

HBWG-SC2201 气相色谱仪 使用说明书



湖北武高电力新技术有限公司

目 次

一、 概 述	2
二、 结 构 和 工 作 原 理	2
三、 技 术 特 性	2
四、 尺 寸 和 重 量	2
五、 仪 器 的 安 装 和 调 试	3
1 色 谱 柱 的 安 装	3
2 色 谱 仪 的 调 试	5
六、 仪 器 的 使 用	7
1 . 键 盘 和 显 示	7
2 . 温 度 控 制	1 0
3 . 信 号 输 出	1 6
4 . 仪 器 运 转	2 2
5 . 进 样 器 系 统	2 6
6 . 检 测 器 系 统	3 4
七、 预 防 性 维 护	3 6
1 . 色 谱 柱 老 化	3 6
2 . 清 洗	3 7
3 . 换 垫	3 7
4 . 检 漏	3 8
5 . 内 衬 管 的 维 护	3 8
6 . F I D	4 0
7 . T C D	4 0
8 . 仪 器 的 使 用	4 0
八、 运 输 和 贮 存	4 0
九、 质 量 保 证	4

产 品 执 行 标 准 的 编 号 : J B / T 6 2 4 4 - 9 2

一、概述

1. 产品特点:
气相色谱仪是计算机控制的多用途高性能系列气相色谱仪。
2. 主要用途:
环境保护, 大气水源等污染地的痕量毒物分析、监测和研究
生物化学, 临床应同, 病理和毒理研究;
食品发酵, 微生物饮料中微量组分的分析研究;
中西药物, 原料中间体及成品分析;
石油加工, 石油化工, 石油地质, 油品组成等分析控制和控矿研究;
有机化学, 有机合成领域内的成份研究和生产控制;
卫生检查, 劳动保护公害检测的分析和研究;
尖端科学, 军事检测控制和研究;
3. 使用环境条件:
电源交流: 220V±20%V 50Hz 额定功率 1800W
环境温度: +5℃~35℃
相对湿度: <85%
4. 工作条件: 仪器安装场所不得有腐蚀性气体, 不应有影响仪器正常工作的电场和磁场存在, 摆放仪器的台面应稳固、防震。

二、结构和工作原理

气相色谱仪以气体作为流动相(载气)。当样品由微量注射器注入进样器汽化后, 被载气携带进入填充柱或毛细管色谱柱。由于样品中的流动相(气相)和固定相(液相或气相)间分配或吸附系数的差异, 在载气的冲洗下各组分在两相间作反复多次分配, 使各组份在柱中得到分离, 依次从柱后流出。然后用接在柱后的检测器, 根据组份的物理、化学特性, 将各组分按顺序检测出来。

三、技术特性

控温范围: 室温上 7℃~400℃ (增量 0.1℃)
程升阶数: 三阶
程序升温速率: 0.1℃~50℃/min(增量 0.1℃)
检测器温度: 室温+30℃~400℃
进样器温度: 室温+30℃~400℃

FID

检测限: $\leq 5 \times 10^{-12}$ g/s (正十六烷)
基线噪声: $\leq 6 \times 10^{-12}$ A/H
线性范围: $\geq 10^5$
稳定时间: <20min

TCD

敏感度: ≥ 10000 mV·ml/mg (正十六烷)
基线噪声: ≤ 30 uV (载气为 99.999 的氢气)

四、尺寸和重量

尺寸: 606x450x450 重量: 46Kg

五、仪器的安装和调试

1. 色谱柱的安装

通过使用各种衬套和接头，色谱仪可以灵活地选用各种进样器、柱子和检测器，可以装上任何标准的柱子而不损失其性能。仪器的其它灵活性还在于进样器与检测器相互间的位置比较灵活，柱箱的内部体积比较大。

柱子的安装位置

一般来说，柱子可以装在进样器与检测器之间。然而，如果是刚性的 6mm 玻璃填充柱装“B”进样器上，那么，这种柱子也只能装在“B”检测器上。

装在箱门右下角下面的炉门门向上压就可打开箱门。

恒温箱背后的叶片由马达驱动，吸入室内的空气，使恒温箱冷却，或使恒温箱在接近室温下运行，所以除非要取去柱子，箱门一般总是关着的。（把箱门关上，箱子的冷却效果最好）。

不用采取其它辅助冷却措施，炉温就可以维持在室温以上 7℃ 左右。

色谱柱的支件

填充柱

填充柱不需要构件的支件，只需正确安装在进样器和检测器的连接件上即可。

毛细管柱

毛细管柱是绕在金属丝框架上，框架装在一对支架上，插在箱内顶部的孔里。支架上有两个位置，可以挂住柱子框架。根据框架的不同直径，选用最能使柱子处于柱箱中心的那个位置。柱子的末端应从框架的底部伸出来，形成一条圆滑的曲线，通向进样器和检测器的连接件。要避免柱子的任何部分碰着炉膛的表面。

在进样器或检测器上正确安装柱子之前，必须首先检查载气气路是否连通。此外，如果是 FID 或 NPD，根据所要安装的柱子而定（填充柱或毛细柱），在装柱子之前，还要装上合适的喷嘴。

假定某个进样器和检测器已正确就位，就可以装柱子了。

填充柱的安装方法

金属柱

拧紧柱子上的螺母，将柱子装进进样器，假定密封垫圈已经定位在柱子上，若是 3mm 的柱，只需要用手拧紧再加 1/4 圈就足够了，若是 6mm 的柱子，用手拧紧后，再拧 3/4 圈就足够了。

用两把板子对起来，一把拧柱子上的螺母，另一把拧衬套，以防止拧柱上螺母时，衬套转动。

6mm 玻璃柱

因为 6mm 玻璃柱是刚性的，所以必须同时装进进样器和检测器里。其安装程序在柱两端是相同的。

玻璃柱可选用密封垫圈，也可选用 O 型圈来密封；石墨衬套适合于大多数用途，O 型圈仅适用低温操作。

在柱子末端必须留出足够的空间，以防插入的针头接触玻璃毛堵头或柱填料（至少留出 55mm）。

在检测器的末端，至少必须留出 40mm 空间，以防喷嘴的下端碰着填料或玻璃毛堵头。

1、把螺母和密封圈（或 O 型圈）放在柱子上。

如果需要的话，在螺母的前面可以外加一只 O 型圈。这样可以保护柱子，防止螺母掉进柱子的盘管部分。

- 2、把柱插进进样器和检测器，尽可能插到底。把柱箱底清扫干净，可以从柱子的比较长的那一端开始，以较小的角度开始，将柱插入。
- 3、把柱子拉出大约 1~2mm，用手拧紧柱上的两个螺母，螺母要拧多少，这取决于所用的密封圈的类型。若是 O 型圈，用手指拧紧就足够了。

注意

若柱子上的螺母拧得过紧，会拧坏柱子。

毛细管柱的安装方法

毛细管的准备

一般来说，开口毛细管有三种型号：熔融硅，玻璃的和金属的。各种柱子在安装之前都必须做好准备工作。在准备好之后，按不同进样器和检测器，采用不同的安装方法。

熔硅毛细柱

熔硅柱本来就是直的，所以不必再拉直。但是，柱尾要是新鲜的，无毛边，边缘不粗糙，而且柱内没有密封圈、O 型密封圈或固定相上掉下来的渣子。

警告

在处理、切割或安装玻璃或熔硅毛细柱时，要配带安全防护眼镜，以免飞起的玻璃渣伤眼睛。同时，在处理毛细柱时，要小心，以免碰伤皮肤。

安装柱子前，进样器和检测器需做好安装毛细管的准备工作，例如已安装了合适的衬套、内衬管和（或）接头。下面详细介绍毛细管柱与进样器、检测器的连接方法。

(1) 与进样器连接

进样器有填充柱进样器（530 μ 系列毛细柱）、分流/不分流或只分流毛细柱进样器，安装方法相同。

① 往色谱柱上装上螺母和密封垫圈。

毛细柱最好是采用石墨密封垫圈，因为在很宽的温度范围内，它的密封性能都很好。

可以使用的石墨垫圈有两种规格，根据柱子的外径而定：1.0mm 的用于玻璃毛细柱或 530 μ 系列毛细柱，0.5mm 的用于内径 0.20 和 0.32mm 的熔硅毛细柱。

② 按本节中“毛细管的准备”来准备一个新柱尾。

把柱子插进螺母和密封圈时，柱的尾部可能会受到污染，这一步操作可以除去粘在柱子上的石墨。

③ 给柱子定位，让它从密封圈尾部和螺母中伸出来大约 6mm。在柱子的六角螺母底部做个记号。

打字机的涂改液是一种很好的画记号材料。

④ 笔直地将装有螺母和密封垫圈的柱子插入口的底座。使柱子上的记号保持在柱螺母的底部

一样高，先用手拧紧螺母，然后再用扳手拧紧 1/4 圈。

注意柱上的螺母不能上得太紧，否则会损坏柱子。

找中线问题

如果注射器针头很难插入柱子，就说明柱子的中心没有对好。

倘若已按使用柱子的要求装上了合适的内衬管，柱子本身的准备工作也正确，安装也合适，那么，一般来说，就不会发生中线不准的问题了。

(2) 与检测器连接

当柱子已装到进样器上，就可以往检测器上装了。具体的安装方法取决于所用的检测器。下面介绍的是使用 FID 的情况：

安装毛细管柱前，确认检测器中毛细柱喷嘴已装好。

- ①同上述方法往色谱柱上装上螺母和密封垫圈并准备一个新柱尾。
- ②笔直地将装有螺母和密封垫圈的柱子轻轻地插入检测器中。
- ③尽量插到底（大约 40mm），再把柱子拉出大约 1mm，用手拧紧螺母，然后再用合适的扳手拧 1/4 圈。

(3) 检漏

色谱柱装好后，需要进行检漏，以确认柱子的连接处是否密封。

在室温和柱箱温度下对柱子螺母的安装情况进行试漏，在操作温度下，对各进样器和检测器试漏。若有必要，就再拧紧固定件，只是拧紧到不漏就行了。

注意

试漏的液体经常会遗留下一些污染的残余物：每次试漏后，都要用甲醇来清洗，并让它凉干。

2. 仪器调试

仪器已经正确安装，按以下步骤调试仪器，确认仪器处于良好的状态。

(1) 开机程序

- ①首先打开氮气钢瓶总阀门、调节减压阀压力为 0.3~0.4Mpa。调节柱前压约为 0.04Mpa。
- ②打开 HBWG-SC2201 气相色谱仪右侧的电源开关，当屏幕上显示出 Passed Self test 后，即可设置测试参数（柱温、进样器温度、检测器温度等）。设定柱温时，一定要注意柱子的最高使用温度。
- ③当温度达到设定温度时，开空气、氢气。打开空气、氢气钢瓶总阀门，调节减压阀压力为 0.3~0.4Mpa。
- ④打开仪器面板上空气、氢气针形阀开关。（参考值：空气开 7 圈，氢气开 4 圈。）
- ⑤用打火机点火。注意将氢气针形阀开至 5 圈以上来点火，火点着后调回 4 圈。为防止积水，当检测器温度大于 150℃且检测器外侧有少许发热后才可以点火；火点着后，检测器上方有水汽，信号显示有激流产生。

