

GC-8810 气相色谱仪

# 使用说明书

上海纳析仪器有限公司

# 安全警告

1. 使用前，请仔细阅读本说明书，并严格遵守本说明书所规定的操作步骤、注意事项；
2. 请勿自行拆卸仪器，为了安全，请找合格的专业人员来服务；
3. 更换保险丝及拆装仪器时，应先拔掉电源插头；
4. 为了人身安全，确保仪器有可靠的接地线，电源除了一根相线及一根中线外，必须有一根专用地线。地线不能和中线共用一根线作为地线；
5. 仪器运行时，汽化室、检测室等部位温度较高，请勿触动，注意烫伤；
6. 如使用高压钢瓶做气源，应严格遵循气瓶的运输、储存、管理和安全使用规则；
7. 当使用氢气作载气或 FID 燃气时，要注意氢气可能会流入柱箱引起爆炸危险，所以安装完色谱柱后，对所有接头处进行检漏，再通电操作。
8. 使用 ECD 时，放空口应连接至室外通风处，并设立放射性标签。本说明书中的内容如有变动，恕不另行通知，由于技术进步造成的仪器改造及升级，包括仪器操作上的一般改动厂家不再另行书面通知。

# 目 录

- 第一章 概述
- 第二章 整机结构及安装
- 第三章 触摸屏操作
- 第四章 毛细管柱的安装及操作
- 第五章 热导池检测器的操作及注意事项
- 第六章 氢火焰检测器的操作及注意事项
- 第七章 电子捕获检测器的操作及注意事项
- 第八章 火焰光度检测器的操作及注意事项
- 第九章 氮磷检测器的操作及注意事项

# 第一章 概 述

## 一、概述

GC-8810 型气相色谱仪，是由计算机控制的多功能实验室用分析仪器，具有热导、氢火焰离子化、电子捕获、火焰光度、氮磷五种检测器可选配安装。可配填充柱及毛细管色谱柱。仪器可进行恒温及 9 阶程序升温操作。

具有温度超温报警功能，当任一路温度超过设定温度 16 度以上并有继续上升趋势时，显示屏上有文字提示并有声响报警。仪器具有自动点火功能，并提供四路时间控制，可满足复杂分析应用，仪器采用大屏幕彩色触摸屏设计，界面友好，利于操作，使用非常方便。

GC-8810 型气相色谱仪结构合理，性能稳定可靠、操作简单、维修方便。可广泛应用于石油、化工、农药、医药卫生、商品检验、环境保护、高等院校等生产及科研部门。

## 二、工作条件 本仪器件：

- 1、环境温度：5-35℃；
- 2、相对湿度：低于 85%；
- 3、周围无强电磁场干扰，无腐蚀性气体，无强烈振动，空气无大的对流存在；
- 4、供电电源：220V±22V；50±1Hz 配电功率不小于 3KW。

## 三、技术性能：

### 1、气路阀控制

- 具有恒流、恒压、分流、不分流四种控制模式
- 总流量控制范围 0~200ml/min

- 压力控制范围 0~500KPa
- 载气及辅助气可选择 N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, He, Ar 等惰性气体。

## 2、温度控制

### (1) 色谱柱室温度:

- 控制范围: 室温+3℃-450℃
- 温度稳定性: 优于 0.2%
- 温度梯度: 柱有效区内不大于 2%
- 设定温度与实际温度之间偏差不大于 ±2%
- 程升阶数: 9 阶
- 升温速率: 0.1-40℃/min, 以 0.1℃/min 为间隔
- 降温速率: 柱室从 300℃降至 60℃不大于 7 分钟
- 程序升温的重复性不大于 1%
- 初温及终温时间: 0.1-256min。

### (2) 汽化室、检测室温度

- 控温精度: ±0.1℃ (室温+10℃至 200℃以内)  
±0.2℃ (200±℃以上)
- 设定温度与指示温度之间偏差不大于 1℃
- 控温范围: 室温+6℃-450℃。

### (3) 超温报警

当任一路温度超过设定温度 16 度以上并有继续上升趋势时, 显示屏上有文字提示并有声响报警。

## 3、热导池检测器

- (1) 灵敏度:  $S \geq 6000 \text{mV} \cdot \text{ml/mg}$  (苯/甲苯)

基线噪声：  $\leq 20 \mu V$

基线漂移：  $\leq 150 \mu v/30 \text{min}$

线性范围：  $\geq 10^4$

(2) 热导桥路具有断气保护功能，意外断气时保护热导钨丝不受损坏。

#### 4、氢火焰离子化检测器

最小检测限：  $Mt \leq 2 \times 10^{-12} \text{g/s}$  (正十六烷)

基线噪声：  $Rn \leq 2 \times 10^{-14} \text{A}$  (0.02mv)

基线漂移：  $Rd \leq 1.5 \times 10^{-13} \text{A}/30 \text{min}$  (0.15mv/0.5h)

线性范围：  $\geq 10^7$

#### 5、电子捕获检测器

检测限：  $\leq 3 \times 10^{-14} \text{g/ml}$  ( $\gamma$ -666)

基线噪声：  $\leq 20 \mu v$

基线漂移：  $\leq 150 \mu v/30 \text{min}$

线性范围：  $\geq 10^4$

放射源 Ni63

#### 6、火焰光度检测器

检测限： (S)  $\leq 1 \times 10^{-12} \text{g/s}$

(P)  $\leq 1 \times 10^{-12} \text{g/s}$  (甲基对硫磷-无水乙醇溶液)

基线噪声：  $\leq 40 \mu v$

基线漂移：  $\leq 150 \mu v/30 \text{min}$

线性范围：  $\geq 10^3$

## 7、氮磷检测器

检测限： $Mt \leq 5 \times 10^{-13} \text{g/s}$ （马拉硫磷）

$\leq 7 \times 10^{-13} \text{g/s}$ （偶氮苯）

基线噪声： $Rn \leq 4 \times 10^{-13} \text{A}$

基线漂移： $Rd \leq 2 \times 10^{-12} \text{A/30min}$

线性范围： $\geq 10^5$

## 8、仪器尺寸及重置

(1) 主机尺寸： $580 \times 490 \times 490$ （单位 mm，长×宽×高）

(2) 柱箱内尺寸：长 250×宽 260×高 250（mm）

(2) 重置：约 65kg

### 四、安装前的准备工作

#### 作 1、安装前准备

(1) 工作室及工作台：工作室周围不应有易燃、易爆的气体及强大的电磁场和电火花干扰，准备好能承受整套仪器的工作台，在仪器后面留有适当间隙，以便连接气路及检修。

(2) 电源：仪器用 220V、50Hz 二相交流电源，电源的输入线路的承受功率，必须大于仪器的消耗功率，电源接线板应接触可靠，电源电压波动较大时，要用 5KV 左右的调压器，否则仪器性能不能保证。

(3) 地线：为保证仪器及人身安全，仪器必须和大地可靠相连，埋设地线建议用铜网或铜板埋入一米深以下的湿土中，不允许用电源中线代替地线，不允许用自来水管或暖气片代替地线。

(4) 气源及气路管道：须用高纯惰性气体和纯净空气，空气如用发生器或空压机应注意出口除水及过滤，本仪器对三种气源的压力要求为：**载气0.4MPa，氢气：0.3MPa，空气0.4MPa。**

