



福立仪器

GC9790

气相色谱仪

安装使用说明书

浙江温岭福立分析仪器有限公司

仪器基本操作指南

一. 电源要求

1. $220V \pm 10\%$;
2. 频率: $50 \pm 0.5\text{Hz}$;
3. 功率 $>2000\text{W}$;
4. 接地要求电阻 $<0.1\Omega$ 。

二. 气源要求

N_2 : 99.995% ;

H_2 : 99.995% ;

Air: 干燥, 无油。

三. FID 操作要求

载气: 流量 $30\text{ml}/\text{min}$;

氢气: 点火时 $0.15\text{--}0.2\text{Mpa}$;

点火后 0.1Mpa , 即 $30\text{ml}/\text{min}$;

空气: 点火时 0.01Mpa ;

点火后 0.03Mpa , 即 $300\text{ml}/\text{min}$;

四. TCD 操作要求

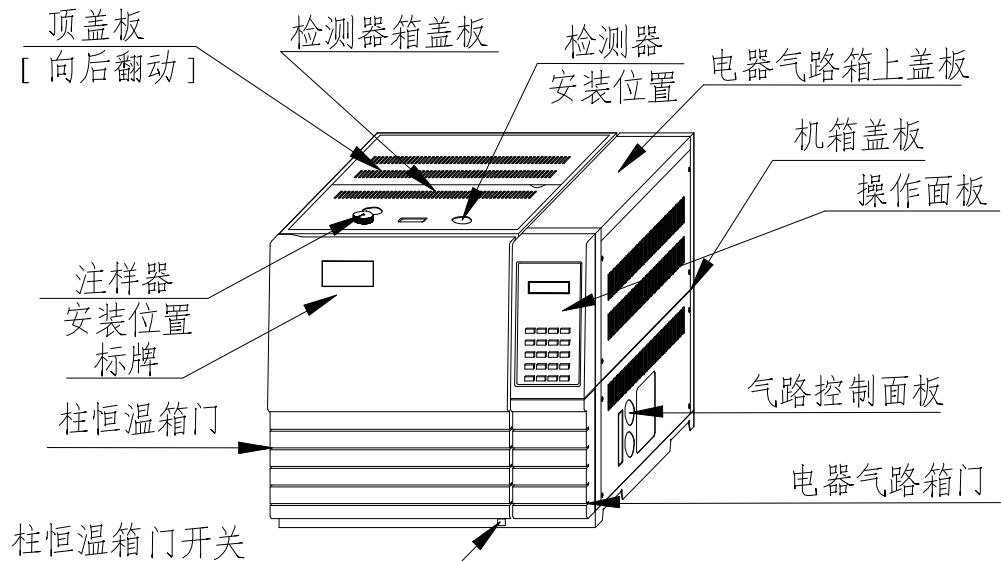
1. 开机加热、加电流前先通气;
2. 流量校正: 两路出口流量一致;
3. 电流设得不能太高(参考说明书)。

目 录

一. 概述.....	1
二. 仪器技术指标.....	2
2.1. 综合参数	
2.2. 温度控制	
2.3. FID 氢火焰检测器	
2.4. 应用环境	
三. 仪器成套性.....	4
四. 仪器工作原理	5
五. 安装	6
5.1. 实验室的准备	
5.2. 拆箱	
5.3. 气路连接	
5.4. 系统检漏	
5.5. 通电前的检查	
六. 操作	12
6.1. 键盘名称介绍及功能	
6.2. 键盘操作	
七. 气路	20
7.1. 气源	
7.2. 仪器气路流程	
7.3. 主要部件参数及简介	
7.3.1. 稳压阀	
7.3.2. 稳流阀	
7.3.3. 针形阀	
7.3.4. 开关阀	
7.3.5. 气阻	

7.3.6. 减压阀	
7.3.7. 气体净化	
7.4. 气体流量调节	
7.5. 流量测量	
7.6. 色谱柱安装	
八. 注样器	32
8.1. 填充柱注样器	
8.2. 注样器安装	
8.3. 注样器温度选择	
8.4. 注样隔垫的使用	
8.5. 注样器清洗;	
九. FID 氢火焰离子化检测器	35
9.1. 概述	
9.2. 工作原理	
9.3. 基本特点	
9.4. 应用范围	
9.5. 气体流量条件选择	
9.5.1. 载气和氢气的比例	
9.5.2. 最佳空气流速	
9.6. 操作	
9.7. 验收方法	
9.7.1. 噪声和漂移的检查	
9.7.2. 检测限试验	
十. 仪器的维护保养及常见故障处理	43
附录: 自检代码	45
附录 A: 仪器供电配置图	46
附录 B: CPU 线路板安装图	47
产品说明的使用范围及仪器操作注意事项	48

一. 概述



(图 1-1) 仪器基本结构

GC-9750 型气相色谱仪（基本结构见图 1-1）是 GC97 系列中的一种普及型、多用途、高性能的单检测器系列化仪器。其基型仪器采用单气路分析系统，柱箱采用恒温控制；可安装填充柱或毛细管色谱柱；可作柱头进样或快速汽化注样方式；可单一选择配置各种不同性能的检测器（FID、TCD、ECD、FPD）等。以组成不同功能的仪器来满足广大用户不同的分析对象、不同应用场合的需要。

仪器采用微机控制，键盘式操作，液晶屏幕显示，菜单式输入方式，故障自诊断技术，九套操作文件任意调用等。具有电子线路集成度高，可靠性好、操作简单、适应长时间的运行等优点。

仪器各加热区之间都用隔热材料相互隔开，以使各加热区之间的热传递减少至最小，每个加热区的温度均可独立控制，仪器的注样恒温箱内可装配一只填充柱注样器，毛细管恒温箱可装配一只毛细管注样器，检测器恒温箱可视需要选配检测器。

仪器的气体流量和压力控制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垂直进样方式。

仪器的信号输出可以接至记录仪、积分仪及色谱工作站等外围绘图设备。

二. 仪器技术指标

2.1. 综合参数

外形尺寸：490×460×480 [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：外径 $\Phi 3\sim\Phi 5\text{mm}$ 金属柱或玻璃柱；

仪器重量：40 Kg

2.2. 温度控制参数

四路温度控制包括：柱箱 COL，进样器 INJ，检测器 DET，辅助炉 AUX

柱箱温度控制：

室温加 10°C~350°C，(以 1°C 增量任设) (指标参数)；

温度波动：不大于 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ；(环境温度变化 10°C 或电源电压变化 10%)。

温度梯度： $\pm 1\%$ (温度范围 100°C~350°C)

热导检测器温度控制

室温加 20°C~350°C (指标参数)

控温精度：不大于 $\pm 0.2^\circ\text{C}$

其余加热区温度：

室温加 20°C~350°C (指标参数)

控温精度：不大于 $\pm 0.2^\circ\text{C}$

2.3. FID 氢火焰检测器

检测限：不大于 $2\times 10^{-12}\text{g/s[n-C16]}$ 。

噪声：不大于 $2\times 10^{-13}\text{A}$ 。

漂移：不大于 $4\times 10^{-12}\text{A/h}$ 。

启动时间：不大于 1.5 小时。

2.4. 应用环境

环境温度： 5°C~35°C

相对湿度： 不大于 85%

供电电压： 220±10%

供电频率： 50±0.5Hz

最大消耗功率： 2500 W

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

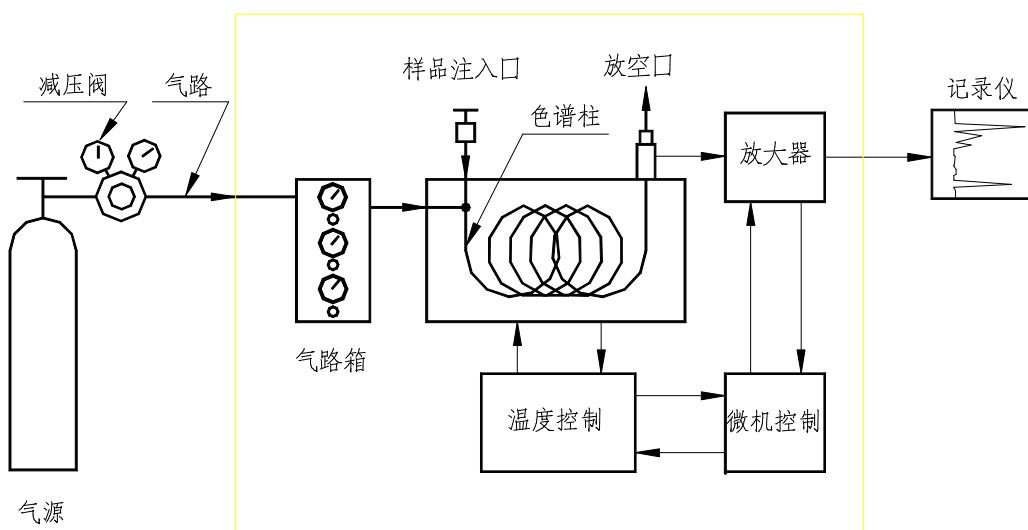
- 3.1. GC-9750 型气相色谱仪(按订货单配置) 1 台
- 3.2. GC-9750 型气相色谱仪安装使用说明书 1 本
- 3.3. GC-9750 型气相色谱仪相应检测器说明书 (不包括 FID 检测器) 1 本
- 3.4. GC-9750 型气相色谱仪出厂合格证 1 张
- 3.5. GC-9750 型气相色谱仪装箱单 1 份
- 3.6. GC-9750 型气相色谱仪备品备件 1 套
- 3.7. GC-9750 型气相色谱仪备品备件清单 1 份
- 3.8. GC-9750 气相色谱仪产品保修卡 1 张
- 3.9. 色谱数据处理机或色谱数据工作站(按订货单配置) 1 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，其流程图见（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（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。