⑥ 打开工作站，查看基线。稳定大约 30min，待 HBWG 面板上 Not-Ready 灯熄灭后，基线亦稳定，即可测定。

(2) 测试条件的设定：

色谱条件的设定要根据不同化合物的不同性质选择柱子，一般情况极性化合物选择极性柱。非极性化合物选择非极性柱。色谱柱柱温的确定主要由样品的复杂程度决定，其目的要达到在最短的时间里，使每个化合物的组份完全分离。对于混合物一般采用程序升温法。柱温的设定要同时兼顾高低沸点或熔点化合物。

一般测试化合物有两种测试方法：

①毛细管柱分流法：样品被直接进入色谱柱，不需稀释进样量要少于 0.1 μ l。若为固体化合物，则尽可能用少量溶剂稀释，进样量为 0.2~0.4 μ l

②大口径毛细管法不分流：

无论固体或液体，一定要稀释后，方可进样进样量为 0.2~0.4 μ l (1ml/mg)

(3) 注意事项：

①检测器温度不能低于进样口温度，否则会污染检测器 进样口温度应高于柱温的最高值，同时化合物在此温度下不分解。

②含酸、碱、盐、水、金属离子的化合物不能分析，要经过处理方可进行。

③进样器所取样品要避免带有气泡以保证进样重现性。

④取样前用溶剂反复洗针，再用要分析的样品至少洗 2-5 次以避免样品间的相互干扰。

⑤需直接进样品，要将注射器洗净后，将针筒抽干避免外来杂质的干扰。

(4) 关机程序

①关闭氢气、空气钢瓶总阀。

②退出软件，关闭计算机。

③按如下操作色谱仪键盘，使柱箱降温：

柱箱温度—>5 0—>置入；

④待柱箱温度降至 50℃后，关闭色谱仪开关。

⑤待氮气吹一段时间（约 10 分钟），关闭氮气钢瓶总阀。

使用 FID，操作规程可以归纳为以下几点：

① 开载气

② 开主机电源，设定温度（柱温、进样器温度、检测器温度）



图 1 仪器上没有安装某功能的典型显示

——输入设定点

若要输入仪器某一特定功能的一个设定值，按下相应的键，该功能就会第一次显示出来。

当所选择功能已经显示出来，只要按下从表面上看 **0** 至 **9**，**.**，**-**，或 **A**，**B**，**开** 或 **关**，在任何时间内都可输入一个新的设定值。如果是数字值，按下 **置入** 后，输入就完成了。

功能及其设定的显示：

按仪器上相应的功能键（按仪器功能键，再按 **A** 或 **B**，对个别仪器功能来说这是必须的），然后输入设定的值，按这样就输入了新的设定值。

对于某些功能，按下 **开** 或 **关** 就能打开或关掉相应的功能。

例如，要将检测器“**A**”设定在 250℃，其按键的步骤如下：

检测器 A 温度		2	5	0		置入
功能键		数字键				

如果按下 **检测器 A 温度** 键后检测器“**A**”的温度已经显示，那么，在此之后的任何时间都可输入新的设定值。

注意，在输入新设定值时，显示屏上有一个“*”号，在按下 **置入** 后，“*”号即消失。

在按下 **置入** 后，仪器就对设定值进行校核，如果没有问题的话，该设定值就成为一个新的功能值。如果对输入的值不满意（超出范围或其它有关值不一致）即会显示出适当的信息。不用再按特殊功能键，即可直接输入一个不同的值。

现将键盘使用规则归纳如下：

- 当按下一个仪器功能键时，该功能就显示在屏幕上，同时显示的还有当时的设定值和连续监测（即信号水平，温度，流速）的实际值。
- 屏幕上已显示的功能也准备着接受新的设定值，此时只要按相应键即可（不必再按一下该功能键）。
- 按 **置入** 键时，仪器就会对数值进行校验以确保该值处于某个功能所允许的范围内，与其他有关功能预先确定的设定值基本一致。

——如输入的值已被接受，“*”号就从显示屏幕上消失，这就说明，新的值已被存储并已执行。

若其值已需进行连续监测，“*”号由实际数值所取代。

——如数值超出范围或与其他设定值不一致，则会显示出相应的信息。不需按仪器上的特殊功能键，就可以直接输入另一个设定值。

——在仪器接受另一个输入之前，原来的设定值一直有效。

- 在输入设定值的过程中，在按**置入**键之前任何时候都可以使用**清除**键来抹去正在进行的输入。
- 如果在没有输入数值时按下**清除**键，就会显示出“READY”或“RUN IN PROGRESS”，按下运转控制键**开始**后，正在进行的输入设定将不予接受。
- 如果有某个键与实际仪器配置不相符合，在设定输入过程中，这个键就不会起作用。
- 在进行某一功能输入时，按其他功能键是不起作用的，要等到当时的输入终止和储存起来**置入**或已抹去后**清除**才能起作用。
- **秒表**键的多种功能

连续按下**秒表**键即显示出与所进行的分析有关的时间，同时，也能用作设定气体流速时所用的“秒表”定时器，用来测定各种事件所消耗的时间。图 2 是典型的时间显示。

注意：**秒表**键在不进行分析时（或不在柱补偿运转中）可能有三种功能，而在分析运转中（或柱补偿运转中）也可能有三种功能。每按一下**秒表**键进入下一个运转。

N	E	X	T		R	U	N			2	4	.	3	8		M	I	N
t	=		5	:	1	0	.	7		1	/	t	=		0	.	1	9
L	A	S	T		R	U	N			1	5	.	7	7		M	I	N

R	E	M	A	I	N	I	N	G			1	2	.	3	8		M	I	N
t	=		5	:	1	0	.	7			1	/	t	=		0	.	1	9
L	A	S	T		R	U	N				1	2	.	1	5		M	I	N

图 2 典型时间显示

下一个运转和最后一个运转的时间显示都不包括平衡时间，也不包括柱箱程序升温完成后的冷却时间。这个时间只是分析过程（或柱校正运转）所用的整个时间。

在“秒表”的模式中，时间（0.1Sec）和倒数时间（0.0min⁻¹）是同步显示。按**置入**键，计时开始，再按**置入**键，计时停止。按**清除**，重新设定时间钟。

2. 温度控制

柱温及四个加热段的温度（检测器，进样器和/或加热阀），均由图 3 所显示的键控制。

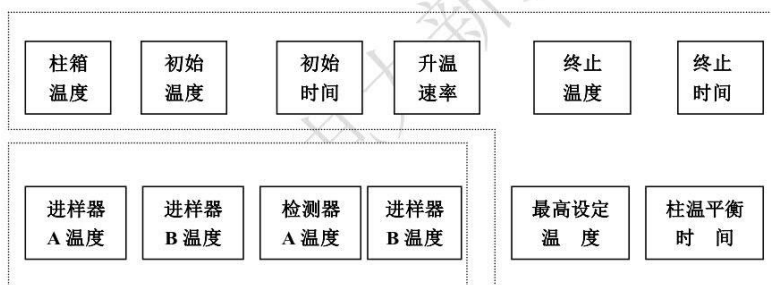


图 3 温度控制键

这样，通过按下适当的温度控制键，当时设定值和当时的监测值均显示出来。例如图 2 所显示的典型数据是通过**柱箱温度**键所获得的：

O	V	E	N		T	E	M	P			2	7	9			3	5	0
---	---	---	---	--	---	---	---	---	--	--	---	---	---	--	--	---	---	---

图 4 典型显示，设定值和实际值

注意 350℃值是设定值，而设定值是使用者规定的，在这个例子中，柱箱温度的设定值是 350℃，当前的监测值（实际值）279℃，并且柱箱温度一直加热至设定值。若给予足够的时间来恒定，“实际值”和“设

最高温度设定 设定最高柱箱温度。

柱温平衡时间 设定当柱箱温度值改变时，再达到设定值后所需的平衡时间。柱温平衡时间是当“实际”柱箱温度达到与设定值相差不到 1℃ 时即开始计算的。

柱箱温度 输入当不处在程序温度运转时的柱箱温度。

在程序温度运转时，当按下 **柱箱温度** 键时，当时的实际柱箱温度和当时经计算的柱箱设定值均显示。注意柱箱的加热比进样器/检测器都快。因此要先设定区域温度，并开机。当加热区正在加热时，可以输入柱箱温度设定值。

柱箱和加热区的开和关

为了方便起见，柱箱和加热区可以关掉而它们当时的设定值并不消失。例如，下面的键程序可关掉加热器电流，允许柱箱或加热器冷却。

柱箱温度 **关** 关掉通柱箱的加热器电流。关掉柱箱加热器，及柱箱风扇。

检测器 A 温度 **关** 关掉进样器 A 的加热电流该段显示“OFF”。

注意：如果柱箱温度或所选择加热区温度已经显示，仅需按下 **关**。

按下列键程序，柱箱或加热区被开启。柱或区域立即开始加热或冷却到所显示的设定值。

柱箱温度 **开** 或 **检测器 A 温度** **开**

(或仅仅按**开**，如果柱箱温度或该加热区温度已经显示)。

当输入一个新的设定值，柱箱或加热区也被开启；新值替代了“OFF”，并且柱箱或加热区加热如此，这时可用下列键程序。

柱箱与加热区的显示

当检验和/或输入柱箱和加热区的设定值时，所出现的典型显示见图 5。

当输入设定值时，色谱仪将对柱箱设定值进行检查，当输入的设定值与相应的事先规定的设定值不一致时，一个适当的信息将显示。这些在图 5 显示出。

典型的柱箱和加热段显示

定值”成为等值。

除了 **0** 至 **9**，**.**、**-**、**清除** 和 **置入** 键来规定设定值外，还用 **开**、**关**，**A** 和 **B** 于某些特有的键程序中。

- **开** 和 **关** 可以方便地用来开关柱箱，和/或加热区的，而不丢失它们的当时设定值。
- **A** 和 **B** 是用于规定多阶柱箱温度程序时所应用的程序键：**A** 是用于第二阶，是确定第二阶温度程序键程序中的一部分，**B** 是用于第三阶，是确定第三阶参数键序列的一部分。