当使用电子捕获检测器时，必用99.999%以上的高纯氮气。安装时注意以下几点：

\*先参阅有关高压钢瓶的资料，按要求操作，装好气表。

\*气瓶应放置牢靠，周围严防火源和电火花存在。

(5) 电子捕获检测器使用 $\text{Ni}^{63}$ 放射源，要在检测器的排出口装上排气管，使气

体排出室外，同时贴一标签注明有放射性同位素排出（排出口最好高出房顶）。

2、开箱检查，按装箱单清点仪器的附件。

## 第二章 整机结构及安装

### 一、 整机结构

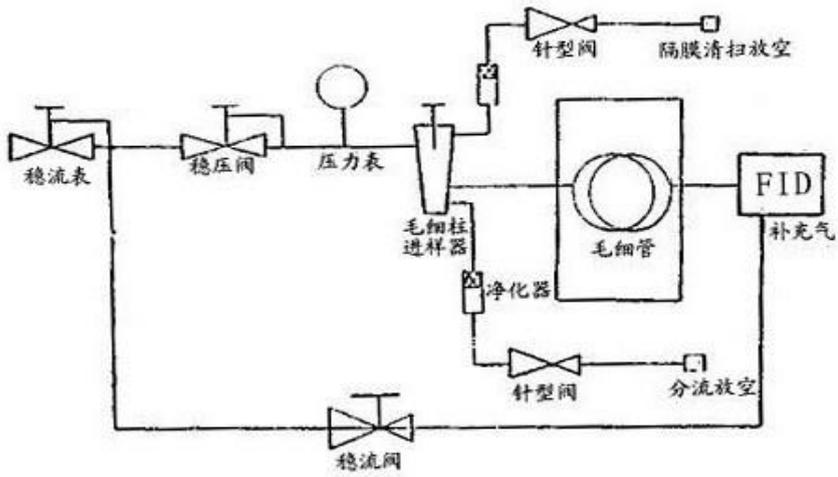
GC-8810 型气相色谱仪采用二箱结构设计，左边部分为炉膛及检测器，右边部分为电气机箱，内含电气控制线路及气路部件（主要包括毛细管分流/不分流进样器及辅助气的控制部分）。

1、气路部分： 接成填充柱时，气路流程见图一，载气由稳流阀调节，压力表指示，内部稳压阀出厂时已定值完毕，一般不要调节此阀。 接成毛细管柱时，气路载气流程见图二。 载气由稳压阀调节，用压力表显示毛细管柱柱头压，通过测试可以方便得知毛细管柱的柱后流量。分流和隔膜清扫气分别由针型阀调节，这二个流量可在面板前非常容易测得，检测器补充气由稳流阀调节。

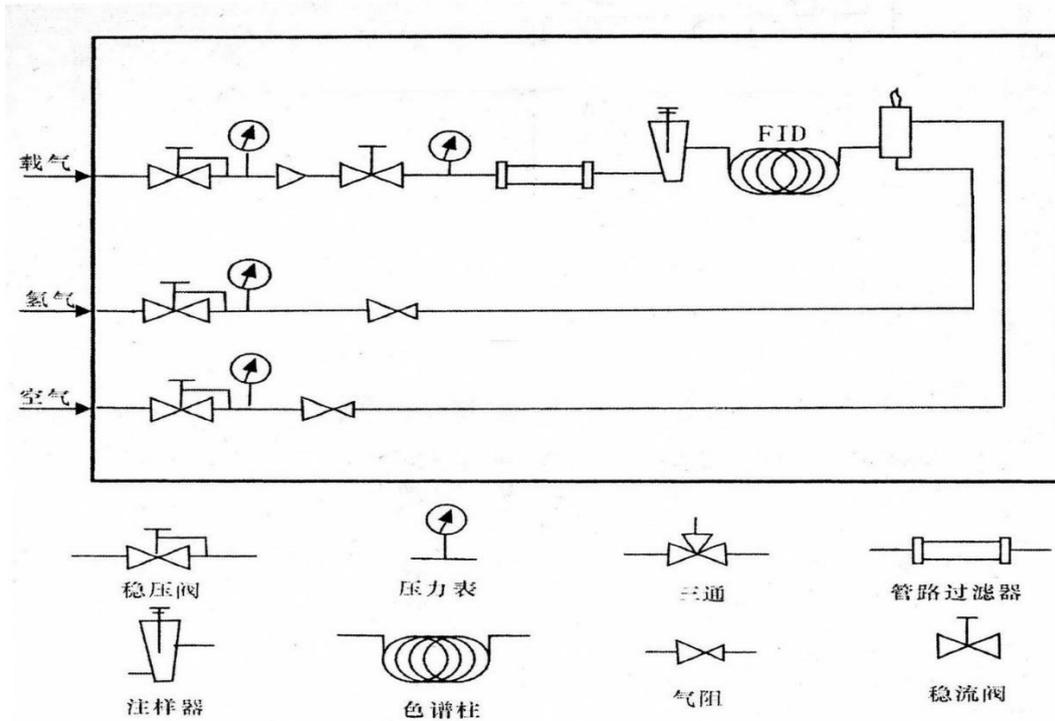
2、氢气、空气完全相同，不过气体种类不同、流量不同、气阻不同。

3、氮气总稳压阀用于外气路气体入口稳压，用手动调节，在仪器调试时，将输出压力调至 300KPa 固定下来，就不必再调节。这个 300KPa 的稳定压力既保证了载气输入压力的稳定，也保证了尾吹气流量的稳定。

4、氢气、空气都是使用了稳流阀或稳压阀+气阻模式，所以这二种气体的流量也是很稳定的。



图二 气路流程图 (毛细管柱状态)



气路流程

a. 柱室

柱室由风扇、电炉丝、感温铂电阻、不锈钢室体、后开门降温装置等构成，上按炉门按钮（在炉门右下方）可打开柱室。

b. 汽化室 位于柱室上方左前部，可同时安装填充柱汽化室和分流（不分流）毛细柱汽化室。

c. 检测器 柱室上方右部可安装氢火焰检测器，电子捕获检测器、氮磷检测器、火焰光度检测器（一般不会同时安装），柱室的上方的右后部可同时安装热导池检测器。

### 三、整机安装

1、开箱检查：对照附件单检查，如有不一致应和厂家联系。

2、仪器安装：仪器应放置在牢固无振动的工作台上，工作台后面应留有足够空间，以便气路安装、仪器维修。

电源应能承受 3KW 以上功率，主机配电最好单独配置，和氢气发生器、空气发生器及计算机分开，以减少相互干扰。

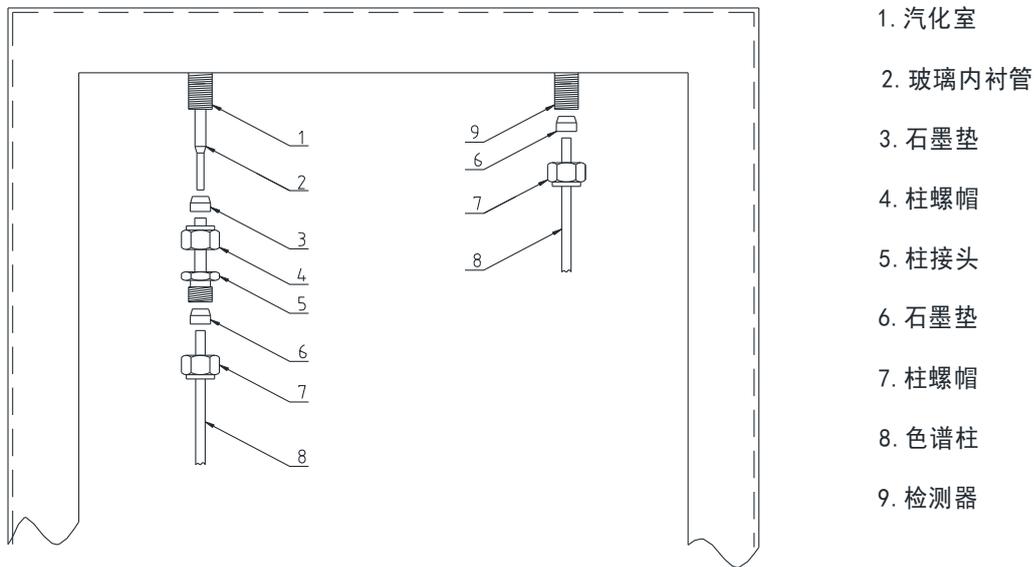
3、用万用表兆欧档测量仪器绝缘，测量主机电源对机壳绝缘，应大于 20MΩ。

4、所用气源应符合下表

检测器	气 源	入口压力	纯 度
TCD	H <sub>2</sub>	0. 2MPa	99. 995%以上
FID	H <sub>2</sub>	0. 3MPa	99. 995%以上
	N <sub>2</sub>	0. 4MPa	99. 995%以上
	AIR	0. 4MPa	无灰尘、水份、油雾及其它干扰物质
ECD	N <sub>2</sub>	0. 4MPa	99. 999%以上 O <sub>2</sub> <1ppm

