，取三次平均面积代入式 (9-1)，计算检测器检测限：

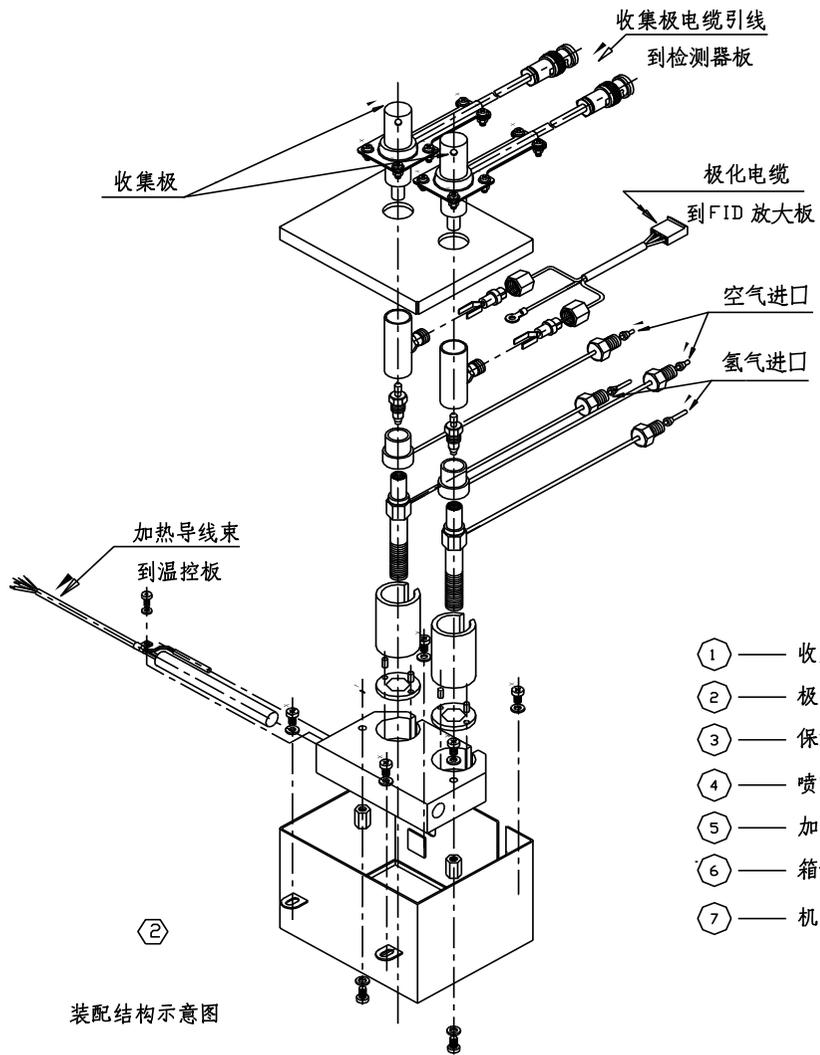
$$M_t = \frac{2R_n \cdot m}{A} \quad (\text{g/s}) \quad \text{式 (9-1)}$$