有效的设定范围

表 1 列出了控制柱箱和加热区温度的 12 个键的有效设定范围

键	有效设定范围	增量值	功能
柱温	室温上 7°C—400°C	1°C	柱箱控制
初始温度	室温上 7°C—400°C	1°C	柱箱控制
初始时间	0—650.00	0.01 分钟	柱箱控制
升温速率	0—70	0.01°C/分钟	柱箱控制
终了温度	-80—400	1°C	柱箱控制
终了时间	0—650.00	0.01 分钟	柱箱控制
最高柱温	70—400	1°C	柱箱控制
平衡时间	0—200.00	0.01 分钟	柱箱控制
进样器 A 温度	0—400	1°C	加热段
进样器 B 温度	0—400	1°C	加热段
检测器 A 温度	0—400	1°C	加热段
检测器 B 温度	0—400	1°C	加热段

注意 1：温度程序控制 0 速率，停止下一步的程序。

注意 2：无论输入到 **初始时间**，**升温速率** 和 **终止时间** 的值如何，总开机时间不能超过 650.00 分钟。

加热区控制

图 3 给出了每一个可能加热区，通常还给出这几个键 (**进样器 A 温度**，**进样器 B 温度**，**检测器 A 温度**，**检测器 B 温度**)，注意到每个键用来控制哪一个给定区，是取决于仪器的具体配置。

柱箱温度控制键包括：

O	V	E	N		T	E	M	P				2	0	1				2	5	0
O	V	E	N		T	E	M	P				3	0					0	F	F
I	N	J		A		T	E	M	P			3	5	0				3	5	0
I	N	J		A		T	E	M	P			3	7					0	F	F
I	N	J		A		N	O	T		I	N	S	T	A	L	L	E	D		
D	E	T		A		T	E	M	P			2	7	5				2	7	5
O	V	E	N		T	E	M	P				2	0	1				2	5	0
D	E	T		A		T	E	M	P			3	5					0	F	F
D	E	T		A		N	O	T		I	N	S	T	A	L	L	E	D		

图 5 当输入/检验设定值时的典型显示

O	V	E	N		L	L	M	I	T		=		4	0	0					
I	N	J		A		L	I	M	I	T		=		4	0	0				
O	V	E	N		L	I	M	I	T		=		4	0	0					
O	V	E	N		M	I	N	M	U	M		=		8	0					

O	V	E	N		M	A	X	I	M	U	M	=	2	0	0		
V	A	L	U	E		<	1	0	0								
V	A	L	U	E		<	F	E	N	A		T	E	M	P		
R	A	T	E		L	I	M	I	T	=	7	0					
T	I	M	E		L	I	M	I	T	=	6	5	0		M	I	N
E	Q	U	I	B		L	I	M	I	T	=	2	0	0			

图 6 典型信息显示

图 5 是“正常”显示；图 6 是当输入的设定值是处在特定仪器功能所许可的范围值以外或是与其他有关功能的设定值不一致时所发生的典型信息显示。

柱箱温度程序控制

柱箱温度程序控制可以到三阶，这可以是加热或冷却的任意组合，控制柱箱温度程序的包括：

初始温度 设定柱箱温度程序的初始值。这也是柱箱温度程序控制运转完毕后，柱箱应回复的温度。

当不运转时，**初始温度** 的设定值等于 **柱箱温度**

初始时间 表示柱箱温度在初始温度的时间。

升温速率 表示柱箱被加热或冷却的速率。

终止温度 表示在加热或冷却结束后柱箱达到的温度。

在一个多阶的温度程序中，一阶的最终温度也是下一阶的“起始”温度

终止时间 表示柱箱温度保持在终止温度的一段时间

在一个多阶的温度程序中，一阶的最终时间也是下一阶的“起始”时间。

一个程序行程所经历的时间不得超过过去时 650 分钟，超过时，操作终止，炉温又回到“初始温度”。要知道所计算的一个过程的全部时间，可以反复按 **秒表** 键，直到出现“NEXT RUN”为止。

注意

- A** 键是为第二阶确定参数时键程序中所包括的一个键
- B** 键是为了第三阶确定参数时键程序中所包括的一个键

注意

在等温操作及在一或二阶温度程序对下一级的速率必须设定为 0，以便防止继续进行程序控制。

在柱箱温度控制程序中，一旦五个温度控制程序功能（**初始温度**，**初始时间**，**升温速率**，**终止温度**，**终止时间**）中的任何一个显示，连续地按 **置入** 键，但不输入新设定值，显示的“rolls”连续地通过整个组（包括第二和第三级的显示“A”和“B”）。

这是一个有效的方法，用该方法可再检查程序设定，如果有必要可改变柱箱温度控制程序的设定值。

柱箱状态

在程序升温运行中，发光二极管在任何时间都提供了柱箱状况。

- 等温运行：假设 **初始时间** 指定大于 0 的值，**升温速率** = 0，则只有“准备”LED 是亮的，在整个运行中它一直是亮的。
- 单阶温度控制程序：三个 LED 发光二极管：“准备”，“升温”，“恒温”相继发亮，显示出当时处在第一个温度程序段的位置。
- 多阶温度控制程序：三个发光二极管“准备”，“升温”，“恒温”相继发亮，显示出当时处在第一个温度程序段中的位置。

然后“升温”，“恒温”发光二极管在第二阶程序段和（第三）阶程序段时交替发亮。

在复杂的二或三阶柱箱温度程序中，作为程序中的一部分信息，可通过按 **柱箱温度** 键进行监测。

注意，在一阶中，所显示的设定值是已经计算出来的正确温度，计算是基于设定的加热冷却速率，和起始及最终柱箱温度。

也应注意，当柱箱加热时如果“升温”二极管是闪亮的，这就是说明对于所给定的操作条件而言，被输入的特定的“升温”值太过分。柱箱加热器在满功率运行时，可能达不到期望的升温速率。这样的状态

会损坏程序运行间的重复性。

柱箱的安全措施

一般说来，在接近柱箱内部时（如换柱子、试管等）应事先关掉柱箱开关（柱箱温度

关）为了安全起见，关掉柱箱加热器电源，风机和低温操作阀（如果安装了）但设定值仍旧存储着。

柱箱具有切断特性，防止无意如柱箱门打开所造成的危害，和/或机械，和/或电子部分失灵对柱箱操作所造成的不利因素的可能性；

在高于环境温度进行操作时，如果柱箱达不到和/或维持不住输入设定温度时，这可能是出了问题，柱箱会自动关闭。可能出现的问题，包括柱箱门打开（或关上了，但没有压紧），柱箱风口挡板不起作用，柱箱风机、加热器或温度传感器失灵或电子部分有问题。

警告 如果柱箱门开着，在经过时间延迟后柱箱自动关闭，柱箱越是接近环境温度，时间延迟越长。

当出现这种情况时，图 7 显示出这种信息：

W	A	R	N	:		O	V	E	N		S	H	U	T		O	F	F
---	---	---	---	---	--	---	---	---	---	--	---	---	---	---	--	---	---	---

图 7 信息，柱箱“停机”

3、信号输出

输出讯号包括检测器信号，加热区或柱箱温度，载气流速，柱补偿运行数据，或检测谱图。如果同时提供两个信号通道，每个通道可同时输出来自同一信号源的信号，或是由两个不同的信号输出信息。对任一通道，都可提供两个单独的模拟输出信号电平，这取决于所用模拟信号线是“+1V”或“1mV”。

0 至+1mV：记录仪

-0.01 至 1V：带模拟输入的工作站

给定信号

在按下 **信号 1** 后，相应的信号通道在屏幕上显示，此时表 2 中列出的任一个仪器功能都可以作为显示的信号通道的输出信号。

键	注释
A 或 B	从检测器“A”或检测器“B”输出信号， 如果检测器“A”（或“B”）不存在， 信息显示为“DET A (or “B”) NOT INSTALLED”检测器 A 或 B 未安装

U	N	L	I	K	E		D	E	T	E	C	T	O	R	S				
S	I	G	N	A	L		I		A	-	C	O	M	P		I			
S	I	G	N	A	L		I		O	V	E	N	T	E	M	P			
S	I	G	N	A	L		I		C	O	M	P		I					
S	I	G	N	A	L		I		I	N	J	A	T	E	M	P			
S	I	G	N	A	L		I		D	E	T	A	T	E	M	P			
S	I	G	N	A	L		I		F	L	O	W	A						
S	I	G	N	A	L		I		T	E	S	T	S	I	G				
S	I	G		2			N	O	T		I	N	S	T	A	L	L	E	D
S	I	G	N	A	L		I		N	O	T	D	E	F	I	N	E	D	

图 8 典型的信号通道状况显示

信号监测是有用的，例如判断 FID 是否已点火，为 NPD 设定灵敏元件电流，在检测 ECD 的清洁度时，在跟踪温度或气流速率等方面均是有用的。所监测的数值的显示并不受由 **调零**、**量程**和/或**衰减** 这些键所具有的标度功能的影响。（后面将讨论这些键的功能）。

“调零”信号输出

作用于“+1mV”和“+1V”的模拟输出，**调零** 规定了一个常数补偿，并将它从输出信号中减去。（在**量程** 或 **衰减** 衰减信号之前）

调零的功能是从检测器信号中减去背景信号。背景信号源包括检测器本身，（背景信号的大小决定于检测器型号），柱子泄漏，或所使用气体的污染情况。

S	I	G	N	A	L		I		A										
S	I	G	N	A	L		I								2	9	.	7	
S	I	G	N	A	L		I		O	V	E	N	T	E	M	P			
S	I	G	N	A	L		I								1	5	9	9	8

S	I	G	N	A	L	I	F	L	O	W	A						
S	I	G	N	A	L	I								3	0	.	2

ZERO 设定值的显示

通过按适当的信号通道键（**信号 1**或**信号 2**），接着按**调零**。（如果所选的信号通道已显示，仅仅只按**调零**）。就可显示出 ZERO 的设定值典型的显示如图 9 所示。

S	I	G	1	Z	E	R	O							1	0	4	.	5	
S	I	G	2	N	O	T	I	N	S	T	A	L	L	E	D				
Z	E	R	O	1						1	0	4	.	5			O	F	F
Z	E	R	O	L	I	M	I	T	=	8	3	0	0	0	0				

图 9 监测输出信号

使用者规定的 ZERO 设定值

如果**调零**的设定值对特定的应用不适合，任何从-830000.0 至 830000.0 的值可从键盘输入。

输入一个比**调零**值低的值将使背景基线上移（但在输出范围上受到影响）例如捕捉负峰，或要补偿负基线漂移。

ZERO 的接通和断开

当所选择的输出通道的**调零**现行设定补偿值显示，按下**关**键暂停从信号中减去补偿值。相对于 HBWG 零点电压，基线恢复到其绝对电平。

- 电流设定值仍保留着，按下**开**键恢复从信号中减去补偿值。
- 如果**调零**断开，按下**置入**接通功能，并使**调零**起作用完成基流补偿。
- 如果**调零**断开，按下数字键（0 至 9），接着按下**置入**，接通**调零**功能并从信号中减去输入的补偿值。

