

## 前 言

(a) 首先十分感谢您购买并使用本公司生产制造的 GC450 系列气相色谱仪。

(b) 本说明书对 GC450 系列气相色谱仪的操作和使用方法进行了介绍，请用户在操作使用仪器之前仔细阅读并充分理解，正确地操作使用仪器。

(c) GC450 系列气相色谱仪在生产制造过程中所使用的材料均符合环境保护标准，但是在使用过程中涉及到的某些气体、样品若处置不当可能造成人体伤害或环境污染。请用户参照本说明书的有关介绍并遵守当地有关的法律法规，正确地使用、保管、处理可能造成人体伤害或环境污染的气体、样品等物品。

(d) 本说明书的著作权和解释权属于上海辉世仪器设备有限公司。禁止私自将本说明书的一部分或全部复印、出版。本说明书可能在未经通知的情况下进行修改。

# 目 录

|                                                |    |
|------------------------------------------------|----|
| 安全注意事项 .....                                   | 4  |
| 第一章 安装准备 .....                                 | 5  |
| 1.1 安装条件的准备 .....                              | 5  |
| 1.2 电器条件细则 .....                               | 7  |
| 1.3 接地条件细则 .....                               | 7  |
| 第二章 气路连接 .....                                 | 8  |
| 2.1 气体净化器的介绍 .....                             | 8  |
| 2.2 气路管道的连接方法 .....                            | 8  |
| 2.3 气路连接示意图 .....                              | 9  |
| 第三章 仪器概述与主要指标 .....                            | 11 |
| 3.1 气相色谱原理简介 .....                             | 11 |
| 3.2 仪器概述 .....                                 | 11 |
| 3.3 温控指标 .....                                 | 12 |
| 3.4 检测器技术指标 .....                              | 12 |
| 第四章 色谱柱的安装 .....                               | 13 |
| 4.1 安装填充色谱柱 .....                              | 13 |
| 4.2 安装毛细管色谱柱 .....                             | 16 |
| 第五章 进样器 .....                                  | 23 |
| 5.1 进样器概述 .....                                | 23 |
| 5.2 填充柱进样器 .....                               | 23 |
| 5.3 气体进样器 .....                                | 24 |
| 5.4 毛细管柱不分流进样附件 .....                          | 26 |
| 5.5 毛细管柱分流进样器 .....                            | 26 |
| 5.6 毛细管柱进样器的流量设置 .....                         | 27 |
| 第六章 气路控制系统 .....                               | 29 |
| 6.1 气路控制系统概述 .....                             | 29 |
| 6.2 GC450F、GC450N、GC450FP 气路系统面板（填充柱进样器） ..... | 29 |
| 6.3 GC450F、GC450N、GC450FP 气路系统面板（分流进样器） .....  | 30 |
| 6.4 填充柱进样器、FID（NPD、FPD）气路系统 .....              | 31 |
| 6.5 分流进样器、FID（NPD、FPD）气路系统 .....               | 32 |

---

|                          |        |
|--------------------------|--------|
| 第七章 微机控制部分 .....         | 33     |
| 7.1 微机控制部分概述 .....       | 33     |
| 7.2 微机控制部分面板 .....       | 33     |
| 7.3 微机控制部分界面详细设置 .....   | 34     |
| <br>第八章 检测器 .....        | <br>39 |
| 8.1 检测器概述 .....          | 39     |
| 8.2 氢火焰离子化检测器(FID) ..... | 41     |
| <br>第九章 仪器的保养 .....      | <br>43 |
| 9.1 清洗与老化 .....          | 43     |
| 9.2 分析故障排除 .....         | 44     |
| 9.3 微机系统错误代码自诊断解析 .....  | 46     |

## 安全注意事项

### ▲氢气使用的安全注意事项

使用氢气时，需特别小心。为了防止事故，请严格遵守下述规章：

1. 气路连接应正确无误。不可将氢气管道接到仪器的空气入口处，否则氢气将大量泄漏，造成危险。
2. 仪器不用时，必须将氢气气源（气瓶或发生器）的总阀关闭，同时要始终保证氢气气源本身无泄漏。
3. 任何时候都要注意检查整个氢气气路的密封性，避免出现漏气现象。
4. 为防止氢气泄漏引起的爆炸事故，放置仪器的房间必须通风良好，并遵守消防条例的规定。
5. 实验完毕后，请首先关闭氢气气源的总阀，然后再进行其它关机操作。

### ▲紧急情况下的关机步骤

当出现紧急情况而需立即关机时，请按下述步骤操作：

1. 关闭 GC450 系列气相色谱仪主机电源开关。
2. 关闭所有辅助设备的电源开关。
3. 将所有的气体的气源总阀关闭。
4. 拔下仪器电源插头。

### ▲安全注意事项

本气相色谱仪是用于定性和定量分析的分析仪器。为了保证仪器的操作安全，请遵守下列注意事项。

1. 严格遵守本说明书所列出的操作步骤、警告和注意事项。
2. 请按照仪器的设计用途使用仪器。请不要自行拆卸或改装仪器。
3. 仪器的维修，请与所在地的公司联系。

### ▲注意高热空气

仪器工作时，高热空气会从仪器后部的柱箱排气口排出，请勿在排气口周围放置可燃物品。

仪器工作时，进样器、检测器和顶部盖板均处于较高的温度，请勿触摸，否则有烫伤危险。

### ▲注意高压危险

卸取仪器后盖板之前，必须切断仪器电源。此项工作最好由公司的专业维修人员进行。

# 第一章 安装准备

## 1.1 安装条件的准备

### 1.1.1 环境条件

GC450 系列气相色谱仪应该在温度和相对湿度分别为 5~35℃ 和 0~85% 的范围内使用。推荐在人们感到舒适的环境下使用（适当的恒温、恒湿条件）。这样，仪器才能发挥最佳的性能，仪器的使用寿命也最长。

如果将仪器暴露在腐蚀性物质（不管是气体、液体还是固体）中，可能会损坏仪器的材料和零部件，降低仪器的使用寿命，所以应该避免。

安装仪器的房间应当装有排风扇或则空调，保证室内空气的流通。

### 1.1.2 安装地点

安装 GC450 系列气相色谱仪，需要一张安放仪器的工作台，台面长 120cm，宽 71cm，至少能够承受 60kg 的重量，试验台必须水平、稳固。此外，为了方便柱温箱中的高热空气排放，在 GC450 气相色谱仪与墙面之间应留出至少 30cm 的空间，并且不应堆放物品。工作台与墙面之间应留有 30—40cm 的通道，便于安装、保养、或检修仪器。

GC450 系列气相色谱仪的高度为 49cm。仪器上方不可放置、悬挂任何其它的物品、搁板等。若有阻挡物，会影响仪器顶部的散热，妨碍仪器的正常使用。

如果其它设备（如记录仪，积分仪，工作站等）也放置在同一张工作台上，则工作台的台面和载荷根据需要适当增大。

### 1.1.3 电源线

为了防止出现安全事故，GC450 系列气相色谱仪按照国际电工技术协会的要求，使用三芯电源线，面板和机壳均与三芯电源线中的接地端连接。因此向 GC450 系列气相色谱仪供电，也应该使用三相电源插座，并且必须三相电源插座应按照有关规定，将接地端进行良好的接地。

### 1.1.4 气源要求

某些气体供应商能提供“仪表纯”或“色谱纯”级的气体（其名称因不同供应商而异），这些气体都可用作色谱的专用气体，但是应指定纯度级别。

为了获得最佳的色谱性能，我们推荐如下的纯度值。

### 1.1.5 载气和毛细管柱尾吹气的纯度

|                    |         |
|--------------------|---------|
| N <sub>2</sub>     | 99.995% |
| H <sub>2</sub>     | 99.995% |
| He                 | 99.995% |
| Ar/CH <sub>4</sub> | 99.995% |

▲注意：使用电子捕获检测器时，载气的纯度必须大于 99.9995%。并配有脱氧装置。

### 1.1.6 检测器用辅助气的纯度

|                |          |
|----------------|----------|
| H <sub>2</sub> | 99.95%   |
| 干燥空气           | 干燥、无水、无油 |

### 1.1.7 载气的选择

选择什么气体作为载气（或毛细管柱尾吹气），取决于色谱柱和检测器的需要。下表是对气体选择的一些建议，供参考。

通常选择气体除了取决于色谱柱和检测器的需要之外，可能还要考虑价格因素及购买是否方便。比较常见的载气选择为：FID、ECD、NPD、FPD 检测器选择氮气（N<sub>2</sub>），TCD 检测器选择氢气（H<sub>2</sub>）。

| 检测器 | 载气                 | 说明                     |
|-----|--------------------|------------------------|
| TCD | He                 | 通用                     |
|     | H <sub>2</sub>     | 灵敏度最高（注 1）             |
|     | N <sub>2</sub>     | H <sub>2</sub> 检测（注 2） |
|     | Ar                 | H <sub>2</sub> 灵敏度最高   |
| FID | N <sub>2</sub>     | 灵敏度最高                  |
|     | He                 | 可用于替换                  |
| ECD | N <sub>2</sub>     | 灵敏度最高                  |
|     | Ar/CH <sub>4</sub> | 最大动态范围                 |

#### ▲注意：

1. H<sub>2</sub> 灵敏度比 He 更高，但会冲掉 TCD 热导钨丝上的钝化物质致使漂移率偏高，一直要等到钝化物还原完毕为止。与某些化合物不能兼容。
2. N<sub>2</sub> 适于分析 H<sub>2</sub> 或 He，但会大大地降低分析其它化合物的灵敏度，对某些组分还可能出反峰。

### 1.1.8 净化器

一般来说，我们建议在载气和辅助气的气路上均装上净化器。气体净化器在使用了一段时间后，应将气体净化器内的分子筛和硅胶进行活化处理。（活化的温度一般为 260℃ 左右，活化时间不少于六小时。）如需增强净化效果可选用我公司生产的气体净化器。

### 1.1.9 脱氧管

痕量氧气也会使 ECD 检测器的性能下降。氧气也会损害色谱柱，尤其是毛细管色谱柱。在净化器的气体出口（载气）和仪器的气体入口接头之间可以装一个脱氧管，以去掉痕量的氧气，提高 ECD 检测器的性能，保证 ECD 检测器的正常工作。GC450 系列气相色谱仪如果配置 ECD 检测器，仪器需另配有一套脱氧装置。

## 1.2 电器条件细则

### 1.2.1 电源噪声

GC450 系列气相色谱仪的结构设计是能耐受合理的输入线噪声的。但是从其它用电的公用工程来的许多噪声，GC450 系列气相色谱仪是无法控制的。这种电噪声的主要来源是来自仪器附近其它较大功率电器的设备，例如电炉，电机、电磁阀，可控硅整流器和 X 光机等。

### 1.2.2 噪声的消除

如果要消除现有电器设备或将来安装的电器设备的噪声，我们坚持这样的建议，即在主配电盘与仪器分配电盘之间要装一根合格的馈线。要检查中线接触和接地是否良好（请参阅下面“接地”一节）。

### 1.2.3 电源干扰

对电源输出产生干扰的输入电源噪声，或干扰系统中的信号线的输入电源噪声，都会使仪器系统的功能失常。这些输入干扰可归纳为冲击、压降和瞬变，现分述于下：

“冲击”和“下跌”是输入电压的正、负值的突然变化，其延续时间在 5 毫秒之间。一般来说“冲击”和“下跌”都不应超过正常额定线电压的 $\pm 15\%$ 左右，而且在 17 毫秒（60Hz）和 20 毫秒（50Hz）之内恢复到稳定态。“电源电压瞬变”是输入电压的正负值发生突然变化，其延续时间在 1 毫秒和 5 毫秒之间。如果这种瞬变时间大于额定电压的 20%（取决它的能量），就会使仪器的功能失常。

## 1.3 接地条件细则

要想使仪器能安全可靠地运行，仪器的接地良好是非常重要的。一般来说，大多数国家和地区都要求给电器设备安装地线，以确保人身的安全和仪器的可靠运行。

为了使 GC450 系列气相色谱仪运行情况良好，我们坚持建议采用无噪声接地装置。这种接地也称作“绝缘接地”，因为它是与建筑物中的其它电器接地装置分开的。当把 GC450 系列气相色谱仪和其它仪器连接起来时，使用“绝缘接地”将有助于保持系统的可靠性。

在大多数情况下，普通的接地是不能满足要求的，因为该种接地方式不可能不带进一点接地不良所引起的噪声。噪声还可能来自射频播音器，这根地线还可能带有一般稳定的电流。

**典型的容易产生噪声的接地情况如下：**

**1.导管 2.房顶和建筑物的横梁 3.自来水管 4.提升地板的支撑结构 5.煤气管或取暖管道**

把地线接到这些管子是大多数消防规范所不容许的，也很容易受到由于接地不良所产生的建筑物噪声的影响，同时，由于天线的影响，它们还会接收到电频的干扰。

**可以接地的东西如下，（应和当地电器检查部门商量，选用当地可以接受的接地方法）：**

1. 用一根尺寸合适的电线接到楼房的总管线上或接到总导管的入地处。
2. 把接地用的长钉子打进潮湿的土层里（1 米左右），并接到入地处。
3. 也可以接到其它可靠的入地处。

绝缘的地线必须牢固地接在装置上。不要用夹子把地线夹在管子或接地柱上。也不要使用其它会使接头松动的方法来连接。接头必须用铜焊或锡焊，尽可能减小接地接头处绝缘电阻的下降。如果按装得不合适，在接头处就可以量到电阻，再加上地线上的电阻就会使绝缘的接地装置上产生我们所不希望的电势。在安装地线的时候要预防它偶然和其它地线接触这会给绝缘带来不良的影响。

## 第二章 气路连接

### 2.1 气体净化器的介绍

我公司生产的气体净化器，能为用户过滤、净化气相色谱仪所用的各种气体，保证仪器能够正常的工作。该高效气体净化器有三个气体管道，载气、氢气管道和空气管道各有一个净化管，能同时过滤、净化三种气体，有时亦可将几个管道串联以进一步提高净化效果。

使用电子捕获检测器时，净化器后还应加装一根高效脱氧管以剔除载气中痕量的氧气。

三种管道内分别装有分子筛和硅胶，分子筛用来过滤气体中的杂质；硅胶，用来过滤气体中的水份，硅胶为蓝色变色，吸湿水分达到饱和状态，且颜色变暗红色，这样需进行活化。

当净化器使用一个月后，要进行一次活化。活化时应把分子筛、硅胶分别倒入两个干净、耐高温的容器内，在烘箱内  $260^{\circ}\text{C}$  温度下，烘烤不少于 6 小时，取出冷却 2 小时后，再按原样装入净化管中。这样高效气体净化器又可以重新使用了。

### 2.2 气路管道的连接方法

GC450 系列气相色谱仪的外部气路管道，采用外径  $\Phi 3 \times 0.5$ （壁厚）的聚乙烯管， $\Phi 2 \times 0.5$  不锈钢衬管、O 型圈、硅胶垫圈，M8×1 螺纹密封螺母、M8×1 螺纹接头来进行连接。

连接方法如图 2—1 所示。

硅胶垫圈

接头 M8×1

M8×1 密封螺母

O 型圈

$\Phi 3 \times 0.5$  聚乙烯管

不锈钢衬管  $\Phi 2 \times 0.5$

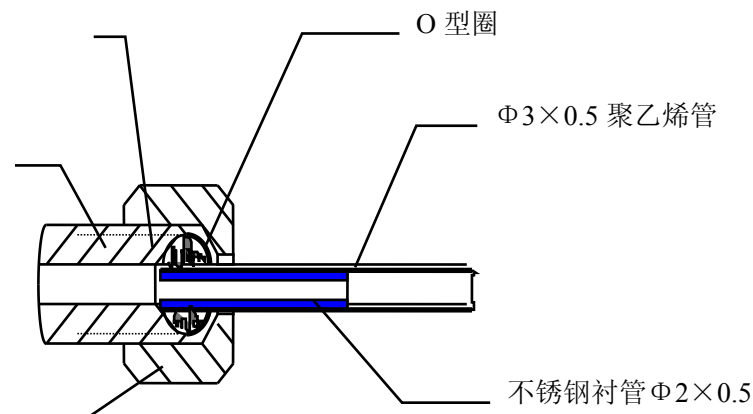


图 2—1 聚乙烯管气路连接示意图

GC450 系列气相色谱仪的外部气路管道，亦可采用  $\Phi 3 \times 0.5$  外径的不锈钢管或紫铜管、O 型圈、硅胶垫圈，M8×1 螺纹密封螺母、M8×1 螺纹接头来进行连接。