式中： M_t ----- 氢火焰离子化检测器敏感度 (g/s) ；

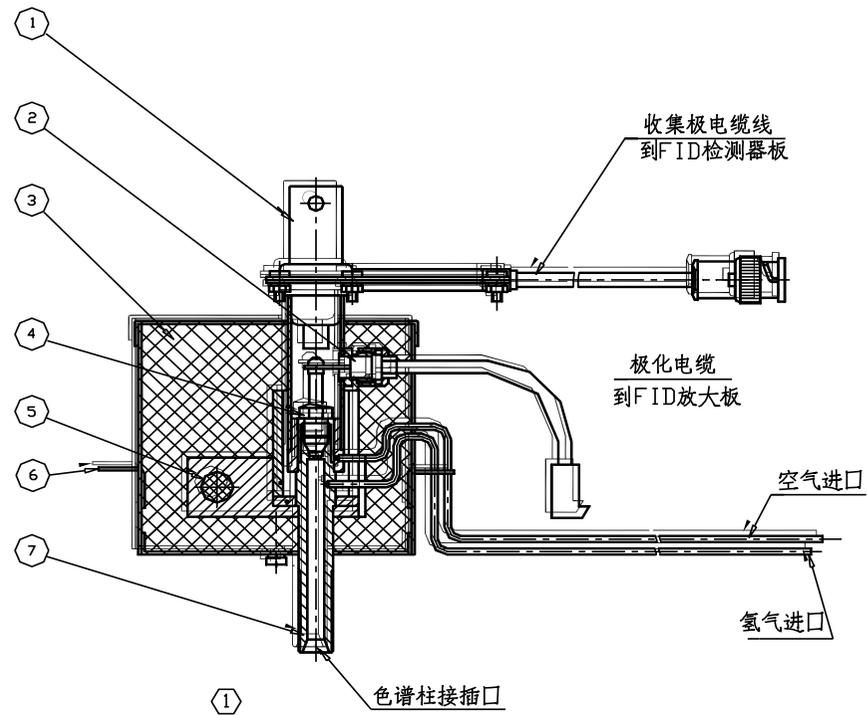
R_n ----- 基线噪声 (uV) ；

m ----- 样品进样量 (g) ；

A ----- 平均峰面积 (uv.s)



- ① —— 收集极装配
- ② —— 极化极装配
- ③ —— 保温层
- ④ —— 喷嘴装配
- ⑤ —— 加热体装配
- ⑥ —— 箱体装配
- ⑦ —— 机座装配



(工作方式装配图：双检测器时靠近柱箱门一为检测器1)

