FUL

GC9720 气相色谱仪

使用说明书

浙江福立分析仪器有限公司

ZHEJIANG FULI ANALYTICAL INSTRUMENTS CO., LTD.

用户手册

目录

- ▶ 基本操作任务
- ▶ 方法与序列
- ▶ 进样口
- ▶ 检测器
- ▶ 柱箱和色谱柱
- ▶ 控制阀
- ▶ 安全说明 & 出版说明
- ▶ 总目录
- ▶ 场地准备 & 安装
- ▶ 故障排除与维护





Fuli Instruments

基本操作任务

▶ 基本操作

▶ 概述

- ▶ 键盘和显示
- ▶ 流量和压力控制▶ 控制阀

方法与序列

▶ 分析方法

相关主题

▶ 仪器自动操作
 ▶ 流量和压力控制
 ▶ 柱箱
 ▶ 控制阀

进样口

- ▶ 进样口介绍
- ▶ 分流/不分流进样口
- ▶ 隔垫吹扫填充柱进样口

检测器

- ▶ 使用检测器
- ▶ 火焰离子化检测器
- ▶ 热导检测器
- ▶ 氮磷检测器
- ▶ 电子捕获检测器
- ▶ 火焰光度检测器
- ▶ 氦离子检测器

柱箱和色谱柱

▶ 色谱柱

▶ 柱箱

场地准备

▶ 场地准备

▶ 安装

福立分析仪器有限公司版权[°], 2012 福立分析仪器有限公司版权所 有,未经书面许可,不得擅自 著作权法者除外。

制造计量器具许可证编号:



(浙) 制 1000002 号

安全说明

本仪器的设计测试均符合认可 的安全标准,仪器设计为室内 操作。如果不是在厂家要求的 条件下使用,仪器的安全保护 系统会减弱,一旦9720的安全 保护被破坏,应立即切断所有 电源,使仪器避免非正常的运 行。 维修应由专业人员完成。更换 部件或对仪器进行非授权的拆 改会危及安全,拆卸仪器盖前, 必须切断电源。用户不可自己 更换仪器内电池或保险丝。在 仪器内的电池可重复使用。 **安全标志**

在进行仪器操作、维护和修理 时,务必注意本手册或仪器上 的警告标志。不遵守这些警告 将会违反仪器设计使用的安全 标准。浙江福立分析仪器有限 公司对客户违反这些要求进行 操作所造成的损害不负任何责任。 任。 警告

提醒使用者注意可能造成人 身伤害的条件或可能的情况。

注意	
提醒使用者注意可	能损坏仪
器或伤害人身的条	:件或可能
的情况	
有关详细信息,参	^{•见} ▲
附加说明	ΔīΖ
指表面很执	<u>M</u>
11-7C III (K/M	—
指危险电压	A
指接地端	Ð
	Ð
指有放射性危险	. 🍂
	•
指有爆炸危险	

或有经验的技术人员咨询。

声明

未经福立仪器有限公司公司 明确的同意,而更换或改造 仪器,可能会使用户丧失操 作本仪器的授权或福立公司 承诺维修服务。

电磁的适应性

为保证分析质量及仪器长期稳

定使用,请在仪器使用前,确

认以下事宜:

1. 仪器仪器周边无强电场, 如

发电厂、变电交换站。

2. 仪器的电源已经接地

2. 仪器仪器周边无强电场,如
 发电厂、变电交换站。

4. 若周边存在无线电或电视机,

需把仪器插头插到其它回路的

电源插座上, 使仪器和无线电

或电视机不在一个电路上。

5. 保证周围所有的设备是合格的。

6. 保证使用适当的电缆把仪器

连接到周围的设备上。

7. 向经销商、福立仪器有限公司

总目录

1	概述	1
	一般说明	2
	工作原理	3
	己安装的部件	4
	控制表	4
	运用控制表格	5
	一些特性	7
	气体控制	7
	色谱柱	7
	信号	7
	自动操作	7
	方法和序列	7
	阀	7
	策略	8
	维护说明	9
	保险丝和电池	9
	维护一览表	9
	一般警告	. 10
	GC 许多内部元件有危险电压	. 10
	静电放电对 GC 电子元件是一个威胁	. 10
	许多部件非常热	.10
	GC 关机	.12
	一周之内不使用	.12
	超过一周不使用	.12
2	键盘和显示	. 13
	显示屏	. 15
	状态指示板	. 16
	键盘	. 17
	即时键【启动】、【停止】和【预运行】	18
	功能键	. 18
	【信息】	. 19
	【状态】	. 20
	其它键	. 21
	【时间】	.21
	设定时间和日期	.21
	秒表的使用	.21
	【后运行】	. 22
	设定【后运行】	.22
	【日志】	. 22
	【选项】	. 23
	通信	. 23

	按键与显示	
	【配置】	
	修改键	
	存储和自动操作	
3	流量和压力控制	
	电子气路控制(EPC)	30
	配置	
	色谱柱和进样口	
	配置色谱柱	
	配置毛细管柱	
	配置载气	
	配置载气	
	选择柱模式	
	流量模式	
	压力模式	
	流速模式(仅限毛细管柱)	
	选择柱模式	
	输入流量或压力程序	
	以程序压力为例编制设置表	
	输入其余的进样口参数	
	设定进样口的其余参数	
	检测器	
	流量与压力问题	
	气体达不到设定的压力和流量值	40
	气体超过设定的压力和流量值	40
	进样口压力和流量波动	40
4	柱箱	
	柱箱性能	
	柱箱安全措施	
	配置柱箱	
	设定恒温运行步骤	44
	进行程序升温运行	45
	柱箱程序升温设定值步骤	46
	设定单阶升温程序步骤	46
	设定多阶升温程序步骤	47
5	色谱柱	
	毛细管柱	
	柱悬挂架	
	准备毛细管柱	
	在分流/不分流进样口安装毛细管柱	51
	在 FID 检测器上安装毛细管柱	
	金属填充柱	
	在检测器接头上安装适配接头	54
	安装金属填充柱	55

老化色谱柱	
准备色谱柱老化的步骤	
毛细管柱的老化	
填充柱的老化	
6 仪器自动操作	
在运行期间执行程序事件	
运行时间程序	
使用运行时间程序事件	
程序化运行时间事件	
7 分析方法	
方法是什么?	
能用方法做什么?	
建立方法	
存储方法	
调用先前存储的方法	64
8 控制阀	
阀箱	
加热阀	
阀控制	
阀的驱动装置	
从键盘控制阀	
从运行表控制	
9 进样口介绍	
进样口类型	
氢气使用	
压力单位:选择 psi, kPa, bar	
什么是载气节省?	
使用载气节省	
预运行	
【预运行】键	
福垫吹扫	
10 分流/不分流进样口	
使用分流/不分流进样口	
社管	
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	77
分流模式气路	78
控制表一分流操作	79
使用定义柱的分流模式步骤	79
不分流方式的气路	80
控制表—不分流操作	81
维护分流/不分流进样口	82
更换隔垫	
→ ○○□□ 工	
● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ● ●	85
入六 V 77 巴······	

	更换O形圈步骤	
	气体管线检漏	
	气体管线检漏步骤	
	EPC 分流/不分流进样口的检漏步骤	
11	隔垫吹扫填充进样口	
	使用隔垫吹扫填充进样口	
	控制表	
	填充柱	
	维护吹扫填充进样口	
	更换隔垫步骤	
12	使用检测器	
	检测器控制表	
	设定检测器控制表步骤	
13	火焰离子化检测器	
	概述	
	FID 气路	
	特别注意	
	检测器不能操作的条件:	
	操作 FID	
	带 EPC 操作	
	FID 的操作步骤	
	测试条件及色谱图	
	FID 测试条件	
	典型的 FID 测试色谱图	
	维护火焰离子化检测器	
	排除 FID 硬件故障	
	更换或清洗喷嘴	
	清洗喷嘴步骤	
14	热导检测器	
	概述	
	TCD 的工作原理	
	热丝的钝化	
	载气、参比气和尾吹气	
	极性	
	操作 TCD	
	TCD 的操作	
	TCD 操作步骤	
	测试条件及色谱图	
	TCD 的测试条件	
	典型 TCD 测试色谱图	
	维护热导检测器	117
	排除 TCD 性能故障	
	热清洗步骤	
15	氯磷检测器	118
10		

	概述	119
	NPD 气路	
	气体纯度	
	延长铷珠的寿命	
	NPD 测试条件及技术指标	121
	NPD 的检测限的测试	121
	技术指标	
	NPD 的维护	
	NPD 故障排除	
16	电子捕获检测器	
	法规和安全说明	
	63Ni 同位素	
	ECD 警告	
	处理 ECD 时的安全预防措施	129
	ECD 气路	
	线性	
	检测器气体	
	温度	
	上》 操作 ECD	
	ECD 的测试条件	132
	ECD 的技术指标	
	ECD 故障排除	
17	火焰光度检测器(FPD)	136
.,	概述	
	线性	137
	淬灭效应	138
	PMT 饱和	138
	渡光片	138
	妨碍检测器工作的条件	138
	使用检测器	139
	检测器的温度要求	139
	FPD 测试条件及技术指标	140
	FPD 的检测限的测试	140
	FPD 的维护	141
	FPD 故暗排除	141
18	有文子校測哭(PDHID)	143
10	概 は Min(I DIID)	144 144
	MC PDHID 的工作	1/15
	了DIND 的工作标准	145
	不可又不能测现的"你们的"。	140 1/16
	了巴口世做咖啡水玩的IPT	140 1 <i>1</i> 6
	ホシルシレノス	140 1 <i>1</i> 6
		140 1 <i>14</i>
	日 _纪	140 1 <i>16</i>
	伽里江們瑜	140

	压力调节阀	
	一般预防措施	
	气路连接	
	安装钢瓶减压阀	
	安装氦气纯化器	
	检测器电气连接	
	初次通电	
	填充柱连接	
	检漏	
	故障排除	
19) 基本操作	
	样品	
	准备 GC 进行样品分析	
	运行样品分析 - 手动进样	
	方法	
	基本操作	
20)场地准备	
	场地要求	
	通风要求	
	柱箱排气出口	
	有毒或有害气体的排放	
	电气要求	161
	接地	
	电源电压	
	气体要求	
	用于填充柱的气体	
	用于毛细管柱的气体	
	气体纯度	
	气体管线连接	
	载气和检测器气体供应管线	
	净化器	
21	安装	
	步骤 1. 打开 GC 包装箱	
	步骤 2. 置 GC 系统于工作台上	
	步骤 3. 接通电源	
	步骤 4. 连接气体钢瓶管线	
	步骤 5. 在气源管线上连接净化管	
	步骤 6. 在管线上连接三通接头	
	步骤 /. 连接进程口进气口管线	
	步骤 8. 连接检测器进气口管线	
	步骤 9. 检漏	
	步骤 10.	
	步骤 Ⅱ. 连接电缆	
22	,	

常见故障产生的原因及解决方案	
日常维护的时间安排	
进样口日常维护的方法	

1 概述

一般说明

工作原理

已安装的部件

控制表

运用控制表格

一些特性

气体控制 色谱柱 信号 自动操作 方法和序列 阀

策略

维护说明 保险丝和电池 维护一览表

一般警告

GC 许多内部元件有危险电压 静电放电对 GC 电子元件是一个威胁 许多部件非常热

GC 关机

一周之内不使用超过一周不使用

9720 系列气相色谱仪

本手册中, GC9720 型气相色谱仪简称"GC9720"。

一般说明

GC9720(基本操作见图 1-1)是一种普及、多用途、高性能的多检测器系列化仪器。

GC9720采用 ARM9 处理器控制,全数字化控制及数据采集,与配套工作站 软件实现无缝连接,具有集成度高、可靠性能好、操作简单、适应长时间运行 等优点。

GC9720型仪器采用双气路分析系统,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;可做柱头进样或快速汽化进样分析;可实现进样口、检测器 EPC 气路控制;可实现自动阀切换、多阀多柱功能;并可选择配置各种不同性能的检测器 (FID、TCD、ECD、FPD、NPD),以满足不同用户、不同分析对象、不同应用场所的需要。



图 1-1 GC9720 结构图

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配置,仪器以气体 为流动相。当某一种被分析的多组分混合样品被注入进样口且瞬间汽化以后, 样品由气体流动相所携带,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、脱附或溶解、解析等过程,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,且由于吸附、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,由检测器转化为电信号送至色谱工作站绘 出色谱图,见流程图 1-2。

气相色谱仪和其他分析仪器一样,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,是由哪些分子、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、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、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,以及超纯物质研 充部门。今天,气相色谱仪器已成为各个化学分析实验室中不可缺少的分析设 备之一。



图 1-2 气相色谱仪器流程图

GC9720 会自动识别已安装设备,只有正确识别的设备才能显示控制表并操作,未配置的设备会提示"未安装"。

控制表

GC9720 由一系列设定值(温度、时间、信号选择等)控制。例如,下面 是一个典型的柱箱控制表:



- 控制表标题--- 此行是标识行。当其它部分上下移动时,它不动。
- 可见设定值----显示为三行。标题占一行,其余两行显示设定值。每行中 间为当前实际值。
- 非当前可见设定值---- 此表包括六个设定行。需要时,下面三行可移到观 察窗口。

已安装的设备

仪器只显示现有各项已安装设备的控制表,对于未安装的进样口、检测器或其它设备的会提示"未安装"。

运用控制表格

设定仪器应遵循下述步骤:

- 1. 按键调出控制表。显示的第一行为表的标题。
- 2. 检查表中的设定值(若表太长,可用上下标滚动)。
- 3. 编辑在表中选择的设定值。
- 4. 对于其他表格,重复此过程,直到得到需要的表格。

表格的优点在于它包括了多组相关设定值。您不必反复按键,就可以方便、 快速地观察和修改它们。

例如,设定前部进样口,按【前进样口】。



这时,前部进样口类型的控制表在显示里出现。对于配置电子压力控制 (EPC)的进样口控制表见图 1-3。

前进样 温度 压力(kPa)	□-S/SL 0.0 0.0	0.0 < 0.0		控制表标题 显示中可见的设置值
分流模式 分流比 分流流量 总流量 隔垫吹扫流量 节省模式 节省流量 节省前	0.0 0.0	分流 0.0 0.0 0.0 关 0.0 0.00		非当前可见设置值,使 用滚动键移至显示区

图 1-3 进样口控制表

用光标滚动键(▲与▼)移动光标(<)至您想要改变的行,键入新值, 然后按【输入】键确定。如果需要改变控制模式如恒温、分流这些模式时,通 过在键盘上直接使用【开/是】或【关/否】按键来选择所需要的类型,再按【输 入】键确定,也可以通过按【模/类】按键,从里面弹出的对话框中选择后按 【输入】键确定。

一些特性

气体控制

GC 能控制仪器所需的所有气体的流量或压力一进样口、检测器,以及各种辅助气体。EPC 允许气体流量和压力以多种程序模式设定。

色谱柱

GC 允许您控制柱内载气状态。流量和压力可选择为恒定模式或程序模式。 EPC 进样口系统自动调节以便在整个运行过程中保持这种状态,温度程序也是 这样。

信号

信号是来自仪器运行中的数据。

自动操作

进样后运行时间表在指定时间执行命令。

方法和序列

激活方法是执行一套已存在的控制 GC 的控制表和设定值。仪器默认可同时存储八套方法。如用户需要可增加存储数量。

序列是样品位置表并且通过存储的方法运行它们。可同时存储八种序列。 样品来自自动液体进样器或自动气体进样阀。

阀

阀的切换用于自动气体进样或改变气路流向。

GC 由一系列控制表而组成,每一控制表包含一组相关设定值。根据分析的需要,通过观察和编辑进行控制。下面为此提几点建议:

- 设定分析方案时,首先配置载气,然后为柱信息,最后为进样口。检测器 可在任何时间设定。
- 用【配置】键可以例行检验配置。
- 用【信息】键可以查询设定值范围、说明和其它建议。
- 大量设定值需要您从列表中选择。【模/类】可打开这些表。如果设定值
 是要求表目而不是寻求数值则只需使用【开/是】或【关/否】设定,使用
 【模/类】查看是否有当前使用的菜单。

维护说明

保险丝和电池

拆卸和更换 GC9720 的保险丝和电池一定要由有经验的操作人员进行,或通知福立或其授权代理商请求帮助。

表 1-1 保险丝和电池规格

名称	规格
温控部分保险丝	250VAC 10A
主板电池	CR2032 3V 锂电池

维护一览表

维护的频率取决于:

- 仪器使用频率。
- 样品的类型。
- 进样方式。
- 仪器用途。
- 其他环境因素,如粉尘污染、腐蚀气体和环境温度等。

表 1-2 维护一览表(仅供参考)

维护频率	项目
每天	检查隔垫,如有需要请更换
每周	根据需要,更换玻璃衬管及0型圈
每3个月	清理分流出口管线的冷阱管,进行氢气检漏,检查所有接头
每半年	清洗检测器,对 ECD 进行擦洗测试
每年	重新老化或更换内部和外部的净化器及化学过滤器

一般警告

GC 许多内部元件有危险电压

如果 GC 已接上电源,即使没开机,在以下各处存在潜在危险电压:

- AC 电源线到电源开关之间的电线。
- 温控板接线柱。

当打开电源时,在以下各处也存在潜在危险电压:

- 仪器中的所有电路板。
- 与这些电路板相连的内部电线及电缆。

藝告

所有这些部件都有盖板加以屏蔽,由于这些盖板安装合适,就很难意外 接触这些危险电压。非特别情况,在检测器、进样口或柱箱电源打开时不许拿 掉盖子。

如果电源绝缘磨损或擦破,必须更换,并与福立服务代理联系。

静电放电对 GC 电子元件是一个威胁

静电放电可能损坏 GC 的印刷电路(PCB)板以及元器件,除非绝对必要, 不得碰任何电路板。如果必须动它们,必须戴上接地腕带,并进行其它防静电 准备。

许多部件非常热

GC的许多部件温度很高,足以造成严重烫伤,这些部件包括(但不仅限 于此):

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

在 GC 的这些部件上进行工作时,必须等它们冷却到室温。如果您先将加 热关闭,那它们会很快冷却下来。如果您必须对热的部件进行维修,要使用扳 手或戴上手套。

警告

在仪器后面工作时要小心,在冷却循环过程中,GC 散发出热的气体可能 引起烫伤。

进样口、检测器、柱箱的隔热材料以及隔热杯是用耐火保温棉制成的。为 了避免吸入纤维颗粒,我们建议采用下列安全步骤:对工作区进行通风,戴上 长套袖、手套、安全镜及防尘/雾口罩;在密封的塑料袋内处理隔热材料,处 理完后,用凉水和中性的肥皂洗手。 藝告

GC 关机

一周之内不使用

一般情况下在不使用 GC 时不要把电源关掉。如在约一周内不使用 GC,按下列说明操作以便节约气体和电力:

- 把检测器、进样口和柱温降低到 150-200℃以节约能源。
- 关闭有腐蚀和危险性的气体,如氧气和氢气。
- 降低载气和补充气流量。
- 关闭检测器电源。

在 GC 处于长时间无监控的情况下,关闭可燃性气体,否则可能造成燃烧 和爆炸。

在维修仪器时,要把温度和载气及尾吹气流速关闭,要避免室内空气中粉 尘进入色谱柱、进样口和检测器。

超过一周不使用

- 把所有加热区的温度降低到室温,关闭与检测器相关的气体,不要关闭载 气。
- 2. GC 降温后,关闭电源。
- 3. 关闭所有的气体。
- 4. 卸下色谱柱,把柱两端封闭以免被污染,把色谱柱存放在冷而干燥的地方。
- 5. 为了避免被污染,封闭检测器进口和与色谱柱相连的接头处。
- 6. 如果把 GC 的气源断开,把后面板上的气路接口和进样口的进气口封闭。

2 键盘和显示

显示屏

状态指示板

键盘

即时键【启动】、【停止】和【预运行】

功能键

【信息】

【状态】

其它键 时间 词间时间和日期 动表后运行】 设定【后运行】 【选项】 【选项】 通键与显示 【配置】

修改键

储存和自动操作

键盘和显示



图 2-1 GC 控制面板

显示屏

显示屏可作为查看控制表的窗口。最上面一行是标题,其余行显示表内容。 如果表超过两行,可用滚动键查看其它行。

滚动键 (▲,▼)

在显示窗口中,向上或向下移动控制表。

光标(〈)

指明编辑所在位置的行,用键盘可改变"光标"指示行。

蜂鸣器

任何其它形式的故障、警告出现时,都会伴随连续"笛~笛~笛"报警声。

实际值和设定值

当控制表的一行中出现两个值时,左边的总是实际值,右边的是设定值。 当只有一个值时,根据表格,它可为实际值,也可为设定值。

前进栏		佥 际估		
温度 压力(kPa)	100.0- 60.0-	100.0x 60.0		头 亦 值 设 定 值
 分流模式		分流		
分流比 分流流量		40.0 0.0		

提示

仪器故障时,选择【日志】按键来查看故障诊断。

记录	
11-08-08 14:11:11	1/3
柱箱门打开	

状态指示板



图 2-2 状态指示板

指示 (LED)	说明	
预运行	当 GC 处于预运行状态(按【预运行】后)时灯亮。	
柱箱程序升	显示柱箱温度变化过程,如果柱箱温度不能随程序而变化,	
温	升温指示灯闪亮。	
后运行	当仪器正在执行后运行时灯亮。	
准备中	当 GC 仍未准备好运行时亮。仪器出现故障时闪亮。	
就绪	当 GC 准备好时灯亮。	
运行	指示仪器正在执行运行。	

表 2-1 指示灯 (LED) 的含义

键盘



图 2-3 键盘

- 17 -

即时键【启动】、【停止】和【预运行】

这些键使仪器立刻执行某些操作。

【启动】和【停止】

开始和结束任何运行形式。【停止】可取消预运行。

【预运行】

如果使用一个或更多的以下功能,您必须按【预运行】为运行做准备:

● 载气节省- 取消载气节省流量,使载气总流量达到设定值。

按【预运行】,预运行 LED 灯亮,说明仪器正在为运行作准备并等待其达到设定值。一旦达到设定值,预运行 LED 和准备中 LED 灯熄灭,就绪 LED 灯亮。

功能键

表 2-2 列出了功能键及其使用的简要说明,以及详细信息的出处。

键盘	用法	详细信息
【柱箱】	设置柱箱温度,包括恒温和程序 升温	参见"柱箱"
【阀】	设置阀的开关	参见"阀"
【辅助温度#】	控制特殊温度区	
【前进样口】和【后进样口】	控制进样口操作的参数	参见"隔垫吹扫填充柱进样口"
【辅助 EPC#】	备用	
【柱1】和【柱2】	气体类型选择,控制柱压,可设 定梯度压力	
【辅助柱#】	备用	
【前检测器】和【后检测器】	控制检测器操作的参数	参见"火焰离子化检测器" 参见"热导检测器"
【辅助检测器】	控制其他检测器的参数	
【模拟输出1】和【模拟输出2】	指定信号,通常为前或后的检测 器	

表 2-2 功能键

【信息】

这是一个为激活参数(光标所在行)提供上下相关信息的键。 这些信息可有几种形式。

- 定义
- 执行动作
- 范围

依据您所用的控制表,可有下列例子。按【信息】键。

定义:



执行一个操作:



【状态】

通过按两下【状态】键会显示各设置参数。按一下【状态】键可观察哪些 部件未就绪或出现了什么故障。

按一下【状态】键

↓ ↓柱箱温度: 关闭	1/4
检测器温度:关闭	
前检测器:未点火	
前检测器:未开高压	

按两下【状态】键

↓ · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	1 I
¦ 柱箱温度 0.0	0.0 <
L前检测器温度0.0) 0.0
后检测器温度 0.0	$\frac{1}{0} - \frac{1}{0} - \frac{1}$
辅助检测器温度 0.0	0.0
前进样口温度 0.0) 0.0
后进样口温度 0.0	0.0
前检测器信号	61.087
后检测器信号	19.603
辅助检测器信号	61.223
模拟输出信号1	前检测器
模拟输出信号2	后检测器
前进样口压力(kPa)	0.0
前进样口流量	0.0
前检测器尾吹气	N2
前检测器尾吹气流量	0.0
后进样口压力(kPa)	0.0
后进样口流量	0.0
后检测器参比气	N2
后检测器参比气流量	0.00
辅助检测器尾吹气	N2
辅助检测器尾吹气流量	0.0
其它键

【时间】

时间控制表没有题头。第一行总是显示当前的日期和时间,最后一行总是 显示一个秒表,中间两行根据所显示的方式而变化。

2012-04-01 ()9:17:57	——————————————————————————————————————
■剩余运行时间 ■下次运行时间	36.11 64.00	
时间=00:00.0	1/时间=0.000	

剩余运行时间:显示程序升温进行时所需剩下的时间。

下次运行时间:显示程序升温进行时所需的总时间。

设定时间和日期

按【配置】键,通过选择时间来设置时间。



秒表的使用

在秒表模式中,有时间(到0.1秒)和时间倒数(到0.01/分)两种显示。用 皂沫流量计测量流量时使用秒表。

- 1. 按【时间】按钮再滚动到时间控制表的秒表行。
- 2. 按【输入】,启动秒表。

- 3. 再按【输入】,停止秒表。
- 4. 按【清除】,设置为零。
- 秒表运行时,您也可访问其它功能。再次按【时间】,仍可再观察到秒表显示。

【后运行】

设定【后运行】

使用此键可在一次运行后,控制仪器清洗色谱柱。设定后运行:

1. 按【后运行】

会出现下图这个后运行对话框:

F 后运	 行
┃ 时间	0.00 <
温度	0.0
·	0.0

2. 键入后运行(柱清洗)的时间,以分钟计算。

r	
时间	10.0 <
温度	0.0
流量	0.0

3. 键入柱箱温度和柱子流量。

时	可	10.0 <
□温月		250.0
流量	 ≟ ₹	3.0

现在编制器在下次运行中柱箱温度于 250℃保持10分钟,柱子的流量为 3ml/min。

后运行期间,状态板上的后运行指示灯亮。

【日志】

记录报警内容。

日志	
11-07-04 15:03:07	2/2
柱箱:加热时门打开	

键入 9720 数字可以清除日志内容。如下图:

日志	
日志已清除	

【选项】

选项键用于访问仪器参数设置选项。

按【选项】

选项	
通信	<
按键与显示	

通信

查看仪器 IP 信息,工作站根据该信息设置端口。

	通信	
局域网		
IP地址:	192.168.001.208	
	'	

按键与显示

在键盘和显示控制表中可访问用户界面设定值。通过按【开/是】或【关/ 否】键可打开或关闭下列参数。

- 按键音- 当键被按下时,能打开或关闭"笛"声。
- 报警音- 仪器故障时发出提示音。
- 方法变更音- 设为【开】-当修改方法设定值时,会听到"笛-笛"声。

• 压力单位

psi- 磅每平方 英寸, lb/in²

bar - 绝对 cgs 单位, dyne/cm²

kPa- 压力单位, 米一千克一秒, 10³ N/m²

● **语言**- 中文与英文之间的切换。

【配置】

【配置】键用于为仪器控制设定配置。

按【配置】键,可获得配置参数的列表:

 _ 配置
色谱柱1 <
色谱柱2
色谱柱3
色谱柱4
前进样器
后进样器
温度上限
辅助加热
就绪忽略
点火设置
时间

滚动到 色谱柱1 按【输入】键可访问配置柱1(色谱2、3、4类同)

K度(m)	30.0 <
内径 (um)	320
[其厚 (um)	0.25
组号	1
进口	前进样器
出口	前检测器
出口压力	常压

滚动到 前进样器 按【输入】键可访问前进样器

 配置前进样器	
└ 进样塔 └ 进样针尺寸	前进样器 ¦ 5ul
进样塔风扇	关

滚动到 后进样器 按【输入】键可访问后进样器

 _ 配置后进样器		
│ 进样塔 │ 进样针尺寸	后进样器 ¦ 5ul ¦	
进样塔风扇	关	

滚动到温度上限按【输入】键可访问温度上限

「温度上限	·
│ │ 柱箱 │ 前检测器 │	450.0
后检测器	450.0
辅助检测器 前进样口	450.0 450.0
后进样口	450.0
辅助加热区1	250.0
辅助加热区2	250.0

滚动到辅助加热按【输入】键可访问辅助加热配置

補助加热配置	
辅助加热1	使用
辅助加热2	不使用

滚动到就绪忽略按【输入】键可访问就绪忽略配置

Ⅰ Ⅰ 柱箱	取消丨
└ └	_取消
后检测器	确定
辅助检测器	取消
前进样口	取消
后进样口	取消
辅助加热区1	取消
辅助加热区2	取消

滚动到点火设置按【输入】键可访问点火设置。

	- — —
前检测器自动点火	开丨
前检测器点火确认值	5.0
后检测器自动点火	开
后检测器点火确认值	3.0
辅助检测器自动点火	开
辅助检测器点火确认值	0.0

检测器自动点火选择开,仪器会在点火条件满足的情况下自动点火。

点火信号值要大于不点火时的检测器信号值,并且小于点火之后的信号值,仪器 才会启动自动点火和判断点火是否成功。通常信号设置为2.0。

修改键

修改键扩展了某些设定控制键的功能。

【模/类】

使用此键可访问与非数字设定值相关的模式或类型表。为改变方式或类型,滚动到所需行并按【输入】。星号(*)指示当前模式或类型。 以下是模/类功能的几个例子。

方式:



类型:



【清除】

【清除】键用于:

- 在按【输入】前,清除错误输入的设定值。
- 在按【输入】前,退出模/类的选择。
- 回到嵌套控制表(配置,选项)的顶行。
- 清除秒表,归零。

存储和自动操作

表 2-3 列出了存储和自动操作键使用的简要说明,以及详细信息的出处。

键	用途		
储存	储存8种方法和8种序列		
调用	调用已储存的分析方法和序列		
方法	查看存储方法表。可进行调用、存储、删除或设置缺省方		
	法		
序列	查看储存序列表		
运行表	设置阀切换时间程序		
样品盘	显示样品盘状态		
前进样器	编辑进样器控制参数,如进样量、样品和溶剂清洗次数等		
后进样器	编辑进样器控制参数,如进样量、样品和溶剂清洗次数等		

表 2-3 方法和序列存储及自动操作键

3 流量和压力控制

电子气路控制 (EPC)

配置

色谱柱和进样口

配置色谱柱

配置毛细管柱

配置载气

配置载气

选择柱模式

流量模式 压力模式 流速模式(仅限毛细管柱) 选择柱模式

输入流量或压力程序 以程序压力为例编制设置表

输入其余的进样口参数

设定进样口的其余参数

检测器

流量与压力问题

气体达不到设定的压力和流量值

气体超过设定的压力和流量值

进样口压力和流量波动

流量和压力控制

9720系列气相色谱仪(GC)采用 EPC-电子气路控制方式在键盘上设定流量 和压力(进样口、检测器及三个以上的辅助气流)。

电子气路控制(EPC)

GC可用电子控制仪器内所有的流量和压力。它具备:

- 对所有进样口的流量和压力进行控制,包括对通过柱子的载气的流量、压力和流速(仅限毛细管柱)的程序控制。
- 对所有检测器气流进行流量控制。
- 辅助通道的压力控制。
- 降低分流/不分流载气消耗的载气节省模式。
- 根据柱子配置,直接输入分流比。

控制硬件内置于仪器顶部后侧。在进样口、检测器或辅助的控制表内输入 设定值。

配置

GC 在开机后通过运行在线检查确认 EPC 进样口和检测器及其它部件。一些信息需手动输入。必须配置的有:

- 毛细管色谱柱的规格。
- 使用的载气。
- 某些检测器气体(若有选择)。

色谱柱和进样口

9720 允许直接指定通过毛细管柱的气体流量。为实现此功能需要:

- 1. 配置色谱柱(提供长度、内径、膜厚)。
- 2. 配置载气(使用气体类型)。
- 3. 选择柱模式(恒流、恒压或恒速,程序的流量、压力或流速)。
- 4. 输入初始流量、压力或流速。
- 5. 输入流量或压力程序(可选)。
- 6. 输入其余进样口参数。

配置色谱柱

设置毛细管长度、内径和膜厚, 仪器可自动计算出柱流量。使用毛细管柱 时, 这样做有很大的好处。

因为:

- 直接输入分流比, 使仪器计算和设定合适的流量。
- 输入流速或流量,仪器计算达到流速所需的压力。

配置毛细管柱

1. 按【配置】,出现柱配置屏幕。

配置	
色谱柱1	<
色谱柱2	
前进样器	
后进样器	

2. 光标移动到色谱柱 1, 按【输入】键, 出现配置柱 1 界面。

 L	1	_
长度 (m)	30.0 <	
内径(um)	320	柱规格
「 <u></u> 膜厚(um)	0.25]
组号	1	• 柱组号
进口	前进样器	• 指明进样口
出口	前检测器	· 指明检测器
出口压力	常压	 • 指明出口压力

3. 键入柱长,以米为单位,然后按【输入】。

- 4. 光标移动到内径行,键入以微米为单位的柱内径,然后按【输入】。
- 5. 光标移动到膜厚行,键入以微米为单位的膜厚,然后按【输入】。
- 光标移动到组号,键入组号(单毛细管,单组号;多根毛细管串联,组号 相同。组号值1到4,0表示无)。
- 7. 把光标移至进口并按【前】或【后】表明与柱相连的进样口。
- 8. 把光标移至出口并按【前】或【后】标明与柱相连的检测器。
- 9. 出口压力行,里面包括常压、真空、正压、其他。一般默认为常压。
- 这样就完成了毛细管柱的配置,详情请看"进样口介绍"和"使用检测器"。

配置载气

GC 需要知道使用什么载气。

配置载气

- 1. 按【柱1】或【柱2】。
- 2. 按【模/类】查看载气菜单。



3. 把光标滚至将用气体,按【输入】。

至此,完成载气配置。

选择柱模式

流量模式

- 恒流-通过柱子的载气在整个运行过程中保持恒定的体积流量。如果由于 温度程序而引起柱阻力的变化,柱前压会自动调整以保持恒定流量。这可 大大缩短运行时间。
- 程序流量-根据您输入的程序,在运行期间增加或减少柱内体积流量。一个柱流量程序最多可有八个梯度,每一梯度包括一程序增加或减少并有一个保持时间。

压力模式

压力是指表压力-绝对压力和该地区大气压之差。因为大多数检测器对柱 流量都存在极小阻力,所以,柱前表压力通常和柱进样口与出口压力差相同。 质量选择检测器和原子发射检测器例外。

- 恒压一整个运行期间,在柱头保持恒定压力。如果柱阻力变化,压力不变, 变化的只是流量。
- 程序压力-根据您输入的程序,在运行期间增加或减少柱前表压力。一个 柱压力程序最多可有八个梯度,每一梯度包括一程序升(降)压和一保持时 间。可实现脉冲分流和脉冲不分流。

流速模式 (仅限毛细管柱)

- **恒速** 通过柱子的载气在整个运行过程中保持恒定的流速。
- 程序流速-根据您输入的程序,在运行期间增加或减少柱流速。一个柱流速程序最多可有八个梯度,每一梯度包括一程序增(减)流速和一保持时间。

选择柱模式

- 1. 按【柱1】或【柱2】。
- 2. 把光标移至控制模式行,按【模/类】出现下面菜单。

 控制模式	
恒压 <	
恒流	
恒速	
程序压力	
程序流量	
程序流速	

3. 移动上下按钮选择需要的控制模式按【输入】键确认。

输入流量或压力程序

如果您选择程序压力、程序流量或程序流速的柱模式,柱控制表就包含设定程序的输入。

首先设定一个初始值和初始时间(初始时间可为0),然后设定速率1、 终值1和时间1。在初始时间结束时,速率1启动并运行直到终值1,然后保 持至时间1结束。您能增加第二和第三个程序,每一过程都包括一个速率、一 个终值和一个保持时间。当到达速率值为0时,程序结束。

以程序压力为例编制设置表

 	È1-CAP		
气体类型		H2 <	
控制模式		程序压力	٦
压力(kPa)	10.0	10.0 -	
流量		0.3	
程	序压力		
初始时间		1.00	
速率1		5.0	
压力1		20.0 -	
时间1		2.00	
速率2		5.0	
压力2		60	
时间2 速率2		2.00	
歴半5		0.0	

1. 按【柱1】或【柱2】。

- 2. 选择控制模式为程序压力。
- 3. 移动光标至压力,输入初始值。
- 4. 移动光标至初始时间,输入初始时间值。这就完成了程序的初始部分。
- 在速率1处输入一个值。如果速率1为0,程序就会在此中止。如果输入 其它值,会出现第一次程序的最终值行且光标移至此行。
- 6. 输入压力1和时间1的值,这样就完成了第一个压力程序。
- 7. 多阶压力程序设置重复步骤5和6。

输入其余的进样口参数

分流/不分流进样口有两种操作模式:

- 分流一样品在柱和放空流量之间分成两部分。
- 不分流一样品不分流。样品基本进入色谱柱,大部分溶剂从分流出口吹走, 以避免溶剂峰拖尾。
- 分流/不分流进样口具有载气节省功能。进样完成后,能按照设定的时间
 及总流量进入载气节省模式,而不改变通过柱子的流量。
- 在所有的 EPC 进样口上,可以设定隔垫吹扫流量。

设定进样口的其余参数

- 1. 按【前进样口】或【后进样口】。
- 2. 移至 分流模式 行。
- 3. 按【模/类】进入进样口模式菜单。



移动光标至所需 分流模式。

4. 如果选择 分流, 且柱已定义, 您可直接输入分流比。

前进样口-S/SL □ 温度 200.0 200.0 < → 进样口温度 □ 压力 (kPa) 60.0 60.0 □ □ 分流模式 分流	
温度 200.0 200.0 < + → 进样口温度 压力 (kPa) 60.0 60.0 分流模式 分流	
└ 压力(kPa) 60.0 60.0 分流模式 分流	
·分流模式 分流	
分流比 40.0 — 八流会数	
分流流量 80.0 分流多数	
总流量 85.0 85.0	
隔垫吹扫流量 3.0 3.0	
节省控制	
节省流量 0.0 载气节省参	数
节省时间 0.00 ————	

[样口-S/SI	L	不分流模式
温度	200.0	200.0 < +	—— 进样口温度
压力(kPa)	60.0	60.0	
· 分流模式		不分流	
溶剂吹扫时间]	1.50	
溶剂吹扫流量	1		
总流量	5.0		
隔垫吹扫模式	Ċ	标准	
隔垫吹扫流量	3.0	3.0	
节省控制		关 一	
节省流量		0.0	┃ ↓ 载气节省参数
节省时间		0.00 —	

分流/不分流进样口控制表

检测器

虽然 EPC 检测器具有压力控制能力,但对输入压力范围有一定的要求,以 便电子控制为系统提供稳定的气流。同时可利用气体净化管从气源中去除污染物。



火焰离子化检测器

图 3-1 内部/外部气路连接:带有 EPC 的 FID

详细说明参见"火焰离子化检测器"。

流量与压力问题

气体达不到设定的压力和流量值

- 供气压力太低,达不到设定值。供气压力需要达到 350-500kPa(推荐 400kPa)。
- 系统的某处漏气严重。用电子检漏器进行检漏,并排除。色谱柱折断会是
 一个大的漏气点。
- 如果您使用载气节省,注意总流量值不能设置的过小,否则会影响柱压和 柱流量的稳定。
- 色谱柱未正确安装。
- 传感器故障。

气体超过设定的压力和流量值

- 分流比太高。降低分流比。
- 比例电磁阀打不开。
- 分流出口管线上的冷阱被堵塞。
- 色谱柱堵塞。
- 传感器故障。

进样口压力和流量波动

进样口压力波动在运行时将引起流速和保留时间的变化。

- 流量系统内存在小的漏气。用电子检漏器检查漏点,并排除它。
- 供气部分的气路连接是否有漏点。
- 在分流/不分流进样口中存在大的阻碍,如衬管或分流出口冷阱堵塞,分流/不分流进样口的阻力大,确定您使用的是正确的衬管。更换由于设计 或填料太紧引起的压力下降太大的衬管。如果衬管没有问题,那可能是分流出口冷阱堵了。
- 在运行过程中室温变化太大。

4 柱箱

柱箱性能

柱箱安全措施

配置柱箱

设定恒温运行步骤

进行程序升温运行

柱箱程序升温设定值步骤 设定单阶升温程序步骤 设定多阶升温程序步骤

柱箱

柱箱性能

	表 4-1 柱箱性能参数
性能	范围
温度范围	室温加5℃至配置限定值(以0.1℃增量任设)
最高温度	450°C
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	无限阶
升温速率	0~120℃/min(以 0.1℃增量任设)
降温速率	柱箱温度从 350℃降至 100℃时间不大于 3.5min

柱箱顶部可安装两个进样口、两个检测器和四个阀。如有需求可另增加。



图 4-1 柱箱

柱箱安全措施

为安全起见,运行中打开柱箱门,柱箱、进样口和检测器就停止加热。关 上柱箱门,加热恢复正常。

如果柱箱在正常室温以上操作期间不能获得或维持输入的设定温度,可 能发生了故障,则自动关闭柱箱加热。

可能的故障有:

- 柱箱后开门工作异常。
- 柱箱风扇、加热器或温度传感器工作异常。
- 电子线路问题。

配置柱箱

柱箱配置设定最高温度。

按【配置】键再选择温度上限 最高温度: 450℃



温度上限:允许的最高柱箱温度设定值。某些附件如阀箱、阀和柱有特殊的温度限制。

设定恒温运行步骤

恒温运行是指柱箱保持恒定温度的运行。为了建立恒温运行,设定速率1 为0。

1. 按【柱箱】进入柱箱控制表。

	柱箱	
温度	50.0	50.0 <
初始时间		0.00
速率1		0.00

2. 输入恒温运行的柱箱温度。注意您的实际值和设定值可能与例子有所不

同。

	 柱箱	
温度	35.0	50.0 <
初始时间		0.00
速率1		0.00

3. 输入柱箱保持此温度的分钟数。此时间是运行持续的时间。

	 柱箱	
温度	50.0	50.0 <
初始时间		2.00
速率1		0.00

4. 如果速率1不为0,为恒温运行输入0。

您可从初始温度至终温间编辑柱箱温度程序。单阶程序升温是指以指定的 速率从初始柱箱温度上升到指定的终温并在终温保持一定的时间。



图 4-2 单阶升温

多阶程序升温与此相似。您可编辑从初始温度至终温的柱箱温度程序,但在两 者之间可用不同的速率、时间和温度。多阶降温也可像升温那样编辑降温程 序。



图 4-3 多阶升温

柱箱程序升温设定值步骤

温度:程序升温运行的起始温度。当程序运行结束后,柱箱温度将返回到该温度。

初始时间:这个以分钟计的时间是在运行开始后,柱箱保持初始温度的时间。

速率1:加热或冷却柱箱时,以℃/min计的速率。

温度1:加热或冷却速率结束后柱箱达到的温度。

时间 1: 柱箱温度在程序升温速率结束时的终温所保持的时间,以分钟计。 整个运行时间由自身的柱箱温度程序决定。

设定单阶升温程序步骤

此例以10℃/min的速率把柱箱温度从50℃升至150℃。

- 1. 按【柱箱】进入柱箱控制表。
- 2. 输入初始温度。

5	 柱箱	
温度	50.0	50.0 <
初始时间		0.00
速率1		0.00

3. 输入柱箱温度的保持时间。

;	 柱箱	
温度	50.0	50.0
初始时间		2.00 <
速率1		0.00

4. 输入升高柱箱温度的速率。

柱斜	窅
初始时间	2.00
速率1	10.00 <
温度1	0.0
时间1	0.00

5. 输入终温(温度1)。

	箱
速率1	10.00
温度1	150.0 <
时间1	0.00
速率2	0.00

6. 输入柱箱在温度1保持的时间。

柱	箱
温度1	150.0
时间1	2.00 <
L	

7. 设定速率2为0,以便在一阶后结束升温程序。

设定多阶升温程序步骤

如前面所描述建立第一阶柱箱温度。 在多阶升温程序中,某阶的最终时间也作为下一阶的初始时间。 因此,仅有一个初始时间。

- 1. 输入柱箱温度的第二阶升温速率(速率2)。
- 2. 输入终温(温度2)。
- 3. 输入柱箱在终温保持的分钟(时间2)。

柱	箱
温度2	180.0<
时间2	2.00

4. 设定速率3为0,以便在二阶后结束温度程序。
 若要增加柱箱温度阶数,重复上述步骤。

5 色谱柱

毛细管柱

柱悬挂架

准备毛细管柱 在分流/不分流进样口安装毛细管柱 在 FID 检测器上安装毛细管柱

金属填充柱

在检测器接头上安装适配接头 安装金属填充柱

老化色谱柱

准备色谱柱老化的步骤 毛细管柱的老化 填充柱的老化

色谱柱

毛细管柱

此部分包括在进样口和检测器上准备和安装毛细管柱的有关知识。

柱悬挂架

毛细管柱缠绕在金属架上,此金属架固定于柱箱内部中心的固定柱上。

与进样口和检测器连接的柱末端应自然顺直。不要让柱的任何部位与柱箱 表面接触。



准备毛细管柱

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

藝告

当处理、切割或安装玻璃或石英毛细管柱时,应戴安全眼镜以防微粒飞入 眼睛。

所需材料:

柱螺帽和垫圈

毛细管柱

毛细管割刀

异丙醇

棉纸

1. 把毛细管柱螺帽和垫圈安装于柱上。



 使用毛细管割刀刻划柱。切面必须平直,确保切口整齐。(玻璃切割工具 改)



 用毛细管割刀的划痕部位的对面折断柱。用放大镜观察末端,确保没有毛 边或呈锯齿状。



4. 用带有异丙醇的棉纸擦毛细管柱壁,去掉指纹和粉末。



在分流/不分流进样口安装毛细管柱

在进样口中安装柱之前,确保进样口中已安装了合适的玻璃衬管。

所需的材料:

柱螺帽和垫圈

毛细管割刀

1/4-in 扳手

直尺

- 1. 准备毛细柱。
- 2. 在柱垫圈上端以上留出柱 2-4mm。



 将柱插入进样口,把螺帽和垫圈上部的柱子滑向进样口底部。用手指拧紧 柱螺帽直至柱被固定。



4. 调节柱位置。留出 2-4mm。



5. 拧紧螺帽 1/4 - 1/2 圈,用轻微的力不能将柱从接头上拉下。



在 FID 检测器上安装毛细管柱

所需材料:

柱螺帽和垫圈

毛细管割刀

1/4-in 扳手

直尺

1/4-in 垫圈及螺帽

毛细管柱接头

9/16-in 扳手

1. 将黄铜螺帽和石墨垫圈组装成接头。



尽可能的将接头竖直的拧至检测器底部。在此位置握柱接头,用手拧紧螺
 帽。用扳手将螺帽拧 1/4 圈。



- 3. 轻轻的将柱插入检测器直至其底部,不要强行的插入。
- 4. 把螺帽和垫圈沿柱滑向检测器底部。用手指拧紧柱螺帽直至柱被固定住。
- 5. 用手拧紧柱螺帽。将柱拉出约 1mm。用扳手将螺帽拧 1/4 圈。

金属填充柱

在检测器接头上安装适配接头

这是在检测器接头上安装多种类型接头的通常步骤。

所需材料:

9/16-in 扳手

石墨垫圈

螺帽

适配接头

1. 在接口上装配铜螺帽和石墨垫圈。



 将适配接头尽可能的竖直插入检测器底部。在此位置握住适配接头并用手 拧紧螺帽。



用 9/16-in 扳手再拧 3/4 圈。

3. 安装金属填充柱。

安装金属填充柱

在进行下列步骤前,确信已安装需要的适配接头,且您已经准备好色谱柱。

所需的材料:

已准备好的金属填充柱

所需要的适配接头

扳手

1. 将柱插入适配接头底部。用手拧紧螺帽。



2. 将柱安装于适配接头。

用两个扳手以相反的方向拧紧柱螺帽,一个在柱螺帽上9/16-in扳手,另一个 在适配接头部位7/16-in扳手。这可在拧紧柱螺帽的过程中防止接头旋转。用 7/16-in扳手拧紧3/4圈。

老化色谱柱

色谱柱的老化包括在柱内通入载气,然后进行加热,对于毛细管柱要老化 2小时以上;对于填充柱则需要老化8小时以上。这样就赶走了柱内残留物, 使色谱柱能用于正常分析。

新的填充柱应该进行老化,因为其中经常含有从涂渍过程中带入的挥发性 残留物。对于在柱两端未加堵头的情况下放置一段时间后的已使用过的柱来 说,也需要进行老化。

对于毛细管柱,老化就不是那么重要了,因为它们只含有极少量的固定相。 下面的步骤包括预备阶段和实际老化步骤,填充柱和毛细管柱的老化步骤是不 一样的。

准备色谱柱老化的步骤

所需材料:

两个 7/16-in 扳手

用于检测器连接的无孔垫圈和毛细管柱螺帽

1. 关闭检测器。关闭检测器相关气体,特别重要的是关闭氢气!