连接方法如图 2—2 所示。

硅胶垫圈

接头 M8×1

O 型圈

M8×1 密封螺母

不锈钢管  $\Phi 3 \times 0.5$

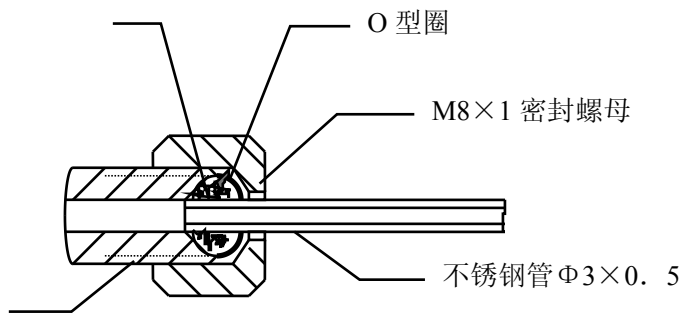


图 2—2 金属管气路管道连接示意图

连接步骤如下所述（以连接气源钢瓶与气体净化器为例）：

1. 截取适当长度的聚乙烯管，并在其两端各插入一根 $\Phi 2 \times 0.5$ 的不锈钢衬管。
2. 将 M8×1 密封螺母、磷铜圈和 2 个 O 型圈装入聚乙烯管的一端。
3. 将 M8×1 密封螺母旋在钢瓶接头（M8×1）上，并旋紧，保证密封良好。
4. 将 M8×1 密封螺母、磷铜圈和 2 个 O 型圈装入聚乙烯管的另一端。
5. 将 M8×1 密封螺母旋在净化器的相应接头（M8×1）上，并旋紧，保证密封良好。
6. 其他气路管道的连接步骤与上述步骤相同。
7. 如果使用不锈钢管或紫铜管等金属管气路管道，则 $\Phi 2 \times 0.5$  不锈钢衬管不必使用，其它步骤相同。

▲注意：

1. 输入到 GC450 系列气相色谱仪的压力必须在 0.343Mpa—0.392Mpa 范围内（相当于 3.5kg/cm<sup>2</sup>—4kg/cm<sup>2</sup>）。
2. 空气输入到 GC450 系列气相色谱仪的压力必须在 0.294Mpa—0.392Mpa 范围内(相当于 3kg/cm<sup>2</sup>—4kg/cm<sup>2</sup>)。
3. 氢气输入到 GC450 系列气相色谱仪的压力必须在 0.196Mpa—0.392Mpa 范围内(相当于 2kg/cm<sup>2</sup>—4kg/cm<sup>2</sup>)。
4. 如果使用氢气为载气时，输入到 GC450 系列气相色谱仪的载气入口压力应为 0.343Mpa(相当于 3.5kg/cm<sup>2</sup>)。

▲注意：氢气减压阀要选用最大输出压力为 0.4 Mpa（相当于 4kg/cm<sup>2</sup>）以上的氢气减压阀。

## 2.3 气路连接示意图

### 2.3.1 GC450F、GC450N、GC450FP 气路连接图

GC450F、GC450N、GC450FP 的外部气路连接如图 2—3 所示。

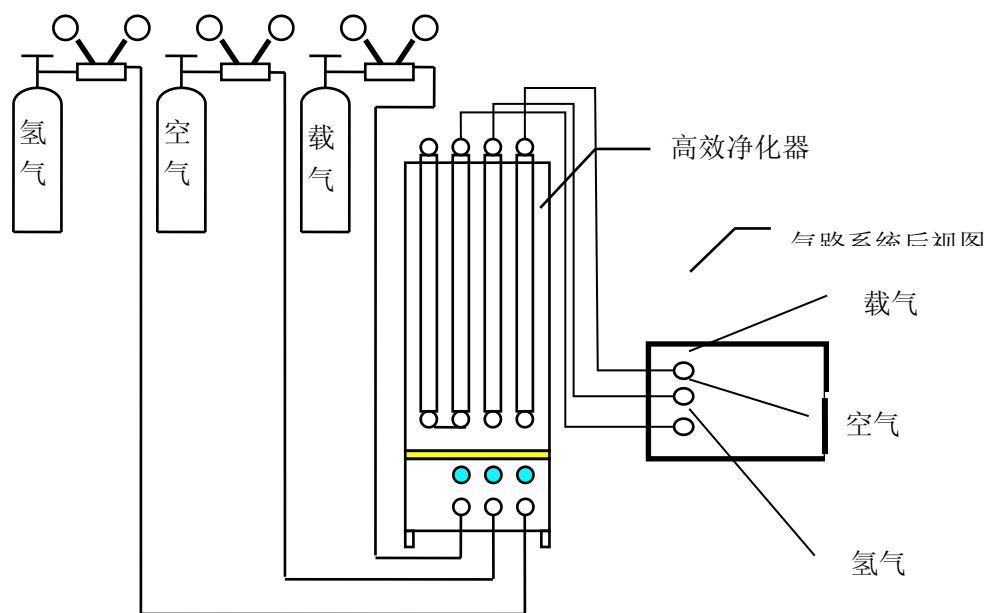


图 2—3 GC450F、GC450N、GC450FP 外气路连接示意图

## ▲注意：

1. 连接 GC450F、GC450N、GC450FP 的外部气路时，不可将氢气管道与载气、空气管道接错，否则可能造成危险。
2. 气路未连接好之前，请不要打开气源总阀。
3. 气路连接好之后，请打开气源总阀，进行探漏检查。

## 2.3.2 GC450T、GC450E 气路连接图

GC450T、GC450E 的外部气路连接如图 2—4 所示（GC450T 的外部气路无高效脱氧管）。

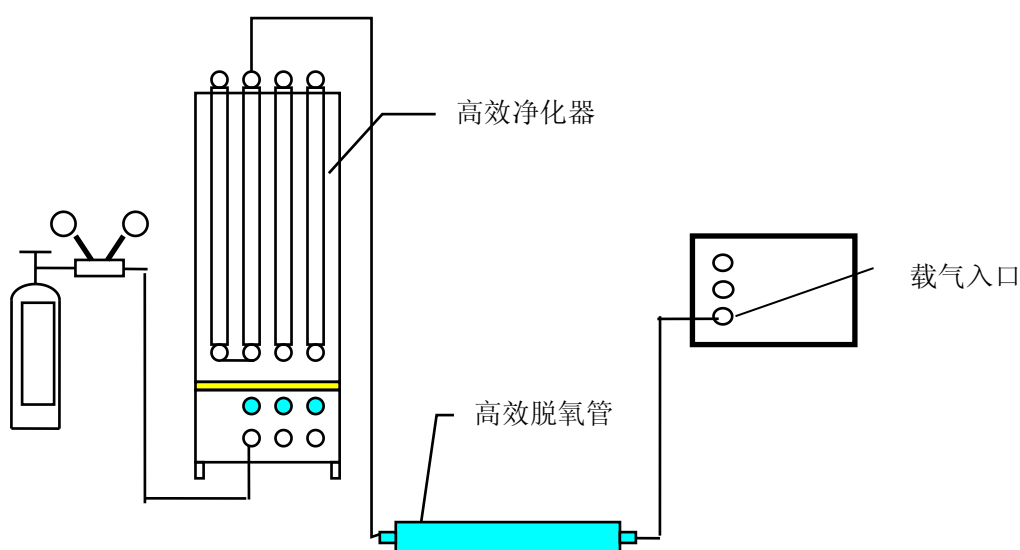


图 2—4 GC450T、GC450E 外气路连接示意图

## ▲注意：

1. GC450T 的外气路中没有高效脱氧管。
2. 以氢气作为 TCD 检测器的载气时，可将氢气气源的输出管道接到气体净化器的载气管道输入接头上。
3. 未作好 GC450E 的高效脱氧管的安装准备时，请不要拧下高效脱氧管两端的闷头。
4. 安装 GC450E 的高效脱氧管时，应在载气气源开启的状态下，先连接高效脱氧管的输入端，再连接高效脱氧管的输出端。
5. 安装 GC450E 的高效脱氧管时，动作应尽量快，减少外部空气中的氧气对高效脱氧管的污染。
6. 气路连接好之后，请打开气源总阀，进行探漏检查。

## 第三章 仪器概述与技术指标

### 3.1 气相色谱原理简介

气相色谱仪是一种多组分混合物的分离、分析工具，它主要利用物质的物理性质对混合物进行分离，测定混合物的各个组分，并对混合物中的各个组分进行定性、定量分析。

最早色谱法被应用于分离植物的叶绿素。将植物的石油醚抽取液倒入一根装有粉状碳酸钙吸附剂的玻璃柱管内，再加入纯的石油醚，任其自由流下，结果在柱管中出现了不同颜色的谱带，因而有了“色谱”之名。后来这种方法逐渐被应用于无色物质的分离。在色谱分析中用的“色谱”名称并没有颜色特殊含意，但是“色谱”这个名称还是保留了下来，沿用到现在。

由于该分析方法有分离效能高、分析速度快、样品用量少等特点，因此目前已广泛地应用于石油化工、生物化学、医药卫生、卫生检疫、食品检验、环境保护、食品工业、医疗临床等部门。气相色谱法在这些领域中解决了工业生产的中间体和工业产品的质量检验、科学研究、公害检测、生产控制等等问题。

气相色谱仪是以气体作为流动相（载气）。当样品被送入进样器后由载气携带进入填充色谱柱或毛细管色谱柱。由于样品中各个组份在色谱柱中的流动相（气相）和固定相（液相或固相）之间分配或吸附系数的差异。在载气的冲洗下，各个组份在两相间作反复多次分配，使各个组份在色谱柱中得到分离，然后由接在色谱柱后的检测器根据组份的物理化学特性，将各个组份按顺序检测出来。最后由二次仪表（如记录仪式、积分仪、色谱工作站等）将各个组份的检测结果以图形方式记录下来，积分仪或色谱工作站还可以直接打印包括各个组份检测结果数据的分析报告。

GC450 系列气相色谱仪就是根据上述原理制造的分析仪器。

### 3.2 仪器概述

GC450 系列气相色谱仪由柱箱、进样器、检测器、气路控制系统和微机控制系统组成。具有大容积柱箱，安装色谱柱时，操作方便。采用优质风叶，柱箱内的温度梯度很小。

GC450 系列气相色谱仪可以配置填充柱进样器，也可以选配分流进样器、不分流进样附件，适合安装各种口径的填充柱和毛细管柱。还可以选配程序升温系统。

| 仪器型号           | 配置的检测器          |
|----------------|-----------------|
| <b>GC450F</b>  | 配置氢焰检测器 (FID)   |
| <b>GC450T</b>  | 配置热导检测器 (TCD)   |
| <b>GC450E</b>  | 配置电子捕获检测器 (ECD) |
| <b>GC450N</b>  | 配置氮磷检测器 (NPD)   |
| <b>GC450FP</b> | 配置火焰光度检测器 (FPD) |

GC450 系列气相色谱仪气路控制系统配备高精度的数字稳流阀、稳压阀和针形阀，确保流量的准确性和重复性，从而保证了仪器的定性定量的重复性，而且使用方便。载气流量控制部分包括载气稳压阀（出厂时载气稳压阀的输出压力调至  $3\text{kg/cm}^2$ ），提供稳定气压的载气输入到载气稳流阀和载气压力表（柱前压力），载气稳流阀为机械刻度式。稳流阀的输出流量可以从相应的刻度～流量曲线表查得。每台 GC450 系列气相色谱仪出厂时，均附有一套刻度～流量曲线表，在查表时应注意流量与气体的种类有关。如果需要更精确的流量值可以用皂膜流量计测量。

GC450 系列气相色谱仪的控制系统采用微型计算机对柱箱、进样器、检测器进行实时温度控制，保证了仪器的可靠性和重复性。各种检测器的灵敏度选择、输出信号的衰减大小选择等都由计算机

来控制完成。

GC450 系列气相色谱仪的微机控制器有一个大型 5.7 寸大中文液晶显示器，可以同时显示控制操作对象、设置的参数，实际状态等大量信息，微机控制器有人机对话功能、出错显示功能、秒表和计时等功能。

### 3.3 温控指标

#### 3.3.1 柱箱

温度控制范围： 室温上 5℃～400℃

温度控制精度：  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$

程序升温范围： 室温上 5℃～400℃

程升阶数： 七阶

程升速率：  $0.1^{\circ}\text{C}\sim 40^{\circ}\text{C}$  (室温上  $6^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$ )

时间设定： 0-6000min

#### 3.3.2 进样器

温度控制范围： 室温上 5℃～400℃

### 3.4 检测器技术指标

#### 3.4.1 氢火焰离子化检测器 (FID)

敏感度：  $Mt \leq 1 \times 10^{-11} \text{g/s}$  (正十六烷)

噪音：  $\leq 5 \times 10^{-14} \text{A}$

漂移：  $\leq 1 \times 10^{-13} \text{A/15min}$

线性范围：  $\geq 10^6$

#### 3.4.2 热导池检测器 (TCD)

灵敏度：  $S \geq 2500 \text{mV} \cdot \text{ml/mg}$  (正十六烷)

噪声：  $\leq 20 \mu \text{V}$

漂移：  $\leq 30 \mu \text{V/15 min}$

线性范围：  $\geq 10^4$

#### 3.4.3 电子捕获检测器 (ECD)

敏感度：  $Mt \leq 1 \times 10^{-13} \text{g/s}$  ( $\gamma$ -666)

噪声：  $\leq 15 \mu \text{V}$

漂移：  $\leq 30 \mu \text{V/15min}$

线性范围：  $\geq 5 \times 10^3$

放射源：  $^{63}\text{Ni}$

控制方式： 恒流式频率自动控制

#### 3.4.4 火焰光度检测器 (FPD)

敏感度：  $Mt \leq 5 \times 10^{-11} \text{g/s}$  (对磷 P)

$Mt \leq 3 \times 10^{-10} \text{g/s}$  (对硫 S)

基线噪声：  $\leq 8 \times 10^{-11} \text{A}$

#### 3.4.5 氮磷检测器 (NPD)

敏感度： N:  $Mt \leq 5 \times 10^{-11} \text{克(氮)/秒}$

P:  $Mt \leq 5 \times 10^{-12} \text{克(磷)/秒}$

基线噪音：  $\leq 2 \times 10^{-13} \text{A}$

基线漂移：  $\leq 4 \times 10^{-13} \text{A/15min}$

## 第四章 色谱柱的安装

### 4.1 安装填充色谱柱

#### 4.1.1 安装填充色谱柱的准备工作

GC450 系列气相色谱仪通过使用各种不同的衬管和转接管提供了进样器、色谱柱和检测器的灵活选择。

填充柱在进样器和检测器两处的安装是类似的。将涂好固定液的担体灌入填充柱时，进样器一端应留出足够的一段空柱(至少 50mm，内衬管进样时无需留空)，以防插入的注射器针触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。在检测器一端，也应留出足够的一段空柱(至少 40mm)，以防喷嘴底端触到填在色谱柱内的玻璃纤维或色谱柱填充物。此类装配属于柱头进样方式，内衬管进样时无需预留空柱管。

填充色谱柱两端留空柱如图 4-1 所示。

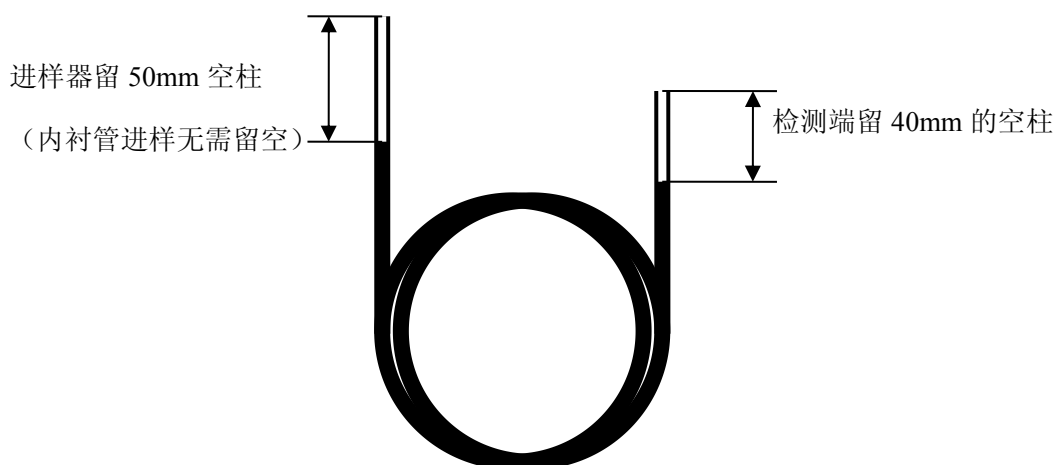
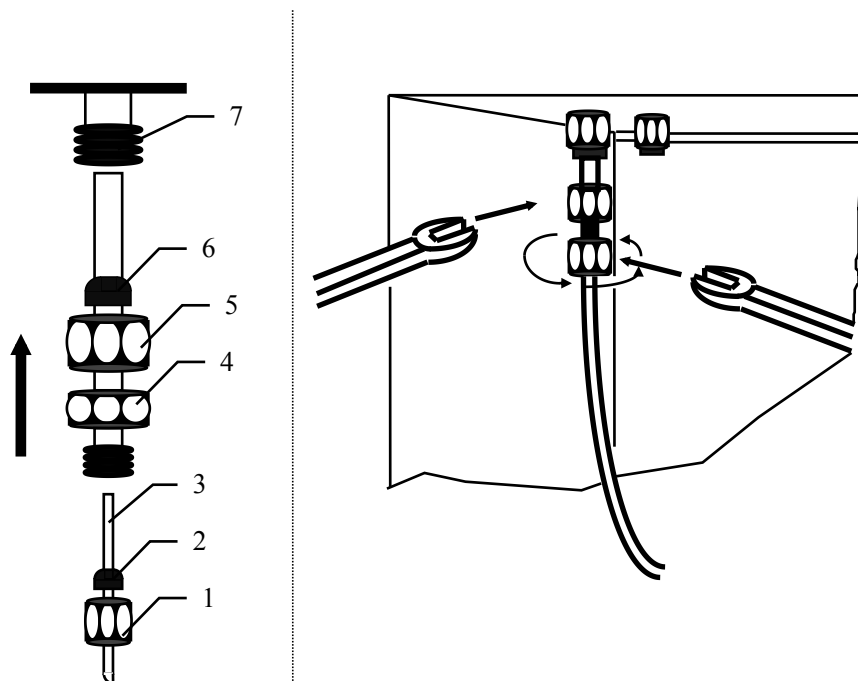