图9-1 氢火焰离子化检测器装配结构图

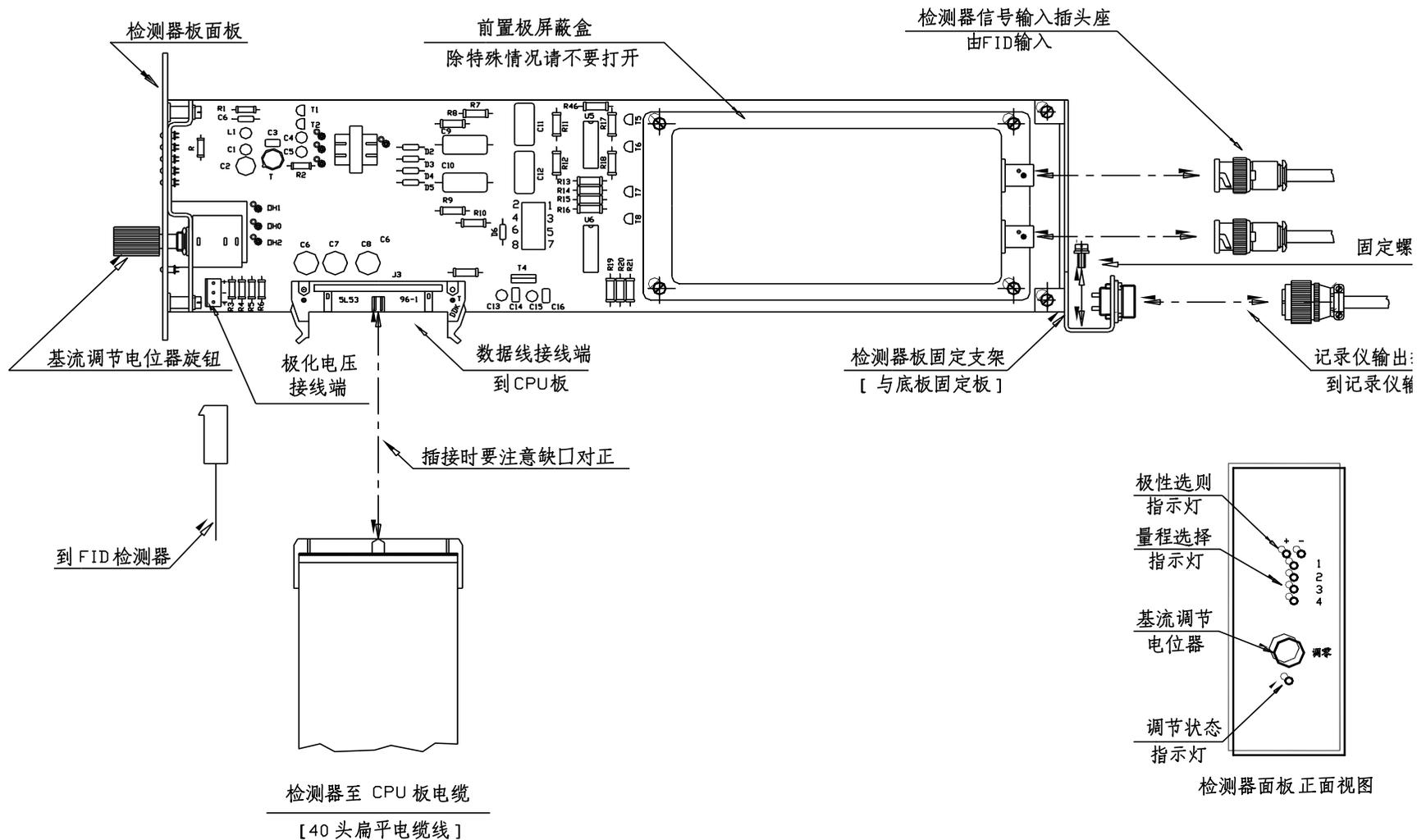


图9-2 FID检测器放大板结构图

十、仪器维护保养及常见故障处

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，以防止漏气事故发生；
- 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、使用的气体纯度底； 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。