## 5、色谱柱安装

### (1) 不锈钢色谱柱安装（参见下图）



仪器的汽化室接口 ①、检测器接口 ⑨（色谱柱的入口及出口）位于柱恒温箱顶部，色谱柱密封结构及安装方法见图一所示。

先将玻璃内衬管 ② 放入过渡接头护套中，放上石墨垫 ③，将过渡接头紧固在室体 ① 上，再用二个扳手，一个扳手固定过渡接头 ⑤，一个扳手将柱螺帽 ⑦ 紧在过渡接头上。此时，石墨垫 ⑥ 将接头与柱子紧紧密封，需要清洗内衬管时，可拆下柱接头清洗。

(2) 玻璃填充柱安装 将图一过渡接头以上部分拿掉，在玻璃柱上套上石墨垫及柱螺帽，将柱子插入进样器及检测器顶部，旋紧螺帽即可。

(3) 毛细管柱安装方法见第四章。 6、净化器的安装

EPC/AFC 控制的气路系统要求气源洁净，否则易损坏比例阀等器件，所以要

安装净化器。

净化器内装 5A 分子筛，在接入气路之前，要逐个试漏，在保证不漏气时，将净化器出口放空约 30 秒左右，目的是防止分子筛的细粉末吹入气路而影响仪器性能，若有粉末吹出，应重新将净化器出口堵好。

长期使用，若发现失效，应及时处理。其处理方法：将 5A 分子筛从净化器中取出，放入干净的马夫炉内，在 420℃ 高温下活化 24 小时，然后降至 50℃ 左右，迅速装入净化器中，试漏后再接入仪器。

7、气路安装 将装好减压阀的钢瓶接上净化器，用气路管连接到仪器的进气接头上，连接后用肥皂水试漏，保证密封不漏气。使用氢气时，一定要杜绝外界火种，室内保持通风。注意：仪器与气源相连时，最好使用紫铜管或不锈钢管，若这段管路未清洗，应用丙酮冲洗管路内壁，后用无水乙醇脱干，或通入约 20ml/min 氮气用酒精喷灯逐处烧干。如使用四氟管由于易老化出现漏气，应经常检查、维护。

当使用高压钢瓶时，每个钢瓶必须配一个减压阀，以将高压气体减至所需压力值，氧气减压阀入口 0-25MPa，出口 0-2.5MPa，可以做为 N<sub>2</sub> 及空气钢瓶减压阀用，H<sub>2</sub> 则要必须用氢气减压阀，阀上有两只压力表头，一只指示高压钢瓶内部的压力，一只指示的是减压阀出口的压力。当钢瓶内部的压力还有 1MPa 左右时，需要重新灌气了。

由于钢瓶内部压力大，使用时一定要注意安全。必须严格遵守钢瓶的使用规则。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，以保护气瓶输出接嘴不受碰撞及冲击。站立的钢瓶要有钢瓶架或用带固定，气瓶还应远离火种、热源、避免雨淋、暴晒等。

8、连接地线 用配件中地线，将仪器主机接地柱和接地线牢固连接。

## 第三章 触摸屏

### 操作

注意：触摸屏数值设定时请注意设定区是否更新为新的设定值，如没有可重新设定一次。

一、开机初始化自检成功后（这需要约 15 秒），进入“主菜单”界面。

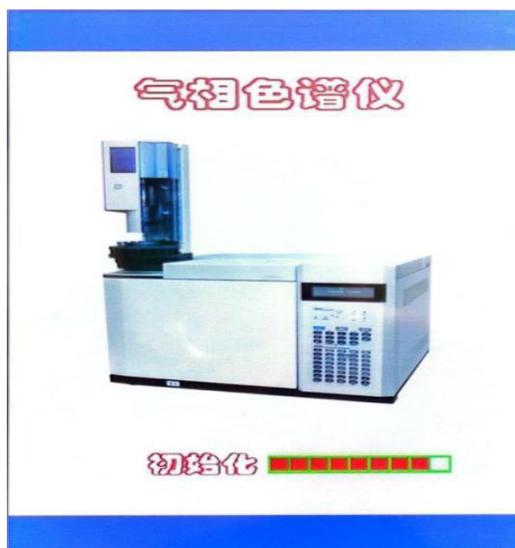


图 3-1 开机自检界面

二、“主菜单”界面之操作



图 3-2 主菜单 本仪器界面设计主要考虑方便操作，以使在一个主菜单界面上显示所有主要项目，方便用户的使用。轻触各主要项目名称即可进入下一详情界面。

- 柱箱温度设定 1:



图 3-3 柱箱温度设定 1 程升启用：轻点后面灰色方框，是方框内打上“√”，即可使用程升程序。如图 3-4。



图 3-4 程升启用

轻触初始温度后面数字即可导出小键盘，可设定数值，依次设入 9 阶程升数值。设置好后，点下面的保存按钮。即可保存。如需重新设置可点清空。重新设一遍。

报警温度不用设定，它默认值为 400，会随着温度的设定而变化。始终比设定温度多 30-60 度。

加热按钮绿色表示不加热状态，红色表示加热状态。点下页按钮即可进入下一个界面，如图 3-5 程升曲线，此为柱箱温度随着程升温度而变化的曲线。

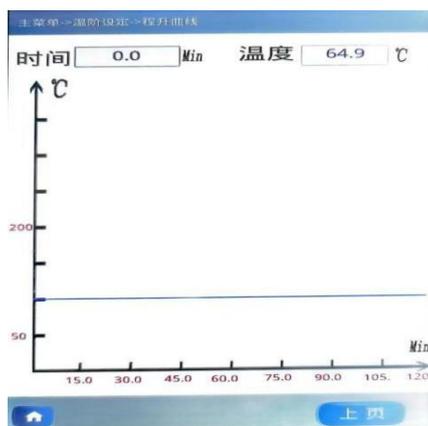


图 3-5 程升曲线

填充柱进样口设定：

从主菜单，点击填充按钮即进入图 3-6 界面。根据实际操作需要设定其数值后，点击保存即可。如未用到，可空置不用设定。



图 3-6 填充柱进样口设定

- 毛细柱进样口 1 设定:

从主菜单，点击毛细按键即进入图 3-7 界面，通过调出小键盘如图 3-8 就可在此界面设置毛细柱长度、内径、膜厚。载气总流量，毛细柱头压。可以选择毛细柱 1 分流/不分流进样。选择哪个后面打√即可。还可设置不分流时间。设置好参数后点保存。

点击下一页为毛细柱进样口 2 设定，同样的方法设定毛细柱 2 即可。如无毛细柱进样口 2，则点击下一页没反应。



图 3-7 毛细柱进样口 1 设定



图 3-8 毛细柱进样口 1 设定

## 检测器 1 设定:

从主菜单，点击检测器 1 按键即进入图 3-9 界面，此界面可显示 FID1 动态信号值，可以设定温度，氢气空气流量及 FID1 量程。



图 3-9 FID1 设定

设定放大器的量程，按放大器量程设定框，就会出现一个下拉菜单，菜单上依次显示 0、1、2、3，0 的放大量最大，3 的放大量最小，选择需要的量程按下，量程就设定完毕。放大器缺省的量程是 0。按确定键，所设定的全部参数得到确认并进入仪器内存，仪器下次开机会把此温度自动设定，不需再重复设定。氢火焰点火按钮