图 4-1 填充柱两端留空柱示意图

#### 4.1.2 $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$ 填充色谱柱与进样器的连接安装

$\Phi 3\text{mm}$  和  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱与进样器的连接安装如图 4-2 所示。



(1)Φ3mm 柱螺母、Φ4mm 柱螺母(2)Φ3mm 石墨垫圈、Φ4mm 石墨垫圈 (3)Φ3mm 或Φ4mm 填充色谱柱(4)Φ3mm 衬管、Φ4mm 衬管 (5)Φ6mm 柱螺母 (6)Φ6mm 石墨垫圈 (7)汽化管

图 4-2 Φ3mm 或Φ4mm 填充色谱柱的安装（进样器）

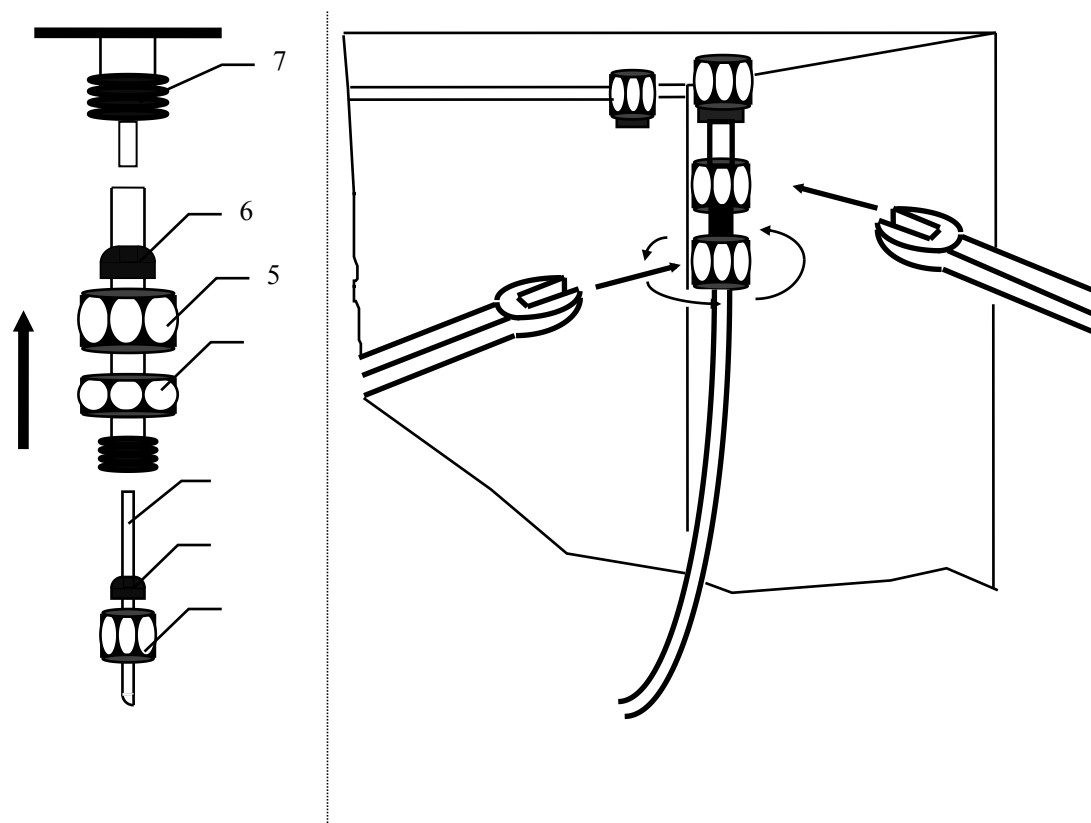
Φ3mm 和Φ4mm 填充色谱柱与进样器的连接安装步骤如下所述：

1. 将Φ6mm 柱螺母和Φ6mm 石墨垫圈装上Φ3mm 衬管或Φ4mm 衬管。
2. 将Φ3mm 衬管或Φ4mm 衬管从进样器的汽化管底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋Φ6mm 柱螺母直到旋紧为止。
4. 用 17mm 扳手加旋拧紧Φ6mm 柱螺母。
5. 将Φ3mm 或Φ4mm 柱螺母和Φ3mm 或Φ4mm 石墨垫圈，装上Φ3mm 或Φ4mm 外径的填充色谱柱的进样端。
6. 将进样器的散热帽旋下，并用镊子从汽化管内取出进样垫和导向件。
7. 将色谱柱插入到相应衬管内，此时可从汽化管内可看到色谱柱。重新装上导向件，并使导向件插入到色谱柱中，然后嵌入进样垫并旋上散热帽。
8. 用手旋Φ3mm 或Φ4mm 柱螺母直到旋紧为止。
9. 用两把 12mm 扳手，一把 12mm 扳手固定衬管、另一把 12mm 扳手加旋拧紧Φ3mm 或Φ4mm 柱螺母。
10. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。
11. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：填充柱的进样端应保持有长度约 50mm 的空管（内衬管进样时无需留空），不至于在进样时发生困难，色谱柱的进样端不能和检测器端搞混，应当在灌装填充柱时做上标志。在检测器一端，也应留出足够的一段空柱(至少 40mm)，以防喷嘴底端触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。

### 4.1.3 $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$ 填充色谱柱与检测器的连接安装

$\Phi 3\text{mm}$  和  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱与检测器的连接安装如图 4-3 所示。



(1)  $\Phi 3\text{mm}$  柱螺母、 $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母 (2)  $\Phi 3\text{mm}$  石墨垫圈、 $\Phi 4\text{mm}$  石墨垫圈 (3)  $\Phi 3\text{mm}$ 、 $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱 (4)  $\Phi 3\text{mm}$  衬管、 $\Phi 4\text{mm}$  衬管 (5)  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母 (6)  $\Phi 6\text{mm}$  石墨垫圈 7. 检测器

图 4-3  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱的安装 (检测器)

$\Phi 3\text{mm}$  和  $\Phi 4\text{mm}$  填充色谱柱与检测器的连接安装步骤如下所述:

1. 将  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 6\text{mm}$  石墨垫圈装上  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  内径的衬管。
2. 将衬管从 FID 检测器底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止。
4. 用 17mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 6\text{mm}$  柱螺母。
5. 将  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  石墨垫圈装上  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  外径的填充色谱柱连接检测器的一端, 然后垂直插入  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  内径的衬管, 喷嘴底部的引导管应插入到填充色谱柱内。
6. 用手旋  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止。
7. 分别用两把 12mm 扳手, 一把 12mm 扳手固定  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  衬管、另一把 12mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 3\text{mm}$  或  $\Phi 4\text{mm}$  柱螺母。
8. 使用中性皂液检漏, 在柱螺母处不应有漏气现象。如果有漏气现象, 则旋紧密封螺母, 直到不漏气为止。
9. 擦干皂液留下的痕迹。

## 4.2 安装毛细管色谱柱

### 4.2.1 安装毛细管色谱柱的准备工作

柔性石英毛细管柱很规整，不需要加以整理。但柱端应新切、无毛口、边缘齐整，除掉来自色谱柱、固定相、密封垫圈的微粒物质，这些很重要。

为此，请用一适宜的玻璃切割工具，在欲切断的部位划痕并轻轻掰断。通常先装上柱螺母和垫圈以后再进行切割。

▲注意：戴上防护眼镜以防在切割玻璃或柔性石英毛细管柱时，产生的飞扬颗粒物质对眼睛的可能伤害。在处理毛细管柱时应小心防止皮肤被扎伤。由于毛细管柱具有一定的刚性，因此在处理毛细管柱时，事先注意这些十分重要。

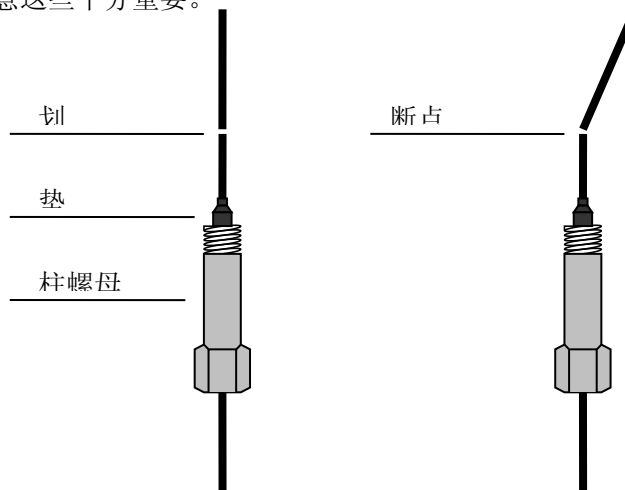


图 4-4 准备柔性石英毛细管柱

### 4.2.2 毛细管柱在柱箱内的安装

毛细管柱通常绕在金属框上，此框应悬挂在柱箱内的毛细管柱架上。悬挂位置取决于框的直径，最好使柱位于柱箱中央。柱两端由框的底部伸出，弯曲朝向进样器接口和检测器接口。不要让柱的任何部位碰到柱箱内壁。毛细管柱架在柱箱内的位置如图 4-5 所示，毛细管柱在悬挂在毛细管柱架上如图 4-5 所示。

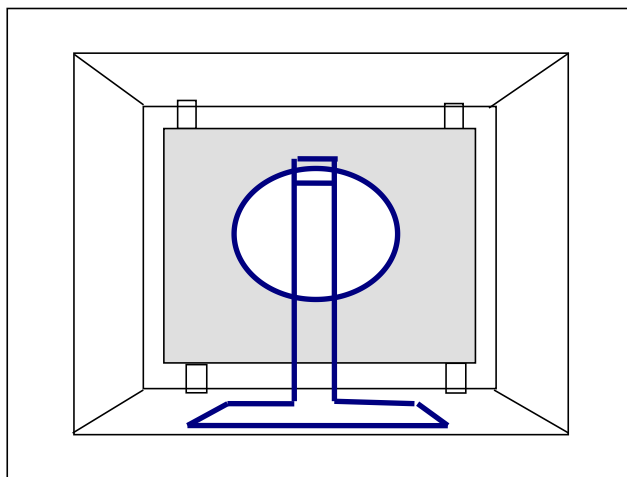


图 4-5 毛细管柱架在柱箱中的位置

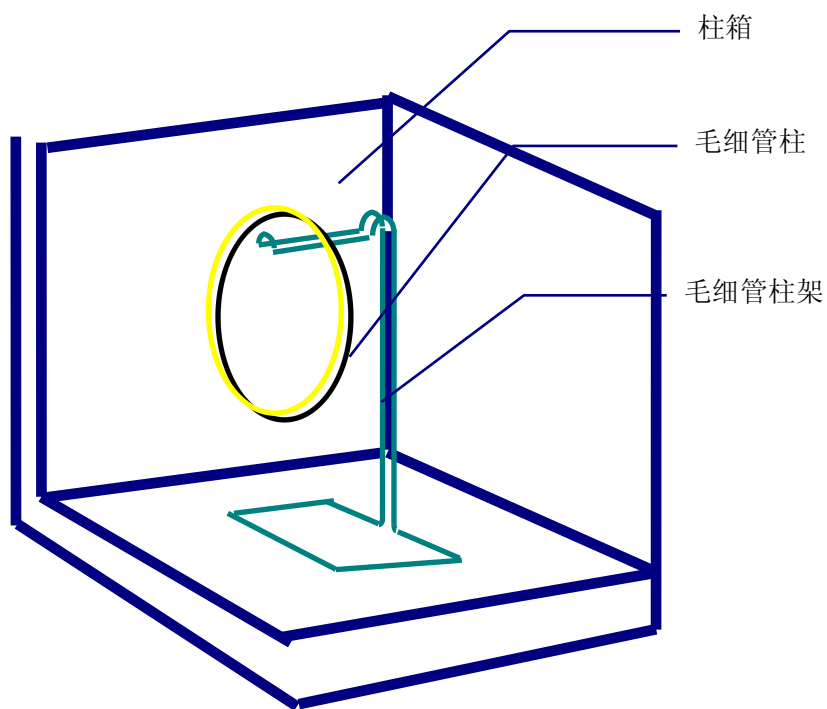
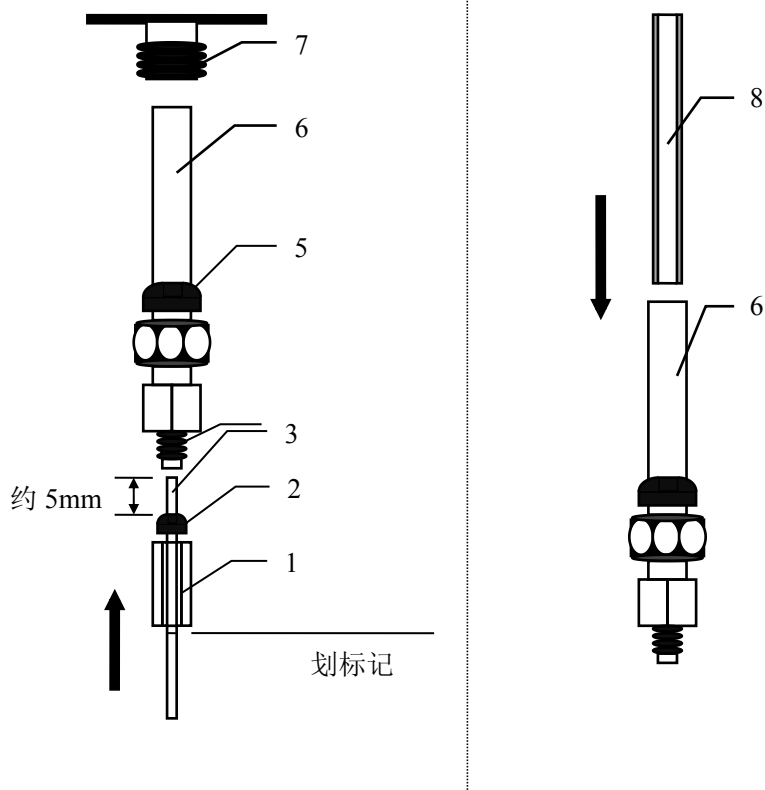


图 4-6 毛细管柱的悬挂

#### 4.2.3 大口径毛细管色谱柱与进样器的连接安装（不分流进样系统）

不分流进样系统（不分流进样附件）及  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱的安装如图 4-7 所示。



(1)毛细管柱螺母（开槽）(2) $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈 (3) $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱 (4) $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母(5) $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨垫圈(6)不分流不锈钢衬管 (7)进样器汽化管 (8)不分流石英玻璃衬管