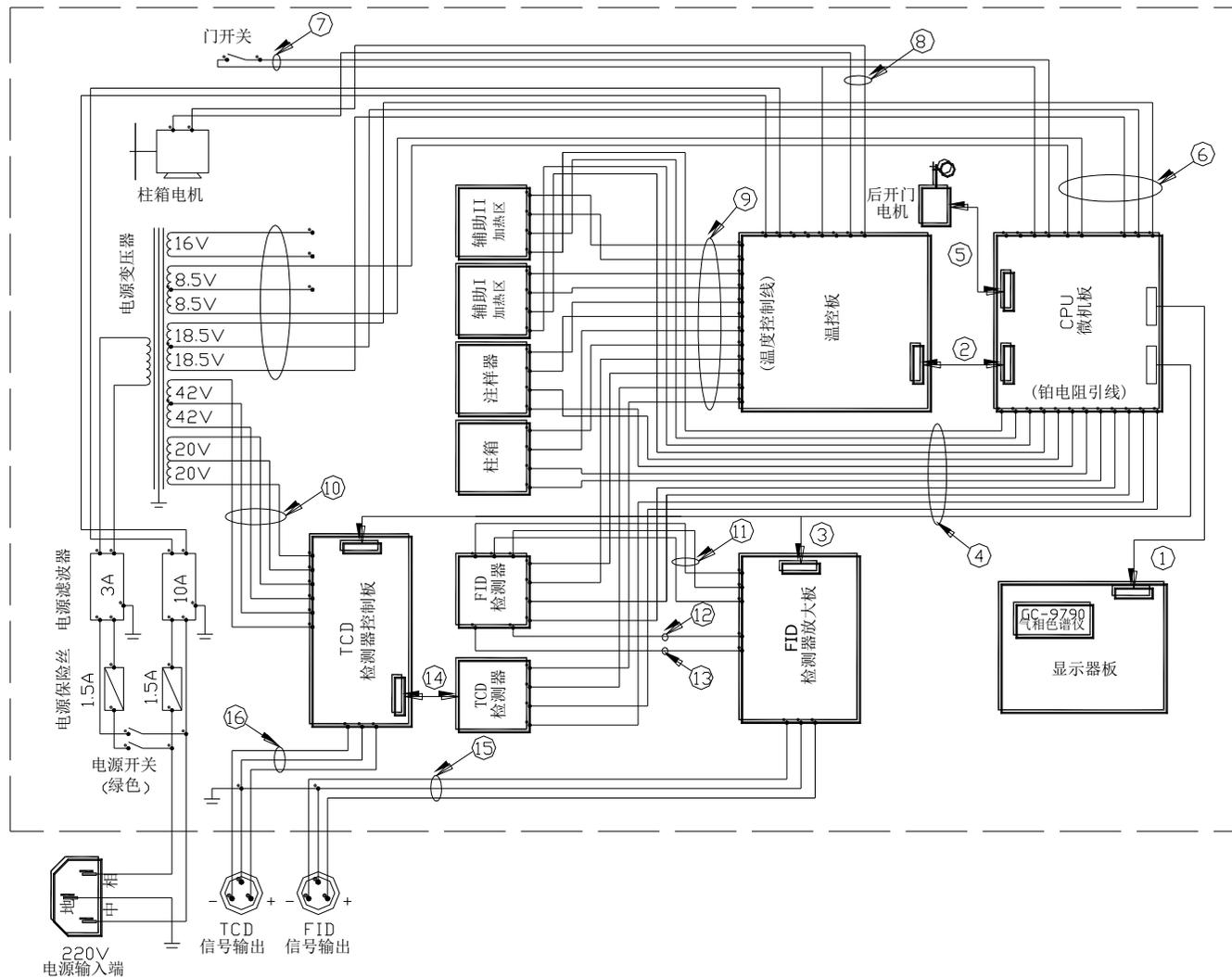
《附录 1》 报警代码

- | | |
|---|--|
| <p>1、代码：00
显示：无
处理：加热区系统正常工作</p> <p>2、代码：11
显示：柱箱：铂电阻短路
处理：请查柱箱铂电阻引线</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>8、代码：12
显示：柱箱：铂电阻开路
处理：请查柱箱铂电阻</p> <p>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</p> <p>10、代码：32
显示：检测器：铂电阻开路
处理：请查检测器铂电阻</p> <p>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</p> <p>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</p> | <p>13、代码：62
显示：辅助炉：铂电阻开路
处理：请查辅助 2 铂电阻</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>22、代码：34
显示：检测器：加热失败</p> |
|---|--|