是对检测器进行点火操作，按钮按下后，按钮变成红色。

- 检测器 2 设定:

从主菜单，点击检测器 2 按钮即进入图 3-10 界面，此界面可显示 TCD 动态信号值，可以设定温度，电流及量程。



图 3-10 TCD 设定



图 3-11 电流设定



图 3-12 量程设定

设定 TCD 电流如图 3-12，TCD 电流设定的范围可以从 1mA 至 300mA，最小设定步幅是 1mA。显示在色谱工作站积分界面的 TCD 的输出信号只放大了 1 倍，如果需要更大的放大量，按下放大器量程按钮，就会弹出一个放大倍数的下拉菜单，如图 3-12。按下 2 倍或 4 倍即可，注意选用了 2 倍或 4 倍的放大倍数，TCD 电流应适当降低，否则会出现较大的噪声和漂移。至此 TCD 参数设定完毕，按确定键，所设定的全部参数得到确认并进入仪器内存。

- 辅助温度设定： 按下主界面辅助温度设定按钮，显示屏显示如

图 3-13，



图 3-13

辅助温度用于仪器需要特殊加热的设备。例如转化炉、热解析或需要加热的多通阀等，本仪器具有二个辅助温度，也就是说可以为二个特殊设备加热。由于辅助温度设定较为简单，为简化仪器设定，将二个辅助温度设定放在一起。

- 多通阀切换控制参数设定： 按下主界面多通阀按钮，如

图 3-14



图 3-14

由于多通阀的设定较为繁复，所以先将需设定的参数作一下说明：

A. 序号：序号就是阀切换的次序；

B. 阀号：阀号就是仪器上所安装的多通阀的编号，也可以说是每个阀的名字，这里是用 1、2、3、4 来命名，一般气相色谱上安装的多通阀不会超过 4 个，如果仪器上安装的多通阀是 3 个，那最后一个阀号就是 3；

C. 切换时间：切换时间就是多通阀作出切换动作的时刻，它是这样安排的，在分析启动后，序号 1 的那个阀在切换时间到后即动作，后续序号的阀则以前一个阀切换的时间点做为起点，然后延时到本切换时间进行动作；

D. 置位和复位：置位和复位实际上就是多通阀的二个位置，所以也可以把它当做位置 1 和位置 2，屏幕上所设定的置位、复位就是多通阀在切换前所在的位置；

E. 序列重复间隔：在仪器上安装的一个或多个多通阀的切换参数设定完毕后，我们就将这些参数合起来叫做序列，序列重复间隔参数就是仪器进行样品分析的时间长度，一般这个时间长度是所有多通阀切换时间之和，再加上若干分钟仪器稳定时间（仪器进行样品分析后需一定的稳定时间），序列重复间隔设定好后，仪器就会在序列重复间隔时间到后自动进行下一次样品分析。可以看出序列重复间隔的时间较长，所以它的时间量纲以分钟为单位。

F. 与程升同步启动：为一勾选项，如样品分析需要柱温程升，可以勾选，在启动柱温程升时，阀的切换也同时启动。如果阀的启动不需与程升同步或样品分析不需程升，则阀切换的启动与色谱工作站中积分启动按钮同步启动。

多通阀切换控制参数设定完毕，按确定键，所设定的全部参数得到确认并进入仪器内存，仪器下次开机会把这些参数自动设定，不需再重复设定。如下次分析不采用这个序列，可以按清空按钮，进行新的设定。

下面就以上图为例再进行说明。整个多通阀切换控制序列共有 8 个切换步骤，所以序号的设定就是 1 到 8。从图中可以看出仪器一共使用了 4 个阀，所以阀号的设定就是

1 到 4（如果仪器安装了 4 个多通阀，如果分析只用 3 个，则阀号就是 1 到 3）。4 个阀的启始位置都是复位。具体过程如下：

序号 1，分析启动 180 秒后 阀号为 4 的阀由复位位切换到置位位；

序号 2，在序号 1 动作后 240 秒，阀号为 1 的阀由复位位切换到置位位；

序号 3，在序号 2 动作后 180 秒，阀号为 3 的阀由复位位切换到置位位；

序号 4，在序号 3 动作后 300 秒，阀号为 2 的阀由复位位切换到置位位；

序号 5，在序号 4 动作后 150 秒，阀号为 1 的阀由置位位切回到复位位；

序号 6，在序号 5 动作后 180 秒，阀号为 4 的阀由置位位切回到复位位；

序号 7，在序号 6 动作后 200 秒，阀号为 2 的阀由置位位切回到复位位；

序号 8，在序号 7 动作后 100 秒，阀号为 3 的阀由置位位切回到复位位；

至此，一个序列结束，序列重复间隔时间的设定是 40 分钟，大大于阀切换时间总和的 25.5 分钟，符合要求，这时阀系统又回到了分析启动前状态。在 40 分钟时间完毕后，仪器自动进入新一轮新的分析。

需要指出的是，如果分析所需的阀切换动作大于 8 步，则只能在反控工作站上进行设定和控制。

- 外部事件输入设定： 按下多通阀切换控制参数设定界面右下角的三角形按钮，仪器显示如下界面，



外部事件是解决气相色谱仪在连接了一些外部设备时，这些外部设备和气相色谱仪联动的问题。外部设备可以是自动进样器、热解吸装置、顶空进样器等等。外部事件共有高电平输入和低电平输入二种模式，每种模式又可以连接 2 个设备。高电平模式是指外部设备完成了工作后向气相色谱仪发送一个 5V 至 12V 的电压，气相色谱仪在检测到这个电压后即开始分析工作；低电平模式是指外部设备完成了工作后向气相色谱仪发送一个 0V 的电压，气相色谱仪在检测到这个电压后即开始分析工作，在气相色谱仪上到底是选用高电平还是低电平由外部设备输出的联络信号是高电平还是低电平决定。

在触摸屏上外部事件输入的设定只要进行勾选即可，不需输入数字。输入设定共分 2 大部分，即高电平输入和低电平输入，每个部分中又分为事件 1 和事件 2，即接受 2 个信号。输入的信号可以启动的目标是 1 阀进样启动、2 程升启动、3 工作站启动，所以根据高低和目标进行勾选即可。

- 仪器的辅助设置



在此界面中可以对仪器的年月日时分秒等时间显示进行设置，按保存键后开始时间运行。也可对屏幕开启省电模式。同时可以观察到仪器的型号、出厂编号、激活状态、售后电话及固件版本。按退出键或者屏幕的左上角的键都可退出本界面回到主界面。

另外，在主界面时按下某个检测器键，有时显示屏会显示如下界面：



这是一个提示界面，提示这个检测器接口上未安装检测器

## 第四章 毛细管柱的安装及操作

### 一、概述

毛细管柱头压采用稳压调节，由压力表显示柱头压，据此可调节毛细管柱的线速。

隔膜清洗，可防止高灵敏度时，硅胶垫流失造成出鬼峰，由气路面板上的针型阀调节流量。

分流流量，隔膜清洗流量可用皂泡流量计实测。

FID 检测器补充气，在稳压阀后，通过气阻及稳流阀引入，在  $H_2$  稳流阀后，通过三通和 FID 检测器的  $H_2$  气路相连，调节面板上的尾吹调节阀，可调节补充气流量。