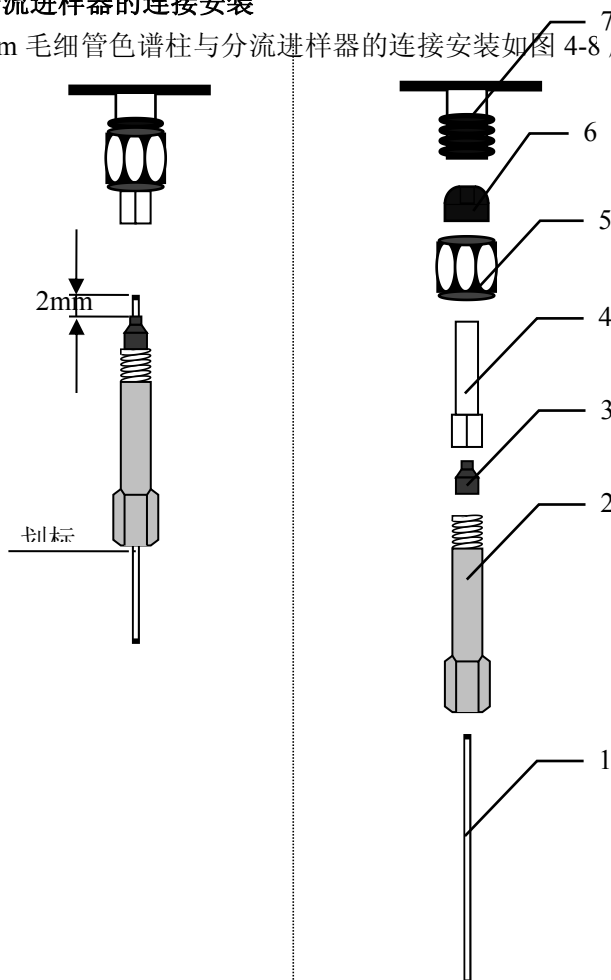
图 4-7  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱的安装（不分流进样系统）

$\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱及不分流进样系统的安装步骤如下：

1.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨圈装上不分流不锈钢衬管。
2. 将不分流石英玻璃衬管插入不分流不锈钢衬管。
3. 将进样器的散热帽旋下，并用镊子从汽化管内取出进样垫和导向件，将不分流不锈钢衬管从进样器的汽化管底部插入。
4. 用手旋  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止，并使不分流不锈钢衬管处于合适的高度。
5. 重新装上导向件（毛细管柱专用），然后嵌入进样垫并旋上散热帽。
6. 用 12mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母。
7. 将毛细管柱螺母（开槽）和  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈装上  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱，并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 5mm(穿过的那端)，在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记，打字修改液是很好的标记材料。
8. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入分流不锈钢衬管底部，同时保持标记与柱螺母底端齐平。
9. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
10. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
11. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。如果有漏气现象，则旋紧密封螺母，直到不漏气为止。

#### 4.2.4 毛细管色谱柱与分流进样器的连接安装

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱与分流进样器的连接安装如图 4-8 所示。



(1)  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管柱 (2) 分流进样器毛细管柱螺母 (3)  $\Phi 0.4\text{mm}$  分流进样器毛细管石墨垫圈 (4) 分流进样器过渡接头 (套) (5)  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨圈 (6)  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母 (7) 毛细管柱分流进样器

图 4-8  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管柱的安装 (分流进样器)

▲注意：必要时， $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱也可安装在分流进样器上使用，但是必须选择大口径的分流进样器过渡接头。

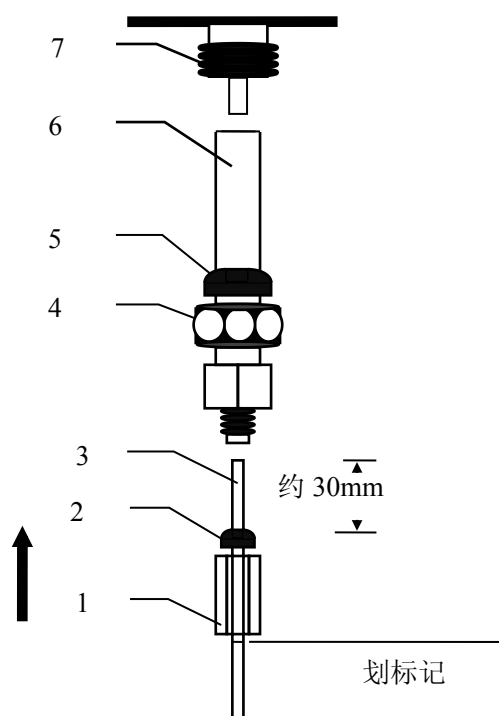
$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管柱与分流进样器的连接安装步骤如下：

1. 根据进样方式选择相应石英玻璃衬管。
2. 将分流进样器的玻璃衬管固定螺母旋下 (固定进样垫的散热螺母不必从玻璃衬管固定螺母上移去)，用镊子或类似工具移去原来的石英玻璃衬管。
3. 在选定的石英玻璃衬管上套上硅酮 O 型圈，将石英玻璃衬管装入分流进样器的气化管，重新装上进样器的玻璃衬管固定螺母，并用扳手拧紧，确保不漏气。
4. 将  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨圈套入分流进样器过渡接头。
5. 将分流进样器过渡接头从毛细管分流进样器底部插入。
6. 用手旋  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止，用一把 17mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母。
7. 将分流进样器毛细管柱螺母和  $\Phi 0.4\text{mm}$  分流进样器毛细管石墨垫圈套上  $\Phi 0.25\text{mm}$  或  $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管柱。并使穿过毛细管石墨垫圈及毛细管柱螺母的毛细管柱露出约 2mm (穿过的那端)。
8. 在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记，打字修改液是很好的标记材料。
9. 将上述毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入分流进样器过渡接头，同时保持标记与柱螺母底端齐平。
10. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
11. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
12. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。

▲注意：石英玻璃衬管必须定时清洗，安装时应避免污染石英玻璃衬管。毛细管柱应悬挂在 GC450 系列气相色谱仪毛细管柱专用挂架上。

#### 4.2.5 毛细管色谱柱与 FID、NPD 检测器的连接安装 (包括尾吹衬管)

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱及尾吹衬管与 FID、NPD 检测器的安装连接如图 4-9 所示。



(1)毛细管柱螺母（开槽）(2) $\Phi 0.3\text{mm}$ 、 $\Phi 0.4\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈 (3) $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  或  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱(4) $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母 (5) $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨圈 (6) $\Phi 0.6\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  FID、NPD 尾吹衬管(7)FID、NPD 检测器

图 4-9 毛细管柱的安装（FID、NPD 检测器）

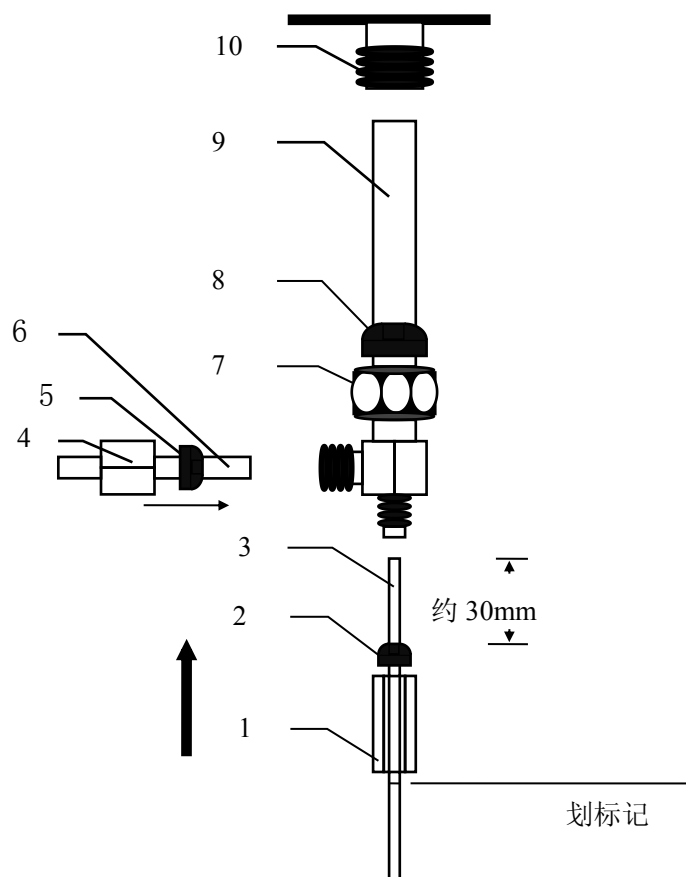
▲注意：

1. FID、NPD 检测器的尾吹气已在仪器内部与氢气混合，因此 FID、NPD 检测器的尾吹衬管没有专门用于连接尾吹管道的尾吹接头。
2. 用于安装  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱的 FID、NPD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.6\text{mm}$ ，用于安装  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱的 FID、NPD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.9\text{mm}$ ，不可混淆。 $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱及尾吹衬管与 FID、NPD 检测器的安装连接步骤如下：
1. 将  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨垫圈装上 FID、NPD 尾吹衬管。
2. 将 FID、NPD 尾吹衬管从检测器的底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止。分别用两把 12mm、17mm 扳手，一把 12mm 扳手固定 FID、NPD 尾吹衬管、另一把 17mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母。
4. 将毛细管柱螺母（开槽）和  $\Phi 0.3\text{mm}$ 、 $\Phi 0.4\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈装上  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  或  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱，并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 30mm(穿过的那端)。在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记。打字修改液是很好的标记材料。
5. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入 FID、NPD 尾吹衬管，同时保持标记与柱螺母底端齐平，毛细管应插入喷嘴底部的引导管内。
6. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
7. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
8. 使用中性皂液检漏，在柱螺母处不应有漏气现象。
9. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：毛细管柱应悬挂在 GC450 系列气相色谱仪的毛细管柱专用挂架上。

#### 4.2.6 毛细管色谱柱与 ECD、FPD、TCD 检测器的连接安装（包括尾吹衬管）

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱及尾吹衬管与 ECD、FPD、TCD 检测器的安装连接如图 4-10 所示。



1. 毛细管柱螺母（开槽）
2.  $\Phi 0.3\text{mm}$ 、 $\Phi 0.4\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈
3.  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  或  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱
4.  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母
5.  $\Phi 2\text{mm}$  石墨垫圈
6.  $\Phi 2\text{mm} \times 0.5\text{mm}$  不锈钢尾吹导管
7.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母
8.  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨垫圈
9.  $\Phi 0.6\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  ECD、FPD、TCD 尾吹衬管
10. ECD、FPD、TCD 检测器

图 4-10 毛细管柱的安装（ECD、FPD、TCD 检测器）

**▲注意：**

1. 装 ECD、FPD、TCD 检测器的尾吹衬管，需要将尾吹管道连接到尾吹衬管上专门的尾吹接头上。
2. 用于安装  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱的 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.6\text{mm}$ ，用于安装  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱的 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管的孔径规格为  $\Phi 0.9\text{mm}$ ，不可混淆。
3. TCD 检测器只能使用  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱（不分流系统），不能使用  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  毛细管色谱柱（分流进样器）。

$\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$ 、 $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管色谱柱及尾吹衬管与 ECD、FPD、TCD 检测器的安装连接步骤如下：

1.  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母和  $\Phi 6.5\text{mm}$  石墨垫圈装上 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管。
2. 将 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管从检测器的底部插入直到遇阻为止。
3. 用手旋  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母直到旋紧为止。分别用两把 12mm、17mm 扳手，一把 12mm 扳手固定 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管、另一把 17mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 6.6\text{mm}$  柱螺母。
4. 将  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母和  $\Phi 2\text{mm}$  石墨垫圈分别装上尾吹导管,并将尾吹导管插入 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管的尾吹接头。
5. 用手旋  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母直到旋紧为止，然后用一把 10mm 扳手加旋拧紧  $\Phi 2.2\text{mm}$  密封螺母。
6. 将尾吹导管从柱箱的顶部穿出柱箱，并与柱箱顶部的气路接头中相应的尾吹接头（MAKE UP）相连接。
7. 将毛细管柱螺母（开槽）和  $\Phi 0.3\text{mm}$ 、 $\Phi 0.4\text{mm}$  或  $\Phi 0.9\text{mm}$  毛细管带壳石墨垫圈装上  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  或  $\Phi 0.53\text{mm}$  毛细管柱，并使穿过石墨垫圈及柱螺母的毛细管柱露出约 30mm(穿过的那端)。在毛细管柱与柱螺母底端齐平的位置作个标记。打字修改液是很好的标记材料。
8. 将毛细管柱、石墨垫圈、柱螺母正直地插入 ECD、FPD、TCD 尾吹衬管，同时保持标记与柱螺母底端齐平，毛细管应插入喷嘴底部的引导管内。
9. 用手旋毛细管柱螺母直到旋紧为止。
10. 用 8 mm 扳手轻轻加旋毛细管柱螺母，以手不能拉动毛细管柱为准。
11. 使用中性皂液检漏，在柱螺母处不应有漏气现象。
12. 擦干皂液留下的痕迹。

**▲注意：**毛细管应悬挂在 GC450 系列气相色谱仪的毛细管柱专用挂架上。

## 第五章 进样器

### 5.1 进样器概述

GC450 系列气相色谱仪的填充柱进样器、气体进样器、毛细管柱进样器等均安装在柱箱顶部的左侧，填充柱进样器、毛细管进样器由微机控制器设置并控制其温度，可以进行液体样品的汽化进样。一般情况下，液体进样器温度应设置在样品沸点以上  $20^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。气体进样器（平面六通阀），可以进行气体样品的进样。

GC450 系列气相色谱仪的填充柱进样器可以直接安装外径为  $\Phi 3\text{mm}\backslash\Phi 4\text{mm}$  的不锈钢填充柱和玻璃填充柱。

GC450 系列气相色谱仪的填充柱进样器也可以不分流衬管附件，组成毛细管柱不分流进样系统，用于安装使用  $\Phi 0.53\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。还可以安装毛细管柱分流进样器，组成毛细管柱分流进样系统，用于安装使用  $\Phi 0.25\text{mm}$ 、 $\Phi 0.32\text{mm}$  的玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。

▲注意：每隔一个进样周期，请及时更换此进样垫，以免进样垫漏气而造成仪器工作不正常。

### 5.2 填充柱进样器

填充柱进样器的结构如图 5-1 所示。填充柱进样器由微机控制器设置并控制其温度，液体样品被注射器注入填充柱进样器后，在填充柱进样器的汽化管中汽化，然后被载气带入填充色谱柱，完成进样过程，载气流量由载气稳流阀进行设置，载气压力表指示的是填充色谱柱的柱前压力。

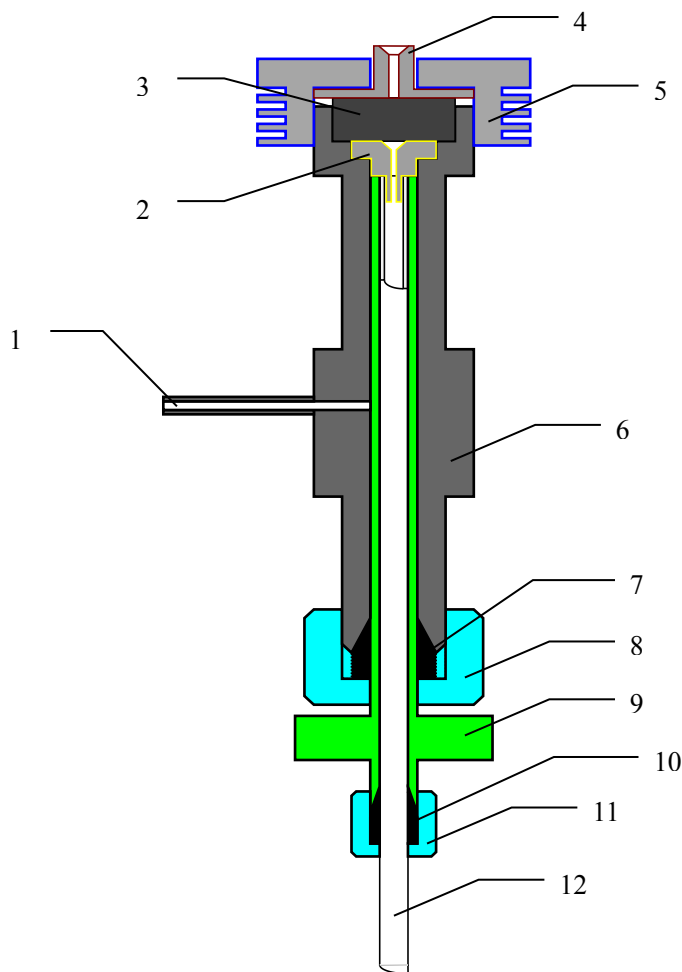


图 5—1 填充柱进样器（ $\Phi 3\text{mm}$  填充柱）

图中：

(1)载气输入端(2).散热帽导向件(3) $\Phi 10\text{mm} \times 5\text{mm}$  进样垫(4)填充柱导向件 (5)散热帽(6)填充柱进样器汽化管(7)石墨垫圈 ( $\Phi 6$ ) (8)柱螺母 ( $\Phi 6.2$ ) (9) $\Phi 3\text{mm} \times 100\text{mm}$  衬管 (10) $\Phi 3\text{mm}$  石墨垫圈 (11) $\Phi 3.2\text{mm}$  柱螺母(12) $\Phi 3\text{mm}$  (外径) 填充柱