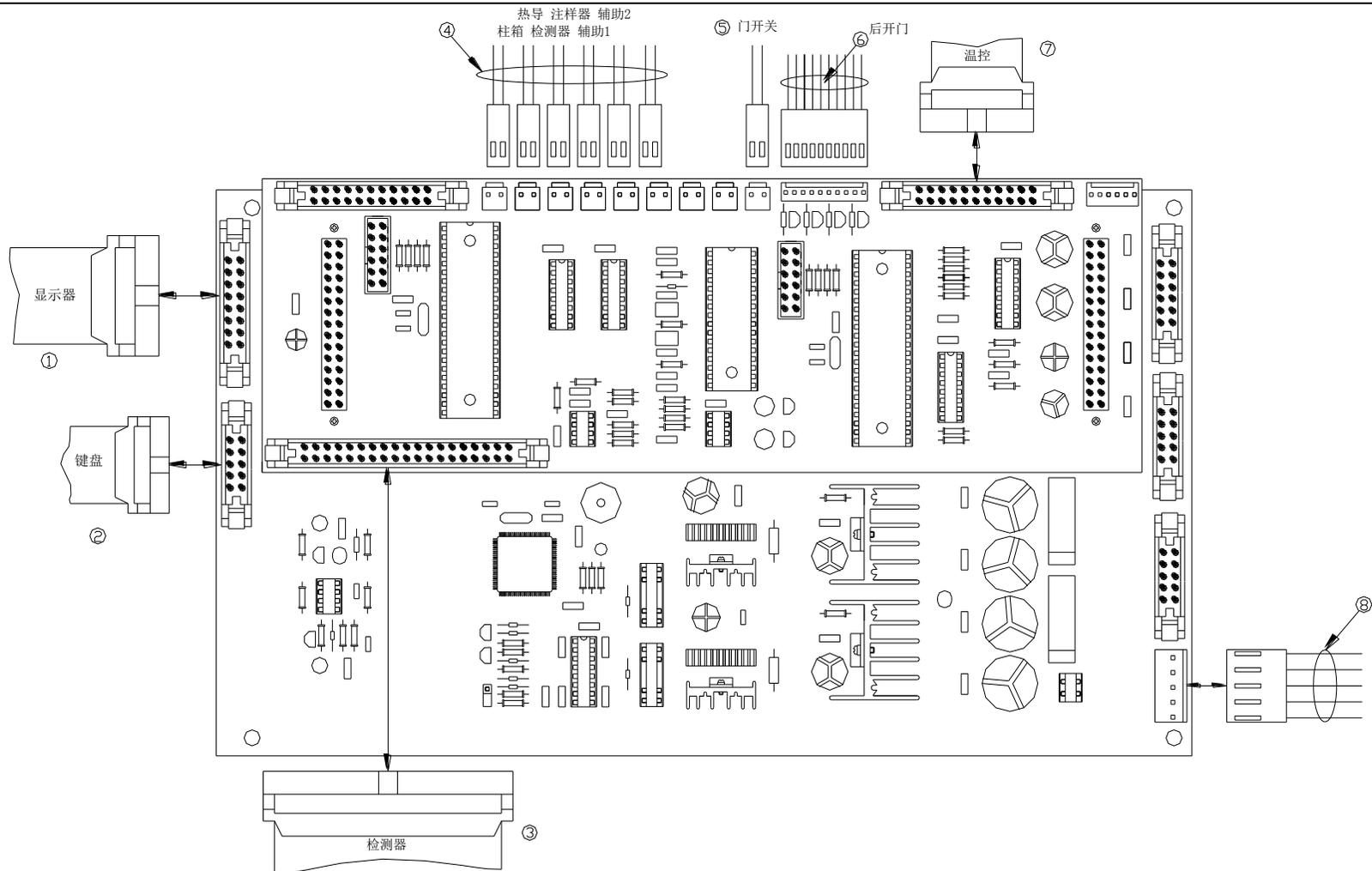
-
- | | |
|--|--|
| <p>处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线</p> <p>23、代码： 44</p> <p>显示：进样器 1：加热失败</p> <p>处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线</p> <p>24、代码： 54</p> <p>显示：进样器 2：加热失败</p> <p>处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线</p> <p>25、代码： 64</p> <p>显示：辅助炉：加热失败</p> <p>处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线</p> <p>26、代码： 15</p> <p>显示：柱箱：温度异常</p> <p>处理：请检查柱箱电热丝和铂电阻引线</p> <p>27、代码：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

电缆线序号与连接

- ① CPU板 —— 显示器 (16线扁平电缆)
- ② CPU板 —— 温控板 (20线扁平电缆)
- ③ CPU板 —— 检测器板 (50线扁平电路)
- ④ CPU板 —— 加热区
- ⑤ CPU板 —— 后开门机构
- ⑥ 电源变压器 —— CPU板
- ⑦ CPU板 —— 柱箱门开关
- ⑧ 温控板 —— 柱箱搅拌电机
- ⑨ 温控板 —— 加热区 (供电)
- ⑩ 电源变压器 —— 热导检测器板
- ⑪ FID检测器 —— FID放大板 (极化极电缆)
- ⑫ FID检测器 —— FID放大板 (FID收集极电缆)
- ⑬ FID检测器 —— FID放大板 (FID收集极电缆)
- ⑭ TCD检测器 —— TCD放大板 (TCD上桥电流电缆)
- ⑮ FID检测器信号输出线
- ⑯ TCD检测器信号输出线