二、毛细管色谱柱的安装 1、毛细管柱安放在色谱柱支架上，而色谱柱支架则由螺母固定在柱室内侧

的网罩螺母上。首先色谱柱安装在支架臂上，调节支架杆的长度，使其正好能牢固地安放色谱柱，然后固定支架在柱箱中。

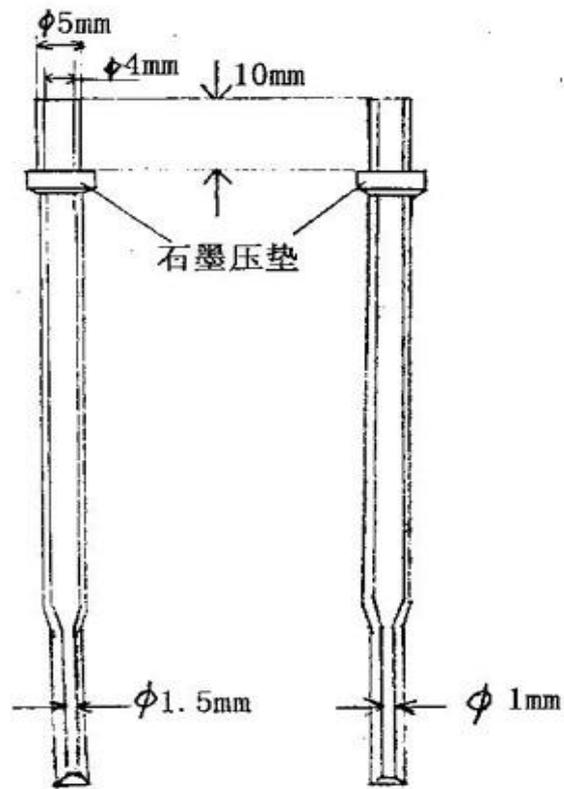
2、分别将 M6 柱螺母、推垫、石墨垫（外套金属环）顺次装入毛细柱。如果柱口进入一些石墨粉，应用清洗干净的刀片将柱端截去一小段。

3、毛细柱伸入汽化室的长度应合适，否则影响分离效果及重现性，本仪器以伸入 30—40mm 左右为好。

4、毛细柱伸入 FID 检测器位置：将毛细柱向上伸，碰到喷嘴基座后，向下退少许即可（2mm 左右）。

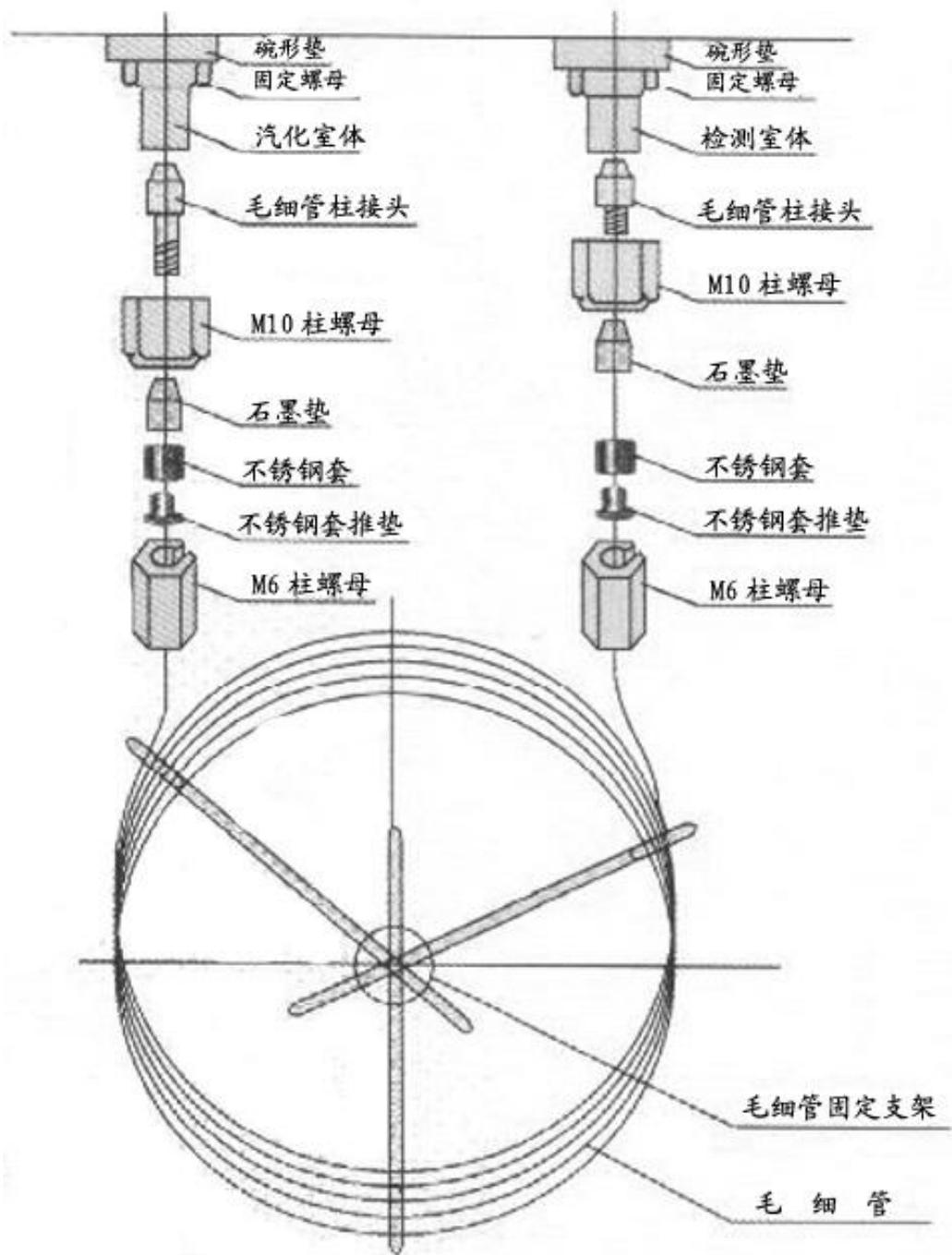
5、先用手坚固柱螺母，再用扳手轻轻旋紧 1/2 左右即可。

毛细柱专用内衬玻璃管



玻璃内衬管的安装 先把毛细柱汽化室的散热帽取下，取出汽化垫，用平口螺丝刀旋下内衬密封套。

玻璃内衬管外套石墨压环（外有金属环），大口径向上，石墨压环与衬管上端保持 10mm 距离，放入室内，旋紧内衬密封套，下面变径部分外套调整弹簧，用以调整玻璃管的位置。放入汽化垫，把散热帽上紧即可。



#### 四、毛细管操作 1、柱头压设定

柱头压的设定原则应是得到最佳柱流速，据范氏曲线以  $N_2$  做载气，最佳线速约为 20cm/sec 左右，可以参见下表选择初始柱头压力。

柱头压 (kpa) 长度 (m) 内径 (mm)	12	25	50	100
0.2	31	62	138	276
0.32	17.5	31	62	138
0.53	3.4	10.4	31	62
0.75	1.7	3.4	10.4	31

设定隔膜清洗气流速 设定好毛细柱柱头压后，调节隔膜清洗调节阀。用皂泡流量计在放空处测

量流速，清洗气选择在 0.5—10ml/分钟之间，一般先选 3~8 ml/分钟，隔膜清洗在相同条件下进行系列分析时不应变动。

### 3、获得理想分流比。

分流出口流速=柱体积流速×(R-1)，R—分流比，用皂泡流量计测量分流口流速，调节至所需值

### 4、补充气的流速设定

补充气从 H<sub>2</sub> 气路引入，补充气一般在 20ml/min—60ml/min, 加入补充气原因是：①获得保持检测器灵敏度所必需的载气流速；②增加载气流速为防止检测器在柱连接口处所造成峰扩散。