### 5.3 气体进样器

气体进样器（平面六通阀）是 GC450 系列气相色谱仪的选配件，用于气体样品的进样分析。气体进样器（平面六通阀）的结构及工作状态如图 5-2、图 5-3 所示。在采样状态下，气体样品进入气体进样器（平面六通阀）的定量管；在进样状态下，载气将定量管中的样品带入填充色谱柱，完成进样过程。载气流量由载气稳流阀进行设置，载气压力表指示的是填充色谱柱的柱前压力。由于样品处于气体状态，气体进样器通常不必进行温度控制。

A. 待测气体进定量管

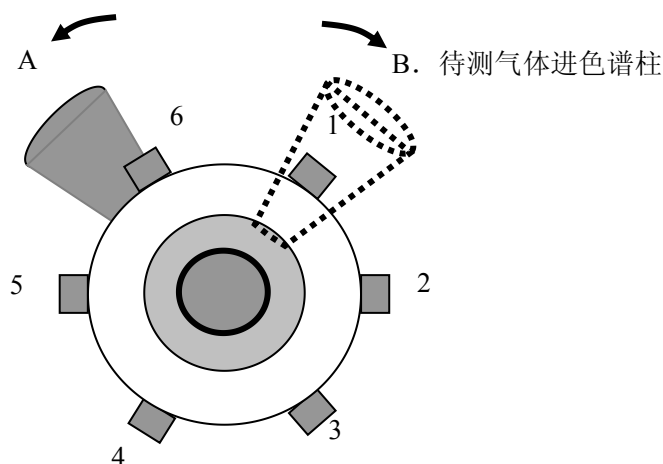
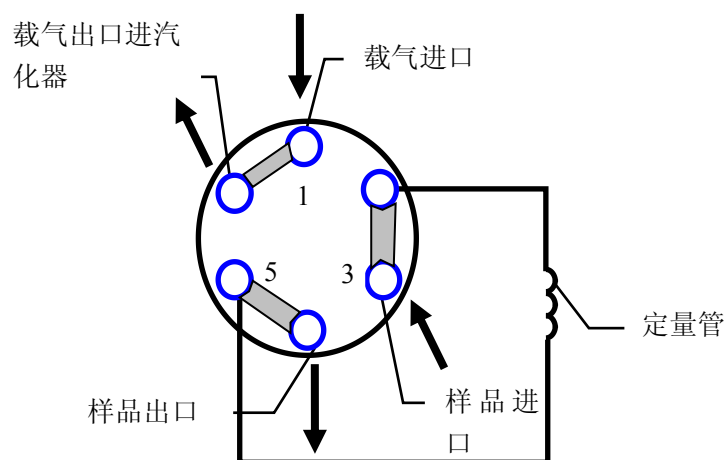
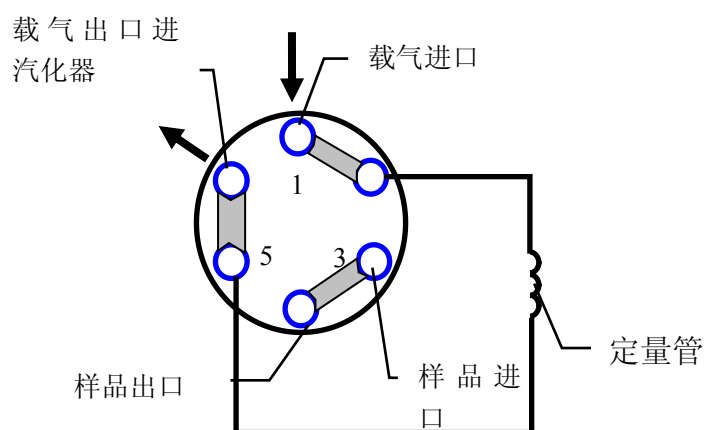


图 5-2 气体进样器采样及进样状态



A. 采样状态



B. 进样状态

图 5-3 气体进样器（平面六通阀）功能结构示意图

气体进样器（平面六通阀）一般安装在仪器顶部左后侧，安装步骤如下：

1. 平面六通阀安装板用四个 M3×8 螺钉固定在顶盖上。
2. 在平面六通阀上装上所需的定量管。
3. 参照图 5-2 及图 5-3 连接好载气管道和样品气管道。
4. 使用中性皂液检漏，不应有漏气现象。
5. 擦干皂液留下的痕迹。

▲注意：样品出口的管道应连接到室外，避免污染室内伤害操作人员。

## 5.4 毛细管柱不分流进样附件

在 GC450 系列气相色谱仪上，毛细管柱不分流衬管附件可以安装在填充柱进样器上，组成不分流进样系统。不分流进样系统一般用于安装使用  $\Phi 0.53\text{mm}$  的大口径玻璃和柔性石英玻璃毛细管柱。

毛细管柱不分流衬管附件的安装方法请参见 4.2.3 小节，不分流进样系统的工作原理与填充柱进样系统是一样的，但是使用毛细管柱不分流进样系统时需要检测器部分配有尾吹阀。

其实无论使用哪一种进样系统（或方式），凡是使用毛细管柱，均需要检测器部分配有尾吹阀。

## 5.5 毛细管柱分流进样器

分流进样器的结构如图 5-4 所示。样品注入后，大部分被分流流量带走并放空，少部分样品进入毛细管色谱柱。

由于毛细管色谱柱的柱容积较小，较大的进样量可能损坏毛细管柱，因此这种进样方式一般用于分析较高浓度或较大进样量的样品。

分流比可以根据需要设定。

隔膜清洗流量用于吹扫进样时，进样垫可能分解出的化学物质。

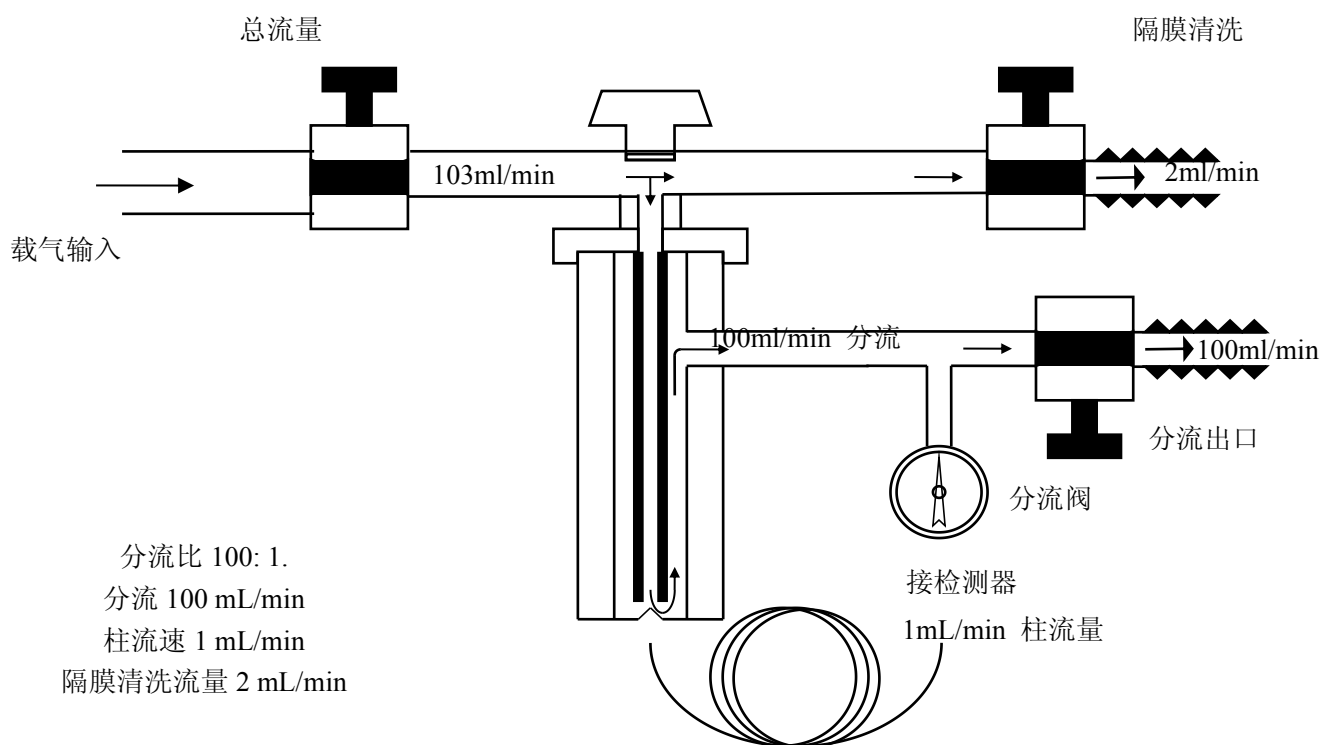


图 5-4 毛细管柱分流进样器结构原理示意图

## 5.6 毛细管柱进样器的流量设置

### 5.6.1 毛细管柱流量的测定及柱前压力的设定

通过查阅刻度～流量表，并调节载气稳流阀可以确定毛细管柱进样器的载气总流量，也可以用皂膜流量计在载气稳流阀的出口处进行实际测量。毛细管柱的流量也可以由进一个含有不滞留成分样品来测量（典型样品是 CH<sub>4</sub> 或空气），测得不滞留成分的保留时间后，由下式计算出线速度

$$\text{线速度 (cm/sec)} = \frac{\text{柱长 (cm)}}{\text{保留时间 (sec)}}$$

毛细管柱子的体积流速用下式计算：

$$\text{体积流速 (mL/min)} = 0.785 \times \frac{D^2 L}{t_r}$$

式中：D 是柱内径，L 是柱长， $t_r$  是已获得的需要的线速度的那个不滞留成分的保留时间。使用毛细管时，通过柱的线速度必须设定，该值由柱前压控制，需要的压力是由柱长和内径以及柱箱温度决定的。

下面这张表列出了对应于一些毛细管柱的内径和长度的柱前压力，供使用时进行参考。

表 1 推荐的毛细管柱前压力：

|          |        | 载气 (Carrier) |         |                |         |
|----------|--------|--------------|---------|----------------|---------|
|          |        | He           |         | H <sub>2</sub> |         |
| 柱内经 (mm) | 柱长 (M) | Mpa          | psi     | Mpa            | Psi     |
| 0.20     | 12     | 0.085~0.140  | 12-21   | 0.048-0.084    | 7-12    |
| 0.20     | 25     | 0.145~0.235  | 21-34   | 0.087-0.145    | 13-21   |
| 0.20     | 50     | 0.235~0.360  | 34-52   | 0.145-0.230    | 21-34   |
|          |        |              |         |                |         |
| 0.32     | 12     | 0.029~0.053  | 4.2-7.7 | 0.017-0.032    | 2.5-4.7 |
| 0.32     | 25     | 0.055~0.095  | 7.9-14  | 0.033-0.060    | 4.8-8.7 |
| 0.32     | 50     | 0.095~0.160  | 14-23   | 0.060-0.105    | 8.7-15  |
|          |        |              |         |                |         |
| 0.53     | 10     | 0.0085~0.016 | 1.2-2.4 | 0.005-0.097    | 0.7-1.4 |
| 0.53     | 30     | 0.022~0.044  | 3.5-6.3 | 0.014-0.027    | 2.1-3.9 |

在每个范围中，柱前压力是大多数分析开始点的推荐值，是由高效和快速分析而得出的。当使用 5M Φ0.53mm 内径的测试毛细管柱时，最佳的柱前压力为 0.015Mpa，相当于载气流量 20mL/min。

### 5.6.2 设定分流流量

使用分流进样方式时，如果测试危险化学品药品、或用氢气作为载气时，分流出口处应接一个收集或捕获装置。为确保正常操作，载气钢瓶的输出压力必须大于 0.343Mpa(3.5kg/cm<sup>2</sup>)。

确定毛细管柱安装正常后，请按下述步骤进行分流流量设置：

1. 调节气路控制面板上的载气控制阀，使气路控制面板上的载气控制阀有一定的流量输出。
2. 调节气路控制面板上的分流控制阀，设置初始柱前压力。
3. 调节气路控制面板上的载气控制阀，使总流量增加，使分流出口的流量为适当值。
4. 调节气路控制面板上的分流控制阀，使柱前压力达到需要值。

5. 设置柱箱加热温度达到需要值。

### 5.6.3 设定隔膜清洗流量

1. 调节气路控制面板上的隔膜清洗控制阀，设置隔膜清洗流量。
2. 设置完柱前压后，调节气路控制面板上的隔膜清洗控制阀，在隔膜清洗出口处测定隔膜清洗流量进行确定。

表 2 设置隔膜清洗流量

| 载气             | 清洗流量 (mL/min) |
|----------------|---------------|
| H <sub>2</sub> | 3.5-6.0       |
| He             | 1.5-3.5       |
| N <sub>2</sub> | 1.5-3.5       |
| Ar             | 1.5-3.5       |

▲注意：隔膜清洗流量是独立于柱流量的，改变柱流量或分流流量通常不会影响隔膜清洗流量，改变清洗流量也不会影响柱流量。但是在分流进样方式中，改变隔膜清洗流量可能会影响分流比。为避免隔膜清洗流量对分流比可能的影响，一般隔膜清洗流量设定好后，尽量不要改变。

### 5.6.4 分流比的测量及计算

必须为要做的分析选一个合适的分流比，用皂沫流量计在分流出口测定流量，以获得一个所需要的流量，如果有必要，调节气路控制面板上的载气控制阀，以获得一个合适的分流比。

分流比的定义如下式所述：

$$\text{分流比} = \frac{\text{分流出口流速} + \text{柱流速}}{\text{柱流速}}$$

上式中流速是体积流速（单位：mL/min）。根据分流比的定义，用下面公式可从所需的分流比求得相应的流量。

$$\text{分流口流量(mL/min)} = \frac{\text{柱体积流量(mL/min)}}{\text{适当的分流比}}$$

### 5.6.5 设定尾吹气流量

毛细管尾吹气是加入检测器以补偿毛细管柱低载气流量的各路气体，使检测器达到最佳工作状态。

这是因为检测器处于最佳工作状态，需要的载气流量至少 20ml/min。而使用 0.25mm 口径的毛细管柱时，载气流量只有 1ml/min-5ml/min(毛细管色谱应用的典型值)，此时就需要增加毛细管尾吹气，以确保总流量(载气+尾吹气)至少为 20ml/min。

对于 FID 可以在没有尾吹气的情况下使用 0.53mm 口径的毛细管柱，只要载气流量是在 5-10 ml/min 之间，但检测器灵敏度会降低。

对于 TCD，即使用 0.53mm 口径的毛细管柱也需要尾吹气，这是因为 TCD 的池体积较大，需要的总流量较高(至少 25 ml/min)。

FID、NPD 的尾吹气在检测器中与 H<sub>2</sub> 直接混合。ECD、TCD、FPD 的尾吹气加在柱后检测器入口处。

尾吹流量可以通过各个检测器相应的尾吹针形阀进行设置，尾吹流量的大小可以通过查阅相应的刻度～流量表得到，也可用皂膜流量计接在尾吹针形阀的出口处实际测得。

## 第六章 气路控制系统

### 6.1 气路控制系统概述

GC450 系列气相色谱仪的气路控制面板因型号而异,不同的检测器配置构成不同的型号,例如:GC450F 配置 FID 检测器、GC450T 配置 TCD 检测器、GC450F 配置 ECD 检测器、GC450N 配置 NPD 检测器、GC450FP 配置 FPD 检测器。

同时,GC450 系列气相色谱仪中不同型号的仪器又可以配置填充柱进样器,作填充柱色谱分析。或者在填充柱进样器的基础上,通过配装毛细管柱不分流附件,作毛细管柱色谱分析。也可配置毛细管柱分流进样器,作毛细管柱色谱分析。

GC450 系列气相色谱仪气路控制系统采用手动调节机械刻度式稳流阀、针形阀,即刻度对应流量,并且具有满量程 $\pm 0.5\%$ 指示值的 $\pm 0.5\%$ 精度,具体刻度和流量关系由于气体的不同其刻度和流量的关系也不同。应用时请查阅附件中各种气体的刻度~流量表,表中的横坐标表示流量,以 mL/min 为单位,纵坐标表示刻度,以圈数表示。

载气气路先经过稳压阀稳压,压力稳定在 0.294Mpa(3kg/cm<sup>2</sup>)左右(出厂时已调整好)。此压力数值与刻度~流量表的精度有关,所以请用户不要自行调节此稳压阀,以免刻度~流量表失效。然后载气经过机械刻度稳流阀输出流量恒定的载气,稳流阀输出流量和刻度的关系可在附件中的刻度~流量表中查得。流量与气体种类有关,查表时请注意。

空气气路先经稳压阀稳压,压力稳定在 0.147Mpa(1.5kg/cm<sup>2</sup>)左右(出厂时已调整好)。此压力数值与刻度~流量表的精度有关,所以请用户不要自行调节此稳压阀,以免刻度~流量表失效。然后空气经过机械刻度针形阀输出一定流量的空气,针形阀输出流量和刻度的关系可在附件中的针形阀空气刻度~流量表中查得。