2. 用无孔垫圈和柱螺帽封上检测器接头。


毛细管柱的老化

藝告

老化时不能用氢气作为载气!它可能排入柱箱并存在爆炸的危险。

1. 按此表选择一个适当的柱压(单位: psi(kPa))。

长度,m	内径 0.10 mm	0.20 mm	0.25 mm	0.32 mm	0.53 mm
10	25 (170)	6 (40)	3.7 (26)	2.3 (16)	0.9 (6.4)
15	39 (270)	9 (61)	5.6 (39)	3.4 (24)	1.4 (9.7)
25	68 (470)	15 (104)	9.5 (65)	5.7 (40)	2.3 (16)
30	83 (570)	18 (126)	12 (80)	7 (48)	2.8 (19)
50		32 (220)	20 (135)	12 (81)	4.7 (32)
60		39 (267)	24 (164)	14 (98)	5.6 (39)

2. 输入所选压力,让气流在室温下通入柱内约15-30min,以便赶走空气。

 将柱箱温度从室温升到柱的最高使用温度以下 20℃。升温速率约 10-15℃/min,并保持最高温度约 120min 以上。

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

填充柱的老化

藝告

老化时不能用氢气作为载气 ! 它可能排入柱箱并存在爆炸的危险。

1. 按【柱1】或【柱2】打开柱子控制表。

- 2. 输入适当的柱流量。
 - 对于 1/8in 外径的金属柱, 流量为 20 左右 mL/min。
- 3. 老化温度应比最高使用温度低 20℃。将柱箱温度缓慢升至柱的老化温度。
- 在终温下老化8小时以上。如果不马上用老化后的色谱柱,将其从柱箱中 取出。两端堵上堵头以防止空气、水汽和其它污染物进入色谱柱。

6 仪器自动操作

在运行期间执行程序事件

运行时间程序

使用运行时间程序事件 程序化运行时间事件

仪器自动操作

在运行期间执行程序事件

仪器自动操作允许在运行表中编辑运行时间程序或经由时钟表编辑时钟程序。 在每一个表中,最多能执行8个时间程序。

运行时间程序

作为色谱运行时间的一个功能,程序化的运行时间允许某些设定值在运行期间 自动改变。因此,若编辑一个在2分钟开始的时间程序,在每次进样后运行2 分钟即执行该程序。

它用于:

- 阀的切换。
- 辅助区温度。

使用运行时间程序事件

程序化运行时间事件

1. 按【运行表】。

	运行表	1/3
时间		2.00 <
阀1		开

2. 再按【模/类】观察运行时间程序事件类型。

运行表设置	
阀	<
辅助区温度	

3. 移动光标选择一个要编制的参数。比如选择阀按【输入】键。

	 阀
阀号	1 <
初始	开_
时间1	1.0
动作1	关

7 分析方法

方法是什么?

能用方法做什么?

建立方法

存储方法 调用先前存储的方法

分析方法

方法是什么?

分析方法是在 9720 系列 GC 上分析单一样品时所需的完整仪器运行参数。调用 方法可使仪器在该方法下运行,而不必重新设定运行参数。 分析方法包括柱箱温度程序、压力程序、进样口温度等参数。实际上,GC 中 总有一个激活的方法——一套现在控制着仪器的条件。使用【储存】键,通过 存储这些条件作为指定编号的方法。

方法有两种:

- 激活的方法:当前使用的设定。
- 存储的方法:存储于仪器中的某个方法。

能用方法做什么?

方法可为:

- 根据分析的需求建立的方法。这是激活的方法。
- 按【储存】存储。通过日期和时间给方法命名。
- 按【调用】调用,选择需要调用的方法,该方法覆盖激活方法。
- 通过调用,按所需参数来修改方法,然后使用原号码存储。新方法代替 老方法。

在方法状态控制表中查看方法,此表会显示存储该方法的时间及日期。通 过按【方法】进入此表。



建立方法

下面列出了用于在方法编制过程中存储设定值的参数:

- 柱箱
- 前/后进样口
- 前/后检测器
- 辅助
- 后运行
- 阀 # 1-8
- 运行表

GC 关闭时会存储这些参数,当再次打开仪器时会自动重新调用。可是,如 果仪器关闭时改变了硬件,就不可能恢复方法中的所有设定值。

存储方法

存储一个方法:

1. 按【方法】,移动光标至所需的方法号码。

 方法
2: 11-12-11 14:10
3:[无]<
4: [无]

 按【储存】键。系统就会自动储存新的方法。你也可以用新的方法来覆盖 旧的方法。

通过按【删除】键,就能删除光标所指的方法。

调用先前存储的方法

调用存储方法:

- 1. 按【方法】进入方法状态控制表。
- 2. 移动光标至所要调用的方法。



3. 按【调用】键,系统就会自动选择当前的方法。

8 控制阀

阀箱

加热阀

阀控制

阀的驱动装置

从键盘控制阀 从运行表控制

控制阀

9720系列气相色谱仪(GC)柱箱顶部加热阀箱中可安装四个阀。 阀箱与柱箱隔离,是一具有可控温度的区域。

阀箱



图 8-1 阀箱

加热阀

阀箱包括一个加热单元(加热区1或加热区2)。

4	浦助加热	
加热区1	0.0	0.0 <
加热区2	0.0	0.0
L		·i

阀控制

可从键盘对阀进行手动控制或将其作为运行时间程序的一部分。

阀的驱动装置

阀驱动装置用于控制阀的气动操作。阀驱动所需的气路管线连接在 GC 右 盖内的一套电磁阀上。

从键盘控制阀

阀有两个由【开/是】和【关/否】键控制的位置。 对于两位阀键盘命令为:

【阀】 < 移至阀 > 【开/是】(阀处于开的状态)和

```
【阀】 < 移至阀 > 【关/否】(阀处于关的状态)
```

从运行表控制

阀的开和关可由运行表编程来控制。参见"程序化运行时间事件"。 如果运行时间程序切换阀,那么在运行结束时,阀自动返回其初始位置。

	阀
阀1	关、
阀2	关
阀3	关
阀4	关
阀5	关

9 进样口介绍

进样口类型

氢气使用

压力单位:选择 psi, kPa, bar

什么是载气节省? 使用载气节省

预运行

【预运行】键

隔垫吹扫

-

进样口类型

GC9720有两种可使用的进样口。所有的进样口都提供电子气路控制。

	表 9-1 进样口类型	
进样口类型	气路控制	
分流/不分流	EPC	
吹扫填充柱	EPC	

氢气使用

藝告

使用氢气(H2),作为载气时,应知道氢气可能流入柱箱并有发生爆炸的危险。因此,当给仪器提供氢气(H2)时,应保证气路密封,防止氢气泄漏。使用热导检测器时,应用管线将氢气排出室外。在仪器工作前,氢气应总是在其气源处被关闭。

压力单位:选择 psi, kPa, bar

可用 psi、bar 或 kPa 作为压力单位。当需要改变压力单位时,通过按【选项】键,在菜单里面选择 按键与显示,再找到 压力单位。

- 1. 按【选项】。
- 2. 移动光标至 按键与显示 并按【输入】键。

通信	
按键与显示	<

3. 移动光标至 压力单位;并按【模/类】。



4. 选择新的压力单位并按【输入】。

	表 9-1 压力	单位转换	
转换	至	换算	
psi	bar	0.0689476	
	kPa	6.89476	
bar	psi	14.5038	
	kPa	100	

kPa	psi	0.145038
	bar	0.01

什么是载气节省?

在样品进入色谱柱后,载气节省可降低分流出口的载气流量。当分流出口 的流量减少时,柱前压和柱流速保持不变。直到按【预运行】。流量一除了柱 流量一始终保持在减少状态。



图 9-2 载气节省的操作

使用载气节省

按【前进样口】

	É□-S/SI	L
温度	0.0	0.0 <
压力(kPa)	0.0	0.0
分流模式		分流
分流比		0.0
分流流量		80.0
总流量	0.0	0.0
隔垫吹扫流量	0.0	0.0
节省模式		关 —
节省流量		0.0 —
节省时间		0.00 —

预运行

在一个分析过程中,对于一些进样口和操作模式来说,运行之间与进行分 析比较,某些仪器设定值是不同的。要恢复进样设定值,必须使 GC 处于预运 行状态。

当运行参数都达到设定值时,预运行和准备中灯熄灭,就绪灯打开。GC 可以进样。

【预运行】键

在手动进样前按【预运行】键。GC 进入预运行状态。当运行参数都达到时,预运行和准备中灯熄灭,就绪灯打开。GC 可以进样。

隔垫吹扫

隔垫吹扫管路靠近进样处的隔垫。通过此管路放出少量载气清除隔垫的流 失物。

每个进样口都有自己的隔垫吹扫流量,用户可以根据实际需要设定吹扫流 量。

进样口	载气	隔垫吹扫(mL/min)
分流/不分流,所有模式	He, N2, Ar	3
	H2	6
吹扫填充	A11	1-3

表 9-1 隔垫吹扫流量

10 分流/不分流进样口

使用分流/不分流进样口

衬管

更换衬管步骤

分流模式气路

控制表一分流操作 使用定义柱的分流模式步骤

不分流方式的气路

控制表一不分流操作

维护分流/无分流进样口

更换隔垫

更换隔垫步骤

更换0形圈

更换0形圈步骤

气体管线检漏

气体管线检漏步骤 EPC 分流/不分流进样口的检漏步骤

分流/不分流进样口

使用分流/不分流进样口

此进样口用于分流/不分流分析。可从进样口控制表中选择操作模式。分 流模式通常用于常量样品分析,而不分流模式用于痕量分析。

衬管

更换衬管步骤

- 按【柱箱】设定柱箱温度为35℃。当温度达到设定值。按【前进样口】
 和【柱1】关闭进样口温度和压力。最后关闭电源。
- 2. 移去嵌入式固定螺帽,用隔垫扳手拧出来。
- 3. 用镊子将其取出,注意不要弄碎衬管。
- 用镊子拿起一个新的衬管并仔细检查,确认适于所用进样模式一分流或不 分流。
- 5. 在距衬管顶端 2-3mm 处更换 0 形环。
- 6. 把衬管垂直向下放入进样口。
- 7. 放回嵌入式固定螺帽,用扳手拧紧,但不要过紧。



图 10-1 安装衬管

分流模式气路

在分流进样期间,液体样品注入进样口并迅速汽化。少量蒸汽进入色谱柱, 大部分从分流出口排出。分流比由用户设置。分流进样主要用于高浓度样品分 析,大部分样品从分流出口排出。它也用于不能稀释的样品。 图 10-2 显示了此进样口在分流方式操作下的气路。



图 10-2 分流气路

- 78 -

控制表一分流操作

温度:真实和设定的进样口温度。

压力:真实和设定的进样口压力。

分流模式:分流和不分流两种模式选择。

分流比:分流流量与柱流量之比。柱流量在柱1或柱2控制表中设定。

分流流量:分流出口的流量(m1/min)。

总流量:分流流量、柱流量和隔垫吹扫流量之和。

隔垫吹扫流量:隔垫吹扫流量设定。

进入进样口的总流量,是分流流量、柱流量和隔垫吹扫流量之和。当改变总流 量,分流比和分流流量改变,而柱流量和压力保持不变。

温度	200.0	200.0 <		
压力(kPa)	60.0	60.0		
分流模式		 分流		
分流比		40.0		
分流流量		80.0		
总流量	85.0	85.0		
隔垫吹扫流量	3.0	3.0		
节省控制		关		
节省流量		0.0		
节省时间		0.00		

使用定义柱的分流模式步骤

- 1. 检查色谱柱、载气、和流量或压力程序(如果使用)是否配置正确。
- 2. 按【前进样口】。
- a. 设定进样口温度。
- b. 移动至分流模式:按【模/类】,选择分流。
- c. 如果您想指定分流比,滚至分流比并输入数值,将计算出分流流量。
- d. 如需要就打开载气节省。在进样后设定节省时间。在进样前使用【预运行】 键。

不分流方式的气路

这种方式中,在进样和样品于衬管汽化以及进入柱期间,分流比例阀关闭。 在进样后指定时间,分流比例阀打开,从分流出口吹出衬管中剩余的蒸汽。这 可避免由于进样体积大和柱流量小引起的溶剂拖尾。

不分流流量示意图



图 10-3 不分流流量示意图, 吹扫时间预运行

控制表一不分流操作

温度:真实和设定的进样口温度。

压力:真实和设定的进样口压力。

分流模式:分流和不分流两种模式选择。

溶剂吹扫时间:溶剂吹扫的时间设置。

溶剂吹扫流量:溶剂吹扫的流量设置。

总流量:柱流量、隔垫吹扫流量与溶剂吹扫流量之和。

隔垫吹扫模式:分标准和开关两种模式。选择标准模式,在样品进入前后,隔 垫吹扫流量保持不变;选择开关模式,进样时隔垫吹扫流量为0,打开时间和 溶剂吹扫时间一致。

隔垫吹扫流量:隔垫吹扫流量设定。

温度	200.0	200.0 <		
压力(kPa)	60.0	60.0		
分流模式		不分流		
溶剂吹扫时间		1.50		
溶剂吹扫流量		100.0		
总流量	5.0	5.0		
隔垫吹扫模式		标准		
隔垫吹扫流量	3.0	3.0		
节省控制		关		
节省流量		0.0		
节省时间		0.00		

维护分流/不分流进样口



图 10-4 分流/不分流毛细管柱进样口

更换隔垫

如果隔垫漏气,您会看到诸如保留时间变长、响应值降低或柱前压力下降的迹象。另外,检测器信号噪声增大。

隔垫的使用寿命是由进样频率和针头质量决定的,针头上的毛刺,尖锐的 边缘,粗糙的表面,或针头钝都会降低隔垫使用寿命。

更换隔垫步骤

所需材料:

- 手套(如果进样口太热)
- 新隔垫
- 小钳子或镊子
- 1. 完成下列预备步骤:
- 如果您已输入想要的参数,请作为一种方法存储之。
- 将柱箱和进样口冷却到室温。
- 关闭进样口压力。
- 关闭仪器电源。

取下隔垫定位螺帽,如果螺帽太热就使用手套,如果隔垫粘连,用尖头的工具将它取下,一定要全部取出。小心避免擦伤或划坏金属表面。



- 3. 用镊子塞入新的隔垫,将它压紧在接头内。
- 4. 复原隔垫定位螺帽,用手拧紧到适当位置,避免过紧。
- 5. 恢复正常的操作条件。

更换 O 形圈

每次更换衬管都需要更换0形圈;或者是0形圈磨损成为漏气源。为确定0 形圈是否漏气,要对分流/不分流进样口进行检漏。

0形圈含有使其具有柔韧性的增塑剂。0形圈用于密封进样口顶部、进样口底部和衬管。然而在高温下增塑剂会流失,0形圈会变硬,不再能够起密封作用。

更换 O 形圈步骤

所需材料:

- 手套(如果进样口太热)。
- 新0形圈。
- 隔垫螺帽扳手。
- 镊子。
- 1. 完成下列预备步骤:
- 如果您已输入想要的参数,请作为一种方法存储之。
- 将柱箱和进样口冷却到室温。
- 关闭进样口压力。
- 关闭仪器电源。

找到分流/不分流插入组件螺帽,如果需要,用扳手松开它。垂直向上抬起,避免碰裂或打碎衬管。





3. 应当看到周围环境有0形圈的衬管顶部。用镊子夹住衬管并将它拉出。

4. 取出旧的0形圈并将一个新的套在衬管上。

 用镊子把衬管送回进样口。恢复插入组件螺帽并用扳手拧紧螺帽,使其 刚好合适。

6. 将 GC 恢复到之前的操作条件。

气体管线检漏

藝告

气体管线检漏步骤

气体管线的泄漏会明显地影响色谱分析结果。下列步骤用于检查气体流路 系统,但不包括进样口流路的进气口接头。如果系统的这一部分证明已密封, 则进行下一步,检查进样口和进气口接头是否有漏气。

不推荐使用检漏液检测,特别是在清洁度非常重要的部分。 如果使用检漏液,要立刻将液体擦干,以除去皂膜。

当使用检漏液时,为避免潜在的电击危险,关闭GC并拔下总电源插头。

小心不要把检漏液洒在电气线路上,特别是检测器加热器的导线上。

所需材料:

- 有检测气体类型功能的电子检漏器或液体检漏液。如果使用检漏液,当完成检测后要擦干多余的液体。
- 两个扳手。
- 1. 使用电子检漏器检查可能会漏气的每一个接头。

 拧紧各个接头以排除漏气,并对其重新检查,继续拧紧直到所有接头均 不漏气为止。

EPC 分流/不分流进样口的检漏步骤

在进样口有多处可能产生漏气的部位,一般来说,本步骤是让您确定进样 口是否有不可接受的漏气。

如果进样口正在漏气,应当使用电子检漏器检测,以确定漏气部位的准确 位置。

藝告

小心! 柱箱或进样口可能太热会引起烫伤。

所需材料:

- 无孔隔垫
- 7/16-in.扳手

- 87 -

- 手套(如果进样口太热)
- 隔垫螺帽扳手
- 9/16-in. 扳手
- 1/4-in. 堵头螺帽
- 1. 完成下列预备步骤:
- 如果您已输入想要的参数,请作为一种方法存储之。
- 将柱箱和进样口冷却到室温。
- 关闭进样口压力。
- 取下柱子(如柱子已安装),用装好无孔隔垫的柱螺帽堵住色谱柱接口。
- 取出旧的隔垫,换上新的。
- 检查0形圈,如果已变硬,发脆或裂开就更换一个。
- 2. 用 1/4-in. 堵头帽盖堵住隔垫吹扫接头。
- 3. 把柱箱温度设定在正常操作的温度。
- 4. 按【前进样口】或【后进样口】,打开进样口控制表。
- 把进样口温度设定在正常操作的温度。
- 把进样口设定为分流模式。
- 设定总流量为 60mL/min。
- 关闭隔垫吹扫流量。
- 等待2分钟,关闭进气气源。
- 5. 观察压力变化 10min,如果压降低于 3kpa 是允许的。

11 隔垫吹扫填充进样口

使用隔垫吹扫填充进样口

控制表

填充柱

维护吹扫填充进样口

更换隔垫步骤

使用隔垫吹扫填充进样口

使用隔垫吹扫填充进样口

此进样口用于不需高效分离的填充柱分析。 此进样口能用于压力或流量的控制。

流量控制模式

流量控制模式



压力控制模式

压力控制模式



图 11-1 具有电子气路控制的填充柱进样口

控制表

填充柱

(进样口)

(填充柱)

	1 气体类型	N2 <	
温度 50.0 50.0 <	控制模式	恒流	
□ 压力 (kPa) 60	压力 (kPa)	60.0	
隔垫吹扫流量 3.0 3.0	流量 20.0	20.0	

温度:温度的设定值和真实值。

压力:提供给进样口的实际压力(psi, bar或kPa)。

隔垫吹扫流量: 控制隔垫吹扫的流量。

气体类型:可以选择合适的气体类型。

控制模式:可以选择恒流、恒压、程序压力和程序流量四种控制模式。

压力:柱前压力的设定和显示。

流量: 柱流量的设定和显示。

当为恒流模式时,只能设置流量,不能设置压力。当为恒压模式时,只能设置 压力,不能设置流量。

维护吹扫填充进样口



图 11-2 隔垫吹扫填充进样口
更换隔垫步骤

如果隔垫漏气,您会看到保留时间变长、响应值降低或柱前压力下降的迹 象。另外,检测器信号噪声增大。

隔垫的使用寿命是由进样频率和针头质量决定的,针头上的毛刺,尖锐的 边缘,粗糙的表面,或针头钝都会降低隔垫使用寿命。

注意

更换隔垫时,柱流量会被中断,因为在没有载气流量且柱温度升高时色 谱柱可能会受到损坏。所以在更换隔垫前要将柱箱冷却到室温。

所需材料:

- 手套(如果进样口太热)
- 新隔垫
- 镊子
- 1. 完成下列预备步骤:
- 如果您已输入想要的参数,请作为一种方法存储之。
- 关闭柱箱并使其冷却到室温。
- 将进样口冷却到室温。
- 关闭进样口压力。

 如果进样口很热,戴上手套以防止手被烫伤。取下隔垫定位螺帽,取出旧 隔垫。



如果隔垫粘连,用镊子将它取下,小心避免擦伤隔垫周围的金属表面,并 取出旧隔垫的所有碎片。

- 3. 复原隔垫螺帽。
- 4. 恢复之前的操作条件。

12 使用检测器

检测器控制表

设定检测器控制表步骤

使用检测器

9720 系列气相色谱(GC)有几种检测器系统。将来可加装其他检测器。

表 12-1 各种检测器介绍

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

检测器控制表

设定检测器控制表步骤

必须熟悉控制表的设定以便操作检测器。装配各种类型的检测器都按以下 三步进行。

- 1. 检查柱子的配置。
- 您必须告知仪器您连接的柱子是哪一个检测器,在前检测器或后检测器。
- 如果使用毛细管柱,那么,如果您想对尾吹气流量模式有所选择,您必须 输入柱长、内径、膜厚和组号。

a. 按【配置】选择色谱柱1或色谱柱2。

	 	1	
色谱柱1	<	_	
色谱柱2			

配置柱1	
长度 (m)	30.0 <
内径(um)	320
膜厚 (um)	0.25
组号	1

b. 移动至进口或出口, 按【前】或【后】键。

2. 检查检测器配置(尾吹气类型)。

这样做的主要目的是为了核实输入的尾吹气(或 ECD 的尾吹气和阳极吹扫 气,TCD 的参比和尾吹气)与进入检测器的气体类型一致。因为对 EPC 检测器, 实际应用和配置的气体类型不同时,控制的流速就不正确。

3. 设定检测器控制表。

按【前检测器】或【后检测器】。

	 测器-FID	_l
温度	200.0	200.0 <
氢气流量	30.0	30.0
空气流量	300.0	300.0
尾吹流量	30.0	30.0
尾吹气类型		N2
点火		开
高压		开
输出		7.776

前检测器-FID: 此标题指出检测器的位置和安装检测器的类型。

温度:温度的设置和显示。

氢气流量:氢气流量设置和显示。

空气流量:空气流量的设置和显示。

尾吹流量:尾吹流量的设置和显示。

尾吹气类型:尾吹气类型的选择。

点火:通过按钮【开/是】,把从点火状态 关 切换到开,再按【输入】键, 检测器自动点火。

高压:通过按钮【开/是】,打开或关闭高压输出。

输出:当前信号值。

13 火焰离子化检测器

概述

FID 气路

特别注意 检测器不能操作的条件:

操作 FID

带 EPC 操作

FID 的操作步骤

测试条件及色谱图

FID 测试条件

典型的 FID 测试色谱图

维护火焰离子化检测器

排除 FID 硬件故障

更换或清洗喷嘴

清洗喷嘴步骤

火焰离子化检测器

概述

样品和载气经过柱子后进入 FID 的氢气一空气火焰中。氢气一空气气焰本 身只产生少许离子,但是当有机化合物燃烧时,产生的离子数量增加。极化电 压把这些离子吸引到火焰附近的收集极上。产生的电流与燃烧的样品量成正 比。用一个电流计检测电流并转换成数字信号,送到输出装置,输出装置再把 数字信号输出到工作站上。

FID 气路

图 13-1 描绘了配置有 EPC 的气路。



图 13-1 火焰离子化检测器的示意图

特别注意

检测器不能操作的条件:

- 温度设定低于 150℃。
- 空气或氢气流量设定在 0.0。
- 点火失败。

操作 FID

选择温度和流量,使用下表的资料。从下图选择最小的气源压力。

	以101 足区的血及伸加重	110
气体	流量范围	建议流量
	(ml/min)	(m1/min)
载气		
(氢、氧、氮)		
填充柱	10-60	
毛细管柱	1-5	
检测器气体		
氢气	25-40	30
空气	200-400	300
毛细管尾吹气	元 10-60	30
推荐:氮气		

表 13-1 建议的温度和流量-FID

检测器温度

<150℃,火焰不能点火,防止冷凝物沉积。

根据柱类型,检测器温度应大于最高柱箱温度约20℃。

带 EPC 操作

按【前检测器】。



图 13-2 FID 控制表

FID 的操作步骤

确定所有的检测器气路、色谱柱和喷嘴都已安装正确,系统无漏气。检查柱箱温度、进样口温度和柱流量。操作 FID 时,参考上述 FID 控制表。

藝告

在开氢气或空气前确保柱已安装或 FID 柱接头已堵住。如果空气和氢气漏入柱箱内可能会引起爆炸。

- 1. 按【前检测器】,打开 FID 控制表。
- 2. 设定检测器温度。温度必须大于 150℃才能点火。
- 3. 设定氢气和空气的流量。
- 移动至点火,按【开/是】,再按【输入】,开始点火。点火后信号典型 地增加到 5-20pA。

测试条件及色谱图

本节列出了一个测试样品色谱图的典型示例。它可以用作仪器性能的一般性指南。

注意,操作条件所列的进样体积不必表明注射的绝对总体积。所给出的体积只是从一个标准 10 µ L 注射器上读出的刻度(针芯的位置)。对于一个加热的进样口来说,真实的进样样品体积还包括 0.4-0.7 µ L 从注射器针头内挥发的样品体积。对于专用的冷柱头进样口(未加热)来说,注射器针芯的位置比较准确的反映了实际进样体积。

同时还要注意,以下步骤和结果只是提供进样口和检测器系统正常功能的 证据。不适用于检验一个超出其规格限制的系统。

FID 测试条件

色谱柱与样品

类型	GC 9720
样品	FID 测试样品
进样体积	lul
进样口	
温度	200°C
进样口压力	60kPa
分流/不分流	
模式	分流
吹扫流量	5m1/min
分流比	40:1
检测器	
温度	220°C
氢气流量	30 ml/min
空气流量	300 ml/min
尾吹气流量	30 ml/min
柱箱	
温度	140°C
类型	恒温

典型的 FID 测试色谱图



保留时间可以不同,但各个色谱顺序峰应当与该示例一样。

维护火焰离子化检测器



图 13-4 FID 结构

排除 FID 硬件故障

火焰熄火或点火失败

- 检查柱流速。可能流速太高,降低柱流速或压力。改用一个高阻力色谱柱, 例如,一个比较长的或内径比较小的柱子。如果必须用内径比较大的柱, 将柱流量关闭一段时间,使FID点火。检查喷嘴是否部分或彻底堵塞。
- 检查安装的喷嘴类型是否与使用的色谱柱相符。
- 如果配有尾吹的话,检查一下尾吹流量是不是设置的太大了。

更换或清洗喷嘴

喷嘴需要定期清洗或更换。即使正常操作,在喷嘴内也会产生沉积物(通常是由柱流失产生的白色二氧化硅和黑色含碳炭黑)。这些沉积物会降低灵敏度并引起色谱噪声和尖峰信号。要更换喷嘴,必须先卸下 FID 收集极组件。步骤可分为三部分:拆卸并检查喷嘴,清洗喷嘴,安装喷嘴。如果您确实要清洗喷嘴,小心不要损坏喷嘴。

清洗喷嘴步骤

通常,更换一个新的喷嘴比清洗脏喷嘴要方便得多,特别是在喷嘴已经被 严重污染的时候。

如果您要清洗喷嘴,使用金属清洗丝时要小心,不要把喷嘴内部划破,否 则喷嘴将无法使用。您可以不用清洗丝而只用水浴清洗。

所需材料:

- 小的超声波清洗浴。
- 液体洗涤剂。
- Teflon 洗瓶中的 GC-级甲醇。
- 火焰检测器清洗工具。
- 干燥的、经过过滤的压缩空气或氮气。
- 镊子。

 将金属丝穿过喷嘴,前后拉动几次,直到可以平滑地拉动。注意不要划 破喷嘴。

- 2. 溶液清洗步骤:
 - a. 在超声波清洗浴槽内加入液体洗涤剂,将喷嘴放入浴槽中。用超声波处理5分钟。
 - b. 用喷嘴铰刀洗净喷嘴内侧。
 - c. 再用超声波处理5分钟。
 - 此后,只能用镊子接触部件!
 - d. 将喷嘴从浴槽中取出,先用热的自来水冲洗,然后用少量甲醇冲洗。
 - e. 用压缩空气或氮气将喷嘴吹干,把它放在纸巾上凉干。

14 热导检测器

概述

TCD 的工作原理

热丝的钝化

载气、参比气和尾吹气

极性

操作 TCD

TCD 的操作

TCD 的操作步骤

测试条件及色谱图

TCD 的测试条件

典型 TCD 测试色谱图

维护热导检测器

排除 TCD 性能故障

热清洗步骤

热导检测器

概述

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

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

氮气作为载气时,样品引起热导率下降。使用氢气或氦气时,由于它们比 大多数物质的传导性好,所有热导率通常增加。

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

TCD 的工作原理

TCD 检测器基本原理:是基于不同物质与载气之间有不同的热传导率,当 不同物质流经池体时,由于热丝温度受到响应,阻值发生变化,使桥路失去平 衡,由之输出信号。信号大小与被测物质浓度成函数关系,输出信号被记录或 送入数据处理机进行计算得出被测组份含量,热导池工作桥路如图 14-1 所示:



R1+→ R2+→ = R3+→ R1R3 池和 R2R4 池互为参比→

图 14-1 热导工作原理

热丝的钝化

为了防止氧气损害热丝,TCD 检测器的铼钨热丝已经进行了化学钝化处 理。可是,像酸和卤代化合物等化学活泼物质仍可以腐蚀热丝。直接的后果就 是,由于热丝阻值的变化导致检测器灵敏度发生永久的变化。在使用过程中, 应避免这些有危害的化合物,否则,热丝必须经常更换。

载气、参比气和尾吹气

参比气和尾吹气必须与载气相同,为使检测器的电路工作正常,必须在进 样口和检测器控制表中指定气体的类型。选择一个合适的用于毛细管柱或填充 柱的参比气流量。

极性

一些热导率比载气高的样品组分会产生负峰。例如,用氮或氩气作载气, 氦或氢形成负峰。可在色谱仪的 TCD 设置页面或者色谱工作站热导设置页面上 修改极性,形成正峰。

操作 TCD

选择 TCD 的温度和流量

表 14-1 推荐流量及温度

气体类型	流量范围
载气	填充柱, 10-60ml/min
(H2, He, N2, Ar)	毛细管柱, 1-5m1/min
参比气 (同载气类型)	10-60m1/min
毛细管柱尾吹气(同载气类型)	5-15ml/min

检测器温度

<120℃时,不能打开热丝电流。

检测器温度可比最高柱箱温度高 30-50℃。

TCD 的操作





TCD 操作步骤

此操作确保检测器的气路已连接,系统无漏气及色谱柱已安装完好。在使 用检测器之前要设定柱箱温度、进样口温度和进样口柱流量。

- 1. 按【前检测器】或【后检测器】,打开检测器控制表。
- 设定检测器温度。因为柱的一部分通过加热块并进入热导池,所以不要高 于柱的最高使用温度。
- 3. 保证气体类型与进入仪器的气体相同。
- 4. 打开热丝, 使仪器热稳定约 30min, 高灵敏度时需更长的稳定时间。

测试条件及色谱图

本节列出了一个测试样品色谱图的典型示例。它可以用作仪器性能的一般性指南。

注意,操作条件所列的进样体积不必表明注射的绝对总体积。所给出的体积只是从一个标准 10 µL 注射器上读出的刻度(针芯的位置)。对于一个加热的进样口来说,真实的注射样品体积还包括 0.4-0.7 µL 从注射器针头内挥发的样品体积。对于专用的冷柱头进样口(未加热)来说,注射器针芯的位置比较准确的反映了实际进样体积。

同时还要注意,以下步骤和结果只是提供进样口或检测器系统正常功能的 证据。不适用于检验一个超出其规格限制的系统。

TCD 的测试条件

试验条件:

柱箱: 140℃

参比气: 30m1/min

电流: 130-150mA

进样口: 220℃

检测器: 200℃

基线稳定走直后,读取噪声,要求≤20µV;任取15min一段,读取漂移值, 要求: ≤50µV/15min。

取标样正十六烷一异辛烷溶液浓度为 3g/L,连续进样 6 次,进样量 1 µ L,取 nC16 峰面积算术平均值。

 $A \times Fc$

灵敏度 S= _____

W

S——TCD 灵敏度(mV•m1/mg)

A——nC16 峰面积算术平均值(mV.min)