可在补充气和 N<sub>2</sub> 流路混合前实测补充气流速，然后再恢复管路连接。

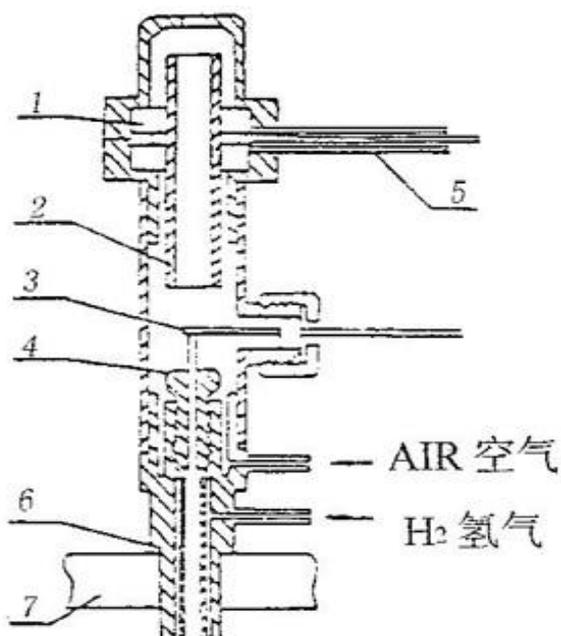
## 第五章 热导池检测器的安装与使用

热导池检测器采用半扩散式结构，100  $\Omega$  铼钨丝，恒流源供电，内置前置放大。一、使用注意事项：

- 1、载气中应无腐蚀性物质，注意气路净化。
- 2、使用前，应先通载气 10—30 分钟，将管路的气体赶走，防止铼钨丝氧化。未通载气时，严防加桥流，否则会烧坏铼钨丝。
- 3、不能用气体直接吹热导检测器，或有较大的气流冲击。
- 4、不允许有强烈机械震动。
- 5、不能将 TCD 处于风口处；TCD 放空口应用管道接到室外，出气口还应注意固定防止风吹摆动，影响基线。
- 6、如果停机，应先关电源，等到热导检测器温度降至 100℃ 以下，再关气源，这有益于延长铼钨丝使用寿命。
- 7、在灵敏度足够情况下，应降低桥电流使用，这样可提高仪器稳定性，延长 TCD 使用寿命。
- 8、做完高温分析后，需拆柱时，一定要等柱温降到 80℃ 以下，方可卸下色谱柱，以防止损坏接头丝扣。

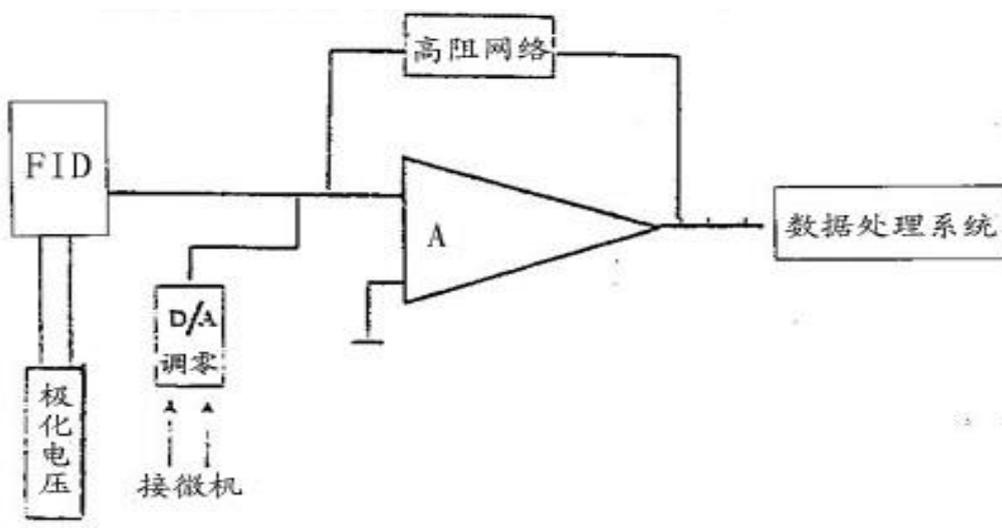
## 第六章 氢焰检测器的安装和使用

### 一、氢焰检测器（FID）



它的结构如左图所示： 1、聚四氟环 2、收集筒 3、极化电压环 4、喷嘴 5、信号线 6、基座 7、加热块 由于根部加热，不会发生冷凝现象，柱子可直接挺到喷嘴根部，把死体积减到最小。

## 二、FID 微电流放大器电原理方框图



三、使用注意事项： 1、应严格注意气路清洁。

2、放大器必须良好接地。

3、载气、氢气、空气气路稳压阀，在出厂时都已定值好，如要改变，定值方法如

下：

(1) 载气： $N_2$ ，减压阀开至 0.35MPa，把稳流阀全打开，调节稳压阀，使压力表指示在 0.25MPa，然后根据需要调节各自稳流阀。

(2)  $H_2$  气路，减压阀开至 0.25MPa，把稳流阀全打开，调节稳压阀，使压力表指示在 0.20MPa，然后根据需要调节各自稳流阀。

(3) 空气、减压阀开至 0.35MPa，把稳压阀全打开，调节稳压阀，使压力表指示在 0.20MPa，然后根据需要调节各自稳流阀。

4、等到柱温和汽化、检测温度基本稳定后，方可通气点火，FID 必须使用  $N_2$ 、 $H_2$  和空气三种气体，同时调节到需要的流速上。注意：点火前首先把  $H_2$  流速调至压力表指示为 0.15MPa 左右，点火后再缓慢调至所需要值上。

$N_2$  流速和  $H_2$  流速比值一般为 1: 0.95， $H_2$  流速和空气流速比值一般为 1: 10，灵敏度较佳，基流最小。总之，流过喷嘴的总流速应小于 100ml / min 左右较佳。要求检测器温度比柱温高 40℃，这样氢焰检测室根部与柱室温度相近，防止样品冷凝。

6、如果以  $H_2$  作载气（这样可兼作燃气）时，应在原氢气气路中通入合适的氮气，防止灵敏度下降，确保定量准确度。

7、使用氢焰时，严防色谱柱未接到 FID 的柱接头上，而盲目通  $H_2$ ，这样会造成柱室里充满氢气，一旦开机就会引起爆炸，一定当心！

#### 四、使用方法：

1、通气，利用各自的调节阀，将  $N_2$ 、 $H_2$ 、空气调至所需的流速，氮气一般选用 25—60ml/min， $H_2$ ：25—60ml/min，空气：350—550ml/min。

3、打开电源开关，设置检测器、汽化室、柱室三个加热区温度，并运行加热。（见第二章）

4、按检测器，选择合适的灵敏度档与极性（倒相）。

5、待温度基本稳定后，可加大 H<sub>2</sub> 流速，在氢焰出口处，利用电子打火枪点火，点火后仍将 H<sub>2</sub> 流速恢复原值。基线偏离时，再用调零电位器，调至零点。 6、满足分析条件所需的气体流速、温度、放大器基线稳定后，方可进行分析。

7、FID 的灵敏度及稳定性测试。

例子：如分析样品 50ng/u1 (苯/CS<sub>2</sub>)。汽化室，检测器温度 120℃。柱温：80℃。载气 (N<sub>2</sub>)：30ml/min, H<sub>2</sub>: 28ml/min, 空气 500ml/min。色谱柱同 TCD, 放大器灵敏度选 1 档，进样量 0.3 μl。

稳定性：

在基线稳定后的情况下，一小时后的基线漂移 ≤ 0.03mv/30 分钟。

灵敏度 D<sub>t</sub> 计算

$$\text{公式: } D_t = \frac{2N \cdot W}{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2}} \text{ g/s}$$

式中：N—实测噪音 (mv) W—

苯的进样量 (g) h—峰

高值 (mv)

W<sub>1/2</sub>—苯的半峰宽 (S)

如实测：峰高 13.6mv, 半峰宽 10S, 噪音 0.02mv。

$$\text{则 } D_t = \frac{2 \times 2 \times 10^{-2} \times 50 \times 10^{-9} \times 0.3}{1.065 \times 13.6 \times 10} \text{ g/s} = 4.1 \times 10^{-12} \text{ g/s}$$