信号衰减

对每个信号通道模拟信号输出电平可通过**量程**和**衰减**衰减。

对**量程**每高一挡设定值，就按 2 的（为前电平的 1/2）因数降低输出信号电平。而且**量程**

影响“+1V”和“+1mV”模拟输出的信号电平。

$$\text{“+1V”输出电平} = \text{信号} / (2 \times \text{量程})$$

衰减仅影响“+1mV”模拟输出：每高一挡较高值，通过 1/2 降低输出信号电平（如**量程**规定的）。

$$\text{“+1mV”输出电平} = \text{信号} / (2 \times \text{量程} \times \text{衰减})$$

因此在“+1mV”模拟输出的信号输出电平可与“+1V”输出分别调整。

注意 **衰减**功能仅仅是用于“+1mV”输出，并且是在通过**量程**“调整”后作用于信号的。

通常是这样的，如果一个积分器或 A/D 变换器（“+1V”输出）和记录仪（“+1mV”输出）连接到同一信号通道，

量程应先调整积分器或是计算机，然后**衰减**适当的调整图纸记录仪。

为了减少积分器或 A/D 变换器的综合误差，**量程**一般应尽量调至最低值，假如重要的最大峰不超过 1 伏特。积分设备或计算机的衰减功能用来确保所绘出的峰“处在标度之内”。

量程对选定输出通道的信号源加以选择量定，并“占据了”其全动态范围的一部分。所选择量定的这部分最高值不可超过给定的（“+1mV”或“+1V”）输出的最高输出电压。

量程 / **衰减** 现行设定值的显示

按下相应的信号通道键（**信号 1** 或 **信号 2**），接着按**量程**或**衰减** 设定值即可显示出来。（如果所选的信号通道已经显示则仅仅按**量程**或**衰减**即可）。

例如，下列键程序是显示 **信号 1** 输出通道的设定值。

信号 1		量程																					
S	I	G	N	A	L		I		R	A	N	G	E					1	0				
S	I	G	N	A	L		I		A	T	T	N							1	0			
S	I	G	N	A	L		I		A	T	T	N							1	0	0	F	F

S	I	G	2	N	O	T	I	N	S	T	A	L	L	E	D
---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

图 10 典型信号通道显示

注意

如果按下**量程**或**衰减**，而没先按下**信号 1**或**信号 2**，“信号 1”通道被采用（并显示）如果需要，再按**信号 2**，则能对“信号 2”通道显示同样的功能。

输入**量程** / **衰减**设定值

用键程序输入新的设定值

信号 1 {或**信号 2**} **量程** {或 **衰减**} **#** **置入**

一旦通道和功能显示，按下适当的数字键就可以输入新值，接着用**置入**键终止输入。

“测试信号”的输出

一个测试谱图，包括三个峰，永远存储在 HBWG 中。每个峰大约为前峰高度的 1/10，在

量程=0 (“+1V”模拟输出) 第一个（最高的一个）峰的高值大约为 125mV，此峰的半高宽大约是 0.13 分钟。

输入下列键程序可以得到这一功能：

信号 1 {或**信号 2**} **9**，**置入**

绘图检验方式是通过“信号 1（或“2”）检验绘图”“SIGNAL 1（or2）TEST PLOT”的显示来确认的。按下**信号 1**（或**信号 2**）一秒钟显示当时的信号电平值。每一周期大约为 1-1/2 分钟。

注 意

量程和**衰减**的给定设定值影响测试信号的输出电平，如同对接受装置的影响那样。

为了仪器测试谱图功能的实现，必须建立柱箱温度程序（例如：**升温速率**的设定值不是 0）。

测试谱图在排除故障过程中是非常有用的，它可以判断在所连接的积分仪或图纸记录设备上观察到的信号丢失或噪音是由于色谱问题（由于泄漏而造成样品丢失，由于检测器脏污而产生的噪音等等），还是积分/记录设备本身的毛病，或是连接电缆有问题。

如色谱图检验不能说明积分/记录设备有问题，则可以说明色谱很可能存在问题，如果色谱图显示出有噪音，或根本就不出现色谱图，则问题就不可能在色谱仪上。

如果在特定的信号通道中的信号电路诊断出问题。（通道“1”在例子显示中）则出现“FAULT ATTN 1 TEST”和/或“FAULT: DAC 1 TEST”。

总之，如果怀疑有信号问题，应关掉电源，然后再接通进行内部自身检验。如果发现存在

问题，相应的信息则显示。

注 意

如果同时存在多个问题，按下 **清除** 键可从头到尾现实所有的信息。

冠以“WARN”信息，除了信息所指示的功能，仪器仍处于操作状态，当按下仪器任一功能键（例如：**柱箱温度**）信息消除。关于“FAULT”信息，除了显示信息外，红的“未准备好”发光二极管闪亮时，直到问题更正，仪器方可操作。

如果在正常操作过程中，出现了“WARN”或“FAULT”信息，试将仪器电源关掉，然后再开启。

4、运 转

START 键

按下 **启动** 键，柱箱温度程序、运转时钟和时间事件的项目就开始了。

同时，遥控启动继电器接通，使遥控装置启动（如积分仪）。产生+1mV 标志信号输出，在相连的连续运行的记录仪表示出运行开始。

按下 **启动** 键，绿色的“运行”指示灯亮，黄色的“OVEN”（柱箱）指示灯亮表示运行柱箱温度程序。在运转期间，只有当整个操作系统的某些部分还没有准备好的时候，红色的“未准备好”指示灯才亮（见下面的“状态”显示）。

按下 **启动** 键，不管正在进行什么键盘输入操作仪器立即开始运转，正在进行的键盘输入无效，除非“运行”灯亮着或在闪亮。

STOP 键

按下 **停止** 键，运行就停止，产生+1mV 模拟信号输出，在与之相连的连续运行的记录仪表运行停止。

状态显示器

当柱箱和加热区域达到了它们各自的设定温度，检测器选用了输出信号通道并且检测器开启的时候，“准备状态”就出现了。

任一温度没有达到给定值时都会引起红色的“未准备好”灯亮，温度到了给定值，灯就熄灭。

此外，如果有外部的“准备状态”输入和“INET”“仪器网络准备状态”输入，当外接设备内没有准备好时，则“未准备好”灯也会亮。

如果“未准备好”灯持续点亮，按 **清除** 键可找出妨碍“准备状态”的因素：相应的每一个因素都将依序“循环”显示出来。

说 明

如果看到“未准备好”灯一亮一灭的闪烁，则存在重要问题：通过按清除键可以显示出“警告”、“故障”、和/或“致命的错误”等信息。

O	V	E	N		T	E	M	P			N	O	T		R	E	A	D	Y
I	N	J		A		T	E	M	P		N	O	T		R	E	A	D	Y
D	E	T		A		T	E	M	P		N	O	T		R	E	A	D	Y
D	E	T		A		N	O	T		O	N		(S	I	G)	
E	X	T		D	E	V	I	C	E		N	O	T		R	E	A	D	Y
		S	Y	S	T	E	M				N	O	T		R	E	A	D	Y
		R	U	N		I	N				P	R	O	G	R	E	S	S	
C	O	M	P		1		B	L	A	N	K		R	U	N				A

图 11 典型的“未准备好”显示（通过按清除键得到）

注：图 11 所示的典型的“正常”显示反映了适当操作系统时，系统个部分为了启动运行还未处于“准备好”的状态。“对于柱箱加热区”，只要一达到它们各自的设定温度，它们的信息就不再显示。一旦每个部分都准备好了，按清除键就有如图 12 所示的结果：

										ACTUAL	SETPOINT						
				G	C	5	8	9	0	—	R	E	A	D	Y		

图 12 “准备好”显示

只要运转正在进行中（无论是分析还是柱补偿），“RUN”灯一般总是持续点亮的，当不运转时，总是关着。在准备好之前（例如柱箱或区域温度未达到设定值）启动柱补偿运行，“RUN”灯将闪亮，系统准备好后柱补偿运行会自动开始。

单柱补偿：

允许进行色谱“空白运转”（没有样品注入的运转）所记录的数据作为“基流补偿”。

假定运转与运转之间的基流补偿是一致的，它就可以从样品运转的数据中扣除，以抵消基线漂移（通常是由于柱流失而引起的）。

说 明

单柱补偿数据仅适用于在一定温度和气体流速条件下操作的特殊的检测器和色谱柱的组合。如果空白运转数据收集的条件与样品运转数据收集的条件不同，则会导致结果不正确。

可以存储两个独立的基流补偿信号（通过单柱补偿 1 键和单柱补偿键 2 来设定），这两个独立的补偿信号可以来自例如两个不同的检测器，或者相同的检测器，但使用不同的色谱条

件。

柱补偿状态的显示

柱补偿数据的状况是通过按**单柱补偿 1**或**单柱补偿键 2**来显示的，图 9-4 给出了典型的显示。

C	O	M	P	1	—	N	O	D	A	T	A	A			
C	O	M	P	1	—	D	A	T	A	O	K	A			
C	O	M	P	1		T	O	O	S	T	E	E	P	A	
C	O	M	P	1		W	R	O	N	G	T	I	M	E	A

图 12 柱补偿典型的状态显示

在每个显示中，“COMP1”或“COMP2” 是按下 **单柱补偿 1** 键或 **单柱补偿键 2** 键而响应，“A”或“B”表示所选用的检测器。

柱补偿运转的开始

输入样品运转所用的柱箱温度程序以后，按 **单柱补偿 1** 键或 **单柱补偿键 2** 键，柱补偿运转就开始了同时显示出当前的柱补偿状态，并且表示出新的基流补偿数据储存在哪里。

- 如果显示鄂伦春所选用的检测器（A 或 B）则简单地按**置入**键，柱补偿运行就开始了。
- 如果显示的检测器不正确，则按下凹或凸键选定所希望用的检测器，然后按**置入**键开始柱补偿运行。

● 按**凸**键，接着按**置入**键，开始两个平行的柱补偿运行，使用相同的柱温程序，对每个选用的检测器同时储存相应的基流补偿数据。

这种选择对于使用不同的检测器和/或柱子进行样品分析是很有用的，但必须使用相同的柱温程序。

图 13 所列出的信息显示了柱补偿运行正在进行时的情况，或者开始补偿运行存在问题时的情况。

柱补偿运行在完成了柱箱温度程序以后会自动结束，原有的任何基流补偿数据会被抹去，而收集和储存新的基流补偿值。

说 明

对于柱补偿运转的柱箱温度程序不用考虑**初始时间**和**最终时间**的设定值：这个程序可通过 **升温速率**键简单地按照从初始时间和最终时间的加热斜线来确定。

当柱校正运转正在进行的时候，按 **启动** 键不能开始样品分析操作，按 **停止** 键使柱补偿运行中途废止，则由于柱箱温度程序还没有达到 **终止温度** 键的设定值，因此原先储存的基流补偿值很可能不合适。显示“WRONG TIME”（错误时间）信息表示了预期的运行时间与实际运行时间之间的一致。