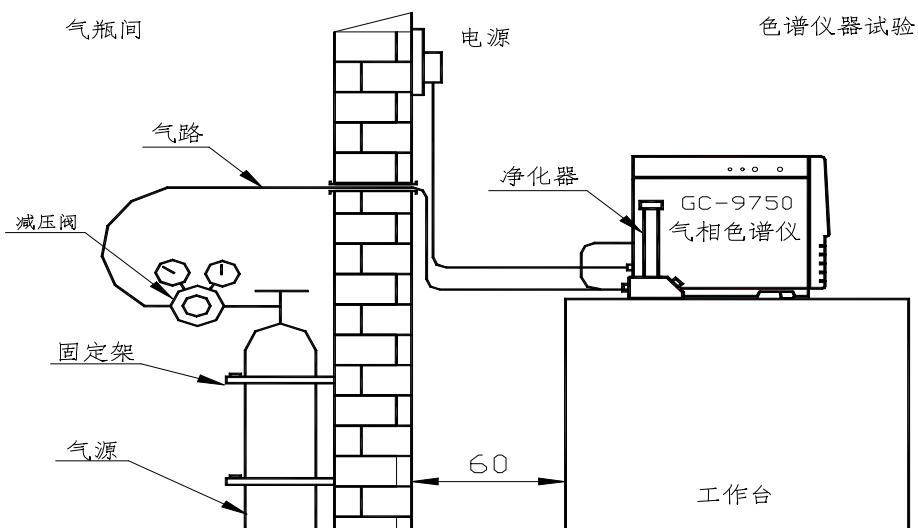
图 4-1 气相色谱仪流程图



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来提供仪器工作气源。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六章气路的有关部分)。

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。

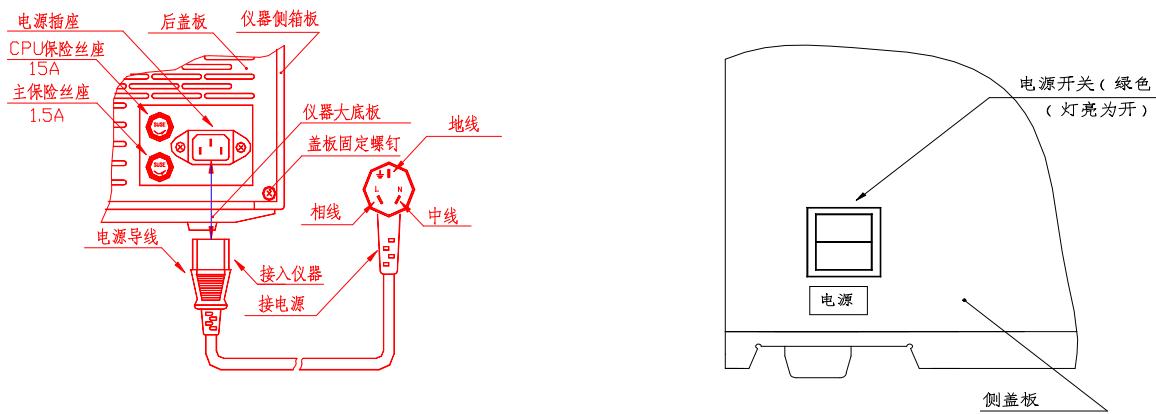
仪器到货以后,请及时检查仪器外包装质量,并对照发货单清点及检查数量的完整性。如发现外包装已破损或有配套部件遗失时,请不要立即拆箱或将仪器发回生产厂,要及时与运输部门取得联系,并通知生产厂的有关部门,以便及时妥善地处理或能够及时的索赔,使用户和生产厂双方的损失减至最小。

拆箱后请检查仪器外观质量,查看在运输中有无破损现象,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。



(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

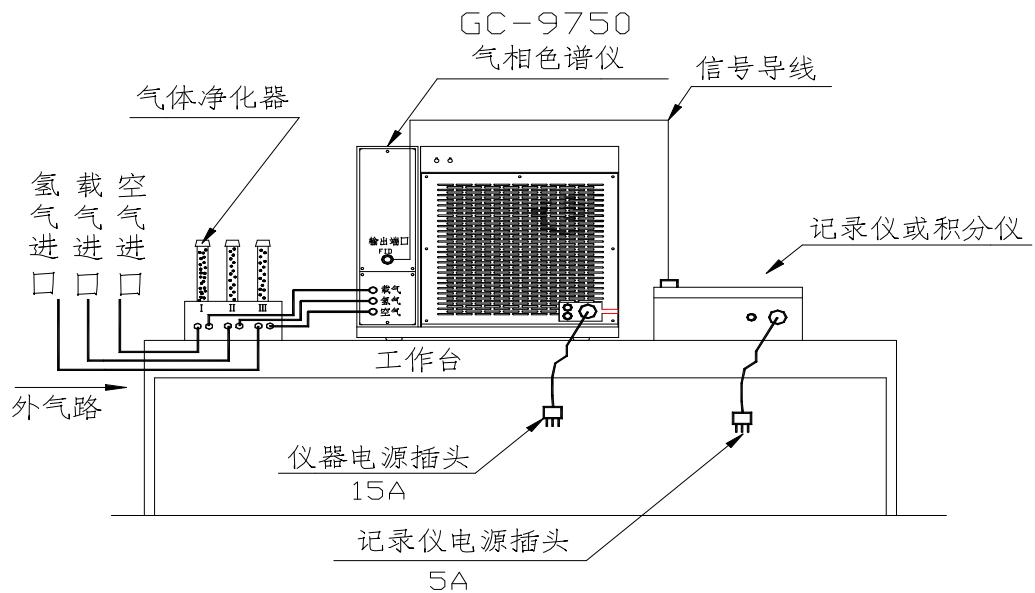
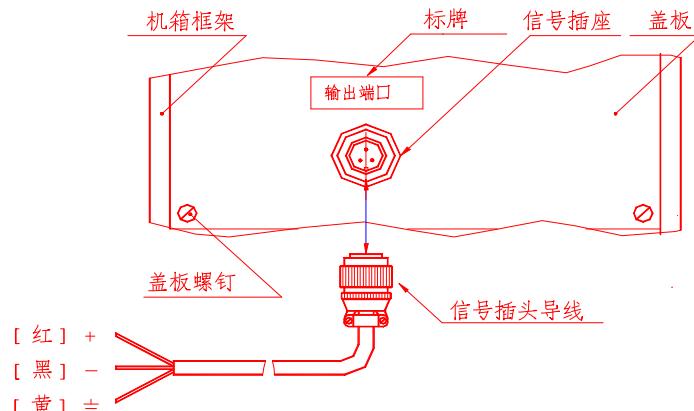


图 (5-4) 工作台外线路、气路连接示意图



(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Φ3mm 的管路与仪器气路箱的气体入口处相连接。气路箱入口处标有所通入具体气体的标志，其接头用 M8×1 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℃，同时通入氮气 30ml/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。

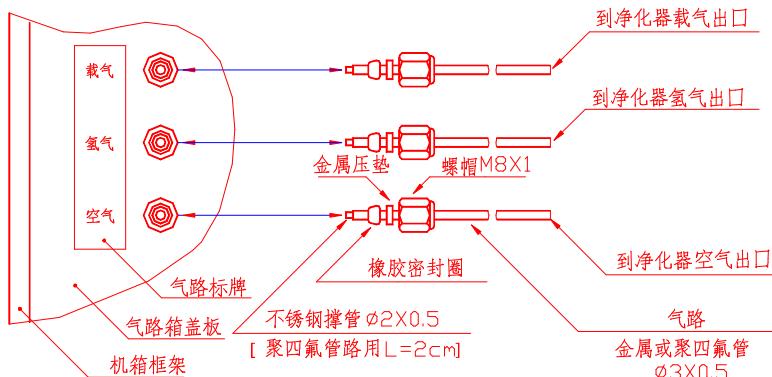


图 (5-6) 外气路连接示意图

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注样垫（由于进样次数多了以后针孔扩大降低了密封性能，应及时更换。）等处。

FID 检测器的氢气、空气两路气体到检测器后的阻力很小，即使有一点的微漏，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、喷咀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）。

打开气路箱侧板。

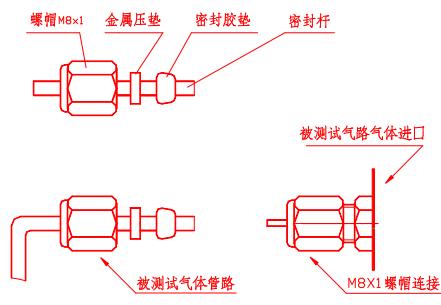


图 [5 - 7] 密封端头结构

打开相应净化器的开关阀，让系统充氮气到 0.35MPa，关闭开关阀；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。

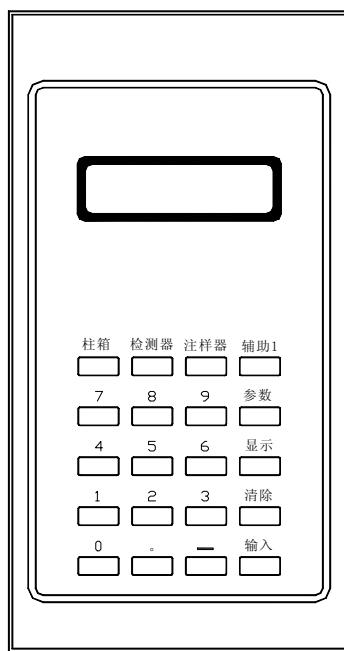
- 检查电源接线是否正确；
- 检查气路连接是否完整，并检查气体种类是否与要求相符；
- 检查钢瓶是否固定，减压阀的压力范围是否符合要求；
- 检查并熟悉仪器整体结构。键盘设定方法、各项控制开关、气路系统，并参照本说明书的有关章节熟悉每个气体流量调节阀的作用及调节方法。

六. 操作

本节主要介绍 GC9750 气相色谱仪的键盘操作方法、功能、键设定，参数检验等操作程序是帮助操作者尽快熟悉并掌握仪器的使用方法，使仪器尽快地发挥作用。

6.1 键盘名称及介绍功能

6.1.1 仪器的键盘设在气路箱的前上部分，具体键位布置如下图：



面板上部设有一个液晶显示屏，显示仪器的各项信息，并以英文缩写形式出现。

面板上设有二十个按键，具体名称及缩写如下：

缩写	中文意义
COL	柱箱
DET	检测器
INJ	进样器
AUX1	辅助 1 (一般用于毛细管进样器)
TemP	温度
FID	氢火焰检测器
TCD	热导检测器
ECD	电子捕获检测器
FPD	火焰光度检测器