氢气气路先经稳压阀稳压,压力稳定在 0.98Mpa(1kg/cm<sup>2</sup>)左右(出厂时已调整好)。此压力数值与刻度~流量表有关的精度,所以请用户不要自行调节此稳压阀,以免刻度~流量表失效。然后氢气经过机械刻度针形阀输出一定流量的氢气,针形阀输出流量和刻度的关系可在附件中的针形阀氢气刻度~流量表中查得。

▲注意:在关闭气路时,调节刻度旋钮不能小于 1.0 圈,以免损坏稳流阀、针形阀,影响刻度指示值。关闭气路时,应尽量关闭高效净化器中各相应气路的开关阀。

### 6.2 GC450F、GC450N、GC450FP 气路系统面板(填充柱进样器)

图 6-1 所示的是 GC450F、GC450N、GC450FP 上配置填充柱进样器、FID 检测器(NPD 检测器、FPD 检测器)气路系统的控制面板。

图 6-2 所示的是 GC450T 上配置填充柱进样器、TCD 检测器气路系统的控制面板。

▲注意:填充柱进样器的气路系统与不分流进样器的气路系统一样。FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样,均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构,因此使用两路空气。

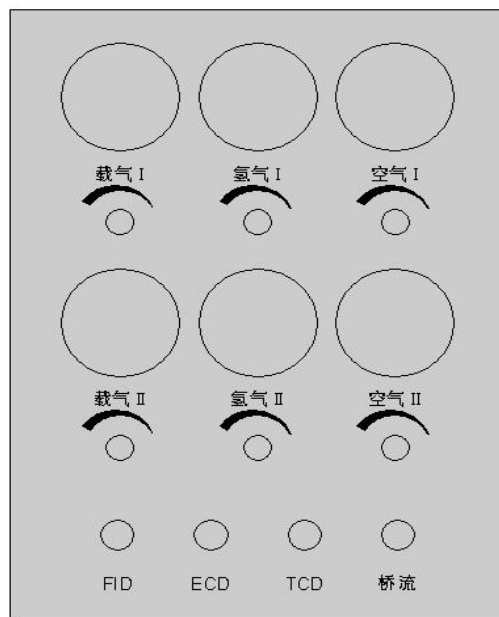


图 6-1 填充柱进样器、FID (NPD、FPD) 气路控制系统面板

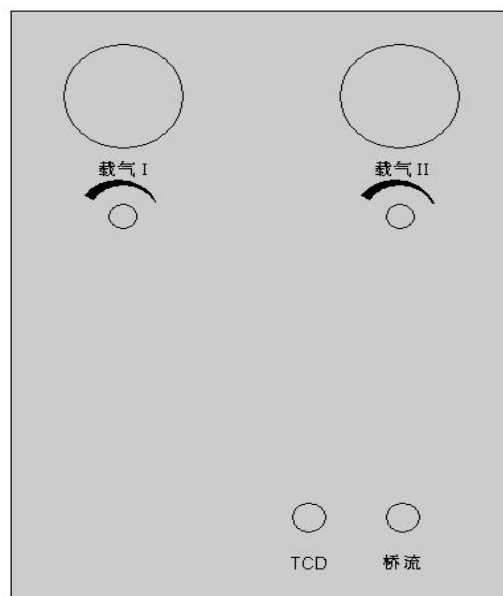


图 6-2 填充柱进样器、TCD 气路控制系统面板

### 6.3 GC450F、GC450N、GC450FP 气路系统面板（分流进样器）

图 6-3 所示的是 GC450F、GC450N、GC450FP 上配置分流进样器、FID 检测器（NPD 检测器、FPD 检测器）气路系统的控制面板。

▲注意：FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样，均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构，因此使用两路空气。

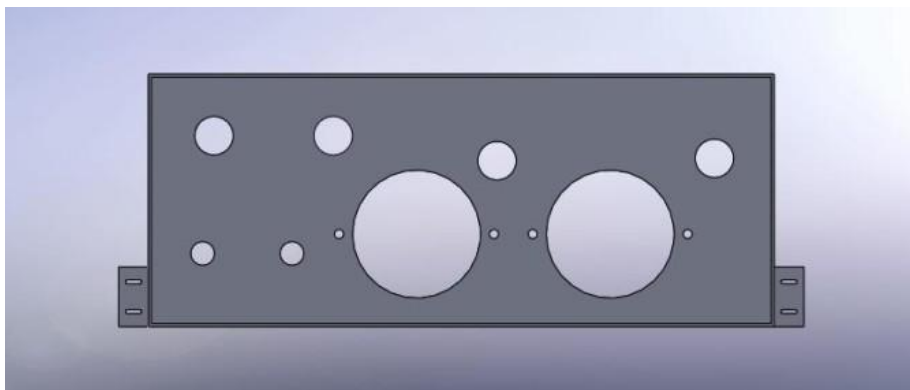


图6-3 分流进样器、FID（NPD、FPD）气路控制系统面板

## 6.4 填充柱进样器、FID（NPD、FPD）气路系统

图 6-4 所示的是 GC450F、GC450N、GC450FP 上配置填充柱进样器、FID 检测器（NPD 检测器、FPD 检测器）的气路系统。该气路系统是最常见、最简单的一种气路系统，也是其他比较复杂的气路系统的基础。

▲注意：填充柱进样器的气路系统与不分流进样器的气路系统一样。FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样，均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构，因此使用两路空气。

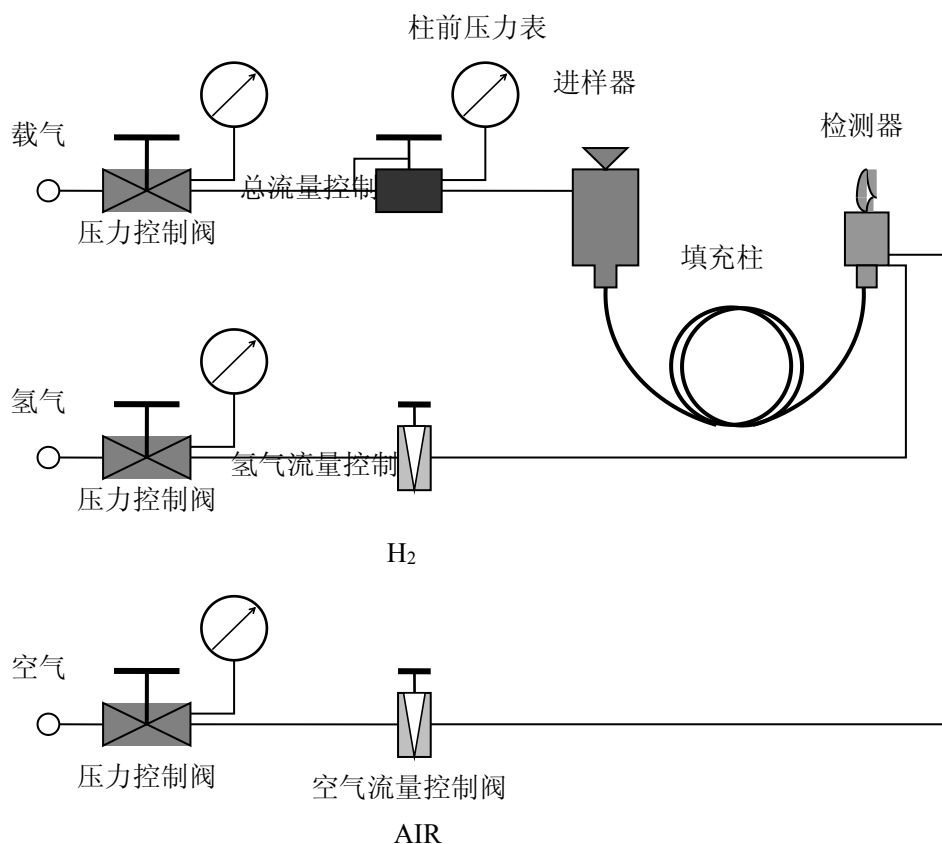


图 6-4 填充柱进样器、FID（NPD、FPD）检测器气路系统

## 6.5 分流进样器、FID（NPD、FPD）气路系统

图 6-5 所示的是 GC450F、GC450N、GC450FP 上配置分流进样器、FID 检测器（NPD 检测器、FPD 检测器）的气路系统。

▲注意：FID 检测器的气路系统与 NPD 检测器的气路系统一样，均使用一路空气。FPD 检测器由于是双火焰结构，因此使用两路空气。

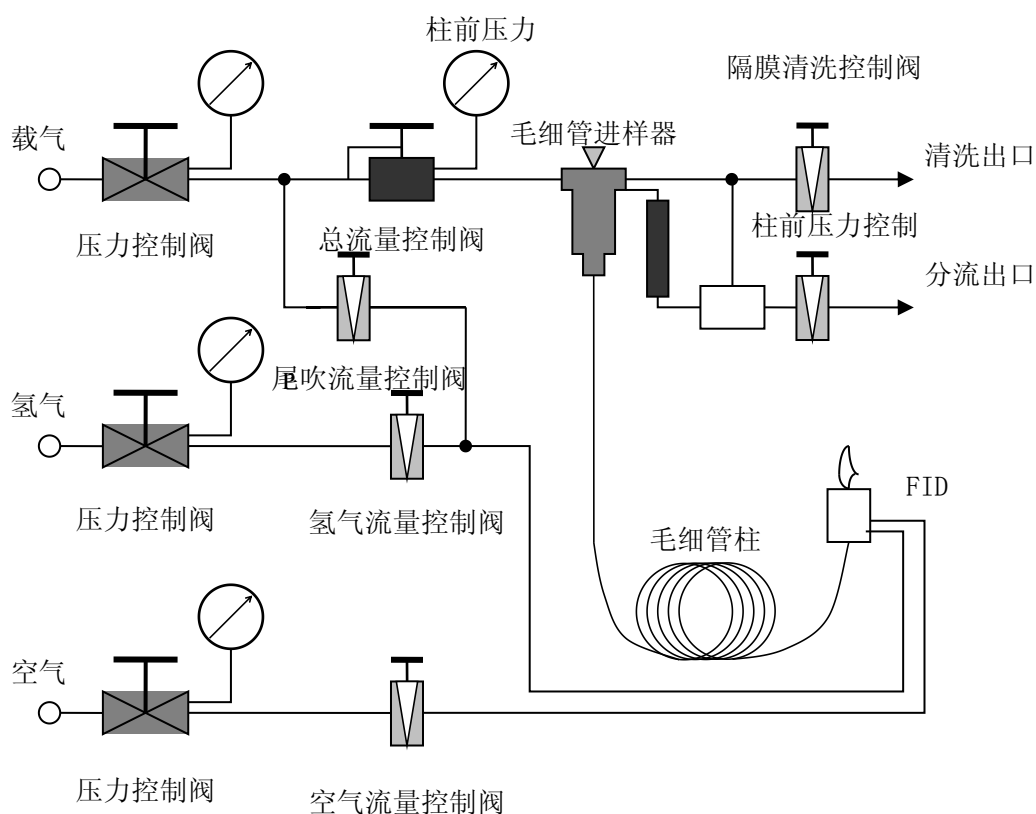


图 6-5 分流进样器、FID（NPD、FPD）检测器气路系统

## 第七章 微机控制部分

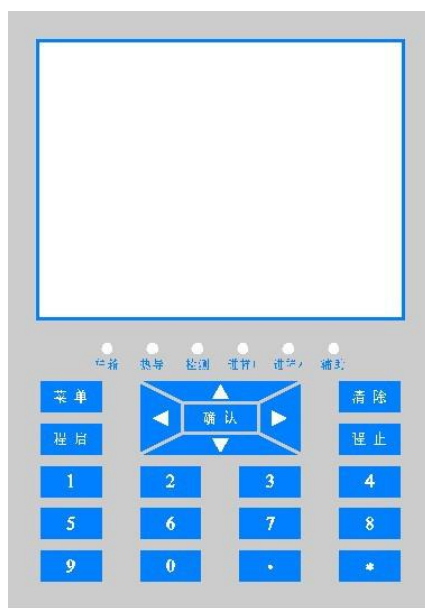
### 7.1 微机控制部分概述

GC450 系列气相色谱仪的微机控制部分在仪器的右侧上部。微机控制部分，可以同时控制柱箱、进样器、检测器进行温度设置和温度控制，其温度控制精度为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

液晶显示器采用 5.7 寸大屏幕中英文互换显示界面，可以同时显示控制对象、设置参数，实际状态等大量信息。

微机控制部分有人机对话功能、出错显示功能、多事件扩展、程序升温、秒表和计时功能等，并且操作非常方便。

### 7.2 微机控制部分面版的键盘功能



- |                                                                                     |    |                   |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----|-------------------|
|  | 菜单 | 指示仪器各项参数功能键。      |
|  | 清除 | 用于清除故障显示功能键。      |
|  | 程启 | 程序升温启动功能键。        |
|  | 程止 | 程序升温停止功能键。        |
|  | 确认 | 用于温度设定与参数设定确定功能键。 |
|  | ◀  | 向左移动光标功能。         |
|  | ▶  | 向右移动光标功能。         |
|  | ▲  | 向上移动光标功能。         |

- ▽ 向下移动光标功能。
- 0-9 数字设定功能键。
- ./退 按一次为小数点设定功能键，连续按二次为小数点设定功能键，。
- \* 此配置仪器无此功能

### 7.3 微机控制部分界面详细设置内容

打开位于机箱后面板的电源开关，仪器通电，液晶显示屏点亮。仪器经过自检，数秒钟后，界面显示为如[图 7-2]。

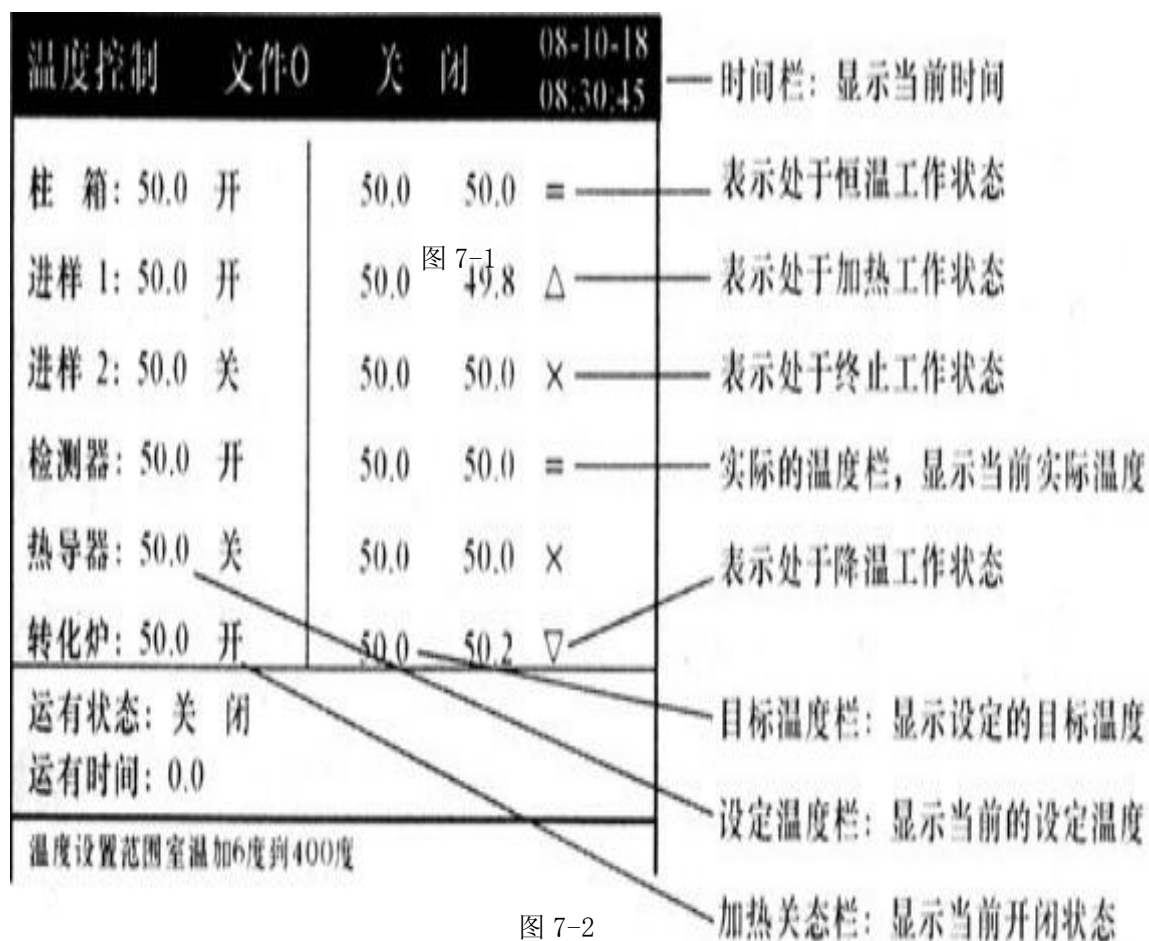


图 7-2

此界面为温度控制界面，此时光标位于温度设定栏。如果要将检测器升温至 260℃，只需将光标移至检测器的设定温度处，依次按下：《2》+《6》+《0》+《确认》键，此时检测器的设定温度为 260℃，检测器的目标温度变为 260℃。如果输入错误可按两次“.”键进行清除，重新设定温度。用同样的方法可以给柱箱、进样器及辅助项设定温度。进行时间栏是从此次开机计时到关机前的时间，下次开机，重新计时。加热状态栏。“0”表示关，“1”表示开。即将光标移到加热状态栏，依次按《1》