Fc---校正后的载气流速(m1/min)

W---- nC16 进样量(mg) 要求:S值≥8000mV・m1/mg(nC16) 附: 载气流速的校正: 检测器出口测得的载气流速需按下式校正。 Tc Pw Fc=jFo----(1----)

式中:

Fc---校正后的载气流速(m1/min)

Fo---室温下检测器出口的载气流速(m1/min)

Tc---柱温(K)

Tr---室温(K)

Pw---室温下的饱和蒸气压(MPa)

Po---大气压强(MPa)

j----压力梯度校正因子

3 (Pi/Po)2-1

2 (Pi/Po)3-1

式中:Pi---注入压强(MPa)







维护热导检测器

排除 TCD 性能故障

如果 TCD 显示出故障,如基线漂移、噪声增加,或者对测试色谱图的响应 发生变化,检测器很可能被柱流出物或脏的样品的沉积物所污染。

TCD 的清洗采用烘烤的方法。只有当您确定载气和流量系统部件都不漏气 并且不被污染后,才能进行烘烤。

注意 烘烤检测器时,如果漏进大量空气,将损坏热丝。

热清洗步骤

对 TCD 所需进行的唯一常用的维护步骤就是热清洗。

TCD 检测器很可能被柱流出物或脏的样品的沉积物所污染。基线漂移、噪声增加、或者对测试色谱图的响应发生变化都表明检测器被污染。

热清洗也就是烘烤。只有当您确定载气和流量系统部件不漏气并且不被 污染后,才能进行烘烤。

注意

必须关闭 TCD 并且封上检测器柱接头,以避免由于氧气进入检测器而导 致对热丝不可修复的损坏。

- 1. 关闭检测器。
- 2. 将色谱柱从检测器上取下并封好检测器柱接头。
- 3. 设定参比气流速在 20-30mL/min 之间。设定检测器温度至 400℃。
- 4. 热清洗可持续数小时。然后将系统冷却至正常操作温度。

15 氮磷检测器

概述

NPD 气路

气体纯度

延长铷珠的寿命

NPD 测试条件及技术指标 NPD 的检测限的测试

技术指标

NPD 的维护

NPD 故障排除

氮磷检测器(NPD)

概述

NPD 通过氢气/空气等离子体传送样品和载气。一个加热陶瓷源——常叫 铷珠——处于喷嘴上方。低的氢气/空气比率不能维持火焰,使碳氢化合物的 电离减至最小,而铷珠表面的碱离子促进有机氮或有机磷化合物的电离。输出 的电流与收集到的离子数成正比。用静电计测量并将其转换为数字信号,并传 送到工作站上。

NPD 气路



NPD气路

图 15-1 NPD 气路图

气体纯度

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

延长铷珠的寿命

- 使用较低的调整补偿或最低的常用铷珠电压。
- 分析清洁的样品。
- 不用时关闭铷珠电流。
- 检测器保持较高的温度(320-335℃)。
- 如果 NPD 在高湿度的环境中长期关闭,检测器内可能积水,要蒸发出这些水份,可以将检测器温度设定为 150℃,保持 30min。

NPD 测试条件及技术指标

NPD 的检测限的测试

操作参数

柱箱温度: 180℃

进样口温度 : 230℃

检测器温度 : 250℃

载气流量: 30±5m1/min

氢气流量: 4±0.5m1/min

空气流量: 50±5m1/min

测试柱: 外径 3mm, 内径 2mm, 长度 0.5m, 固定相 5% 0V-101/ ChromG, 80-100 目。

电流: 3.2-3.6A。

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

2NWnN

氮 D_{NPD} =———

А

式中:

W: 注入的样品中所含偶氮苯的含量(g);

A: 偶氮苯峰面积的算术平均值;

偶氮苯分子中氮原子的个数

偶氮苯的摩尔质量

 2×14

182.23

技术指标

加热供电方式:恒加热电流 加热电流范围:0-5A 电离源:硅酸铷 极化极电压:-150V DC 检测限:对N不大于1×10⁻¹²g(N)/s(偶氮苯) 对P不大于5×10⁻¹³g(P)/s(马拉硫磷) 噪声:2×10⁻¹³A 漂移:5×10⁻¹²A/30min 量程:1、10、100

NPD 的维护

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

1. 电离源的维护

(1)老化 电离源老化时,切勿将柱连至检测器,可将柱卸下用闷头螺丝将检测器入口密封,通入氢气、空气进行老化。

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

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

(4)休息 如果较长时间不工作(如过夜),应关加热电流,以延长电离源寿命。

2. 避免大量具电负性的化合物进入检测器

(1) 溶剂 应避免使用氯代烃溶剂,如: CH2、CL2、CHCL3 等。它会使灵敏度 急剧下降; 虽然以后灵敏度还会逐渐恢复,但影响寿命。水、甲醇、乙醇等溶 剂对电离源的性能和寿命也有一定影响,同样尽量避免。在一定要用氯代烃或 用其他溶剂时,为避免溶剂峰后基线不能恢复,从进样至出溶剂峰期间,关闭 氢气,当溶剂峰出完后再恢复氢流速至原设定值。这样,NPD 可很快恢复稳定 的基线。

(2)固定液和磷酸 切勿用带氰基的固定液,如 0V-225、0V-275、XE-60、 FFAP、TCEPE 等。还应避免用磷酸处理载体和玻璃毛等。

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

(1) 防漏 切勿让氢气漏入柱恒温箱,以防爆炸。具体操作同 FID。

(2)氢载气不要用氢气作载气,它将极大地影响 NPD 的灵敏度和专一性。如 一定要用氢作载气,流量必须小于 3m1/min。

3. 其他

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

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

NPD 故障排除

故障	原因	排除方法
噪声大	① 在火焰喷嘴或收集极上有沉积物质	① 清洗
	② 铷珠触到火焰喷嘴或收集极	② 重装铷珠
	③ 铷珠有裂痕或碎了	③ 更换铷珠
	④ 铷珠过热	④ 重调节珠电流
	⑤ 偏压不正确	⑤ 重调节珠极化电压
	⑥ 检测器顶端处的柱垫环松了	⑥ 拧紧接头
	⑦ H2 气路中有颗粒物	⑦ 加大氢气流速吹洗
	⑧ 铷珠电极松动	⑧ 紧固伸出探头
响应低或没有响应	① 铷珠表面有沉积物	① 清洗
	② 铷珠温度过低"灭火"	② 重调节珠电流
	③ 铷珠损坏	③ 更换铷珠测头
	④ H2 或空气流量不合适	④ 重调 H2 或空气流量
	⑤ 铷珠加热线圈外露(失去铷珠颜色)	⑤ 更换铷珠
	⑥ 色谱柱有吸附	⑥ 更换柱子
峰拖尾严重	① 注射或溶剂有污染(N、P或C1化合	① 使用纯溶清洗注射
	物)	器
	② 注样器中,瞬间溶剂过多	② 放慢注样速度
	③ 注样器过热	③ 降低温度
	④ 含氢溶剂	④ 正式分析前,多进几
		次样品
	固定相流失过多(特别是当固定相含 N	处理或更换柱子(避免
	或 P 化合物时)	使用含 N、P 的固定相)

表 15-1 NPD 故障排除

16 电子捕获检测器

法规和安全说明

63Ni 同位素

ECD 警告

处理 ECD 时的安全预防措施

ECD 气路

线性

检测器气体

温度

操作 ECD

ECD 的测试条件

ECD 的技术指标

ECD 故障排除

电子捕获检测器

法规和安全说明

本章讲述电子捕获检测器 (ECD)。

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

当样品组分的分子进入并与自由电子碰撞,电子则被样品分子捕获而产生 负电荷离子。池两极被通过以脉冲电压以收集剩余自由电子,而较重的离子相 对不受影响并且由载气带出检测器出口。

测定池电流并与参比电流比较。调节脉冲频率以保持恒定的池电流。未被 捕获的电子越多,所需的与参比电流相匹配的脉冲频率越低。当捕获电子的一 个组分通过池时,脉冲频率增加。此脉冲频率被转化为电压并被记录下来。

🕂 ECD 检测器包含同位素放射源,具有一定的放射性,切勿拆卸!

🕂 ECD 检测器故障,请及时与我方客服人员联系,切勿自行处理!

\Lambda 仪器报废务必与我方联系,由我厂进行回收销毁,切勿丢弃或掩埋!

63Ni 同位素

池内放射性同位素是 63Ni, 它被装在池体内, 在色谱使用的温度下是固体。其它性质如下表:

表 16-1	1 63Ni 的性质
半衰期:	101.1 年
放射量:	最大量 65.87 keV, β射线
熔点:	1453 °C
总放射强度	最大 555 MBq(15 毫居里)

ECD 警告

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

警告

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

警告

在遇到极端的意外时,要么柱箱和检测器两者的加热区过热(最大值,超过 400 ℃,加热失控),要么检测器处于这些情况下超过 12 小时,可采取下列步骤:

关闭总电源使仪器冷却,在检测器进口加盖并打开出口,带上使用方便的 塑料手套并遵循实验室的一般安全措施。
即使在这样意外的情况下,放射性物质逸出检测器池体外是不太可能的。 但是可能会永久性地损坏 63Ni 镀膜。所以检测池必须返回公司进行更换。 不要使用溶剂清洗 ECD。 ECD 辐射注意标志 全 处理 ECD 时的安全预防措施

- 在处理 ECD 时不得吃、喝或吸烟。
- 在接近打开的 ECD 工作时一定要带上安全眼镜。
- 穿上防护服如实验室外套、安全眼镜和手套,并遵循优良的实验室规范,
 在处理完 ECD 之后,要用非研磨性洗涤剂彻底清洗手臂。
- ECD 在不用时把进口和出口堵上。
- 把 ECD 排出口放空到通风橱中,或引到室外。

ECD 气路



图 16-1 ECD 气路

线性

ECD 的响应因子对应于浓度的曲线是线性的,对大多数化合物的线性为4 个数量级或更高一些(线性动态范围=10⁴或更高)。您还是要对您要分析的化 合物进行校准曲线的测定,以确定所测定化合物的线性范围和极限。

检测器气体

ECD 使用氮气或氩气作为尾吹气和阳极吹扫气体。

由于检测器的灵敏度很高,所以对于含有水分和氧气的载气和尾吹气,必须用高质量的脱水管、脱烃管和脱氧管。

温度

为了避免拖尾和保持检测器池清洁,检测器温度必须要高于使用的柱温, 但要避免在高温下运行。

操作 ECD

表 16-2 操作参数

气体	建议的流量范围	
载气		
填充柱	30-60m1/min	
(氮气或氩气)		
毛细管色谱柱	0.1-20m1/min	
(氢气、氮气或氩气)	(取决于内径)	
毛细管尾吹气	10-150ml/min	
(氮气或氩气) 温度	30-60m1/min	
250℃到 400℃		

检测器温度典型设定为最高柱箱程序温度高 25℃。

注:

- 1. 如果载气类型与尾吹气不同,尾吹气的流量必须至少是载气流量的三倍。
- 2. 减小 ECD 尾吹气的流量可以提高检测器的灵敏度。
- 3. 增加 ECD 尾吹气的流量可以提高 ECD 的出峰速度。

ECD 的测试条件

ECD 的检测限的测试

操作参数

柱箱温度: 160℃

进样口温度: 250℃

检测器温度: 250℃

电 流: 0.5nA

量程: 1

注入 1 μ 1 ECD 的标样,连续进样 6 次,取丙体六六六峰面积的算术平均值。 要求 ECD 的检测限 D_{ECD} \leq 1 × 10⁻¹³g/m1

计算检测限的公式如下:

2NW

A∙FC

D_{ECD}: ECD 检测限(g/m1)

N: 基线噪声 (mV)

W: γ-666 的进样量 (g)

A: γ-666 峰面积的算术平均值(mV•min)

FC: 校正后的载气流速(m1/min)

附:载气流速的校正:

Тс

Tr

检测器出口测得的载气流速需按下式校正

Pn

式中:

Fc: 校正后的载气流速(m1/min)

Fo: 室温下用皂沫流量计测得的检测器出口的载气流速(m1/min)

Tc: 柱温(K)

Tr: 室温(K)

Pw: 室温下的饱和蒸气压(MPa)

Po: 大气压强(MPa)

j: 压力梯度校正因子.

3 (Pi/Po)2-1 j=--- X -----2 (Pi/Po)3-1

式中:

Pi: 注入压强(MPa)

ECD 的技术指标

供电方式:恒流脉冲源; 放射源:63Ni放身源活度10mCi/一枚; ECD 池:共轴型电极,带清洗气路; ECD 电源:0.5、1.0、2.0nA 或×0.1变成 0.05、0.1、0.2; 线性:104(γ-666); 检测极限:0.5pg(γ-666); 最高使用温度:350℃(带有350℃过温保护功能); 量程:0、1两档; -

ECD 故障排除

.

故障	可能的原因	故障排除	
	A. 电极绝缘降低	A. 清洗或更换	
四四唱書上	B. ECD 池污染	B. 清洗	
EUD嗓户入	C. 电极与 ECD 极引线接触不良	C. 拆卸电极	
	D. 电极引线与接地接触	D. 拆卸电极	
	A. 放射源受污染	A. 清洗或更换	
	B. 放射源受腐蚀	B. 更换	
FCD 习励 座 低	C. ECD 板内绝缘子漏电	C. 清洗或更换	
EUD 火球反似	D. 电极引级与 ECD 电源之间	D. 拆卸电极	
	接触不良或与地短路	E. 更换气体	
	E. 载气不纯		
出负峰	A. 辐射源受污染	A. 清洗	
	B. 脉冲发生器不正常	B. 检查峰值形状	
	A. ECD 温度不稳	A. 检查 ECD 温度	
	B. 辐射源受污染	B. 清洗	
基线漂移大	C. 柱内流出大量电负性化合	C.升高柱温,老化柱	
	物	D. 降低电流	
	D. 电流设定过大		
线性差	A. 载气杂质太多	A. 更换气体	
	B. 辐射源受污染	B. 清洗	
不能调要	A. 绝缘子绝缘不良	A. 清洗或更换	
111 / 111	B. 电极引线接地	B. 拆卸电极	

表 16-3 ECD 故障排除列表

17 火焰光度检测器 (FPD)

概述

线性

淬灭效应

PMT 饱和

滤光片

妨碍检测器工作的条件

使用检测器

检测器的温度要求

FPD 测试条件及技术指标

FPD 的检测限的测试

FPD 的维护

FPD 故障排除

火焰光度检测器 (FPD)

概述

样品在富氢火焰中燃烧,在此一些碎片被还原并受到激发,气体把激发的碎片带到火焰上方的低温发射区,衰变并出现光辐射,通过带宽狭窄的滤光片选择特定的碎片,进入到光电倍增管(PMT)的碳发射光被屏蔽掉。 光碰撞到光电倍增管的光敏表面,光子逐出电子,在光电倍增管中电子被放大到100万倍以上。

从 PMT 出来的电流又被放大并在 FPD 电路上得到数字化处理,得到的信号要么作为数字信号输出,要么以电压的模拟信号输出。 FPD 不能在高于 50℃的条件下存放,对 PMT 要根据厂家的指标来对待。

线性

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

磷的激发碎片是单原子的,所以发光强度和磷原子浓度成线性关系。 X焰光度检测器



图 17-1 火焰光度检测器示意图

淬灭效应

当火焰中烃产生的 CO2 浓度很高时,同时有硫的碎片就发生烃的淬灭效应。一部分由硫碎片产生的发射被 CO2 碎片吸收。

高浓度的杂原子碎片会产生自淬灭作用。其它一些处于基态(未被激活) 的碎片再吸收发射的光子,阻止其达到 PMT。

有丰富的色谱经验可以减少这种淬灭效应。色谱柱必须对化合物进行很好的分离,要把含硫和含磷的有机物和不含硫磷的有机物分离,进行仔细地、多级校准有利于减少投资。

保持检测器和气体清洁可以获得好的结果,因为许多含硫和含磷的有化合物会含有化学活化点,所以进样和色谱柱系统必须干净。

PMT 饱和

如果光强太高光电倍增管就会饱和。在此情况下,浓度略有增加,或没有 增加信号和峰顶变为馒头形或平顶。减小样品浓度可解决这一问题。

滤光片

滤光片是透过波长的边界,每个滤光片一边为镜面-在安装时把此镜面对 着火焰-另一面有颜色。

硫的滤光片是紫色, 393nm 透过。

磷的滤光片是黄色,525nm透过。

妨碍检测器工作的条件

- 设定温度低于 150℃。
- 设定空气或氢气偏低。
- 点火失败。

使用检测器

检测器的温度要求

FPD 火焰会产生相当多的水蒸汽,它必须在高于 150℃的条件下运行以防水蒸汽凝结。

也不要在太高的温度下工作,以免会引起热不稳定的含硫和含磷化合物热 分解。

检测器温度对硫的灵敏度会有很大的影响,如果被分析化合物的沸点很高,检测器温度应设定在比柱箱终温高25℃。

FPD 测试条件及技术指标

FPD 的检测限的测试

柱箱温度: 210℃

- 进样口温度: 250℃
- 检测器温度: 250℃

氢气流量: 60m1/min

空气流量: 50m1/min

注入 1u1FPD 标准样品甲基对硫磷—无水乙醇溶液,连续进样 6 次,记录 硫或磷的峰面积和峰高,取其算术平均值,计算对 SP 的检测限。

要求:

对甲基对硫磷中的硫 S≤5×10⁻¹¹g/s

对甲基对硫磷中的磷 P≤1.4×10⁻¹²g/s

检测限的计算: /

硫:

$$D_{FPD} = \frac{2N(Wns)^2}{2N(Wns)^2}$$





磷: D_{FPD} =———

А

式中: pFPD: FPD 对磷或硫的检测限(g/s)

N: 基线噪声(mV)

A: 磷峰面积的算术平均值(mV.s)

W: 甲基对硫磷的进样量(g)

H: 硫的峰高(mV)

W1/4: 硫的峰高 1/4 处的峰宽(s)

FPD 的维护

- 柱的选择
 因为微量的含硫/磷组分容易被吸附,选择柱子应选用活性小的材料作柱
 子,比如玻璃、聚四氟乙烯、石英。
- 含硫物质的非线性响应
 分析含硫物质时必须注意到 FPD 对含硫物质的响应是非线性的。而与含
 硫重量的平方成线性。
- 3. 熄火现象

当大量样品进入 FPD 而空气流量偏大时,容易产生熄火现象。

FPD 故障排除

故障	可能的原因	故障排除	
	A. 检测器温度不够高	A. 加热器断, 更换	
	B. 未点着火	B. 调节流量后点火	
	C. 石英桶污染	C. 清洗石英桶	
不出峰	D. 光电倍增管无高压	D. 修理 FPD 控制板	
	E. 滤光片未安装	E. 选择合适的滤光片	
	F. 光电倍增管损坏	F. 换光电倍增管	
	G. 不合适的色谱柱	G. 更换	
	A. 气体流量不合适	A. 改变流量	
灵敏度低	B. 石英桶污染	B. 清洗石英桶	
	C. 滤光片、光电倍增管或石	C. 用擦镜布擦干净	
	英窗脏	D. 换柱	
	D. 柱对产品有吸附	E. 调节喷嘴位置	
	E. 喷嘴位置不合适		
重复性差	A. 气路污染	A. 清洗气路	

表 17-1 FPD 故障排除列表

	B. 柱不合适	B. 更换色谱柱
	C. 高压不正常	C. 修理控制 FPD 板
	D. 火焰不稳定	D. 检漏
基线漂移	A. 光电倍增管损坏	A. 更换光电倍增管
	B. 气路管道污染	B. 清洗气路
基线上有噪 声	A. 漏光	A. 检查检测器部件
	B. 光电倍增管坏	B. 更换光电倍增管
	C. 高压电路坏	C. 修理 FPD 控制板
	D. 柱密封处漏气	D. 检漏

18 氦离子检测器(HID)

概述

HID 的工作原理

系统要求

不包含在检测器系统的部件

系统纯度

放电气体/载气的纯度要求 管道 流量控制器 压力调节阀 一般预防措施

气路连接

安装钢瓶减压阀 安装氦气纯化器 检测器电气连接 初次通电

填充柱连接

检漏

故障排除

氦离子检测器 (HID)

概述

用一个稳定的,低能耗的脉冲直流电源,使氦气电离,形成离子源。样品经 色谱柱分离进入电离区域的离子源中,产生光离子化,产生的电子聚集在收集 电极周围,从而产生电流信号,通过放大板处理产生电压信号。



图 18-1: 氦离子检测器示意图

HID 的工作原理

离子化工作原理是在辐射作用下,双原子氦 $He_2(A^1\Sigma_u^+)$ 向游离态氦 2He(1S¹)过渡产生的光电离。这就是著名的 Hopfield 发射。氦电离光子能量持续范围是 13.5eV 到 17.7eV。

D4 是高灵敏度非破坏性检测器(0.01-0.1%被电离)。对有机化合物的响应呈线性范围,相对 ppb 级最小检测量达到 10⁵。在 ppb 级最小检测量范围内,对混合气体的响应是正的(电流增加)。

除了氖,检测器都有响应。氖的电离电位达到 21.56eV。因为这个电位 接近亚稳态能量(19.8eV),远远大于 He₂连续光电离能量,氖呈现出低的 电离效率和低的检测器响应。

当在放电气体中掺入其他气体,也能成为选择性光电离检测器。(掺入 合适量的氩测有机化合物,掺入合适量的氪测不饱和化合物,掺入合适量的 氙测多环芳烃)。

系统要求

不包含在检测器系统的部件

- 氦气(99.999%)和其他辅助气体
- 超高清洁度等级不锈钢片气体压力调节阀
- 连接气体调节阀需要的任何特殊连接器
- 钢瓶到气相色谱仪的不锈管
- 流量测量装置

系统纯度

放电气体/载气的纯度要求

检测器的性能会受气体(载气,放电气体或掺入气体)中存在的任何杂质 影响。在使用的任何时候,我们建议氦气达到 5.0 质量等级(99.999%或更纯)。 重要气源要达到研究级等级(99.9999%纯度),尤其要少含杂质气体,一个清洁 度高的系统也会带来好的结果,但是再高等级的气源也可能含有一些水蒸气和 杂质气体;因此检测器系统内必须配备一个氦气纯化器。放电气体必须经过氦 气纯化器。

每新一批放电气体被接受时我们都需要用一个在 PDHID 模式下的空白色 谱来分析检测气体杂质含量。

管道

适合于很多 GC 应用的清洁标准对于高灵敏的 PDHID 系统可能是不够的。 接触气流的任何表面必须是熔融石英或不锈钢材质。不能使用铜管和铜接头, 任何管道使用前必须清洗和烘烤。

流量控制器

控制气流的阀或控制器应避免任何聚合物或润滑材料接触气体。

- 146 -

压力调节阀

我们需要用商用的超纯等级不锈钢膜片减压阀。不能使用橡胶膜片或其它 弹性膜片减压阀。

一般预防措施

- 不要用塑料/聚合物或铜管作为气路连接。只能用不锈钢管及 Valco 镀金 密封圈。
- 放电气体氦气未接入检测器前,检测器单元不能通电。
- 即使检测器单元已经断电,只要检测器还是热的,就不能关闭或断开放电
 气体。要等到放电气体关闭以及检测器降温后再切断或关闭放电气体。
- 不要用用任何会妨碍气体流通的材料或仪器遮住检测器单元。
- 把控制器放在能容易碰到后面板电源开关的地方。
- 氦气钢瓶和仪器必须要放置在室温下运行,以便温度的变化造成氦气减压阀
 流量波动

气路连接

牢记前面讨论过的三点: (1)所有气流接触的表面必须是熔融石英或不锈 钢的; (2)不要用铜管和铜接头; (3)所有的管子使用前必须清洗和烘烤。检测 器放电气体应连接附近的合格纯度的氦气钢瓶, Valco 配套包内的很多接头能 处理各种不同的情况。



图 18-2 检测器系统的气路连接

安装钢瓶减压阀

- 确保氦气钢瓶开关阀完全关闭。将减压阀接头螺母拧到氦气钢瓶上。除了用手 指拧紧外,不要用其它办法去拧紧螺母,有一些漏气对纯化操作来说是必须的。
- 2. 将减压阀调节旋钮逆时针旋到底。
- 3. 稍稍打开氦气钢瓶开关阀, 然后快速关闭。
- 调节减压阀接头螺母松紧度,允许压力减少超过700kPa/sec(100psi/sec)。
 一个新的钢瓶压力应该达到14MPa(2000psi)。
- 当压力下将到 1.5-3.5MPa(200-500psi)范围,稍稍打开氦气钢瓶开关阀,然 后快速关闭。
- 重复步骤 5 八到十次以确保空气完全被吹扫。最后一次吹扫快结束时,用扳手 完全拧紧减压阀接头螺母,让压力停在 2.0-3.5MPa(300-500psi)范围内。
- 打开氦气钢瓶开关阀,让减压阀充满气体。再关闭氦气钢瓶开关阀,观察减压 阀高压表。

警告 指针 15 分钟。如果指针没有下降,说明减压阀高压端没有漏气。注意:系统的任何地方不能用检漏液。

安装氦气纯化器

- 如果减压阀有一个 1/8"输出接口,要安装一个 1/8"到 1/16"变径接头(EZR21);如果减压阀有一个 1/4"输出接口,要安装一个 1/4"到 1/16"变径接头(EZR41)。如果减压阀有其它输出接口,也有其它 Vaclo 适配接头。
- 移去氦气纯化器入口盖帽,接入1/16"管子连接到1/16"变径接头(不能移去氦气纯化器出口盖帽)。拧螺母至密封圈刚卡住管子时,再用 1/4"扳手拧紧四分之一圈。完成好的话,这里是应该是正好密封的。
- 3. 顺时针调节减压阀至输出压力为 345KPA(50psi)。
- 4. 平衡 5 分钟,将减压阀调节旋钮逆时针旋到底。
- 5. 观察减压阀输出压力 15 分钟,输出压力刚开时应该有轻微的下降。如果

之后没有下降说明连接已经紧了。

- 如果有漏气的话,可用电子检漏仪来定位泄漏的地方。如果没有电子检漏仪可用,可用扳手拧紧所有的接头(包括减压阀输出压力表头),然后 重新做一次检漏。
- 气纯化器出口盖帽,用 60-80mL/min 流量吹扫系统 15 到 30 分钟,以去 除吸附在材料中的空气。

检测器电气连接

警告

注意:微电流和偏置电压电缆接头只能用手拧,不能用扳手



检测器电气连接下图

图 18-3: 检测器电气连接图

初次通电

警告 注意: 检测器加热和通电前必须确保通入放电气体

- 装色谱柱前,调节氦气流量为30ml/min(测检测器出口流量)。通气15分钟把 空气从氦气纯化器中吹扫出去。
- 2. 插氦气纯化器电源,开GC电源。
- 3. 设定检测器温度为100℃,让检测器和氦气纯化器达到设定温度。
- 4. 设定量程为 10², 调节输出电压到零点。
- 5. 把电源装置(I-23569-1)的15VDC输出插入脉冲模块(PD-M2)。
- 6. 把电源装置的电源线接入 100-250VDC 电源, 通过检测器体的小孔观察到放电。

警告

注意:正常操作期间,检测器产生紫外能量(UVA,UVB),可能有泄漏。不要在眼睛缺乏保护情况下,直接观看弧光

- 检查空白基始电流。100℃HID模式下的最佳范围是 6.0-20.0mV(0.60-2.0nA)。
 基始电流低表明系统干净及没有漏气。
- 8. 检测器温度需高于柱温 20℃, 最低为 100℃。设定检测器温度为样品分析需要的温度。当检测器达到设定的温度后,记录空白基始电流 A。
- 在柱箱为室温情况下,通载气,记录空白基始电流 B。空白基始电流 B 和空白 基始电流 A 的差别就是载气中和被载气洗脱出来的杂质被电离引起的。差别越 小,柱系统气体的质量越好。
- 10. 设定柱箱温度为样品分析需要的温度。当柱箱达到设定的温度后,记录空白基始电流 C。空白基始电流 C和空白基始电流 B的差别就是柱流失物被电离引起的。差别越小,色谱柱质量越好。

注意:有些固定相其它的流失大,但仍适合这个检测器。无论如何,柱 流失越小,检测器池污染就越小。记住这点,任何系统变化都要观察和记录 下基始电流。另外,定期记录基始电流(装色谱柱和不装色谱柱)能有效监 测系统的完整性(无漏气和无污染)。我们也要跟踪柱系统的质量,以确保长 期具有高灵敏度。

填充柱连接

警告

为了防止检测器被污染,我们强调老化色谱柱时,色谱柱不能接入检测器。

检测器适合接填充柱。管子在填充前必须清洗及烘烤。新的色谱柱通常有 柱流失,会抬高检测器基始电流。通干净的气体,在合适的温度老化色谱柱若 干小时,再接入检测器,基始电流会是一个可以接受的水平。

1. 拆掉毛细柱连接器。

用手把填充柱连接器拧入检测器柱入口。操作时注意,尖的连接器是非常脆弱的。用另外的扳手卡住检测器柱入口平面的同时,用1/4″扳手拧紧填充柱连接器。

3. 用配件包内的 EZRU21 两通连接 1/8"色谱柱到填充柱连接器上。

检漏

漏气对这个系统是非常严重的,在这一点上附加的检查能解决后面很多头痛的问题。

检漏:

- 1. 堵死整个系统,充氦气到138kPa(20psi)。
- 2. 如果系统不能保持压力,用氦气检漏仪检测所有的接头。
- 3. 如有必要拧紧接头。
- 警告 注意: 色谱柱上游的漏气不会立即引起基线的改变

故障排除

高的空白基始电流



低灵敏度



不出峰

如果空白基始电流是合适的,但不出峰。

- 1. 检查色谱柱流量。
- 2. 检查色谱柱插入位置(毛细柱 11.4, 填充柱 9.8)
- 3. 如果还未出峰,检查是否肯定进样。
- 4. 如果还未出峰,请联系公司。

高的噪音水平

如果噪音水平偏高:

- 1. 改善色谱仪搅拌风叶运转平稳度,或关掉它。
- 2. 检查色谱柱插入位置(毛细柱 11.4, 填充柱 9.8)
- 3. 如果噪音水平还高,做一次氢气检漏试验,以降低泄漏。
- 4. 如果没有泄漏或解决泄漏还不出峰,请联系公司。

19 基本操作

样品

准备 GC 进行样品分析

运行样品分析一手动进样

方法

基本操作

样品

准备 GC 进行样品分析

- 1. 检查气源(钢瓶或气体发生器)及其压力。
- 2. 检查电源,若中断就重新接好。
- 3. 接通 GC、计算机电源, 打开工作站软件。
- 4. 检查是否安装合适的色谱柱。
- 5. 检查待分析样品是否准备好。
- 6. 确认分析方法。

运行样品分析 - 手动进样

- 1. 准备 GC。参见"准备 GC 进行样品分析"。
- 2. 准备要进样分析的样品。
- 3. 编制合适的分析方法。
- 4. 等待就绪灯提示。
- 5. 用注射器取好样品。
- 6. 在注射样品的同时按下【启动】键。运行指示灯持续亮着,直到运行结束。

方法

基本操作

欲了解更多的信息,请参看"分析方法"。

- 1. 设定柱箱参数。按【柱箱】,并向下移动光标。
- 要设置一个等温运行,参见"设定恒温运行"。
- 要设置一个多阶程序升温,参见"设定多阶升温程序"。
- 2. 设置色谱柱参数。按【配置】然后选择色谱柱1 按【输入】。
 a. 柱长、柱内径和膜厚(毛细管柱),参见"配置毛细管柱"。
 b. 柱型号(若有的话)。参见"选择柱模式"。
 c. 柱前压或柱流量。参见"配置毛细管柱","选择柱模式"。
- 3. 设置进样口参数。按【前进样口】或【后进样口】。
- 选择进样口模式(若可选择的话)。
- 输入参数。例如:设置温度、压力、分流比、分流流量、隔垫吹扫流量等。
 参见 "分流/不分流进样口","隔垫吹扫填充进样口"。
- 4. 设置检测器参数。按【前检测器】或【后检测器】。
- 输入参数。例如:设置温度、氢气流量、空气流量、尾吹气及其它流量。 参见"带 EPC 操作","TCD 的操作"。

5. 将这些参数保存为方法。按【方法】【储存】。

20 场地准备

场地要求

通风要求

柱箱排气出口 有毒或有害气体的排放

电气要求

接地 电源电压

气体要求

用于填充柱的气体 用于毛细管柱的气体 气体纯度

气体管线连接

载气和检测器气体供应管线 净化器

场地准备

场地要求

在仪器到货前,确保您的实验室满足以下环境、重量、电源和气体的要求:

场地通风良好,没有腐蚀性物质和无悬垂障碍物。

场地温度应处于15-30℃之间。

场地湿度应在推荐范围 50-60%之间。

工作台空间: 63cm×56cm×50cm。

工作台能支撑 GC9720 系统的重量, GC9720 重量为 42 公斤。

电源插座接地。

电源要满足仪器的用电要求。

气源要满足各类色谱柱和检测器的要求。

气体应满足纯度要求,所有气体都应是色谱纯—99.999%或更高纯度,空气为零级或更好。 进样口和检测器气源应安装好二级压力调节器。 注意

警告

通风要求

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

为适当的冷却和一般安全起见,仪器一定要在安装着盖板的状态下进行操作。

柱箱排气出口

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

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

有毒或有害气体的排放

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

为了进一步防止有害气体的污染,可把一个冷阱管连接到分流出口。

- 160 -

电气要求

接地

注意

GC 操作需要适当地接地线。

为用户安全起见,金属仪器控制板和机壳都要通过三芯电源线接地。当三 芯电源电缆线插入合适的接地插座时,仪器就接地并把电击的危险减到最小, 合适的接地插座要连接与之相适应的地线。接地导线的中断或电源线断开会引 起电击,造成人身伤害。

电源电压

GC9720 工作电压为 200-240V, 50Hz。

气体要求

用于填充柱的气体

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

检测器	载气	说明	检测器,阳极吹扫,
			或参比气体
电子捕获	N_2	最大灵敏度	N ₂
	Ar	最大动态范围	Ar
火焰离子化	N_2	最大灵敏度	检测器用 H ₂ 和空气
	Не	可供选择	
火焰光度	H_2		检测器用 H ₂ 和空气
	Не		
	N_2		
	Ar		
氮磷	He	性能最佳	检测器用 H ₂ 和空气
	N_2	可供选择	
热导	He	通用	参比气体必须与载
	H_2	最大灵敏度(注释A)	气相同
	N_2	氢气检测(注释 B)	
	Ar	对氢气的灵敏度最	
		大	
		(注释 B)	

表 20-1 推荐用于填充柱的气体

注释 A: 灵敏度比用氦气稍大。不能用于某些化合物。 注释 B: 分析氢和氦,但对其他化合物的检测灵敏度大大降低。

用于毛细管柱的气体

使用毛细管柱时,为了获得最佳的灵敏度,GC 检测器需要一路单独的尾 吹气,对于每种检测器和载气,都有一种最佳选择的尾吹气。下表列出了推荐 用于毛细管柱的气体。

长词明	半上	最佳选择的尾吹		检测器,阳极吹
[(叙 つ	气	弗 选择	扫,或参比气
电子捕获	H_2	Ar	N_2	
	Не	Ar	N_2	阳极吹扫必须
	N_2	N_2	Ar	和尾气相同
	Ar	Ar	N_2	
	H_2	N_2	Не	检测器用 L.和
火焰离子化	Не	N_2	Не	空气
	N_2	N_2	Не	
火焰光度	H_2	N_2		
	He	N_2		检测器用 H ₂ 和
	N_2	N_2		空气
	Ar	N_2		
氮磷	Не	N_2	He**	检测器用 H ₂ 和
	N_2	N_2	He**	空气
热导	H_2 *	载气和参比气必	载气和参比	载气和参比气
	H_2	须相同	气必须相同	必须相同
	N_2			

表 20-2 推荐用于毛细管柱的气体

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

** 尾吹气流量>5 m1/min 时,不建议用氦气作为尾吹气。流量在 5m1/min 以上会缩短检测器的寿命。

气体纯度

一些供气商提供"仪器"或"色谱"纯气体,这些气体专为色谱分析使用。 我们推荐 GC 使用这一级别的气体。

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

表 20-3 推荐的气体纯度

载气和毛细管尾吹气	
Не	99.9995%
N2	99.9995%
H2	99.9995%
Ar	99.9995%
检测器辅助气	
H2	99. 9995%
空气 (干燥)	零级或优于零级
气体管线连接

警告

所有的高压气瓶都应牢固地固定在稳固的支架或固定的墙上。压缩气体应 根据相关的安全规程进行贮存和操作。

高压气瓶不能置于加热柱箱出口气体的通道上。

为避免对人眼的伤害,当使用压缩气体时,应戴上防护眼镜。

当安装气源管线时,应依照通用管线连接示意图。



图 20-1 通用管线连接示意图

- 强烈推荐二级调压器,以消除压力骤变。
- 在二级调压器出口安装开关阀,有利于后部管线的安装与维护。
- 为了操作正常,压力控制装置需要输出压力范围 350-500kPa(建议 400 kPa)。

载气和检测器气体供应管线

给 GC 提供检测器和进样口气体的管线尽量使用金属管线。避免使用塑料管,因为塑料管能渗透可引起柱和检测器损坏的氧气和其他污染物,而且如果 靠近热的排气口或部件会熔化。

管径根据气源和 GC 之间距离以及特定气体的总流量而定。当气源线长度 少于 15 英尺(4.6m)时, 1/8 英寸直径的管线可以满足需要。

对于距离长于 15 英尺(4.6m)或多台仪器连接到同一气源上时,请使用 较大直径管线(1/4 英寸)。

净化器

使用色谱纯气体以保证系统内气体的纯度。然而,为获得高的检测灵敏度, 应在气体管线上连接高质量的净化器,以除去微量的水或其它污染物。在安装 净化器之后,要检查气源管线是否有泄漏。

载气中的湿气会损坏柱子,我们推荐在气源减压阀之后和其他净化器之前,使用 5A 分子筛净化器。

脱烃管除去气体中的有机物,如果使用的话,应安装在分子筛净化器之后 和脱氧管之前。

脱氧管除去气体中 99%的氧和微量的水气,它应串联在所有净化器之后,因为微量的氧会损坏柱子并降低 ECD 性能,故对载气和 ECD 气体要使用脱氧管。对 FID, FPD 或 NPD 的燃气不要使用脱氧管。

21 安装

- 步骤 1. 打开 GC 包装箱
- 步骤 2. 置 GC 系统于工作台上
- 步骤 3. 接通电源
- 步骤 4. 连接气体钢瓶管线
- 步骤 5. 在气源管线上连接净化管
- 步骤 6. 在管线上连接三通接头
- 步骤 7. 连接进样口进气口管线
- 步骤 8. 连接检测器进气口管线
- 步骤 9. 检漏
- 步骤 10. 设定气源压力
- 步骤 11. 连接电缆

- 两把 5/16" 英寸 一把 7/16" 英寸 一把 9/16" 英寸 一把 1/2" 英寸 一把 1/4" 英寸 一把 活动小扳手 一把 喷口套筒扳手
- 一把 隔垫螺帽扳手

连接管

铜管,直径 1/8 英寸管切割器

接头

1/8 英寸 两通
 1/8 英寸 三通
 1/8 英寸 四通
 螺帽和密封垫圈



柱箱弹键--按下打开柱箱

图 21-1 GC 前视图



图 21-2 GC 后视图

安装

步骤 1. 打开 GC 包装箱

- 检查运输包装箱是否损坏,如果包装箱破损或有压痕,请通知运输商和当 地福立办事处。
- 请对照装箱清单检查接收项目,如有不一致,请立刻通知当地福立办事处。
 在完成箱内设备完整性检查和验证仪器性能之前,请保存好包装箱。

步骤 2. 置 GC 系统于工作台上

GC 系统需要一个工作台,它能支撑 GC 的重量和与 GC 一起使用的其他设备的重量。工作台上方不要有悬挂物,它会影响冷却并妨碍接触仪器顶部。

- 1. 从包装箱中取出 GC。
- 放置 GC 于工作台上。确保电源、气源可以连接上,在靠近 GC 合适的地方 放置其他设备。

步骤 3. 接通电源

当接通 GC 电源时,它会依次运行一系列自检程序。在继续安装之前的运行诊断程序,以确保仪器电路工作正常。

1. 确认电源开关是处于关的位置。



图 21-3 电源开关位置

2. 将电源电缆插入 GC 后面的电源插孔。接通 GC 电源。



图 21-4 电源线位置

3. 自检诊断测试自动运行,如果自检不通过的话仪器会自动报警。

所需材料:

1/8 英寸预处理过的铜管

管切割器

1/8 英寸螺帽,前和后垫圈

两把 7/16 英寸扳手

- 关闭所有气源,确定从气源出口到 GC 气体入口处所需的管线长度,应考 虑到任何净化管和三通连接器的长度。
- 2. 最好使用切割器切割所需长度的管线。

步骤 5. 在气源管线上连接净化管

所需材料: 1/8 英寸预处理过的铜管 管切割器 1/8 英寸 接头,螺帽,和垫圈 两把 7/16 英寸扳手和一把 1/2 英寸扳手 净化管

- 1. 确定在气源管线何处安装净化管。
- 2. 用管切割器切割所需长度。

3. 连接净化管和管线。

步骤 6. 在管线上连接三通接头

如果您用单一气源为多于一个进样口和检测器提供气体,则在靠近进样口 或检测器入口管附近使用一个三通接头。 所需材料: 1/8 英寸预处理过的铜管 管切割器 1/8 英寸螺帽和前、后垫圈1/8 英寸三通

两把 7/16 英寸扳手

一个 1/8 英寸螺帽

1. 在需要安装三通接头的地方切断管线,把管线和三通接头连起来。



图 21-5 连接三通

- 测量从三通接头到 GC 进样口的距离,然后用接头将三通接头的开口端与铜管连接。
- 如果不打算立即把管线连到三通接头上,可在三通接头的开口端安上一个 螺帽。

步骤 7. 连接进样口进气口管线

将气源管线连到仪器后部的进样口进气口上。

所需材料:

- 1/8 英寸预处理过的铜管
- 1/8 英寸螺帽和前、后垫圈两把 7/16 英寸扳手
- 1. 在气源处关闭载气。
- 2. 用螺帽把气源管线连到载气进气口接头上。

步骤 8. 连接检测器进气口管线

连接到检测器的气体取决于检测器的类型。在进气口接头处清楚地标明了 检测器需要何种气体,在何处连接管线。 这一步骤说明对 FID 如何配置气体,各种气体都以类似的方式接到所有的 检测器上。

检测器气体进气口接头在仪器后盖板上。

1. 关掉各个要连接的气源。

每个检测器的进气口都有标注。用螺母将管线连到合适的进气口接头上。
 所需材料:

1/8 英寸预处理过的铜管

三个1/8 英寸螺帽和前、后垫圈

两把 7/16 英寸扳手

步骤 9. 检漏

不推荐使用液体检漏液(肥皂水是普通的一种),特别是在保持清洁很重要的地方。若使用检漏液,请马上擦干液体以清除肥皂膜。

警告

当使用液体检漏液时,要避免潜在的电击危险。关闭 GC 电源,并断开主电源线,注意不要把检漏液洒在电器部件上。

所需材料:

检漏液

- 1. 在气源(通常是钢瓶气)调节阀上设定输出载气压力约 350kPa。
- 2. 用检漏器检查每一个接头是否有漏气。
- 3. 拧紧接头排除漏气,然后再检查一下,继续拧紧直到所有接头都密封好。

步骤 10. 设定气源压力

EPC 进行正常的运行,每个气源的输出压力为 350-500kPa(建议 400kPa)。

步骤 11. 连接电缆

将 GC9720 用网线与电脑相连。

1. 按【选项】键,选择通信按【输入】键(确认)。

2. 系统会弹出来一个通信界面, 会显示这台仪器的 IP 地址。

·通信 ·局域网		
IP地址:	192.168.001.208	
子网掩码:	255.255.255.000	
网关:	192.168.001.001	
DHCP:	开	
MAC:	00.13.F6.6C.C2.2E	

如果使用的是静态 IP, DHCP 关闭。设置相应的 IP。

如果使用的是动态 IP, DHCP 开启即可, 仪器通过路由器自动分配 IP。

3. 打开 9720 工作站,在选项里面选择设置端口。

9月19720气相管度上作成 - 17101					
📙 文件(E) 视图(V) 进	样类型(E) 工具[I] 手动积分[<u>A</u>]	谱图处理[I] 质量控制(Q)	窗口(₩)	选项[<u>0</u>] 帮助(H)
□ 🚅 🔲 [] 新建打开保存预	à. 🔒 🗾 陇 打印 校正			设置端口[<u>]</u> 设置颜色 (<u>c</u>) 设置量程[<u>0</u>] 辺署根末(m)	
■「□项目」目示法 □□ □□ □□ □□ □□ □□ □□ □□ □□ □□ □□ □□ □□	1 仪器	[mV] [000]			设置报表(<u>L</u>) 设置谱图文件名(<u>N</u>) 设置高级参数(<u>1</u>)
	16D. 14D.	000			✔ 检测器1-FID ✔ 检测器2-TCD

4. .选择网络模式,在 IP 地址栏中填入与 GC9720 一直的 IP 地址,按确 认。

通讯设置		
通讯方式		
〇串口	 网络 	
通讯口:	COM3	
IP地址:	192 .168 . 1 .208]
端口:	9720	1
仪器类型:	FL9720]
检测器1采样速度:	50 💌	次/秒
检测器2采样速度:	50	次/秒
🗌 所有通道同时启	动	
□ 重新连接		
确认	取消	

22 故障排除与维护

常见故障产生的原因及解决方案

日常维护的时间安排

进样口日常维护的方法

故障排除与维护

常见故障产生的原因及解决方案

1. 常见色谱故障----基线波动和漂移



流量和温度设置值改变,在分析过程中可以通过运行基线扣除来修正基线的 漂移。

色谱柱被污染,应通过对色谱柱的彻底老化来将这种效应降到最小。

气体被污染,常常与检测器的支持气有关,应使用合适的净化器,并定期维护。

在注射样品后的一瞬间,进样垫处有泄漏:常在一个大峰之后导致基线改变, 应更换进样垫,并使用直径更小的注射针头。

2. 常见色谱故障-----基线噪声



进样垫降解产生的噪声会随着进样口温度的降低而减少。

3. 常见色谱故障-----保留时间的漂移

可能的原因:

- 色谱柱的规格发生了变化
- 进样垫或色谱柱的连接处发生了泄漏
- 分流管路堵塞
- 色谱柱受到污染

色谱柱的污染会带来保留时间的变化,请用溶剂清洗色谱柱或从柱前端截 去 1/2 到 1 米。

分流管路的堵塞,更换分流出口冷阱,同时检查流量控制阀。

4. 常见色谱故障-----前伸峰



5. 常见色谱故障-----拖尾峰



6. 常见色谱故障------响应值变小



-

日常维护的时间安排

维护时间安排

维护频率	项目
每天	检查进样垫,必要时更换 检查载气和检测器气源
每周	检查玻璃衬管,必要时更换 必要时更换O型圈
每月	检查气源接口是否漏气 进样口、色谱柱连接处检漏
每季度	更换新的气体钢瓶
每半年	清洗检测器
每年	重新老化或更换气路中的冷阱 更换分流出口冷阱

进样口日常维护的方法



分流/不分流进样口的维护----进样垫

进样垫是消耗品,如果不及时更换会发生系统漏气、出现鬼峰等现象。请 在进样垫使用周期结束后及时更换进样垫。



分流/不分流进样口的维护-----衬管

衬管去活:

进样口衬管上的活性点会吸附样品组分,引起峰拖尾,还有可能损失灵敏 度和重现性。去活就是在衬管的内表面上用去活试剂覆盖或用去活性基团发生 化学反应。新的衬管几乎总是比清洗过的或重新去活的好。

未去活性的衬管的清洗步骤

- 1. 移去玻璃毛
- 2. 在溶剂或酸液中超声处理
- 3. 清洗并干燥
- 4. 更换去活性的玻璃毛
- 5. 去活化-硅烷化
- 6. 干燥

- 工厂去活性衬管的清洗步骤
- 1. 移去玻璃毛
- 2. 在溶剂中超声处理
- 3. 清洗并干燥
- 4. 精心处理避免划伤衬管的内表面

分流/不分流进样口的维护---更换分流冷阱



- 1. 拆开左边面板
- 2. 使用扳手将分流冷阱拧下
- 3更换分流冷阱



浙江福立分析仪器有限公司 地址:温岭经济开发区产学研园区 电话:086-576-86199688 WWW.CNFULI.COM.CN

邮编:317500 传真:086-576-86199677