RANG	量程
CURRENT	电流
Load	文件
Volume	报警音量
Bright	背光
Contrast	对比度
T	时间

6.1.2 功能键介绍

- 《柱箱》 柱箱温度设定
- 《检测器》 检测器恒温箱温度设定
- 《注样器》 注样器恒温箱温度设定
- 《辅助 1》 辅助 1 恒温箱温度设定
- 《参数》 各检测器参数设定（包括检测器的量程、极性选择等）
- 《—》 系统参数设置

6.1.3 显示控制键

- 《显示》 循环显示各加热区的加热状况
- 《显示》 + 《0》 显示初始画面
- 《显示》 + 《1》 显示柱箱加热状况
- 《显示》 + 《3》 显示检测器恒温箱加热状况
- 《显示》 + 《4》 显示注样器恒温箱加热状况
- 《显示》 + 《5》 显示辅助 1 恒温箱加热状况
- 《显示》 + 《7》 显示检测器状况
- 《显示》 + 《9》 显示秒表
- 《显示》 + 《•》 显示报警状况

6.1.4 编辑控制键

- 《0-9》数字键
- 《•》小数点键
- 《清除》清除光标处的数据
- 《输入》确定改动后的数据并移动光标

6.1.5 加热控制键

《清除》在显示状态时关闭该加热区的加热，并清除“+”符号

《输入》在显示状态时打开该加热区的加热，并显示“+”符号

6.2 键盘操作

仪器接通电源后，计算机首先进入仪器自检程序，屏幕显示初始状态《如图》5秒后如不操作，自动切换

为上次关机时保留的显示状态画面。

GC9750
FuLiFenXiYiQi

仪器显示采用 16×2 点阵式液晶屏幕显示器，并配有背光以便于光线不足时操作。

为方便操作者熟悉仪器操作，以下介绍用《XX》代表键位，用《XX》+《XX》代表两个键复合，操作时应先按下一个键后按下第二个键进行，多个组合键依此类推，用矩形框表示显示器的显示内容，并在下面简述显示内容。

6.2.1 各加热区的温度设定及过温保护的设定

6.2.1.1 加热已过温保护设定

仪器各加热区都有过温保护功能，仪器的设定初始值为 350°C ，当仪器某一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，温度达到保护温度时，仪器将自动关闭全部加热电源，蜂鸣器报警并显示错误区域的信息，此状态一直保持到故障解决为止。报警以后请不要立即关闭仪器的总电源，应看清报警信息后关闭仪器的总电源，并查找过温加热区域的过温原因，并加以解决，待温度减低以后，再次启动仪器，重新输入设定温度，与保护温度参数，若二次开机后仪器仍处于报警状态，说明仪器电路部分有故障，应进行修理，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以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，一般情况下过温保护温度设定值应高于使用温度值的 $30\text{--}50^{\circ}\text{C}$ 。柱箱过温保护温度设定其最高值不能高于色谱柱固定相最高使用温度的 90% ，以免过温固定相流失污染检测器系统。

仪器在设定使用温度时若显示屏上保留的过温保护温度低于设定温度时，仪器会自动设定高于使用温度 20°C ，以自动加以保护。

6.2.1.2 柱箱温度设定及保护温度设定

若需设定柱箱温度为 150℃且连续开机, [柱箱温度设定范围为室温加 10℃~350℃以 1℃增量任设], 柱箱极限温度 200℃, 其操作顺序如下:

首先按下《柱箱》键

显示

中文意义 (此显示参数为上一次储存参数)

COL	Temp=50.0
Maxin=350	

柱箱	目标温度=50.0 °C
	极限温度=350°C

按《输入》键选择光标到目标温度

依次按下《清除》+《1》+《5》+《0》+《输入》键 [单位°C]

按《输入》键选择光标到极限温度

依次按下《清除》+《2》+《0》+《0》+《输入》键 [单位°C]

显示

中文意义

COL	Temp=150.0
Maxin=200	

柱箱	目标温度=150.0 °C
	极限温度=200°C

柱箱即开始恒温控制状态

查看柱箱温度状态

按下《柱箱》+《显示》

显示

中文意义

COL	Temp=150.0
+	Time=5.0M

柱箱	目前温度=150.0 °C
加热	运行时间=5 分钟

在柱箱显示状态下, 按《输入》键为打开柱箱加热状态, 屏幕显示为“+”, 按《清除》键为关闭加热状态, “+”处无显示, 在显示状态下按面板上的显示键, 可方便地循环检查其它加热区的温度状态, 也可先按需要观察的某一温度设定键, 再按显示键直接进入所要检查的加热区。

6.2.1.3 检测器恒温箱的温度设定

若需设定检测器恒温箱温度为 150℃, (检测器恒温箱设定范围是室温加 20℃~350℃, 以 1℃增量任设), 保护温度设定为 200°C, 其操作方法如下:

首先按下《检测器》键

显示

中文意义

DET Temp=50.0

检测器 温度=50.0℃

Maxin=350

极限温度=350℃

按《输入》键选择光标到目标温度

依次按下《清除》+《1》+《5》+《0》+《输入》键 [单位℃]

按《输入》键选择光标到极限温度

依次按下《清除》+《2》+《0》+《0》+《输入》键 [单位℃]

显示

中文意义

DET Temp=150.0

检测器 目标温度=150.0℃

Maxin=200

极限温度=200℃

检测器恒温箱即开始控温状态

需查看检测器温度状态

按下《检测器》+《显示》

显示

中文意义

DET Temp=150.0

检测器 目标温度=150.0℃

+ Time=5.0M

加热

运行时间=5分钟

在检测器显示状态下，按《输入》键即为打开检测器加热状态，屏幕显示为“+”，按《清除》键为关闭加热状态，屏幕“+”处无显示。

6.2.1.4 注样器恒温箱设定

若需设定注样器恒温箱温度为 150℃（注样器恒温箱设定范围是室温加 10℃～350℃，以 1℃增量任设），保护温度 200℃，其操作方法同《检测器》。

6.2.1.5 辅助 1 恒温箱设定

若需设定辅助 1 恒温箱（常用在毛细管的温度控制）温度为 150℃（辅助 1 恒温箱设定范围是室温加 10℃～350℃，以 1℃增量任设），保护温度 200℃，其操作方法同《检测器》。

6.2.2 参数设定

直接按《参数》键，即可到达相应的检测器参数页面。

6.2.2.1 FID 氢火焰检测器参数设定

按《参数》键

显示	中文意义
FID RANG=1	氢火焰 量程=1

参数范围：灵敏度一次下降一个数级。

量程：1 10 100

6.2.3 秒表功能使用

按《显示》+《9》键，显示秒表功能

显示	中文意义
T: 0:0:00.0	时间=0 秒
60/T= 0	60 除以停表时间

按下《输入》键开始走，再按下《输入》或《清除》键停表

显示秒表的运行时间及 60/T 的结果。

显示	中文意义
T: 0:0:20.0	时间=20 秒
60/T= 3.00	60 除以 20=3

再按《输入》键为连续走表，按《清除》键为清除记录，走表复零，此功能将方便用户使用皂膜流量计时换算分钟流量，如 10ml 刻度流量从计时至停表为 20 秒，则每分钟流量为 $60/20 \times 10 = 3 \times 10 = 30 \text{ml/min}$

6.2.4 显示功能的使用

6.2.4.1 报警状态显示

按《显示》+《•》键，显示报警状态

显示	中文意义
OVEN Alarm × All are OK!	加热报警 代码=0 × 系统正常

具体报警代码见附录

6.2.4.2 加热状态显示

按《显示》+《1》显示柱箱加热状态

按《显示》+《3》显示检测器恒温箱加热状况

按《显示》+《4》显示注样器恒温箱加热状况

按《显示》+《5》 显示辅助 1 恒温箱加热状况

按《显示》+《7》 显示检测器状况

按《显示》+《9》 显示秒表

6.2.5 系统设置

循环按《一》键可设置文件，声音及 LCD 的亮度，对比度等。

6.2.5.1 文件和声音的设置

按《一》键选择到文件和声音

显示

中文意义

Load File=1-
Volume=50

文件=1
报警音量=50

文件有 9 个可设定，修改过的参数都存储在当前文件上，此功能可记录 9 个不同的设定内容，如：设定文件号为 1，先设定 COL=50℃，DET=100℃，INJ=100℃，AUX=100℃及其它参数，则第一个文件保存为以上的设定；再选定文件号为 2，设定 COL=100℃，DET=150℃，INJ=150℃，AUX=150℃及其它参数，则文件 2 保存第二次设定内容，而文件 1 所设定的内容不会改变，依此类推可设定 9 个文件内容，使用时，调用相应的文件号即可得到相应的参数，音量的范围为 0-100 任意设定。

6.2.5.2 LCD 亮度和对比度的设定

按《一》键选择到 LCD 的亮度和对比度界面

显示

中文意义

Bright=50
Cnlrast=20

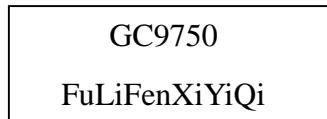
背光
对比度=20

亮度范围 0-100 任意设定，可根据不同的工作环境作适当的调整，对比度 10-40 任意设定。

6.2.6 文件参数的初始化

在使用过程中，若需要清除等某一文件号内保存内容时可由以下操作进行。

在显示状态下按《0》键显示初始画面。



按《9》+《0》清除所有文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《1》清除第1个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《2》清除第2个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《3》清除第3个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《4》清除第4个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《5》清除第5个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《6》清除第6个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《7》清除第7个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《8》清除第8个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数；

按《9》+《9》清除第9个文件号内的设定参数回到仪器初始化的参数。

七、气路

7.1. 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率的氢(氦)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，既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：