附录A 仪器供电配置图



① CPU —— 显示器板【数据线16线电缆】

② CPU —— 键盘【连接线】

③ CPU —— 检测器【控制线50线电缆】

④ CPU —— 铂电阻【信号线 捆扎电缆】

⑤ CPU —— 门开关【连线】

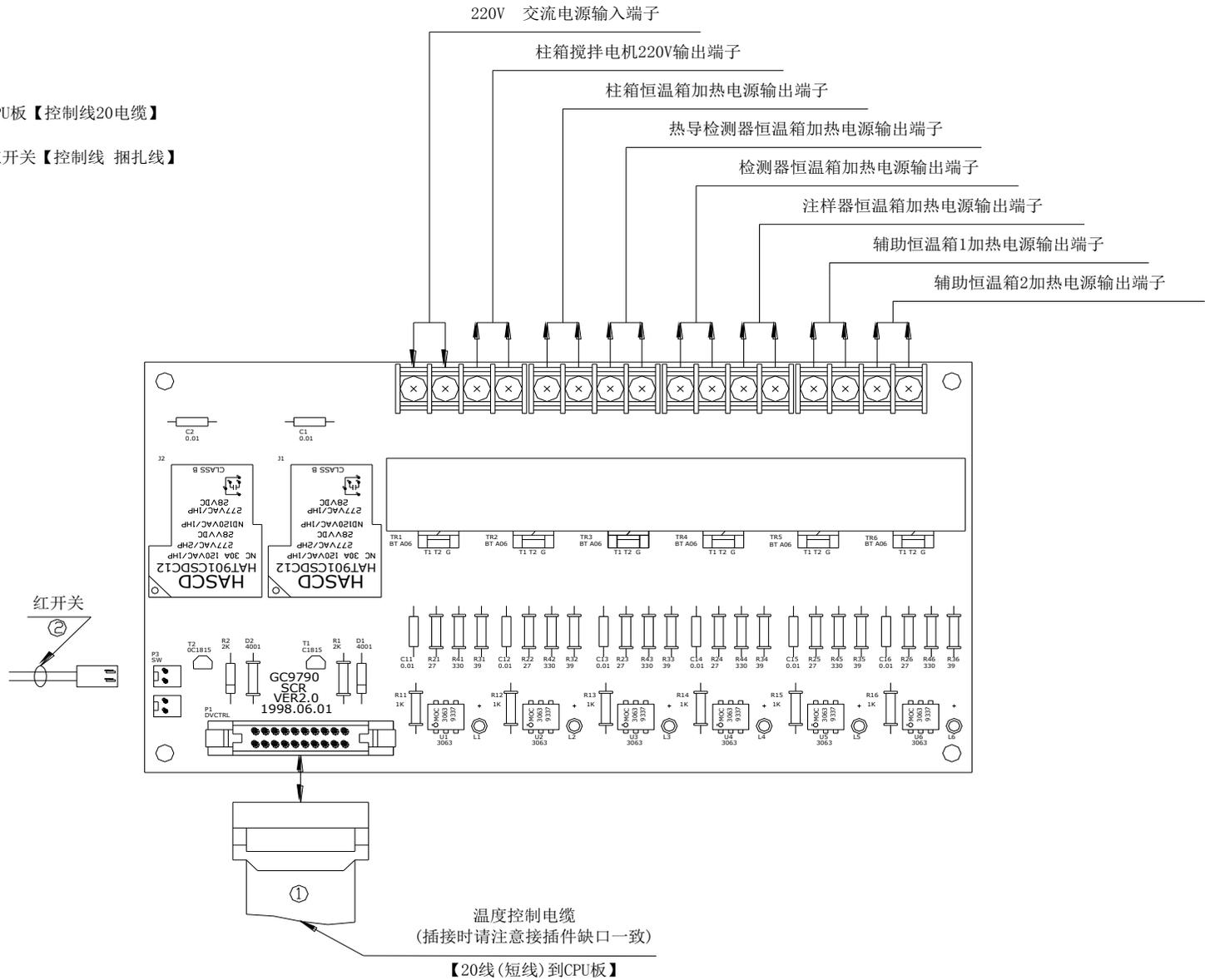
⑥ CPU —— 后开门机构【控制线 捆扎电缆】

⑦ CPU —— 温控板【控制线20线电缆】

⑧ CPU —— 变压器电源线【电源线】

附录B CPU线路板安装图

- ① 温控板 — CPU板【控制线20电缆】
- ② 温控板 — 红开关【控制线 捆扎线】



附录C 温度控制线路板安装图

产品说明书的使用范围及仪器操作注意事项

一、说明:

本说明书为 GC-9790 II 系列气相色谱仪的基型仪器安装使用指导书, 重点介绍了主机和氢火焰离子化检测器两部份, (其它类型的检测器或进样器可根据仪器配置情况附加相应的安装使用说明书)。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。

二、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后方可接入仪器。

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。

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。