五、故障及维修

1、未点火前，放大器无法调零。

可能原因是：

- ① 放大器失调，应维修放大器，最好请生产厂家维修。
- ② 放大器输入信号线绝缘不良或短路，可将FID检测器右边的高频插头卸下，测量绝缘应大于 $10^6\text{M}\Omega$ 。

2、点火后，工作站无法调零。

①空气不纯，可降低流量，是否好转，若有好转，说明空气不纯，应严格纯化空气。

② $\text{H}_2$  和  $\text{N}_2$  不纯。

③ 色谱柱没老化好，或色谱柱严重流失。

④火焰烧到收集极，可降低载气流速。

3、基线稳定，但进样不出峰，或灵敏度显著下降。可能原因是：

① 灵敏度选择太低。

② 汽化室进样器密封垫漏气。

③ 汽化室与色谱柱或柱后至检测器之间插头漏气。

④ 注射针使用过久本身漏气或汽化室温度太低。

⑤ 输入电缆线断路或极化电压没加上。

4、基线稳定性变坏。

可能原因是：

① 空气不纯，夹杂某些有机物。

② 离子室严重沾污。

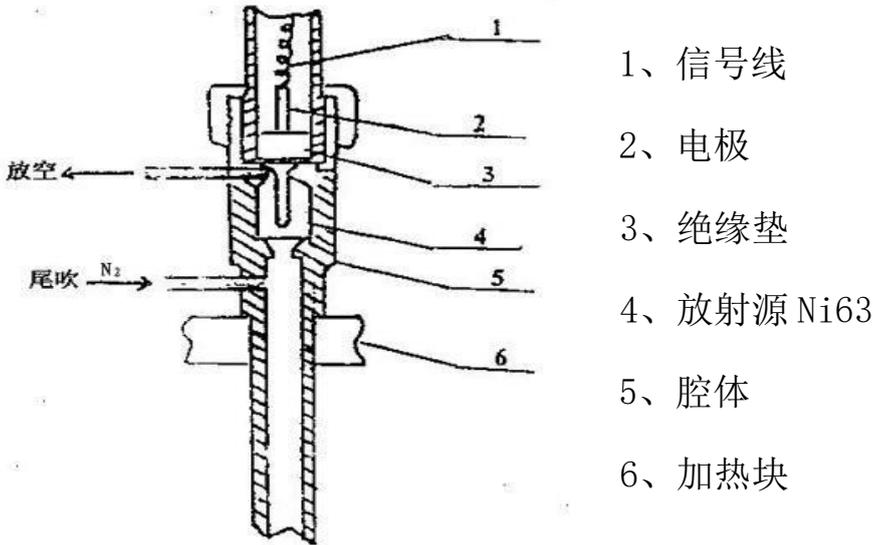
③ 氢火焰太大。

④ 离子室信号线接触不良或极化电压未加上。

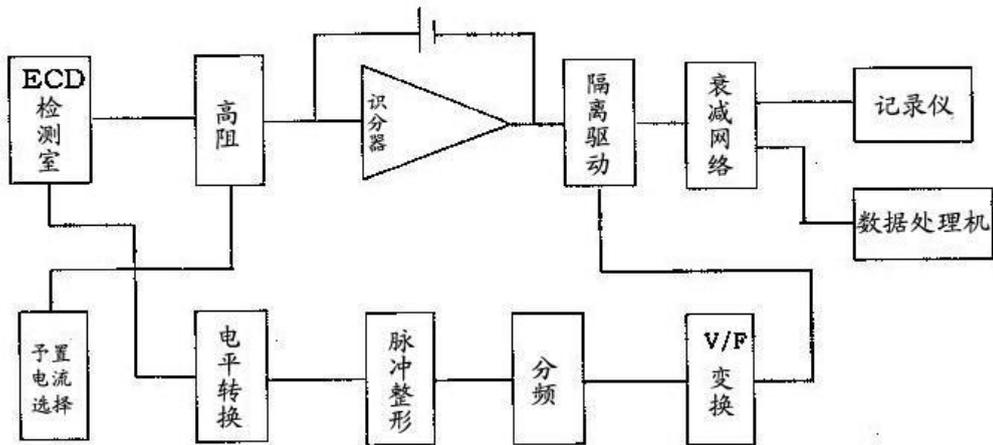
⑤ 放大器故障。

## 第七章 电子捕获检测器 (ECD) 的安装与使用

一、ECD 的结构：采用单电极圆筒式结构，如图所示：



二、ECD 控制器电原理方框图



三、使用注意事项：

1、必须使用纯度为 99.99% 以上的高纯氮气。

2、使用前应首先通氮气 4 小时以上，才允许升温操作分析。

3、进样浓度不宜过大，防止放射源污染。对于电负性物质，进样时的浓度一定要控制在 0.1ppm—0.1ppb 范围内。

4、利用氮气老化色谱柱时，一定注意堵死 ECD 进气口，将柱出口的 N<sub>2</sub> 直接放空在柱室中，升温老化即可。

5、长期连续使用，一旦需要中途短时停机，不要停气，可将流速减小。

6、不使用时，应将 ECD 取下，并将其入气口、出气口用螺帽密封，放置包装铁盒内，保持周围干燥。

7、为防止色谱柱易冷凝物沾污管路与放射源，操作时应先升汽化室、检测室温度，待汽化室、检测室温度达到设定值时，再升柱室温度。

8、若放射源沾污，则基流大幅值下降，应清洗放射源。方法如下：通 H<sub>2</sub> 流速为 50ml/min，汽化室升高温至 300℃，12 小时后可清洗干净，此时基流大大增加。

#### 四、使用方法

1、电子捕获检测器是个独立检测器，它是由上图所示六部分组成。

2、安装电子捕获检测器时，取下检测器保温盒盖，把检测器插入加热块预留孔中，用相应的固定螺母、螺栓固定好后，连接好色谱柱（色谱柱可直接插在放射源腔体根部，减小死体积，有利于样品分析），尾吹气路（把二路载气气路螺帽卸下，换上电子捕获检测器尾吹气路管，把气路螺帽上紧不漏气即可）。

3、放空气路（放空气路必须引出室外，防止 Ni63 对室内空气污染），然后保温盒盖按原样安装好。

4、在通 N<sub>2</sub> 前，应先将仪器外部连接气路管中的空气吹出，使管路在通 N<sub>2</sub> 气流的条件下，再接入仪器的载气入口，载气 (N<sub>2</sub>) 流速一般为 40—60ml/min，尾吹 (N<sub>2</sub>) 流速为 20—50ml/min。

5、预置电流 ESEN 可设 0 即关, 1 时为 0.5nA, 2 时为 1nA, 3 时为 2nA, 具实际分析情况, 设定预置电流。一般设 2 即 1nA 级。 6、敏感度和稳定性

### 测试

色谱柱为玻璃柱, 柱长 1.5 米,  $\Phi$ 4mm, 内径, 5%OV—101, chromosorb • AW DMCS 担体 80—100 目。柱温 190°C, 汽温 210°C, 载气 N<sub>2</sub>54 ml/min, 尾吹气 N<sub>2</sub>30ml/min, 预置电流 2nA, 纸速 8mm/分。样品: 0.1ng/uL, r—666/正己烷。进样量 1uL, 噪音 0.02mV, 峰高 1.8mV, 半峰宽 0.22 分, 进样时衰减  $\times 1/8$ 。

基线稳定性: 在上述条件下, 基线稳定后的漂移不大于记录仪量程的 3%/h。 敏感度 DF

$$\begin{aligned} DF &= \frac{2N \cdot W}{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2} \cdot K \cdot EC} \text{g/ml} \\ &= \frac{2 \times 2 \times 10^{-2} \times 0.1 \times 10^{-9}}{1.065 \times 0.22 \times 1.8 \times 2 \times 84} = 5.6 \times 10^{-14} \text{g/ml} \end{aligned}$$