C	O	M	P		I		B	L	A	N	K		R	U	N				A
I	N	V	A	L	I	D		D	U	R	I	N	G		R	U	N		
O	V	E	N		N	O	T		O	N									
N	O		T	E	M	P		P	R	O	G	R	A	M					
D	E	T		A		N	O	T		O	N								
D	E	T		A		N	O	T		I	N	S	T	A	L	L	E	D	
N	O		D	E	T	E	C	T	O	R	S		F	O	U	N	D		
I	N	V	A	L	I	D		I	N		C	O	M	P		R	U	N	

图 13 正在进行柱补偿运行时的典型显示

信号的分配

对于给定的检测器（A 或 B），在“COMP1”或者“COMP2”中储存了合适的基流补偿数据以后，对于同一个检测器，必须从以后的样品运行数据中扣除柱补偿数据。

下面的键操作顺序可将上述基线校正数据分配给指定的输出通道。

信号 1 (或 **信号 2**) **置入** (或 **置入**) **单柱补偿 1** (或 **单柱补偿 2**) **置入**

图 14 就是确认这种信号分配的一个例子。

S	I	G	N	A	L		I		A	-		C	O	M	P		1	
---	---	---	---	---	---	--	---	--	---	---	--	---	---	---	---	--	---	--

图 14 柱补偿典型显示

5、进样系统

本章叙述进样器系统的操作。

*填充柱进样器

*分流/不分流，毛细管进样器

*只分流毛细管进样器

填充柱进样器

填充柱进样器用于金属或玻璃填充柱，液体样品在进样器内部迅速汽化，为了确保液体样品完全汽化，进样器的温度一般应该比最高柱温高 20℃ 以上。

假定柱和内衬管（如果使用的话可以加内衬管）安装正确，并且系统无泄漏，下面提供的

资料是正确操作所必需的。

流速的设定:

每当系统有某些改变时,各种流速都要用皂沫流量计来恢复其首次使用的流速。HBWG 有秒表功能可以用于皂沫流量计

把柱箱和加热区的温度设定到期望的操作值,在载气流量设定好以前,检测器必须处于“关”的状态,而检测器信号可以输到指定的输出通道。至进样器的载气源的压力最少必须达 413Kpa,大部分地区确保对大多数应用的正确操作。

- 1、关闭通入检测器的其他气体,以便单独的测量柱流速
- 2、逆时针方向打开质量流量调节器以获得所需要的柱流速,在检测器排出口测量之。

分流/不分流毛细管进样器

多用途的分流/不分流毛细管进样器系统可以用于任何普通的毛细管柱(石英玻璃、石英、玻璃、金属)

具体的进样方式包括:

- *分流,用于主要组分的分析
- *冲洗不分流,用于微量组分的分析。

每一种形式都需要安装特殊的进样器内衬管。

需要注意的是毛细管分析的性能与所用的内衬管(和进样方式)密切相关。所提供的内衬管是“平均的”,适用于多种多样的普通运用,并能很好地操作。但是,对于一些特殊的运用,为使进样器操作最佳化,可以使用用户定做的内衬管。任何用户定做的内衬管外径不得超出 $6.50 \pm 0.02\text{mm}$,长度必须是 $78.5 \pm 0.1\text{mm}$ 。

载气的选择

载气的选择和它通过柱子的平均线速对柱效、分析时间和系统的稳定性有很大的影响。一般来说,选择载气以达到最大的组分分辨率和检测器性能以及最小的总分析时间为目的。

对于特定的载气,在做程序升温时,线速度值应选择 HETP 曲线最低点的 11/2 到 21/2 倍的范围内,这样能在整个使用温度范围内,使柱效的变化减至最小。

那些柱效不是一个重要条件的操作或等温操作,线速可根据需要适当选择。范氏曲线说明了使用 He 或 H₂ 作载气的优点,从曲线可以看出以下几点:

- ① H₂ 和 He 与 N₂ 相比,最低点出现在平均流速比 N₂ 大得多的地方,因此,He (H₂ 更好) 能用比 N₂ 更高的速度而只降低很小的效率,使用 H₂ 或 He 可以缩短总的分析时间。
 - ② 使用 H₂ 的另一个好处是在相对低的柱头压力下就能获得高的流速。
 - ③ 对于给定的化合物, N₂ 曲线的最低点是很好判断的,因此在那儿只有小的线速范围而柱效是最大的。
 - ④ H₂ 和 He 的最低点相对地显得较平坦。当使用程序升温分析时,两者都是较合适的载气。
- 使用 N₂ 的另一个问题有许多等级,它经常被水和/或轻的碳氢化合物污染,而 H₂ 和 He 可以得到较高的纯度。

总的来说,选用 H₂ 作载气最好,He 次之。

初始的柱头压力: 使用毛细管柱,必须设定柱子的线速,而这是通过柱头压力来控制的,得到特定的速度所需的压力主要地取决于特定柱子的内径和长度。

表 3 不同内径和长度的毛细管的初始柱头压力 (Kpa)

初始柱头	标称			

长	12	25	50	100
度				
压力 KPa				
标称内径 mm				
0.20	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

说明

必须强调指出，表 3 中推荐的数值只是开始点，我们在下面各部分介绍的每一种进样方式都提出了调节柱头压力以获得理想的柱流速的操作步骤。

下面所描述的进样方式包括了设定柱流速的步骤。需要特别说明的是，一根特定的柱子设定了流速以后，并不等于说对其它柱子或每一次操作就不需要再校准了。每次换柱或更换流路系统内其他部件后，柱流速需要校对，必要时还要作调整。

分流进样：

在使用分流进样时，当使用危险的化学药品和/或 H₂ 载气时，从分流出口流出的气体应该排到通风橱或适当的化学捕集器中。

由于样品在进样器内部的滞留时间短，技术上却要求样品迅速汽化，因此进样器温度必须足够才能达到这一要求。

在分流出口通道上的背压调节阀保持了柱头压力的恒定，通过流量调节器控制的进样器的总流量分成两路，一路流入柱子，另一路绕到内衬管的底部，从内衬管外侧和进样器之间流到分流出口。

“分流比”定义如下：

分流比 = (分流出口流速 + 柱流速) / 柱流速

这里：流速是体积流速，测量单位为 ml/min。

分流比反映了总样品进入柱子的百分率：数值越高，进入柱子的样品越少。

给定的分流比是通过下列步骤测得的：

A、设定初始的柱头压力：

把柱箱和加热区的温度设定到所希望的操作值，确认检测器已打开，把它的输出信号送给适当的通道。

根据柱长和柱内径从表 3 选择合适的初始柱头压力：

- 1、为保证正常操作，要使载气源的压力至少为 138Kpa，比所选择的柱头压力大。
- 2、如果需要，逆时针方向打开流量控制器，以得到充足的系统流量。
- 3、调节背压调节器以获得所选择的柱头压力。

B、测量流速

每当系统有某些变化时，总是首先用皂沫流量计测量所有的初始流速，HBWG 有“秒表”功能可以用于皂沫流量计。皂沫流量计的使用将在后面介绍。

C、设定隔垫清洗气的流速：

设定了初始的柱头压力后，在清洗气出口测量隔垫清洗气的流速，如果需要，调节隔垫清

洗气控制器以得到范围在 0.5-6ml/min 之间的流速。

需要说明的是：隔垫清洗气流速与柱流速是无关系的，改变隔垫清洗气的流速不会影响柱流速，改变柱子，或分流流速也不会影响隔垫清洗气的流速。

但是在分流操作方式中，改变隔垫清洗气的流速会影响分流比。因此，在相同条件下进行系列分析期间隔垫清洗气流速是不能改变的。

D、设定线速：

通过柱子的线速是通过注入含有惰性组分（一般是 CH₄）的样品来测定的。

用得到的惰性组分的保留时间与预期的保留时间“t_r”相比较，而预期的保留时间“t_r”是由期望线速（“u”）和柱长计算而得：

$$t_r(\text{预期})(\text{分}) = 1.67 \times \text{柱长}(\text{m}) \div \text{线速}(\text{cm/sec})$$

使用 HBWG 计时功能（见第 5 章“键盘和显示”）重复注入惰性组分，需要时调节背压调节器，以便获得与希望的线速对应的期望的保留时间。

E、计算体积流量：

用下式计算通过柱子的体积流量（准确度 90%以上）：

体积流量 (cm³/min) = 0.785 × (D²L/t_r)，其中：“D”是柱内径 (mm)，“L”是柱长 (m)，“t_r”是惰性组分的保留时间 (min)，（假定所希望的线速是“u”已经得到）

计算出来的体积流量，特别是较高的流量，可以用皂沫流量计连接到检测器排气口来校对（通到检测器的其他气体，例如补充气体和/或辅助气都必须关闭）。

表 4 不同内径和长度的毛细管柱的“0.785×D²L”的值

“0.785 柱长 ×D ² L”的 标称 值 内径 (mm)	12	25	50	100
0.20	0.377	0.785	1.57	3.14
0.32	0.965	2.01	4.02	8.04
0.53	2.65	5.51	11.0	22.0
0.75	5.30	11.0	22.1	44.2

F、检查进样器清扫状态：

检查进样器清洗气路是否已经打开，并且在分流进样方式的整个运转过程始终都保持开着：

*为显示进样器清洗气路目前的情况，按： （或 ）

如果显示“OFF”（关），则按以恢复进样器清扫。

在运转期间，为显示经过多长时间进样器清扫会停止，按：

（或 ）

*在运转期间，为显示经过多长时间恢复进样器清扫，按：

清洗 [A] (或 [B]) 秒表 [开]

(如果已经显示清扫时间“PURGE TIME”，只需按[开])

为分流进样，时间应设定为“0.00”，进样器清洗必须打开(“ON”)。需要时，当显示“PURGE TIME OFF”(或“ON”)时，可以简单地按 [0] [置入]。

G、获得理想的分流比：

最后，根据分流比的定义，对任何预期的分流比，可使用下列关系式来确定分流出口期望的流速：

分流出口的流速 (ml/min) = 柱体积流速 (ml/min) × (预定的分流比-1)

使用皂沫流量计测量分流出口的流速，需要时根据预定的分流比，调节流量控制器以获得所需要的流速。为了现在的分析，必须选择合适的分流比。

不分流进样：

对于不分流操作，稀释的样品在进样内衬管汽化，然后大部分样品都吹到柱子中。

为了提高柱效，汽化的样品必须“重新浓缩”在柱头(在组分分离以前)。若没有这个重新浓缩，洗提出来的组分的峰宽反映出进样内衬管体积而不是柱效。样品可以用两种方法重新浓缩：“溶剂效应”或“冷阱”(两者都在下面讨论)。