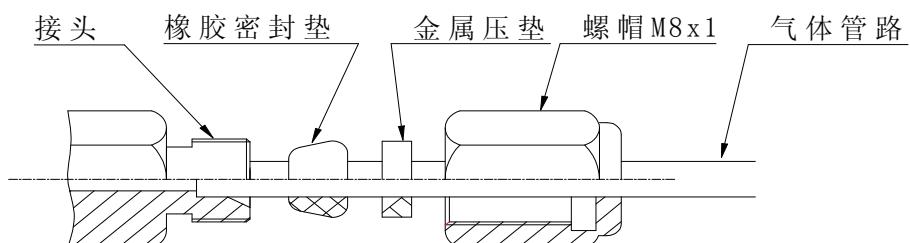
惰性气体(分析中不与样品或固定相发生化学反应)，无腐蚀性、在 200~400℃范围内不分解；

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。

仪器所有气源入口均采用Φ3mm 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 (7-1)。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。



(图 7-1) 密封结构示意图

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7.3主要部件参数介绍。

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。

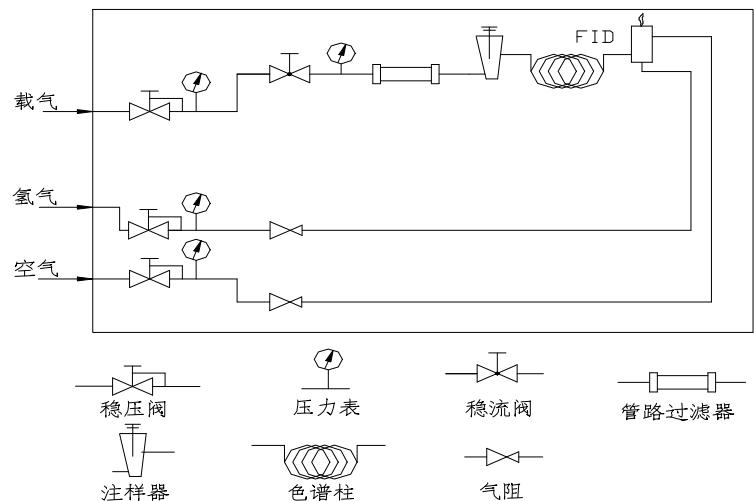
使用钢瓶时装上减压阀以后,必须严格进行检漏测试。站立的钢瓶要有钢瓶架固定。

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。

7.2. 仪器气路流程

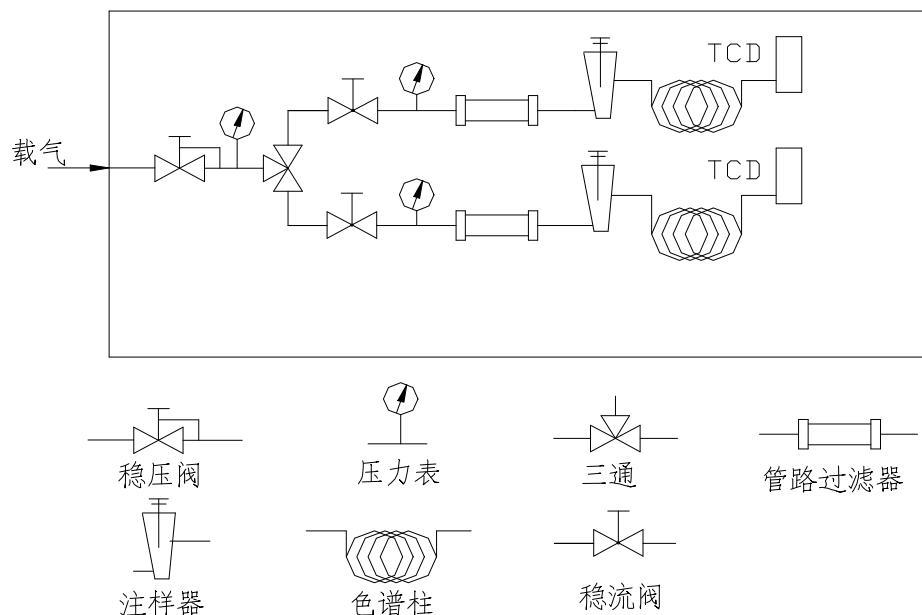
仪器气路内装有稳压阀,稳流阀,针形阀以及其它的管路部件。各调节阀均安装在器路面板上,打开气路箱的门可方便调节各种气体,气路部件的配置取决于检测器系统,用TCD、ECD检测器时,只提供载气流量控制,其它的检测器还需提供氢气,空气流量控制,当增加毛细管注样器,气体进样阀,补充气阀或其它辅助装置时,气路部件作相应的修改。

7.2.1 氢火焰离子化检测器系统的气路流程图



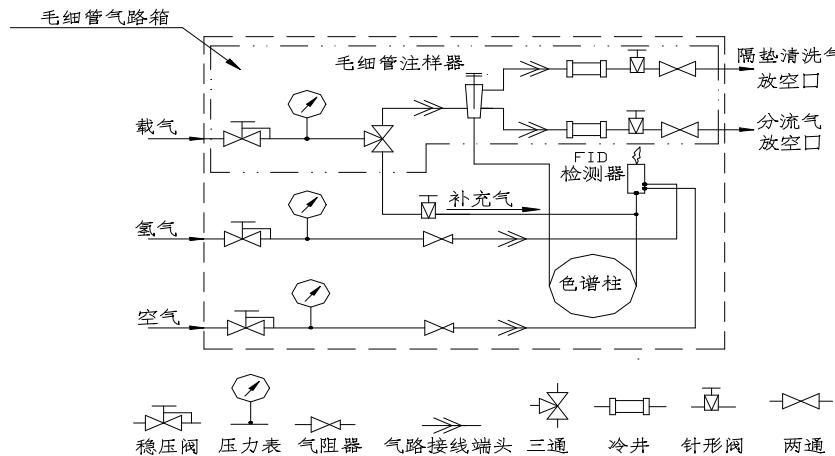
(图 7-2) FID 气路流程图

7.2.2 TCD 气路路程图



(图 7-3) TCD 气路流程图

7.2.3 毛细管气路流程图



(图 7-4) 毛细管气路流程图

7.3 主要部件参数介绍

7.3.1. 稳压阀:

1. 技术参数

最大输入压力: 0.6MPa

最大输出压力: 0.45 MPa

最大输出流量: 750ml/min

2. 使用与维护

稳压阀进气口装有泡沫烧结过滤器，但是通入稳压阀的气体仍要求清洁，无粉尘、机械杂质、油雾等。稳压阀在关闭情况（阀杆逆时针旋转）其出口应无气体流量输出，如有微小流量时，则说明阀件内部脏了，需要进行清洗。但希望用户不要自行拆卸，最好的办法是送回制造厂修理或调换。稳压阀的外观结构见图（7-5）。

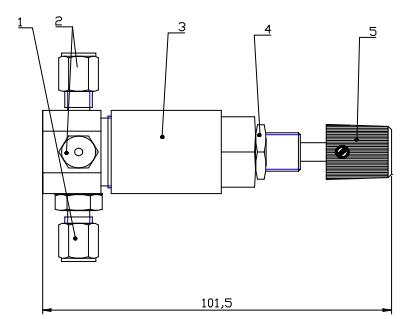
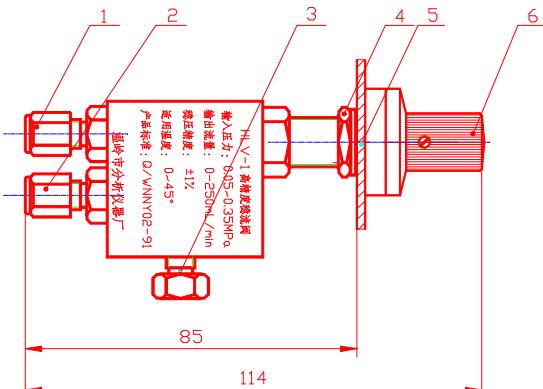


图 (7-5) 稳压阀的外观结构

7.3.2. 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 $\phi 12^{+0.20}_{-0.10}$ |
| 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, 请另行订购。 |
| 5. 面板 | |
| 6. 刻度旋纽; | |

(图 7-6) 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(7-6)。

技术参数

最大输入压力: 0.6MPa

最小压力降: 0.5MPa

最大输出流量: 300ml/min

7.3.3. 针形阀:

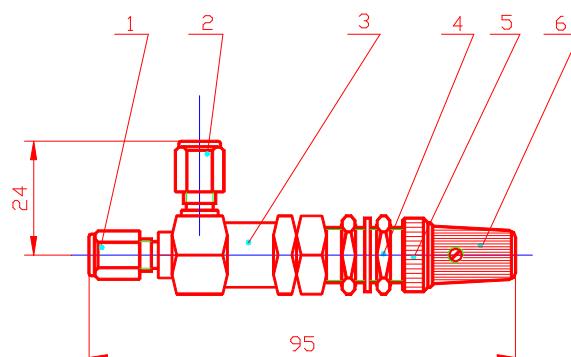
1. 技术参数

最大输入压力: 0.6MPa

最大输出流量: 350ml/min

2. 使用与维护

通入针形阀的气体要求清洁, 无粉尘、机械杂质、油雾等。针形阀在调节时最好不要调节



其中:

说明:

- | | |
|----------|--|
| 1. 进气口 | 1. 面板安装孔 $\phi 12^{+0.20}_{-0.10}$ |
| 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, 请标明使用要求。 |
| 5. 挡圈 | |
| 6. 旋纽; | |

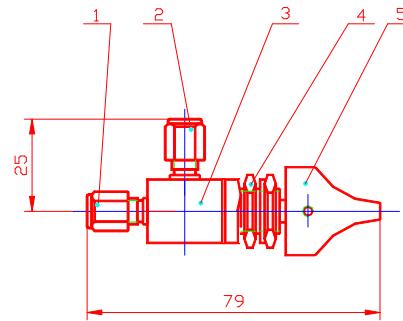
(图 7-7) 针形阀外观结构

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。

7.3.4. 开关阀:

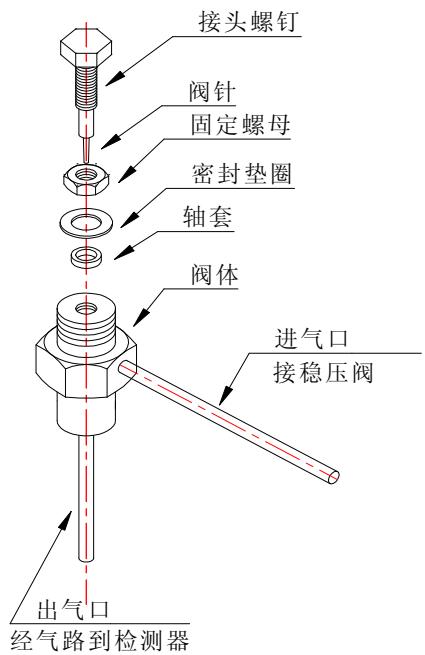
技术参数

最大输入压力: 0.6MPa



其中:

- | | |
|----------|---|
| 1. 进气口 | 说明: |
| 2. 出气口; | 1. 面板安装孔 $\phi 12^{+0.20}$ |
| 3. 阀体 | 2. 进出气接头螺纹 M8X1 |
| 4. 固定螺母; | 3. 适用气路管径 $\phi 2\sim 3mm$ |
| 5. 旋纽; | 4. 气路管径 $>\phi 3mm$ 或采用非标准接头时, 请标明使用要求。 |



(图 7-8) 开关阀外观结构

(图 7-9) 气阻装配结构

7.3.5. 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 (7-9), 额定压力下的气体流量是。

氢气 (H₂) 压力 0.1MPa $30\pm 2\text{ml}/\text{min}$;

空气 (Air) 压力 0.03MPa $300\pm 5\text{ml}/\text{min}$;

7.3.6. 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。因此减压阀的功能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:

1. 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;
2. 输出工作压力范围 0.1~0.6MPa;
3. 最大输出气体流量大于 40m³/h;
4. 输入输出压力表精度 2.5 级;
5. 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%;
6. 输入接头螺纹尺寸 G5/8 英寸。

减压阀选用注意事项:

1. 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;
2. 输出压力一般 0~0.6MPa 即可以, 输出压力越大, 稳压精度越差;
3. 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。

7.3.7. 气体净化

气体净化的主要目的是除去 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, 其结构和使用方法参见 GPI-2 气体净化器使用说明书。

常用净化物质的使用和活化**1. 活性炭:**

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

2. 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 AgNO₃ 检查), 方入烘箱烘烤 6~8 小时后保存待用。使用前在 200°C 下通气活化 2 小时。

3. 分子筛:

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

4. 105 催化剂:

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

5. 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。

6. 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。

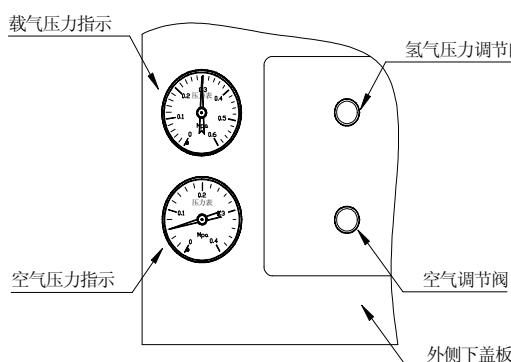
7. 4. 气体流量调节

基型仪器只提供三路气体控制系统即载气、氢气和空气。其气路流程图详见前面气路部份。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。

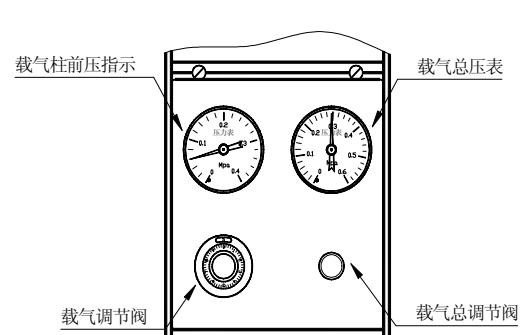
载气气路调节: 调节《总压》使载气压力指示在 0.3MPa; 根据色谱柱使用要求合理地选择气体种类和气体流速, 参照仪器所提供的气体流速曲线调节《载气》确定载气气体流速。(载气气体流速确定后, 柱前压力表将会根据色谱柱的阻力指示相应柱前压力值。若流速调节好以后仪器开始升温, 此时柱前压力表压力指示会随着温度的升高而有一定地调整, 这是稳流阀的工作性质所决定的, 说明稳流阀正常地工作)。

氢气气路调节: 参照气体压力流量曲线调节《氢气》, 使相应压力表压力指示对应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 0.03MPa;(此时气体流速为 300±20ml, 为 FID 检测器常规操作条件)。



外侧下盖板气路控制面板



气路控制面板 (气路箱)

图 (7-10) 气路控制面板——箱体外侧板

图 (7-11) 气路控制面板——气路箱

7. 5. 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 (7-12)。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 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。

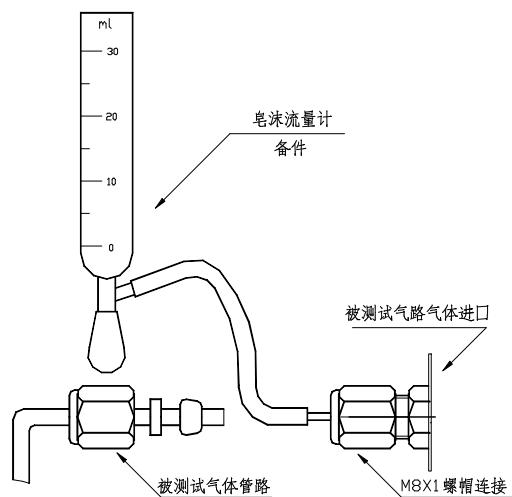


图 (7-12) 流量测量示意图

7. 6. 色谱柱安装

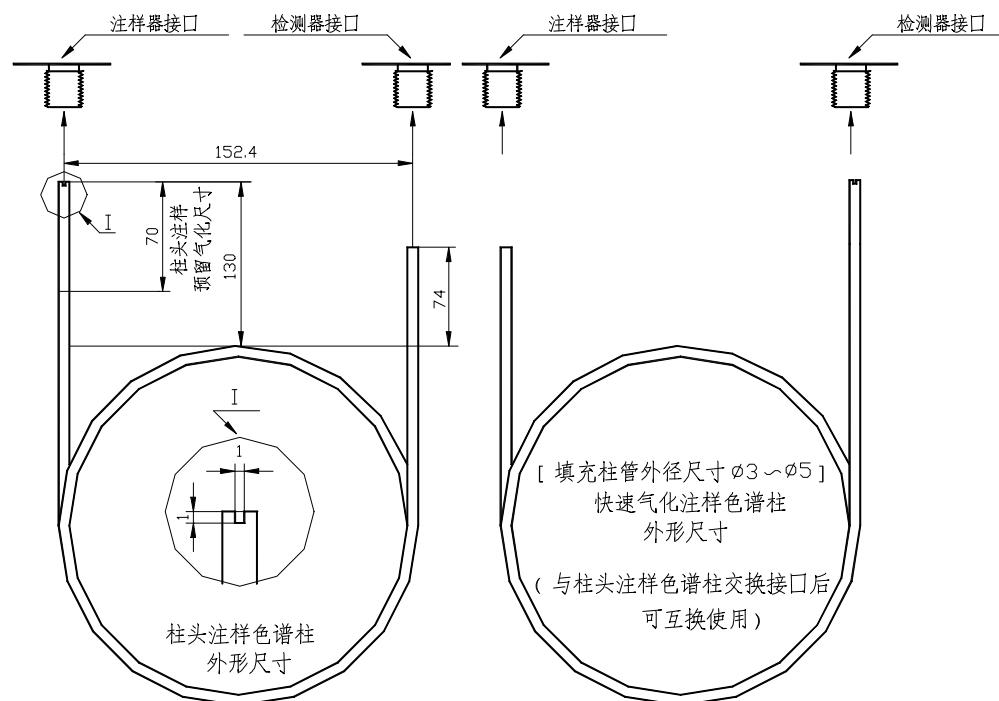
《注意》

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

装柱过程中一定要关掉《电源》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 7-13) 色谱填充柱外观尺寸

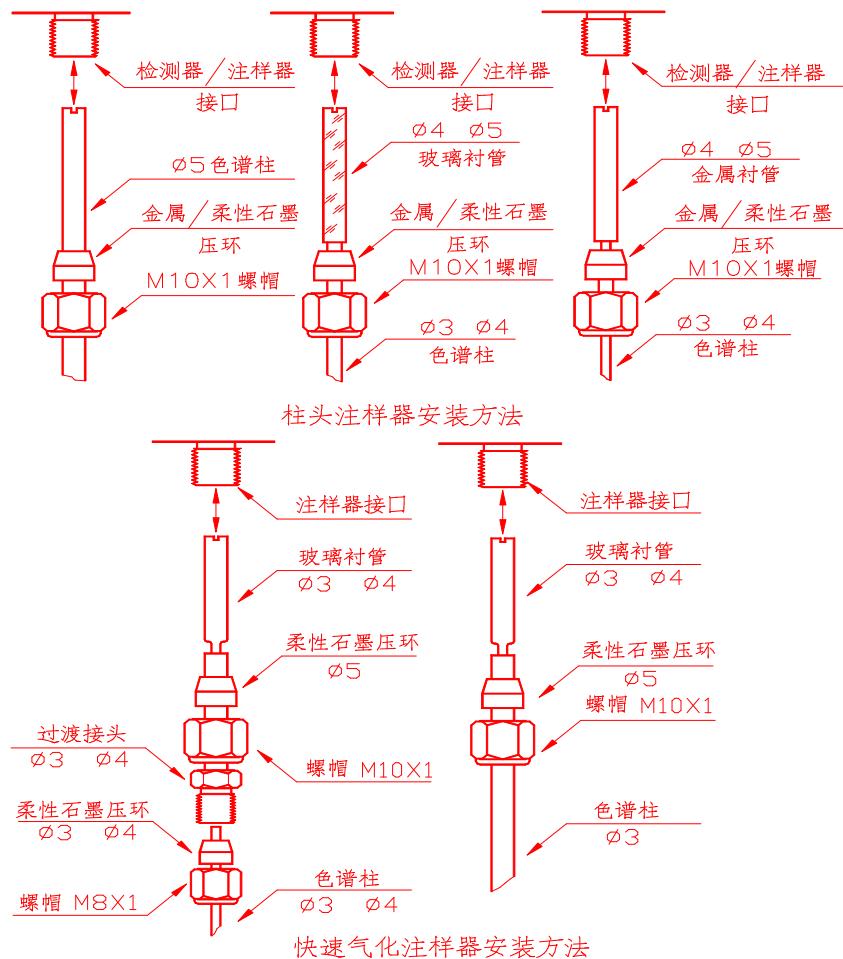
在气相色谱中, 样品的分离过程是在色谱柱中进行的。因此, 色谱柱的填充质量和柱效率对仪器来讲是十分关键的。色谱柱的分离效能主要取决于柱中固定相的选择和填充工艺。同时色谱柱的种类, 柱管的材料、形状、尺寸、安装、密封、活化处理都对样品的分离检测有很大的影响。