式中: N—实测噪音 (mV), W—进样量 (g), h—峰高值 (mV), W<sub>1/2</sub> 半峰宽值 (分), K—走基线时为 1 到记录色谱峰时的输出衰减倍数。

## 第八章 火焰光度检测器的操作及注意事项

一、概述 火焰光度检测器 (FPD) 是利用富氢火焰使含硫、磷杂质的有机物分解, 形成激发

态分子, 当它们回到基态时, 发射出一定波长的光, 这些特征光用滤光片分离开, 对硫用 394nm, 磷用 526nm 滤光片, 然后经光电信增管把光强度变为电讯号进行测量。主要用于含硫、磷化合物, 特别是硫化物的痕量检测。

值得注意的是：测硫时为非线性响应，约为平方关系，而测磷时可认为是线性检测器，可参阅有关检测机理说明。

## 二、使用

### 1. 操作要求

色谱柱：5% OV-101 玻璃柱 1.5 米× $\phi$ 4

温度：柱室 200℃

检测室 180℃ 测磷

汽化室 220℃

柱室 90℃

检测室 120℃

汽化室 220℃ 测硫

流速：N<sub>2</sub>：40-80ml/分

H<sub>2</sub>：160-200ml/分 测磷

AIR：130-160ml/分 N<sub>2</sub>：

80-110ml/分

H<sub>2</sub>：50-70ml/分 测硫

AIR：80-120ml/分

放大器：×1 档

样 品：10mg/u1 噻吩/正乙烷 测硫

10ng/u1 1605/正乙烷 测磷

进样量：1u1 2. 稳定性及敏

感度测试(1)测硫：进样量

1u1

$$D_s = \frac{2N.W.n_s}{1.065 * H * W^{1/2}} \text{ g (s) / s}$$

式中  $n_s$ -硫原子在样品中所占百分数  $n_s=38\%$

(2) 测磷：进样量 1 $\mu$ l

$$D_p = \frac{2N.W.n_p}{1.065 * H * W^{1/2}} \text{ g (p) / s}$$

式中  $n_p$ -磷原子在样品中所占百分比  $n_p=10\%$  注意：当点火或其它原因需打开放空帽时，必须把光电倍增管的电源断开，否则会

烧坏检测器的光电倍增管。

## 第九章 氮磷检测器的操作注意事项

一、概述 氮磷检测器（NPD）为电离型检测器之一，检测低基流背景下电流的增加，NPD 对

氮磷化合物灵敏度高，专一性好，专用于痕量氮磷化合物的检测。

NPD 按加热方式，氢气流量和喷嘴极性不同可分为三种操作模式：火焰电离型、磷型和氮磷型，以氮磷型应用最多。GC-8810 型选用氮磷型。其对 N、P 均有极高的灵敏度和专一性，这时，电离源和喷嘴均为负电位，收集极为正电位，调节氢气流量 8ml/min 左右，如此小的氢气流量在喷嘴处还不足以形成正常燃烧的氢火焰。低浓度的氢气只能在电离源表面附近形成一层化学活性很高的“冷氢焰”，电离源表面温度 600-800 度。当氮磷化合物进入“冷氢焰”区发生热化学分解，产生 CN 和 PO、PO<sub>2</sub> 等电负性基团。这些基团从电离源表面或其周围的气相中得到电子、变成负离子，在高压电场作用下，产生信号。烃类在“冷氢焰”中不发生电离，因而产生对氮、磷化合物的专一性检测。关于电离机理，主要有气相电离和表面电离理论，具体可参见有关材料。

## 二、氮磷检测器的使用

### 1、氮磷型检测器的使用

(1) 原理：氮磷型操作是氮磷检测器的主要操作方式，它对氮磷化合物都有响应，此操作铷珠

中白金丝加负电压，由于氢气和空气的流量较小，火焰不足以把铷珠加热发红，氢气围绕铷珠形成冷焰，氮磷化合物在此发生裂解和激发响应，形成对氮磷的选择性检测。

(2) 操作要求：

色谱柱：5% OV-101 玻璃柱 1.5 米

温 度：柱 室：200°C

检测室：210°C 汽化室：210°C

流 量：载气 N<sub>2</sub>：30-80ml/min 燃

气 H<sub>2</sub>：5-20ml/min

助燃气 AIR：80-200ml/min 控

制器档位：×1 供电电流：3-

3.5A

样 品：10ng/ul 偶氮苯，10ng/ul 乙基 1605 进样

量：1ul

(3) 氮磷检测器敏感度与稳定性测试：

敏感度计算：

$$Dt(N) = \frac{2N \cdot W \cdot n}{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2}} \quad g(n)/s$$

其中：n =  $\frac{\text{氮原子数} \cdot \text{氮原子量}}{\text{分子量 (样品)}}$

对偶氮苯 n=0.15

$$Dt(P) = \frac{2N.W.P}{1.065 * h * W^{1/2}} \text{ g(P)/s}$$

其中：  $n = \frac{\text{磷原子数} * \text{磷原子量}}{\text{分子量 (样品)}}$

对马拉硫磷 P=0.15 2、磷型测磷操作（仅供参考，非常规配备）

（1）原理： 喷嘴金属环接地，氢气和空气流量相当于氢焰检测器，喷嘴火焰所产生的热量足以把铷珠加热至发红状态，烃类化合物所产生的信号被传到大地，而有机磷被铷珠激发，形成对磷的选择性检测。

（2）操作要求： 将金属环的连线接到铷珠加热器的插口内，倒向开关置于磷一端，铷珠加热器不加热。

流速： N<sub>2</sub>: 30-80ml/min H<sub>2</sub>: 30-  
80ml/min AIR: 400-  
600ml/min

温度： 柱温 200℃

检测 210℃ 汽化 210℃

其它同上

（3）敏感度及稳定性检测同氮磷型操作要求。

三、氮磷检测器使用注意事项 1、铷珠易反潮，储存须放在干燥器中。

2、在取用焊接安装操作中，不得用手触摸铷珠，以防污染。

3、调整铷珠位置时，不得从根部扩张，弯曲铂金丝，以防破碎。

- 4、新铷珠应先老化后使用，老化时间一般在 4-8 小时。
- 5、铷珠供电电流应缓缓供电，当听到爆鸣声后再将电流略为降到铷珠以暗红色为佳。在达到灵敏度条件下，尽量使用小电流，以延长铷珠寿命。
- 6、应避免使用卤素有机物作为溶剂，以保证铷珠寿命和重复性。
- 7、铷珠联线要与外壳绝缘，以免短路损坏仪器。
- 8、流速配比直接影响灵敏度，要细心选配。NPD 为质量型检测器，基流和响应值随载气流速增加而增大，但载气还起着冷却电离源表面温度的作用。因此，流速越大，降温越大，基流和响应值降低，因此应选择最佳值。氢气，空气流速对电离源周围气体成分影响极大，特别是氢气，一般  $N_2$  作载气时， $H_2$  流速从 3-10ml/min，NPD 表现出高度专一性响应，当  $H_2$  流速大于着火点以后，氮磷化合物灵敏度和专一性消失，NPD 成了 FID。空气流速影响有两个方面：一是维持氢的“冷氢焰”具有一定活性；二是降低电离源表面温度。总的影 响结果与载气相似。随空气流速增加，基流明显下降，故通常选择在 60-200ml/min。

企业发展，服务为本  
优质服务，诚信为本

## 上海纳析仪器有限公司

地址：上海市奉贤区庄行镇东街 265 号

电话：400-9268-001

销售：15921705880

网址：[www.shnxyq.com](http://www.shnxyq.com)

邮箱：[nxyq666@163.com](mailto:nxyq666@163.com)