因为技术上要求在注射期间气体流过进样内衬管再进入柱子，而溶剂蒸汽甚至在样品组分“重新浓缩”以后也会遍及进样器并继续进入柱子，这就造成一个长的相当大的、溶剂拖尾而掩盖了感兴趣的峰。因此在短期时间间隔以后，就要把溶剂蒸汽从进样内衬管清扫出去。

在进样内衬管清洗以后，柱箱温度升高，引起陷在柱头的溶剂流过柱子。这样样品组分就被释放而分离。

由于样品在进样器内部的滞留时间比分流进样长，进样器可以在比较低的温度下操作：对于大多数操作来说，150 到 200℃是合适的。

溶剂效应：

样品重新浓缩的一种方式溶剂效应，它需要把汽化了的样品组分保留在一个固定相区域内并有溶剂吸收在柱头。在这个区域中，样品“塞”的前部比后部经受更大的阻挡：被溶剂浸透的固定相其作用就象对样品组分的屏障，借此减少样品组分的带宽。

要通过溶剂效应来重新浓缩样品组分，柱箱温度必须低到足以使溶剂在相当长的时间内保持在柱头，柱温低于溶剂沸点 10-30℃为较好。表 5 给出了某些常用溶剂的沸点，以及为有效的使用溶剂效应而建议的初始柱温范围。

表 5 某些常用的溶剂及使用溶剂效应而建议的初始柱温

溶剂	沸点 (°C)	初始柱温范围 (°C)
乙醚	35	10-25
正戊烷	36	10-25
二氯甲烷	40	10-30
二硫化碳	46	10-35
*三氯甲烷	61	25-50
*甲醇	65	35-55
正己烷	69	40-60

流出口+隔垫清洗) (一般为 50-100ml/min), 剩余的溶剂蒸汽 (注入溶剂总量的 1-5%) 从进样器排出。

注意: 由于载气排出口经过了背压调节器, 因此柱头压力 (或者柱流速) 甚至在通过内衬管的总流速改变 (注入时与插件清洗时相比) 时也会保持恒定。

假定柱子和内衬管安装合适, 系统是无泄漏的, 设不定期期望流过柱子的载气线速, 开关不分流电磁阀的键盘指令按下列各步说明:

A、设定初始的柱头压力:

把柱箱和加热区的温度设定到期望的操作值, 确认检测器是打开的, 它的输出信号已输出给指定的通道从表 1 中选择一个与柱长和内径以及所用载气相适应的初始柱头压力。

1、为了确保正常操作, 必须使载气源的压力至少为 138Kpa (20Psi) 并且比选择的柱头压力大。

2、需要时, 逆时针打开流量调节器以得到充足的系统流量。

3、调节背压调节器以得到所选择的柱头压力。

B、测量流速:

每当系统有某些变化时, 总是先用皂沫流量计测量所有的初始流速。色谱仪有“秒表”功能, 可以用于皂沫流速计。

C、设定隔垫清洗气的流速:

设定了初始的柱头压力以后, 在清洗出口测量隔垫清洗气的流速, 需要时, 调节器垫清洗控制器以得到 0.5 到 3ml/min 范围内的流速。

在进样期间, 由于流入进样器的气流在柱子和隔垫清洗出口之间分开, 对隔垫清洗所设定的流速会影响进入进样器内衬管的样品量。

要获得最佳的隔垫清洗气流速, 推荐如下操作步骤 (和柱子): 选择那些有代表性的目的组分, 使用最近的峰面积而又没有因隔垫汇漏而出现的怪峰的那个流速。

需要说明的是, 隔垫清洗气流速是独立于柱流速的, 改变隔垫流速不会影响柱流速, 而改变柱流速也不会影响隔垫清洗气的流速。

D、设定线速:

柱子的线速是通过注入含有惰性组分 (一般为 CH_4) 的样品来测量的。

用得到的惰性组分的保留时间与预期的保留时间 (“ t_r ”) 相比, 而预期的保留时间 (“ t_r ”) 是由理想线速 (“ u ”) 和柱长计算而得: t_r (预期) (分) = $1.67 \times$ 柱长 (m) \div 线速 (cm/sec)

反复注入, 必要时调节反压调节器, 以获得理想的通过柱子的载气线速。

通过柱子的流速可以作较验, 特别是较高的流速。利用皂沫流速计连接到检测器排出口来检查 (通过检测器的其他气体, 例如补充气、和/或辅助气必须关闭)。

E、内衬管清洗的操作:

(不分流电磁阀的操作):

清洗进样器内衬管过量的溶剂蒸汽取决于恰好在进样前启动 (“触发”) 电磁阀, 然后经过一定的时间间隔后阀又恢复到原来的 (松弛) 状态。

这个操作能手动, 或者更方便的, 也可以自动操作, 阀开关时间可以输入至时间表中。

不分流电磁阀可以通过键盘手动操作, 也可以在色谱仪中编制时间程序表, 在运转期间自动开和关 (或关和开)。

两个阀控制通道是通过 A 和 B 区分的, 它们由分流/不分流的进样器的位置 (分别为进样器区 “A” 或 “B”) 来决定。

如果阀已经 “开” (或 “关”), 再设定一个开 (或关) 的指令就无效。

P	U	R	G	E		B		0	N							1	.	5	0
---	---	---	---	---	--	---	--	---	---	--	--	--	--	--	--	---	---	---	---

*醋酸乙酯	77	45-65
乙腈	82	50-70
正庚烷	98	70-90
异辛烷	99	70-90
甲苯	111	80-100

*只能使用交键固定相。

对于给定的操作，最好的溶剂是根据样品的溶解度和挥发度、柱子的极性和固定相的类型以及检测器的选择性、灵敏度等，通过反复试验而找到的。

注意：由于溶剂效应，溶解在不同溶剂中的相同的组分的保留时间是不同的，因此对于特殊的操作，溶剂一经选定，就要一直使用它。

温度程序：

多级柱箱温度程序是很有益的：在注入时柱箱保持在合适的“冷”温度下以形成重新浓缩的环境。

然后，柱箱快速程序升温，较轻的组分通过溶剂效应而得到分离，温度继续上升，但是速度慢一点，较重的组分由冷阱而得到分流。

样品量：

注入的样品体积一般在 0.5-2 μ l 范围内，以单个组分的浓度不得使柱子超负荷为准，感性认识的组分保留指数应该大于 600。不使柱子超负荷的最大样品注入量根据柱内径、填料、柱效和组分极性来决定。

进样器温度：

由于在注射期间通过进样内衬管的气流流向柱子的气体流量减小，因此样品在内衬管的滞留时间比分流进样方式长。

由于这个原因，可以使用相当低的进样器温度：对于大多数样品，温度在 150 到 200 $^{\circ}$ C 范围内就可以满足要求。注意较低的温度也减小了需要汽化的样品的体积，减少了“反冲”(flash back) 的可能性。

对于含有高沸点组分的样品 (> C_{20})，则需要较高的进样器温度。

尾吹会增加干扰，清洗得太早会有这样的危险：吹走轻组分，没有足够的时间让重的组分进入柱子，和/或没有足够的溶剂进入柱子以确保好的“重新浓缩”。

建议使用与最近一次样品分析同样的条件分析一个已知的标样，从理论上讲，这个标样对于所要分析的未知样品是有代表性的(所选择的组分和它们相应的浓度两者都是有代表性的)。

进行一系列的分析，慢慢地增加内衬管清洗时间，最佳时间是能得到最大面积读数和溶剂干扰最小的时间。

进样以前：

载气通过质量流量调节器流到进样器的顶部，其中有一小部分分出来清洗隔垫和内衬管密封垫圈，然后流到清洗出口。

其余的向下流入内衬管，在那儿气流再一次分开：一部分流入柱子而另一部分流到内衬管底部周围，在插件外侧和进样器内壁之间向上流到分流出口。

进样时：

电磁阀(不分流电磁阀)正好在进样以前驱动，以防止载气从内衬管底部排出去。现在通过内衬管的气流只流入柱子。流过进样器顶部的气流经由电磁阀和背压调节器流到分流出口。

进样以后：

进样以后过了预定的时间，电磁阀复位，通过进样器内衬管的清洗气流接通了。

在进样时，从柱流量+隔垫清洗流量(一般小于 5ml/min)到通过进样器的总流量(柱+分

流出口+隔垫清洗) (一般为 50-100ml/min), 剩余的溶剂蒸汽 (注入溶剂总量的 1-5%) 从进样器排出。

注意: 由于载气排出口经过了背压调节器, 因此柱头压力 (或者柱流速) 甚至在通过内衬管的总流速改变 (注入时与插件清洗时相比) 时也会保持恒定。

假定柱子和内衬管安装合适, 系统是无泄漏的, 设不定期期望流过柱子的载气线速, 开关不分流电磁阀的键盘指令按下列各步说明:

A、设定初始的柱头压力:

把柱箱和加热区的温度设定到期望的操作值, 确认检测器是打开的, 它的输出信号已输出给指定的通道从表 1 中选择一个与柱长和内径以及所用载气相适应的初始柱头压力。

1、为了确保正常操作, 必须使载气源的压力至少为 138Kpa (20Psi) 并且比选择的柱头压力大。

2、需要时, 逆时针打开流量调节器以得到充足的系统流量。

3、调节背压调节器以得到所选择的柱头压力。

B、测量流速:

每当系统有某些变化时, 总是先用皂沫流量计测量所有的初始流速。色谱仪有“秒表”功能, 可以用于皂沫流速计。

C、设定隔垫清洗气的流速:

设定了初始的柱头压力以后, 在清洗出口测量隔垫清洗气的流速, 需要时, 调节器垫清洗控制器以得到 0.5 到 3ml/min 范围内的流速。

在进样期间, 由于流入进样器的气流在柱子和隔垫清洗出口之间分开, 对隔垫清洗所设定的流速会影响进入进样器内衬管的样品量。

要获得最佳的隔垫清洗气流速, 推荐如下操作步骤 (和柱子): 选择那些有代表性的目的组分, 使用最近的峰面积而又没有因隔垫汇漏而出现的怪峰的那个流速。

需要说明的是, 隔垫清洗气流速是独立于柱流速的, 改变隔垫流速不会影响柱流速, 而改变柱流速也不会影响隔垫清洗气的流速。

D、设定线速:

柱子的线速是通过注入含有惰性组分 (一般为 CH_4) 的样品来测量的。

用得到的惰性组分的保留时间与预期的保留时间 (“ t_r ”) 相比, 而预期的保留时间 (“ t_r ”) 是由理想线速 (“ u ”) 和柱长计算而得: t_r (预期) (分) = $1.67 \times$ 柱长 (m) \div 线速 (cm/sec)

反复注入, 必要时调节反压调节器, 以获得理想的通过柱子的载气线速。

通过柱子的流速可以作较验, 特别是较高的流速。利用皂沫流速计连接到检测器排出口来检查 (通过检测器的其他气体, 例如补充气、和/或辅助气必须关闭)。

E、内衬管清洗的操作:

(不分流电磁阀的操作):

清洗进样器内衬管过量的溶剂蒸汽取决于恰好在进样前启动 (“触发”) 电磁阀, 然后经过一定的时间间隔后阀又恢复到原来的 (松弛) 状态。

这个操作能手动, 或者更方便的, 也可以自动操作, 阀开关时间可以输入至时间表中。

不分流电磁阀可以通过键盘手动操作, 也可以在色谱仪中编制时间程序表, 在运转期间自动开和关 (或关和开)。

两个阀控制通道是通过 A 和 B 区分的, 它们由分流/不分流的进样器的位置 (分别为进样器区 “A” 或 “B”) 来决定。

如果阀已经 “开” (或 “关”), 再设定一个开 (或关) 的指令就无效。

P	U	R	G	E		B		0	N							1	.	5	0
---	---	---	---	---	--	---	--	---	---	--	--	--	--	--	--	---	---	---	---



图 15 典型的分流/不分流进样器内衬清洗显示

手动阀开关：

1、恰好在进样前，停止进样器清洗： （或 ）

2、开始运转并进样

3、在注入以后的理想时间内，恢复进样器清洗： （或 ）

（或者，如果“PURGE”仍然显示着，只要简单地按 ON 就行）。

进样器清洗到下一次运转时为止。

自动阀开关：

根据时间程序表，在运转期间，进样器清洗阀自动切换一次开和关，运转结束以后，阀就保持它最终时的状态。

*在运转期间，当停止清洗时，要显示经过的时间，按：

（或 ）

*在恢复清洗时，显示操作经过的时间，按：

（或 ）

一旦进样器清洗程序显示了，新的操作经过的时间在任何时候都可以输入（最小 0.01 分），停止进样器清洗经过的时间必须在注入样品以前（典型的为 0.00），“开”和“关”的时间可以参考箱程序开始的时间。

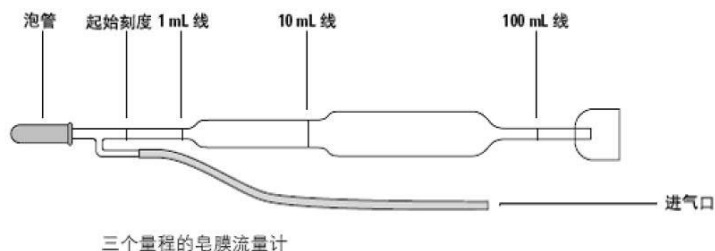
说明

从 0.00 到 650.00 分之间任意一个输入值都是有效的，即使输入的时间大于运转弹簧时间也无关：因为清洗阀是不动作的。
在运转期间，如果“开”和“关”的时间相同，则清洗阀是不动作的。

如何用皂膜流量计测定流量

皂膜流量计是非常基本、可靠的测定气体流量的工具。形成的气泡以半月形通过气体正在流经的管。半月面作为一个界线通过测量管，其移动速度反映气体通过管的流量。很多皂膜流量计都分成直径不同的段，以便适应测定不同范围的流量。

皂膜流量计具有 1, 10 和 100 mL 的刻度，适于测定低流量（例如载气）和高流量（如 FID 用空气）。见下图：



工具

- 具有1, 10 和 100 mL 刻度的皂膜流量计。泡管中半充满肥皂水。
- 连接检测器或排放管（如果需要）的连接管。
- HBWG 内部的秒表。

警告

空气或氧气的流量不能与氢气的流量同时测定。因为这样会形成爆炸性混合物，可能被意外地点燃。一定要分别测定这些气体的流量。

把皂膜流量计进气管连接到要测定流量的接口上，如果需要，使用适当的连接管。

注意

在连接皂膜流量计之前，打开流路。

- 1 竖直方向手持皂膜流量计，挤压并释放泡管，在皂膜流量计中形成一个半月形皂膜气泡。重复进行数次以便在测定流量之前，把皂膜流量计管壁湿润。
- 2 按 [时间] 看到秒表的屏幕。挤压泡管。
- 3 当气泡半月面通过皂膜流量计下面的起始刻度线时，按 [输入]，启动秒表。
- 4 当气泡半月面通过皂膜流量计上面的1 mL, 10 mL 或100 mL 刻度线时按 [输入]，停止秒表。
- 5 用在 HBWG 的显示器上显示的 $1/t$ 值计算流量，以 mL/min 为单位：
 - 如果使用 1 mL 线，流量为 $\text{mL}/\text{min} = 1/t$ 。
 - 如果使用 10 mL 线，流量为 $\text{mL}/\text{min} = 10 \times 1/t$ 。
 - 如果使用 100 mL 线，流量为 $\text{mL}/\text{min} = 100 \times 1/t$ 。
- 6 按 [清除] 重设秒表。至少重复测定一次以便验证流量。

6、检测器系统

火焰离子化检测器 (FID)

检测器状态

检测器 A 温度 或 **检测器 B 温度** 显示，检测器 (“A” 或 “B”) 的开关状态，允许开启或关闭指定的检测器，如果是 TCD，可以变换信号极性。

当检测器关闭时：

*FID：输出信号和收集极电压被切断。如果火焰已点着，火焰继续保持点着状态，直至气体切断为止。

D E T A F I D O N

D E T A T C D O F F [+]

D E T B N O T I N S T A L L E D

图 16 检测器状态显示

检测器的开启与关闭

一旦所选的检测器显示，按下 **关** 将其关闭；按下 **开** 将其开启。所发生的变化会立即显示出来。

值得注意的是检测器的开启或关闭，不会影响检测器的温度。检测器的温度是单独通过和专门加热区（检测器 A 温度或检测器 B 温度）相连的温度控制键来控制的。

检测器输出的监测

当开始操作时，例如 FID 火焰点火，给 NPD 活性元件调整电源，检查 ECD 噪音等。了解检测器各个时间的输出是特别有用的。

在任何时候，检测器的输出电平总是通过第一次指定给某个检测器的输出通道（“信号 1”和/或“信号 2”，如果安装了）来显示的。按其位置表明“A”或“B”

信号 1 {或**信号 2**} **A** {或 **B**}

S I G N A L 1 A

S I G N A L 1 2 5 8 . 7

S I G 2 N O T I N S T A L L E D

图 17 典型显示检测器输出信号的监测

一旦检测器分配给某一个输出通道，就可按**信号 1**（或 **信号 2**）显示电平。再按一次**信号 1**（或**信号 2**）显示分配到特定的输出通道的信号源。

注意所显示的是实际信号，对任何影响检测器响应立即有反应。

毛细管补充气体流速的设定

检测器被设计成为载气流速至少在 20ml/min 时（典型的装填柱流速）操作最佳。载气流速低于 10ml/min（典型的毛细管应用）需要毛细管补充气以便保证流速（载气+补充气）至少 20ml/min。TCD 则例外，要求总流速仅是 5ml/min。

补充气直接加入到用于 IFD 或 NPD 检测器气流支管的氢气中。毛细管补充气供气压力应设

定在大约 276Kpa。

对于 FID 来说，0.3mm 喷嘴能大大地增强检测器的灵敏度并且必须与毛细管柱一同使用。如果与填充柱一同使用，火焰熄灭及堵塞问题将可能发生。

在使用填充柱时，可以先试用 0.3mm 的喷嘴。如果遇到问题，再更换 0.5mm 喷嘴。

火焰离子化检测器

FID 的灵敏度取决于氢气与载气流的比值，（或毛细管柱子的载气+补充气）。

对最佳性能而言，有一个最佳比率：在下一节中将描述点火及获得最高的灵敏度的方法。

一般来说，当样品中所要分析的组分含量高时，就要提高空气流速（高达 650ml/min），当样品中所测成份含量低时，则降低空气流速（250-300 ml/min）。

要想达到最高灵敏度，建议制备一种标准样，其中所测成分的浓度要达到所需要的高度。通过采用不同的载气，空气和氢气流速进行试验，来确定在何种流速情况下可以得到最大响应。

警告

火焰离子化检测器系使用氢气作为燃料气。如果氢气流打开，而检测器进样器联接处于未安上柱子，氢气就会流进柱箱，有引起爆炸的危险。因此，当已经给仪器通氢气的时候，总是应该在进样器联接处或是接上柱子或是拧上金属帽。

假设检测器已接好，载气并无泄漏，安装了合适的喷嘴，装好了柱子，调好了载气流速，并检查过检测器的排气孔。

1、将柱箱和加热区调至选好的操作温度

2、轻轻地使氢气和空气的开/关控制器（顺时针）关上。调节氢气和空气的压力以便得到正确的流速。

一般来说，只调整氢气和空气各自的压力就足以设定氢气和空气的流速。但是如果流速需要检查，则进行第三步，需使用 FID 流量测量接头。如不测量空气或氢气流速，则打开氢气和空气的开/关阀（逆时针全部打开）并按第 10 步去做。

3、将一个皂沫流量计与联接器相接，并插入检测器的排气孔插得越深越好。开始时会有股阻力，因为 O 形环压进了检测器的排气孔。再往里插时应边拧边按其接头，确保其 O 形环密封良好。

注意，为了方便起见，提供了秒表功能。

载气和补充气流速（柱子+补充气）通过检测器的总量应调整到至少 30ml/min。

4、打开空气开/关阀（逆时针方向）并测量通过检测器的总气流量（柱子+补充气（如使用）+空气）。

调整检测器的空气压力，以便得到流速大约为 400ml/min（对大多数操作合适）。

5、关空气开/关阀

6、打开氢气开/关阀（逆时针方向）并测量通过检测器的总流速（柱子+补充气（如使用）+氢气）。

调整检测器的氢气压力，以便得到流速大约为 400ml/min（对大多数操作合适）。

7、从 FID 的收集极上拆下流量测量联接器。

8、打开空气开/关阀。

9、当使用氮气作为补充气时，在点火时有必要临时将补充气关掉直至点燃火焰为止。

10、用另一种方法，在按下点火按钮前输入下列信号：

检测器 A 温度 {或 **检测器 B 温度**} **开**

信号 1 {或 信号 2} A {或 B}, 置入

信号 1 {或 信号 2}

在按下点火器按钮前, 显示的 FID 信号电平在 0-3PA 范围内。当按下按钮点燃火焰时, 假定火焰点着, 显示的信号将增大到较大的稳定值 (如 10PA) 即说明检测器有效。精确的数值取决于柱子和操作条件。

七、预防性维护

1、色谱柱老化

各种色谱柱可能会有一些污染物: 柱老化的目的是去除挥发性的污染物, 以使柱子满足使用要求。

由于柱子很容易吸附某些空气中的污染物, 所以, 新填充的柱子必须老化, 对于那些用过的柱子, 并且有搁置了一段时间没有用盖帽或塞子保护起来的, 同样有必要作柱老化。

柱老化对于毛细管而言并不是一个严重问题, 因为这种柱子固定相用量少, 鉴于同样的理由也需要作柱老化。但是, 在操作时应小心一点, 以防毛细管柱内的固定相流失。

柱子的尺寸和配制不同, 其操作程序也不相同。具体的操作步骤按制造厂商说明进行。下面仅介绍通用的柱老化规则:

①关闭检测器! 切断检测器的气源 (如果有的话), 尤其是氢气!