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, 色谱柱的外观及柱开口尺寸见图 (7-13)。色谱柱的密封结构及安装方法见图 (7-14)。连接检测器、色谱柱、注样器的接头为 M10×1 公制螺纹。

安装色谱柱的顺序如下:

关闭仪器左侧板底部的《电源》开关;

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;



(图 7-14) 填充色谱柱插件安装

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。

八. 注 样 器

GC9750 气相色谱仪可选配单填充柱进样系统和毛细管进样系统，具体的配置根据用户的需求而定，填充柱可选配柱头进样，快速汽化进样和气体阀进样，其它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：装夹在注样器箱内。

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：室温加 20℃~350℃以 1℃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 结构和安装

仪器填充柱注样系统配置单个注样器，注样器的设计保证了仪器垂直进样方式，注样器在使用中除消耗品进样垫需经常更换以外(在经多次注样以后，针孔扩大产生漏气现象时更换)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]。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七章[图 7-5]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卡滞而不能旋转。

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，即可恢复使用。

九. FID 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)的基本工作原理、基本特点、应用范围、气体流量调节,安装操作及验收方法等。FID 检测器装配在仪器检测器的恒温箱内, FID 的控制部件分安装在仪器气路箱的中间部位, 检测器基本结构请参照图 (9—1), 电控部分见图 (9—2)。

气体流量的调节和控制设定方法请参照第 7.4 节气路调节部分。

9. 1. 1 FID 检测器的主要技术指标

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 10^6

检测限: 不大于 2×10^{-12} g/s

噪声: 不大于 2×10^{-13} A) (0.02mv)

漂移: 不大于 4×10^{-12} A/h (0.4mv/h)

9. 1. 2 FID 放大器的技术参数

量程设定: 1—— 1×10^{-12} A/mV;

2—— 1×10^{-11} A/mV;

3—— 1×10^{-10} A/mV; (对所有量程的线性为±5%)

极化电压: 180±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, 输入记录仪。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。

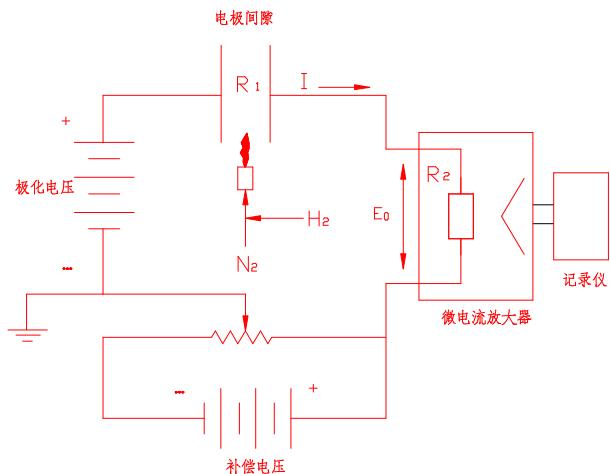


图 (9-3) 检测器工作原理示意图

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。采用非金属喷咀结构,其化学惰性好。喷咀直径 0.5mm,在喷咀上端的喷口处,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。

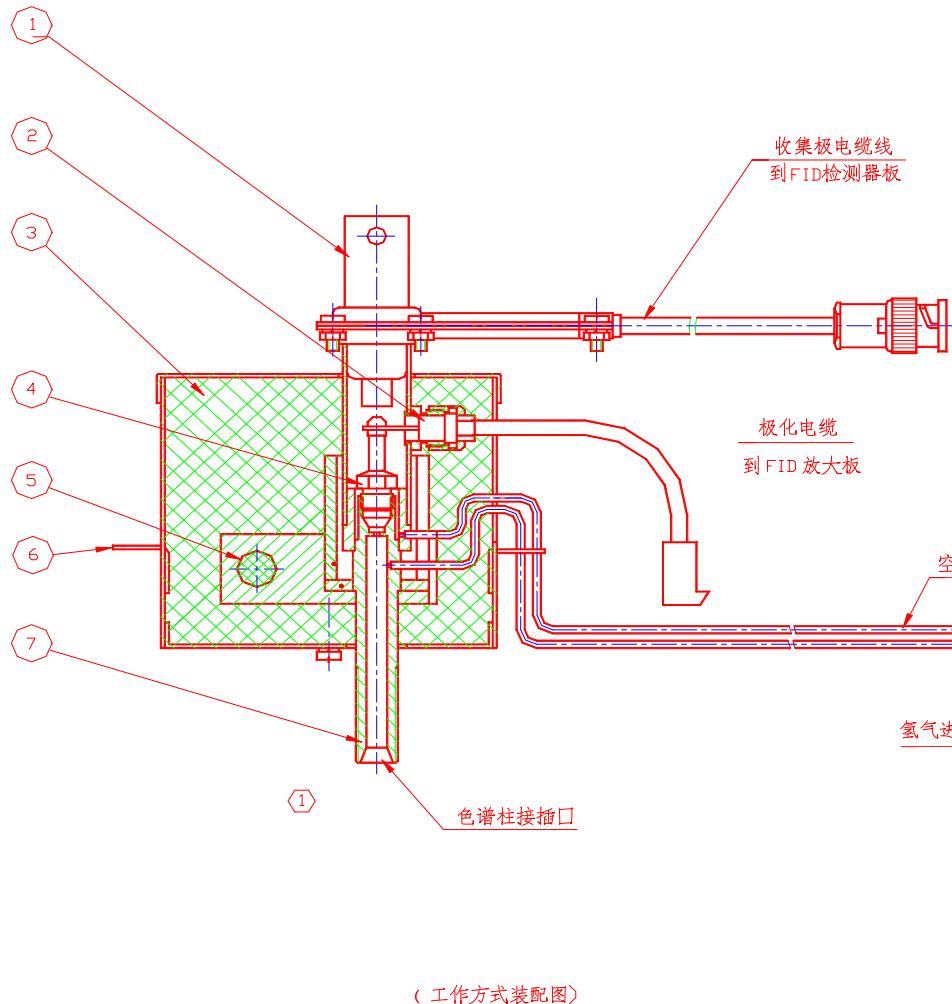
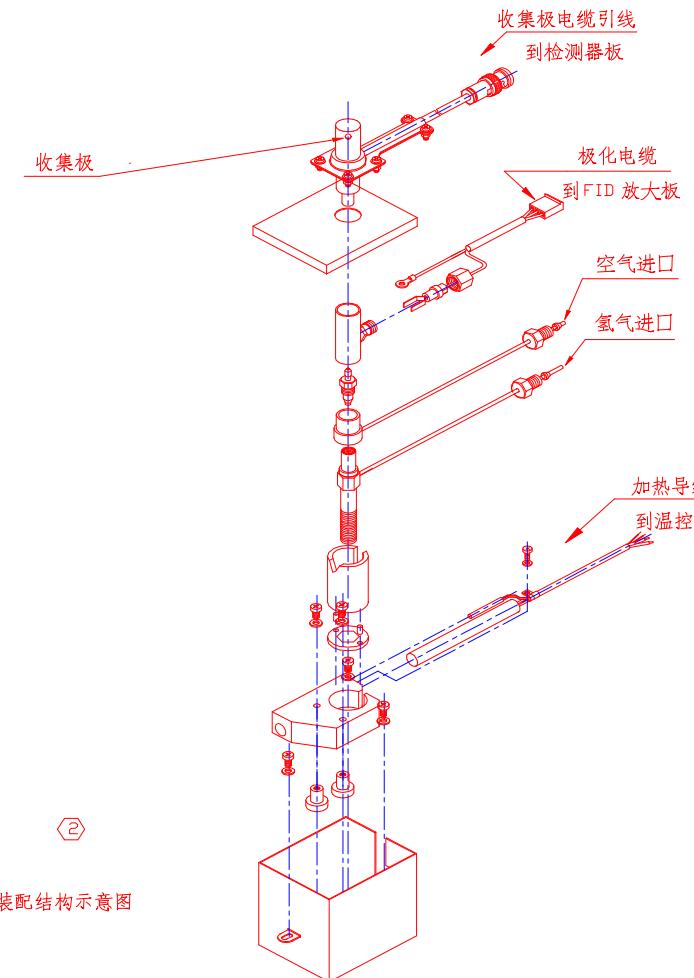
检测器筒体容积的设计保证了气体燃烧的高效率。载气和氢气是在喷咀的内部混合,而助燃气体是从喷咀的周围进入燃烧室。这样就有利于气体的充分混合,为高效率的燃烧和不易灭火创造了充分的条件。检测后的气体经放空口放空,气体放空的同时对检测器筒体又可起到清洗的作用,加强了检测器抵抗污染的能力。