+《确认》键，将显示“开”状态，依次按《0》+《确认》键，将显示“关”状态。

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

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

### 《注意》

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

按  
《菜  
单》  
键，  
则状  
态栏

显示，再将右移光标键，将光标移到《检测器》栏上，然后按《确认》键，则显示屏显示 [图 7-3] 界面。

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

| 检测器设置           |  | 文件O        | 关闭 | 08-10-18<br>08:30:48 |
|-----------------|--|------------|----|----------------------|
| TCD             |  |            |    |                      |
| 极性 = 正 电流 = 140 |  | FPD 量程 = 1 |    |                      |
| FID             |  |            |    |                      |
| 极性 = 负 量程 = 1   |  | NPD 量程 = 1 |    |                      |
| ECD             |  |            |    |                      |
| 量程 = 1 电流 = 1   |  |            |    |                      |
| 检测器1=0.000      |  | 检测器2=0.000 |    |                      |
| 0:负 1:正         |  |            |    |                      |

图 7-3

在此状态栏 **温控** **检测器** **事件** **程序升温**，按右移光标键  将光标移到《事件》栏上，然后按《确认》键，则显示屏为图[2-4]界面。此界面为事件控制设置，事件分事件 1 和事件 2，事件 1、事件 2 均设有 5 开 5 关。可进行全部设置，例如电磁同开关的控制等。将光标移至初始设置处，按《0》+《确认》组合键，即可输入开，初始设置为开，分流将一直保持开通状态，即分流状态。初始设置为关时，分流将一直保持关闭状态，即不分流状态。

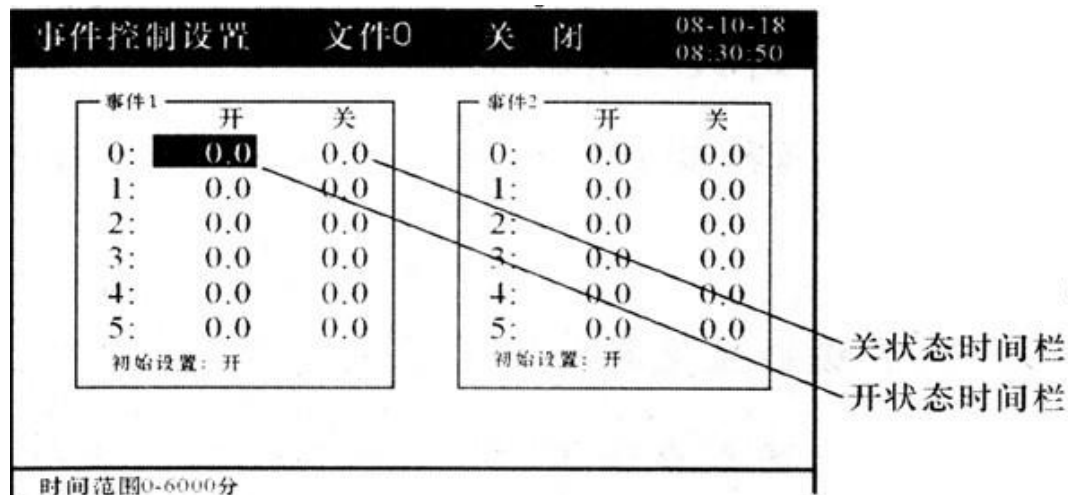


图 7-4

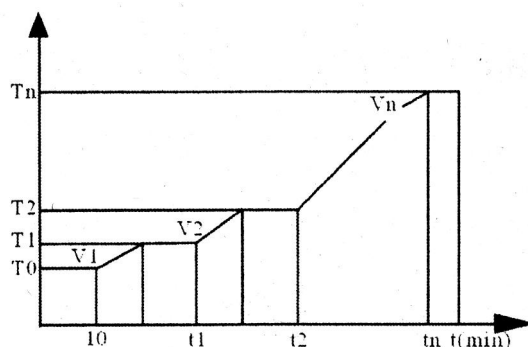
按《菜单》键后，将光标右移至《程序升温》栏上，再按《确认》，则显示 [图 2-5] 界面。如图 0 状态为恒温状态（即初温温度恒定状态）。程序升温阶其 7 阶，恒温温度范围 0-400℃，时间范围 0-6000 分钟，升温速率 0-40℃/min，程序 1 显示为以 5℃/min 的速率从 50℃升温至 60℃，60℃恒温 1 分钟在程序升温工作状态中，界面上将显示

|   | 升温速度 | 恒温速度 | 恒温时间   |
|---|------|------|--------|
| 0 |      | 50.0 | 1963.0 |
| 1 | 5.0  | 60.0 | 1.0    |
| 2 | 5.0  | 65.0 | 1.0    |
| 3 | 5.0  | 70.0 | 1.0    |
| 4 | 0.0  | 0.0  | 0.0    |
| 5 | 0.0  | 0.0  | 0.0    |
| 6 | 0.0  | 0.0  | 0.0    |
| 7 | 0.0  | 0.0  | 0.0    |

图 7-5

 数字 / 数字、 数字 / 数字或  数字 / 数字符号，其中  表示处于恒温状态， 表示处于升温状态， 表示处于降温状态，数字 / 数字：上面的数字表示现所处的阶数，下面的数字为程序升温的总阶数。柱恒温箱程序升温曲线见[图 7-6]

表示处于升温状态， 表示处于降温状态，数字 / 数字：上面的数字表示现所处的阶数，下面的数字为程序升温的总阶数。柱恒温箱程序升温曲线见[图 7-6]



[图 7-6]程序升温时间程序示意图

$T_1 / T_2 \cdots T_n$  分别为第一阶、第二阶…第  $n$  节终温温度， $T_0$  为初温温度。

$t_1, t_2 \cdots t_n$  分别为第一阶、第一阶…第  $n$  阶…终温湿度恒定时间， $t_0$  为初温温度恒定时间。

$V_1, V_2 \cdots V_n$  分别为第一阶、第二阶…第  $n$  阶升温速率。

设置好升温速率、恒温温度、恒温时间后，按《程升》键启动程序。

再按《菜单》键，将光标移至《用户配置》，再按确定键盘《确认》后。则显示[图 7-7]界面

| 用户配置                    |  | 文件0    | 关闭 | 08-10-18<br>08:35:30 |
|-------------------------|--|--------|----|----------------------|
| 日期时间设置                  |  |        |    |                      |
| 08年10月18日08时35分30秒      |  |        |    |                      |
| 声音设置                    |  | 显示设置   |    |                      |
| 键盘音=45                  |  | 亮度=99  |    |                      |
| 报警音=60                  |  | 对比度=60 |    |                      |
| 语言选择                    |  | 文件     |    |                      |
| 语言=汉语                   |  | 文件号=08 |    |                      |
| 键盘音0-99, 0声音最小, 99声音最大。 |  |        |    |                      |

图 7-7

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

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

亮度设置：亮度范围 0 个 9，0 最暗，99 最亮。设置方法与上述键盘音设置方法相同。也可按《菜单》+《◀》或《▶》来增加或减少亮度。

对比度设置：对比范围 0 个 9，0 最小，99 最大。也可按《菜单》+《△》+《▽》来增加大减小对比度。

文件号：0-9，90 为清除当前，99 为清除所有。文件号的输入即光标移至文件号处依次按《8》+《确认》键即可。此时文件号为 8，则仪器内所有设置的参数为 8 号文件的内容，若输入其它文件号，则 8 号文件夹储存，若要找回 8 号文件的内容，只需将文件号输入 8 并按确定键即可。

按《菜单》键，则状态栏显并将光标右移至《仪器参数》栏，再按确定《确认》键，则显示屏变为[图 7-8]界面。

此界面为仪器参数界面，仪器在出厂前已校好，用户一般不要随意改动，“启动记录”它记录了仪器启动的次数



图 7-8

按《菜单》键，并将光标右移至《保护温度》，将确定《确认》，则显示屏显示[7-9]界面。此界面为设置保护温度界面，可根据实际情况设置柱箱、进样器、检测器、热导池、辅助炉的保护温度值。仪器系统设置的最高保护温度为 400℃ 仪器实际工作的设置温度值要求低于保护温度 10℃ 或 10℃ 以下，否则系统会自动报警。

按《菜单》键，将光标右移至《秒表》，按确定《确认》键，则显示屏显示[7-10]界面。

此界面为设置秒表时界面，第一次按《确认》键，开始计时，第二次按《确认》键停止计时同时显示 60 秒除以即计时时间值，方便用户计算分钟流量。第三次按《确认》键，清除计时时间。或按方向键《△》清除计时时间，按《▽》停止计时，按方向键《▷》清除计时时间。



图 7-9

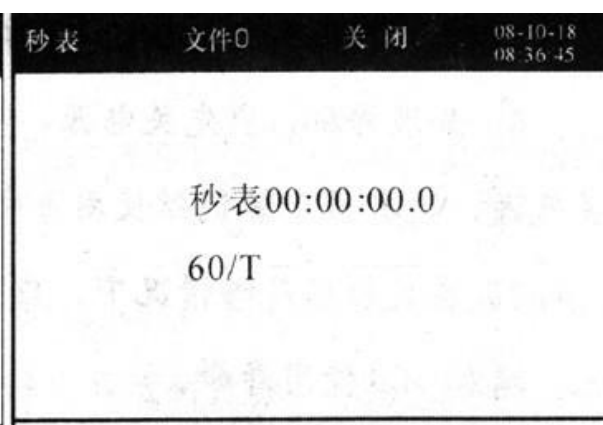


图 7-10

## 第八章 检测器

### 8.1 检测器概述

GC450 系列气相色谱仪可以选配五种检测器,并根据选配的检测器确定型号:GC450F 配置 FID 检测器、GC450T 配置 TCD 检测器、GC450E 配置 ECD 检测器、GC450N 配置 NPD 检测器、GC450FP 配置 FPD 检测器。此仪器功能强大,扩展性极好,可同时安装三种检测器。

### 8.2 氢火焰离子化检测器 (FID)

#### 8.2.1 FID 检测器的结构原理

FID 检测器的结构如图 8-1 所示:

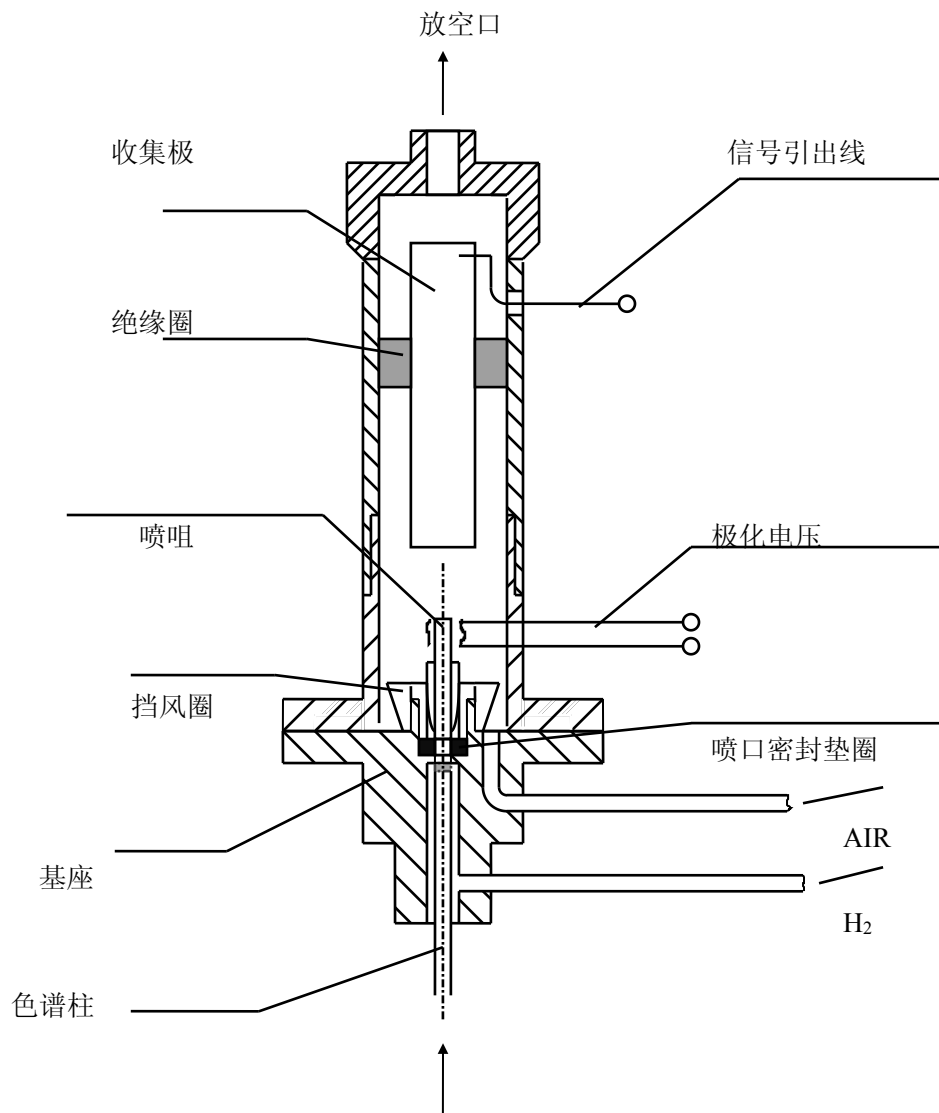


图 8-1 FID 检测器结构示意图

FID 检测器已经成为气相色谱仪最常用的一种检测器。由于 FID 检测器有灵敏度高、线性范围

宽、响应速度快、结构简单、维修简单等优点，很受广大分析者的欢迎。FID 检测器的工作原理是，样品在氢火焰燃烧产生离子，该离子在外加电场的作用下作定向迁移，从而产生极微弱的电流信号，然后由收集极收集，再经过微电流放大器放大后，输出到记录仪或色谱数据处理机，绘出相应的色谱图。这种检测器的优点是在使用水或二硫化碳作溶剂时，不会产生溶剂峰或溶剂峰很小。

FID 检测器的喷嘴口径不同，对线性和灵敏度的关系相当密切。一般情况下，喷嘴口径粗，则检测器的灵敏度低，对流量波动的影响较小，可以得到较高的线性范围；喷嘴口径细，则检测器的灵敏度高，对流量波动的影响较大，但线性范围较窄。小口径喷嘴可以得到较尖锐的氢火焰，离子化效率比较高。

FID 检测器对所有的有机物都有响应，对无机物无响应或响应很小。FID 检测器必须有足够的空气流量，才能保证火焰的正常燃烧，并把燃烧后的杂质吹扫出检测器。氢气与载气流量之比影响到 FID 检测器灵敏度和线性，氢气流量大约应该是载气流量的 85%~90%，图 8-2 表示了在固定载气的流量下，氢气流量与灵敏度的对应关系，过大的氢气流量会使噪声提高而影响灵敏度。

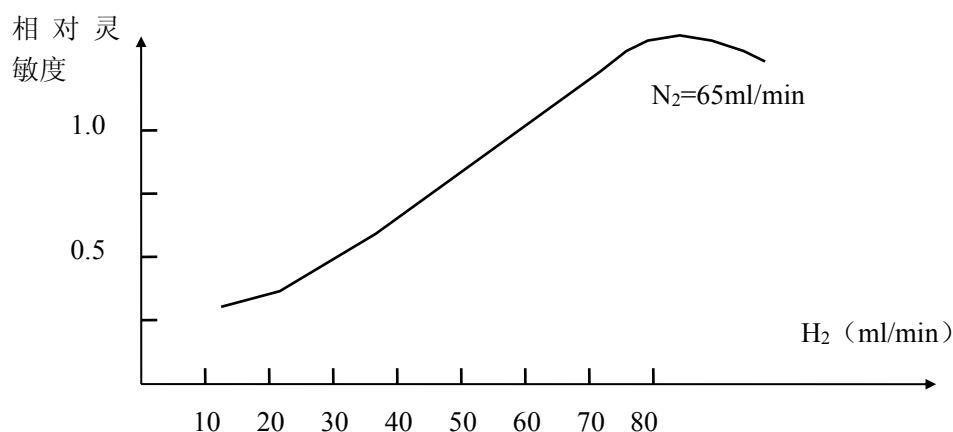


图 8-2 氢气流量与灵敏度的关系

空气流量对灵敏度的影响不像载气和氢气那样明显，但是较大的进样量必须要较大的空气流量才能使氢气完全燃烧，并使燃烧产物顺利排出离子室外。例如：2 毫升的丙烷气体样品需要 700ml/min 的空气流量才能使氢气和丙烷完全氧化。空气流量太小时，氢气和样品燃烧不完全会降低 FID 检测器的灵敏度，空气流量过大时（大于 500ml/min）也会出现噪声。空气流量与灵敏度的关系如图 8-3 所示。