②A、如果要老化的柱子已安装好了, 则将其与检测器连接的一端拆下来。

B、如果要老化的柱子还未安装好, 则将其一端接到现有的进样器上。千万别将另一端接到检测器上! 对于分流/不分流 (或只分流) 的毛细管柱进样器, 如果毛细管柱需要老化, 则安装一个不分流插入管, 并按一般方法安装柱, 其位置高出柱螺帽 7.5mm, 调节隔垫清扫气流量不大于 6ml/min。

C、用进样器螺帽盖好检测器的入口, 以防止空气和/或污染物进入检测器。

③建立稳定的载气流量。老化填充柱时, 以 He 为最佳, 用 N₂ 也可以满足要求。

A、对于 Φ3 或 Φ4 柱 (内径 2mm), 流量约 30ml/min

B、对于硬玻璃毛细管柱 (内径 0.25mm) 设定柱头压力与其柱子长度成正相关。即柱子越长, 设定的柱头压力越高。

C、对于石英玻璃毛细管柱, 设定柱头压力与其柱子长度成正相关。即柱子越长, 设定的柱头压力越高。

④设定柱室温度为 100℃ 约为 1 小时, 然后逐渐升温至柱子老化温度 (切勿超过柱子最高温度极限。通常, 低于柱子最高温度极限 30℃ 是足够的)。

注意

过热将缩短柱子使用寿命。

柱老化时间对填充柱来说长一些, 可能要过夜, 对于毛细管柱则稍短一些。

如果老化好了的柱子不立即使用, 在柱室取出后盖好两端, 以防空气, 水分和/或污染填充柱进样器。

2、清洗

关闭进样器加热区, 让其冷却。

卸下隔垫压紧螺帽，取出隔垫，接着卸下柱子和进样器内衬管。运用一合适光源，从柱箱同部照明进样口内壁。如发现有明显的污染物或残留物，则应清洗进样器。用抹布和适合的溶剂将管内壁残留物清除。用一粗细合适的金属丝，小心地清除掉固体颗粒，用过滤的干燥压缩空气或氮气充分干燥。

分流/不分流及只分流毛细管柱进样器。

3、换垫

常用的圆形隔垫，其使用寿命仅取决于使用次数及针头质量：针头要尖、无毛刺、表面光滑。毛刺、锐边，粗糙表面或针头钝都会减少隔垫的使用寿命。毛细管柱对隔垫材料的选择要求较填充柱低一点。因为隔垫是被连续吹扫的。选择隔垫主要看耐久性。注意忌用不合适的材料，隔垫必须清洗无异物。

隔垫泄漏可以从下面现象观察到：保留时间延长，无响应和/或柱前压减少。一般的使用规律是每天换一次隔垫。

注意

- ①在切断柱气流以前，先关检测器（尤其是对 TCD）
- ②更换隔垫时，柱气流被切断。因为有些柱子，在停供载气时，可能因柱温升高而损坏柱子，所以进行换垫操作时，柱室应降至环境温度。
- ③换垫操作时必须小心谨慎！这是因为柱室和/或进样和/或检测器接口可能很烫，以至于引起灼伤！
- ④在采用分流时，打开进样器之前，载气压力必须降低。如果不这样做，气流可能将内衬管填料从进样器内吹出去，影响分析效果。

操作步骤

- ①卸下隔垫压紧螺帽，取出并扔掉旧垫。旧垫可能在进样器顶部，也可能在压紧螺帽的同侧。
- ②将新垫置于进样器的顶端，确认密封面（在进样器的顶部及压紧螺帽的内侧），洁净无异物。
- ③用手拧紧螺帽，不要太紧，螺帽内有弹簧，能提供密封必须的足够的压力。

4、检漏

在正常的进样器操作时，整个系统是紧固密封的，下列检查步骤用于初次检漏或排除泄漏怀疑。

- ①关闭检测器！
- ②安装一个与毛细管柱外形相同的零件在进样器出口（一根别针或类似的仪表游丝）
- ③盖住流路面板上隔垫清扫出口
- ④将背压调节器调到“柱压”为 138Kpa。
- ⑤关闭载气流量调节器（顺时针全关，关到“底”即可），也就是切断去进样器的气流。
- ⑥顺时针调节背压调节器，再多开 1/4 圈，观察表上“柱”压 5 分钟。

如果系统无泄漏，压力恒定在 131-138Kpa，如果压力下降，说明有泄漏存在，在有泄漏的情况下，通上载气，并且：使用一种合适的检漏液检查流量面板后面，气路系统的有关管线接口，必要时可更换或检修某些连接件和部件。

注意

检漏液使用后，往往有污染物残留，因此每当检漏操作完毕后，应使用甲醇清洗，并进行干燥。

检查进样器三个可能泄漏的地方：隔垫、柱接口、压紧螺帽密封环（O型环）
正常操作时，可能进行下列操作，既不需卸下柱子，也不需卸下进样器的密封环，可以简单地给系统升压进行检漏。

用皂沫流量计检查隔垫泄漏：将皂沫流量计入口管压在进样器针导引器顶部，使入口管与导引器顶部表面齐平，明显的泄漏可以从皂沫流量计看出。如果有泄漏，则更换隔垫。

用检漏液检查螺帽泄漏，如观察到有泄漏，先紧一紧螺帽。如果还漏，则更换密封垫圈。需要说明的是，如果进样器管是热的，则检漏液可能发泡，产生泄漏的错觉。

如果隔垫和柱帽已证明无泄漏，则更换进样内衬管的密封环（O型圈）。

上述过程操作完毕，系统再次充压，并再一次检查整个系统有无泄漏。

进样器加热区停止加热，让其冷却。

卸下隔垫压紧螺帽、隔垫、内衬管压紧螺帽及内衬管，卸下柱子。用一合适的光源，照看进样器内壁，如果有明显的污染物，则清洗进样器。

使用擦布和适当的溶剂，除去管内的残留物。用一合适的金属丝，小心地清掉固体颗粒。用过滤的干燥压缩空气或氮气吹干后再组装。

5、衬套和/或内衬管维护

无论是进样器系统，进样器内衬管和/或衬套必须保持洁净以保证最佳操作性能，尤其是它们的内部，在有污染物进入柱子后会干扰样品组分。

说明

在内衬管或衬套的任何部位，都不该有污染物，尤其是它们的内部。

有时，换下来的清洁的衬套和/或内衬管在必要时可以快速换上，衬套和/或内衬管清洗处理的难易程度，取决于它们的材质是玻璃的还是金属的。

玻璃内衬管

如果分流内衬管（用于分流/不分流或者只分流的毛细管进样器系统），是需清洁的则先去除它的填料。

因为污染物往往是些炭化物（不溶于有机溶剂），作为清洗的第一步，用浓铬酸浸泡 24 小时。

警告

浓铬酸剧毒，腐蚀性强，应注意安全防护措施。

经铬酸浸泡后，将内衬管放在水中，甲醇和丙酮中漂洗，然后在恒温箱中 105℃干燥。

经洗涤并干燥后，用小刷子或合适的金属丝从内表面去除固体颗粒，然后用过滤的干燥压缩空气或氮气吹管内残留的东西。

金属内衬和衬套不能使用浓酸。

内衬管用非腐蚀性溶剂洗涤（H₂O, CH₃OH, (CH₃)₂CO, CH₂Cl₂），然后在恒温箱中 105℃充分干燥。

经洗涤、干燥后，用合适的金属丝捅下管内表面上的固体颗粒，接着用过滤的干燥压缩空气或氮气吹掉下来的颗粒。

对于那些用在毛细管直接柱上进样器的内衬管，用一洁净的金属丝（0.2mm），长度（3.8cm）捅下固体颗粒。

6、FID（火焰离子化检测器）

检测器本身及其连接系统，要求作常规维护。

警告

FID 使用氢气作燃气，如果氢气已通上，而柱子还没有与检测器及进样器相联，则氢气会流入柱箱导致爆炸，所以，在任何情况下，进样器及检测器必须有柱子相连或者盖好螺帽。

开/关闭

氢气和空气管路上偶尔会堵塞，这时应改变阀体上过滤孔板的有效孔径。有时，阀体内的 O 型圈也需要更换。由于在触动阀体时，需要在流量面板背面移去流量控制部件。

喷嘴的更换和更新

由于更换喷嘴时需要从检测器基座卸下收集极组件，借此机会可检查检测器收集极和检测器基座有无污染物沉积。操作过程按下面的“清洗”部分说明，拆卸检测器，更换喷嘴，并进行一些必要的清洗。

喷嘴和收集内孔都要视情况进行清洗，以去除沉积物（常常有一些从柱里流出的白色硅或黑色的炭化物油腻）。这些沉积物会降低仪器的灵敏度，引起色谱有噪音和出杂峰。

关闭检测器及其加热区，同时切断检测器供气（尤其要注意氢气！），让检测器自然冷却，从前端打开外罩。

注意

喷嘴不要拧得太紧！拧得太紧会造成喷嘴和基座永久性变形和损坏。

7、TCD（热导检测器）

- ① 气源要求纯度 99.999%。
- ② 开主机电源前一定要通载气，放空要有气泡冒出，方可开机。
- ③ 开桥电流电源应在温度稳定后进样前打开。
- ④ H₂、He 作载气时，桥电流在 150~200mA；
N₂ 作载气时，桥电流为 80 mA。
- ⑤ 桥电流过大，会缩短钨丝寿命，一般取最低值。
- ⑥ 进样体积：气体 0.1~5mL；液体 1~5 μ L。

8、仪器的使用

仪器的维护不但能使仪器正常工作而且能延长仪器寿命

- a 仪器应严格地在规定的条件下工作，在某些条件下不符合时必须采取相应措施
- b 严格地按操作规程进行工作
- c 严禁柱温超过固定相中固定液允许的使用温度，一般柱温低于允许使用温度
- d 仪器在关机时，先降柱温然后关断载气气源
- e 关机后，待仪器冷却到室温时将仪器的防尘罩罩住

八、运输和贮存

- 1 运输：产品在包装完整的状态下，允许用一般交通工具运输，运输过程中应按印刷标志的要求进行运输作业。
- 2 贮存：产品在运输状态下，应贮存在温度 5-35℃，相对湿度 < 85% 的环境中，且空气中不含

油性气体。

九、质量保证

在用户遵守产品安装和使用规则的条件下，产品自发货日起 14 个月内，产品确因制造质量而不能正常工作时，本公司无偿为用户修理和调换（不包括易耗件的调换）。

湖北武高电力新技术有限公司