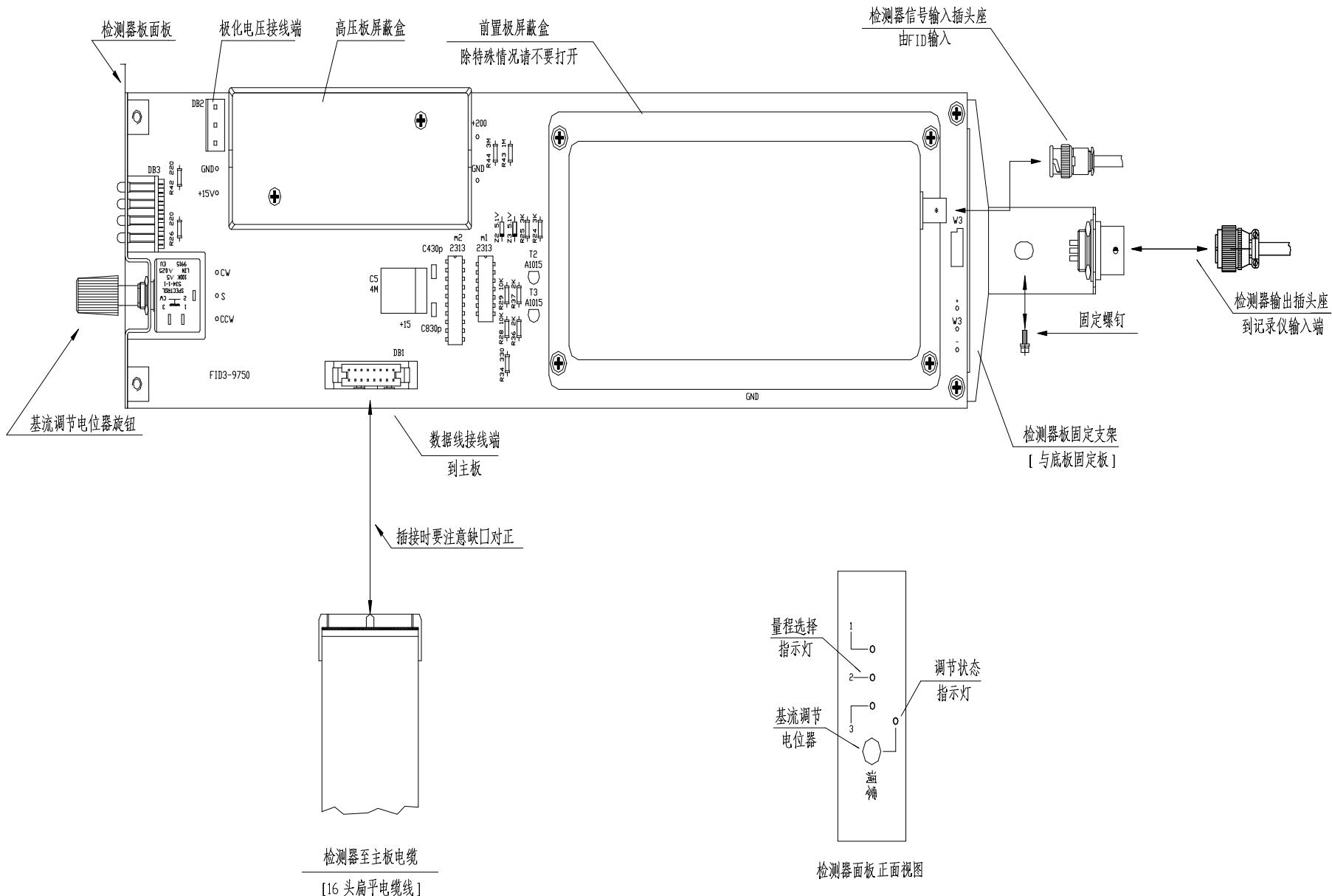
检测器的设计保证了色谱柱的垂直安装。喷咀与色谱柱之间的连接只有直径 1.5mm、长度 2mm 的不锈钢裸露面,在与玻璃填充柱组成分析系统时,可有效地降低金属表面对样品的吸附作用。

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

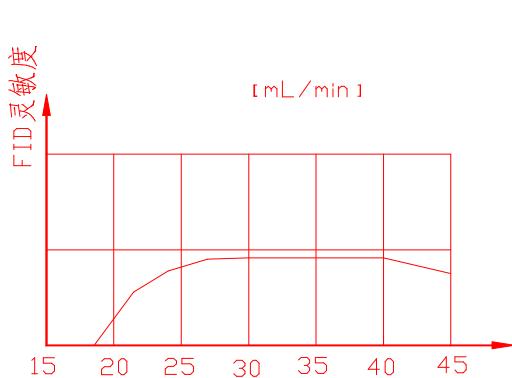
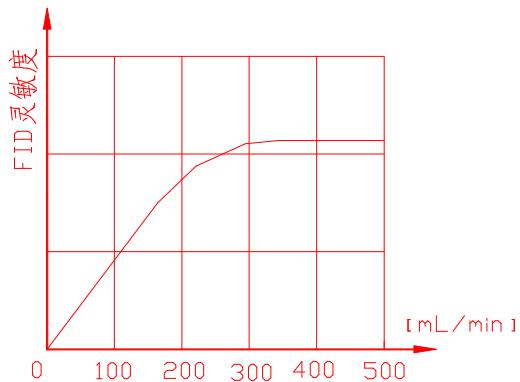
载气的最佳流速是根据色谱柱最佳分离条件所决定的，氢气的最佳流速应根据载气而合理地选择，通常两种气体的配比在 1:1~2:1 之间。氢气与灵敏度的关系见图(9-4)。氢气的最佳流速可通过一定试验的方法进行确定。即微量的调节氢气流速后，由注样器注入一次定量的样品，经过反复的调节，比较检测器的信噪比来实现。也可以通过氢气和基流的关系来选择。仪器工作过程中，载气中总有一定量的有机物和固定相的微量流失，这些物质在最佳的氢气流速下，必然也要显示最大的基流，由此，便可选择最佳的氢气气体流速。

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：

1. 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。
2. 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。
3. 启动仪器：打开电源开关、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。
4. 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

《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

1. 载气流量: $30 \pm 5 \text{ml/min}$;
2. 氢气流量: $30 \pm 5 \text{ml/min}$;
3. 空气流量: $300 \pm 30 \text{ml/min}$;
4. 柱箱温度: 140°C ;
5. 注样器温度: 200°C ;

-
6. 检测器温度: 220℃;
 7. 量程: $1 \times 10^{-11} \text{A}/\text{mV}$;
 8. 测试柱: 外径 3mm, 内径 2mm, 长度 600mm, 固定相 OV—101 重量比 5%, 担体 ChromG. H. P 目数 100~120 目;
 9. 记录仪: 1mV(满量程);
 10. 纸速: 25mm/h;

启动仪器后点火, 待仪器温度稳定后(如仪器长期没有启动, 或更换了色谱柱进样垫等附件, 应进行烘烤, 或按色谱柱的活化条件进行活化)。仪器稳定后连续运行 2 小时, 并记录基线。其任取 30 分钟基线, 检测器的噪声和漂移应符合要求。

9.7.2 检测限试验

操作条件

1. 量程: 1 挡 ($1 \times 10^{-11} \text{A}/\text{mV}$);
2. 测试样品: 异辛烷中含 C_{14} 、 C_{15} 、 C_{16} 正构烷烃各 300ng/u1 样品。

其余操作条件同 9.7.1。

待仪器稳定性合格后, 注入 $1 \mu\text{l}$ 测试样品, 在积分仪上绘出色谱图, 并连续进样六次取 C_{16} 的峰面积代入公式进行计算。

检测限计算公式

$$D_{\text{FID}} = \frac{2NW}{A}$$

式中: D_{FID} —FID 检测限 (g/s);

N —基线噪声 (A);

W —正十六烷进样量 (g);

A —正十六烷峰面积的算术平均值 (A · s)。

十. 仪器的维护保养及常见故障处理

使用与维护:

1. 每次开机以前, 需要检查气路系统的密封性能, 以防止漏气事故产生;
2. 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;
3. 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;
4. 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;
5. 仪器检测器输出信号端不准接地, 否则将烧毁元器件;
6. 仪器电源要有良好的接地线, 禁止将地线接在自来水管上;
7. 仪器放置不用时, 应将稳压阀调节到松弛状态(逆时针旋转), 以防止弹性元件失效;
8. 仪器长期放置不用时, 要保持仪器定期给予通电;
9. 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:

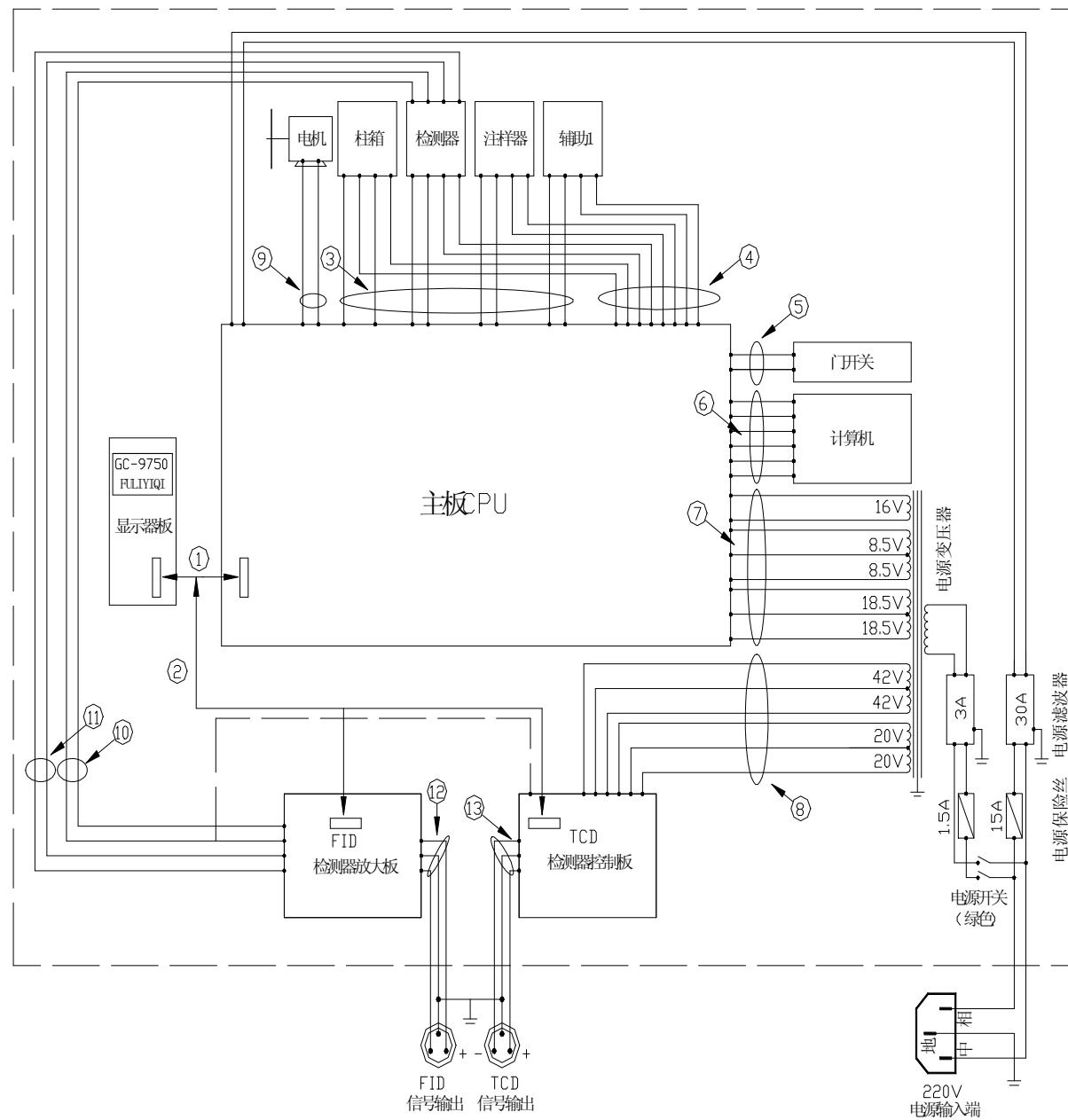
序号	现象	可能原因	故障排除
1	仪器不能启动	a. 供电电源不通; b. 仪器保险丝烧断。	a. 检查电源故障原因; b. 更换新的保险丝。
2	仪器不能升温且报警	a. “加热”开关未打开; b. 加热保险丝烧断。	a. 打开“加热”开关; b. 更换新的保险丝。
3	仪器个别加热区不能升温且报警	a. 加热丝(棒)断路; b. 测温铂电阻断路; c. 控温电路故障。	a. 检查、更换; b. 检查、更换; c. 检修或更换控温线路板。
4	检测器高温灵敏操作噪声大	a. 使用的气体纯度底; b. 检测器零件被污染。	a. 更换纯度高的气体; b. 清洗检测器。
5	检测器基线不稳定。	a. 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。

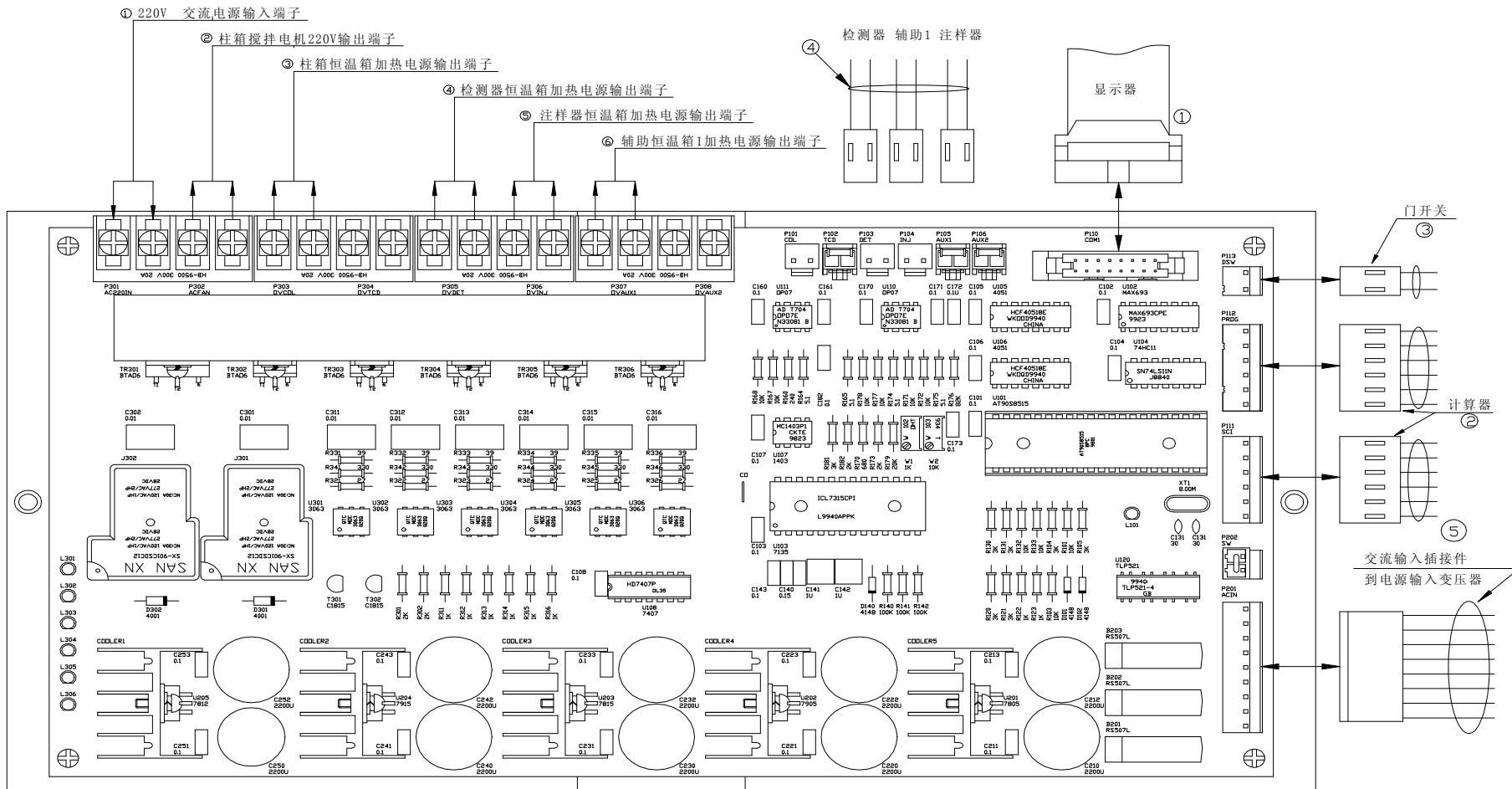
6	检测器响应小、或没有响应。	a. 检测器灭火; b. 气体配比不当; c. 色谱柱阻力太大, 载气不通。 d. 火焰喷嘴有异物堵住。	a. 重新点火; b. 重新调整气体比例; c. 更换色谱柱。 d. 疏通或更换喷嘴。
7	检测器不能点火	a. 空气流量太大; b. 氢气流量太小; c. 点火枪电源不足无放电现象; d. 气路不通。	a. 适当降低空气流量; b. 适当加大氢气流量; c. 更换点火枪电池; d. 疏通气路。
8	峰形变宽	a. 载气流量小; b. 柱温低; c. 注样器、检测器温度低; d. 系统死体积大。	a. 适当增加载气流量; b. 适当提高柱温; c. 适当提高温度; 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A 仪器供电配置图

电缆线序号与连接

- ① CPU —— 显示板 (16线扁平电缆)
- ② CPU —— FID板(TCD板)
- ③ CPU —— 加热区(加热电源线)
- ④ CPU —— 加热区(铂电阻)
- ⑤ CPU —— 门开关
- ⑥ CPU —— 计算机
- ⑦ 变压器 —— CPU
- ⑧ 变压器 —— TCD板
- ⑨ CPU —— 柱箱电机
- ⑩ FID板 —— 检测器高电位线
- TCD板 —— 检测器电源线
- ⑪ 检测器 —— FID信号线
- ⑫ FID信号输出
- ⑬ TCD信号输出





① 主板 —— 显示器板【数据线16线电缆】

② 主板 —— 外接计算机【调校线】

③ 主板 —— 门开关【控制线20捆扎线】

④ 主板 —— 铂电阻【信号线 捆扎电缆】

⑤ 主板 —— 电源(8线接插件)

附录B:GC9750-主板线路安装图

GC9750 自检报警代码

1. 报警代码: 0
报警显示: "OVEN Alarm=0" "All are OK!",
报警原因: 无
解决办法: 系统正常
2. 报警代码: 1
报警显示: "OVEN Alarm=1" "Temp very low!",
报警原因: 检测到温度低于-10 度。
解决办法: 检查铂电阻有无短路。
3. 报警代码: 2
报警显示: "OVEN Alarm=2" "Temp very high!",
报警原因: 检测到温度高于 410 度。
解决办法: 检查铂电阻有无开路。
4. 报警代码: 3
报警显示: "OVEN Alarm=3" "Temp high!",
报警原因: 检测到温度高于设定的最高工作温度。
解决办法: 正确设置工作温度和最高温度。
5. 报警代码: 4
报警显示: "OVEN Alarm=4" "Heat Failed!",
报警原因: 炉子全功率加热, 但温度未上升。
解决办法: 检查加热开关, 检查铂电阻和加热是否配对。
6. 报警代码: 5
报警显示: "OVEN Alarm=5" "Unexpected heat",
报警原因: 炉子未加热, 但温度在上升。
解决办法: 检查铂电阻和加热是否配对。
7. 报警代码: 6
报警显示: "COL Alarm=6" "Door opening!",
报警原因: 柱箱门打开。
解决办法: 关闭柱箱门。
8. 报警代码: 7
报警显示: "OVEN Alarm=7" "Connect Failed!",
报警原因: 与温控主板通讯连接失败。
解决办法: 检查通讯电缆。

注: OVEN 在报警时显示为以下内容:

COL	柱箱	DET	检测器炉	INJ	进样器炉
AUX1	辅助炉				

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 GC9750 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分，（其它类型的检测器或注样机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加以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. 仪器更换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。仪器电源引线绝缘若发生破损应及时更换，以免发生电源短路事故。
4. 仪器更换电源接线位置时要检查供电电网的电压值、极性、功率等，只有证明其符合要求时方可以接入仪器。

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，若需要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，减压阀和气路部分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。