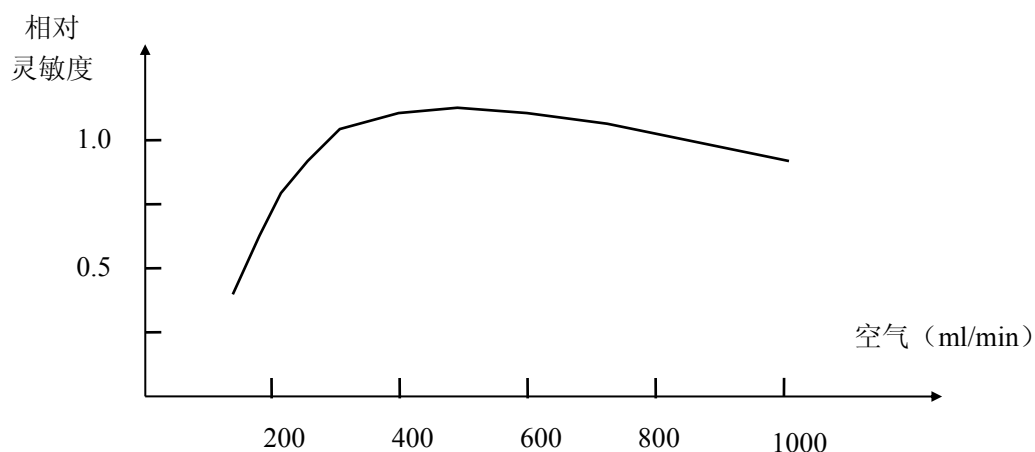


图 8-3 空气流量与灵敏度的关系

FID 检测器是质量型检测器，对样品具有破坏性。检测器的柱外效应几乎为零，所以响应时间

只有几个毫秒。对碳氢化合物敏感度达  $10^{-12}$  克/秒，但信号的响应受化合物结构的影响较大。带杂原子化合物的响应信号低，但具有非常宽的线性范围。

GC450 系列气相色谱仪的 FID 检测器由离子室、离子信号线、微电流放大器等组成。离子信号线把离子室收集的离子流信号送到微电流放大器进行放大，并经过可调节的衰减和 1:12 的放大器固定衰减，输出到色谱数据处理机或色谱工作站。FID 检测器安装在仪器主机顶部的右侧，微电流放大器安装在主机右侧的机箱内。

筒形的检测器基座在结构上保证了色谱柱与喷口间有极小的柱后死体积，氢火焰喷嘴对地绝缘良好且不易烧裂，由铂丝绕制而成的发射极兼作点火之用，此发射极不应与喷口接触。不锈钢圆筒状收集极对地绝缘良好，且具有较高的收集效果。FID 检测器的喷嘴结构如图 8-4 所示。

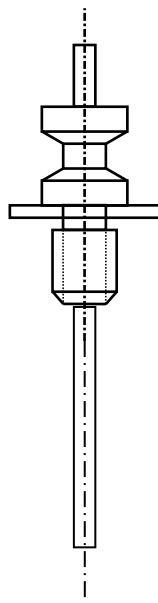


图 8-4 FID 检测器的喷嘴结构

### 8.2.2 FID 检测器的操作使用

FID 检测器的操作步骤如下所述：

1. 按照所用色谱柱的老化条件充分老化色谱柱。
2. 将色谱柱安装到 FID 检测器。
3. 打开净化器上的载气开关阀，然后用检漏液检漏，保证气密性良好。调节载气流量为适当值（根据刻度～流量表或用皂膜流量计测得）。
4. 打开电源开关，根据分析需要设置柱温、进样温度和 FID 检测器的温度（FID 检测器的温度应  $>100^{\circ}\text{C}$ ）。
5. 打开净化器的空气、氢气开关阀，分别调节空气和氢气流量为适当值（根据刻度～流量表或用皂膜流量计测得）。
6. 调节基流补偿（电位器）旋钮，使数字接近零。
7. 待 FID 检测器温度升高到  $100^{\circ}\text{C}$  以上，按[点火]键，点燃 FID 检测器的火焰。在检测器温度低于  $100^{\circ}\text{C}$  时点火，会造成检测器内积水而影响检测器的基线稳定性。
8. 点火后再观察基流值，如此时基流显示值大于原来的显示值。说明 FID 的火焰已点燃。一般来说，在 FID 放大器量程为 10 时，此时该数值为几千到几万。基流显示在 FID 放大器量程为 10 时一个数字约等于  $40\mu\text{V}$  的电压量。在计数值大于 47500 后产生溢出。

设置 FID 检测器微电流放大器的量程。量程分为 0、1、2、3、4 四档，量程为 0 时，FID 检测器的微电流放大器灵敏度最高，量程为 4 则灵敏度最。

9. 将信号线与积分仪连接，即将仪器所附的信号线插到信号插座上，将信号线另一头的叉形焊片与积分仪（数据工作站）连接。

10. 调节调零电位器使 FID 输出信号在积分仪的零位附近（基流显示数字接近零）。进样后如出反峰，请在检测器一栏中调整正负方向。

### 8.2.3 FID 检测器的敏感度测试

1. 测试条件：

柱温：140℃—180℃

检测器温度：180℃—220℃

进样器温度：180℃—220℃

载气：经干燥处理的 N<sub>2</sub>，纯度不低于 99.99%，流量为 15~50ml/min（柱后）

氢气：经分子筛净化，纯度不低于 99.95%，流量为 15~70ml/min

空气：空气中不应含有影响仪器正常工作的灰尘，水油及污染性气体，流量为 200—500ml/min

色谱柱：内径为 Φ2mm，长 0.6M，OV--101 不锈钢柱

放大器：灵敏度与衰减置适当值

样品：正十五烷，正十六烷，溶剂为正辛烷

进样量：0.5 μl ~ 1 μl

2. 计算方法（以正十六烷计算）：

$$Mt = \frac{2Rn \times V \times d}{E_{\max} \times 2\Delta t^{1/2}}$$

式中：

E<sub>max</sub>—峰高（mV）

2Δt<sup>1/2</sup>—半峰宽（sec）

V—进样体积（μl）

d—样品浓度（g/μl）

Rn—基线噪声（mV）

### 8.2.4 关机步骤

GC450F 气相色谱仪在日常的关机时，应当先将高效净化器的氢气和空气的开关阀关闭，以切断 FID 检测器的燃气和助燃气将火焰熄灭，然后降温，在柱箱温度低于 80℃ 以下才能关闭载气和电源开关。

▲注意：FID 检测器用氢气作燃气，如果氢气气路是打开的，而且色谱柱没有连接在检测器上，这时氢气就会泄漏在柱箱内，如果柱箱升温就有爆炸的危险。因此在色谱柱与检测器没有连接时，氢气气路必须关闭，或在 FID 检测器的柱接头上旋上闷头。

## 第九章 仪器的保养

正确的维护仪器不仅能够使仪器始终处于正常工作状态，而且能够延长仪器的使用寿命。使用、维护仪器时必须注意：

1. 仪器应严格地在规定的条件下工作，在某些条件不符合时，必须采取相应的措施。
2. 严格按照操作规程进行工作，严禁油污，有机物及其它物质进入检测器及管道，避免造成管道堵塞或仪器性能恶化。
3. 严禁柱温超过色谱柱固定相中固定液允许使用温度，避免造成色谱柱流失，损坏色谱柱并污染检测器。
4. 一般柱温设置应低于固定液允许使用温度，在作高灵敏度操作时，柱温选择应更低。
5. 仪器开机时必须先通载气，然后才能开机升温，避免损坏色谱柱并污染检测器。
6. 使用 FID、NPD、FPD 检测器时，必须待检测器温度超过 100℃ 后才能点火，避免检测器积水。
7. 仪器关机时，必须先关闭氢气（使用 FID、NPD、FPD 检测器时），待检测器熄火后，再进行降温，然后才能关断载气。
8. 在很多情况下，所谓的故障是由于老化不充分引起的。所以在必要的时候，应该进行对进样器、检测器、色谱柱等进行老化，避免出现不必要的所谓故障。

### 9.1 清洗与老化

#### 9.1.1 FID 检测器的清洗

1. 可拆下 FID 外罩，取下电极和绝缘垫圈，把外罩、电极和绝缘垫圈等用丙酮或酒精清洗然后烘干。
2. 如果污染严重，可以将待清洗零件放入超声波清洗液中，经超声波清洗后，用清水淋洗干净，然后用酒精清洗并烘干。
3. 装配时应注意，点火线圈应位于喷口四周，不能与金属外壳（接地）相碰，高度不能超过喷嘴口，如超过喷嘴口时点火后点火极会发红会影响检测器的灵敏度。
4. 如果是色谱柱固定液流失污染检测器，则先选择能溶解固定液的溶剂进行溶解，然后按上述方法进行清洗。

#### 9.1.2 进样器的清洗

1. 进样器比较容易污染，特别是汽化管容易污染，为此清洗进样器就显得比较重要。进样器汽化管可用溶剂棉球直接穿洗，穿洗后用大气流吹一下（主要吹掉棉球纤维并吹干溶剂），然后装好汽化管衬垫和密封螺母。
2. 如果污染严重，可以将汽化管等待清洗零件放入超声波清洗液中，经超声波清洗后，用清水淋洗干净，然后用酒精清洗并烘干。

### 9.1.3 检测器的老化

1. 电子捕获检测器的老化：在载气进入电子捕获检测器的情况下，将电子捕获检测器温度设置在 200℃ 以上进行十小时以上的老化。适当增加载气流量，可以提高老化效率或减少老化时间。
2. 热导钨丝的老化：在载气进入热导检测器的情况下，将热导电流设置在使用值以上 10~20mA 左右，进行数小时的老化。适当增加载气流量，可以提高老化效率或减少老化时间。
3. 氮磷检测器铷珠的老化：在载气进入氮磷检测器的情况下，将铷珠电流设置在使用值以下 0.4A 和 0.2A，各进行二十分钟左右的老化。
4. 检测器的一般老化：在载气进入检测器的情况下，将检测器温度设置在 200℃ 以上进行数小时的老化。

### 9.1.4 进样器的老化

在载气进入进样器的情况下，将进样器温度设置在 200℃ 以上进行数小时的老化。

### 9.1.5 色谱柱的老化

1. 在载气进入色谱柱的情况下，将柱箱温度设置在色谱柱允许的最高温度以下 30℃，或正常使用温度以上 30℃，进行十小时以上的恒温老化。
2. 在载气进入色谱柱的情况下，设置 3~5℃/min 的升温速率，50~60℃ 的起始温度，色谱柱允许的最高温度以下 30℃ 的终止温度，进行一阶程序升温老化。
3. 适当增加载气流量，可以提高老化效率或减少老化时间。

### 9.1.6 净化器的活化

1. 气路系统中，接有净化过滤器，净化管中放置有 5A 分子筛、活性炭等过滤剂。5A 分子筛、活性炭需要定期（一般三个月到半年一次，取决于用户处的工作条件）更换或活化。
2. 将 5A 分子筛、活性炭从净化管中倒出，放置在烘箱中进行烘烤活化。如果没有烘箱，也可借用 GC450 系列气相色谱仪柱箱，但要采取保护仪器的措施，例如取下色谱柱，闷住进样器、检测器接头等。
3. 5A 分子筛、活性炭的活化温度为 260℃，活化时间为 24 小时。

## 9.2 故障排除

### 9.2.1 微机控制器出错

在仪器正常运转时，如果外界有一突然的强电干扰，使仪器原设定的数据冲掉无法正常工作，这时可以关掉电源开关，再开启电源开关，重新设定参数即能清除这方面的故障。

## 9.2.2 色谱分析故障判断及处理方法

| 故障现象         | 故障判断                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 检查方法及修复                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
|--------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 没有色谱峰        | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 放大器电源断开。</li> <li>2. 离子线断。</li> <li>3. 没有载气流过。</li> <li>4. 积分仪/色谱工作站信号线接触不良。</li> <li>5. 积分仪/色谱工作站故障</li> <li>6. 进样器温度太低，样品没有汽化。</li> <li>7. 微量注射器堵塞。</li> <li>8. 进样器硅胶垫漏气。</li> <li>9. 色谱柱安装连接不规范。</li> <li>10. 火未点着（FID）。</li> <li>11. FID 极化电压未接或接触不良。</li> </ol> | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 检查放大器，保险丝。</li> <li>2. 检查离子线。</li> <li>3. 检查流路是否阻塞，气源是否用完。</li> <li>4. 检查积分仪/色谱工作站接线。</li> <li>5. 排除积分仪/色谱工作站故障。</li> <li>6. 增加进样器温度。</li> <li>7. 更换注射器。</li> <li>8. 更换进样器硅胶垫。</li> <li>9. 重新安装、拧紧色谱柱。</li> <li>10. 重新点火。</li> <li>11. 接上极化电压，排除接触不良。</li> </ol> |
| 保留时间正常但灵敏度下降 | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 衰减太大</li> <li>2. 没有足够样品量</li> <li>3. 样品进样过程中的损耗</li> <li>4. 注射器漏或堵</li> <li>5. 载气漏气</li> <li>6. 氢气和空气流量选择不当（FID）</li> <li>7. 极化电压不正常（FID）</li> </ol>                                                                                                                 | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 降低衰减,增加量程范围</li> <li>2. 增加进样量</li> <li>3. 保证样品全部进入系统</li> <li>4. 更换注射器</li> <li>5. 探漏并排除漏气</li> <li>6. 调整氢气和空气流量</li> <li>7. 检查并排除极化电压故障</li> </ol>                                                                                                              |
| 拖尾峰          | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 进样温度太低</li> <li>2. 进样器汽化管污染或进样垫残留</li> <li>3. 色谱柱温度太低</li> <li>4. 进样技术太差</li> <li>5. 色谱柱选择不当</li> </ol>                                                                                                                                                              | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 重新调节进样器温度</li> <li>2. 清洗进样器或清除进样垫的残留</li> <li>3. 升高色谱柱温度</li> <li>4. 改进进样技术</li> <li>5. 选择适当的色谱柱</li> </ol>                                                                                                                                                      |
| 伸舌峰          | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 样品量太大色谱柱过载</li> <li>2. 样品凝聚在系统中</li> </ol>                                                                                                                                                                                                                           | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 降低样品量</li> <li>2. 升高温度老化系统</li> </ol>                                                                                                                                                                                                                            |
| 色谱峰分离不好      | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 色谱柱温度太高</li> <li>2. 色谱柱太短</li> <li>3. 载气流速太高</li> <li>4. 色谱柱选择不当</li> </ol>                                                                                                                                                                                          | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 降低柱温</li> <li>2. 选择较长的色谱柱</li> <li>3. 降低载气流速</li> <li>4. 选择适当的色谱柱</li> </ol>                                                                                                                                                                                     |
| 平顶峰          | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 放大器饱和</li> <li>2. 积分仪/色谱工作站故障</li> </ol>                                                                                                                                                                                                                             | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 降低进样量或降低放大器灵敏度</li> <li>2. 排除积分仪/色谱工作站故障</li> </ol>                                                                                                                                                                                                              |

|          |                                                            |                                                               |
|----------|------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|
| 基线有不规则波动 | 1. 仪器接地不好<br>2. 检测器污染<br>3. 气流选择不当<br>4. 放大器不好             | 1. 改善接地<br>2. 清洗检测器<br>3. 选择合适气流量<br>4. 检查放大器                 |
| 基线噪声大    | 1. 色谱柱污染<br>2. 气体不纯<br>3. 接地不良<br>4. 检测器污染<br>5. 检测器电缆接触不良 | 1. 更换色谱柱<br>2. 净化气体使达到要求<br>3. 改善接地<br>4. 清洗检测器<br>5. 更换或修复电缆 |
| 基线单方向漂移  | 1. 载气逐渐有完<br>2. 系统漏气                                       | 1. 更换气瓶<br>2. 探漏                                              |

### 9.3 微机系统错误代码自诊断解析：

| 代码 | 显示              | 处理方法                        |
|----|-----------------|-----------------------------|
| 00 | 无               | 加热区系统正常工作                   |
| 11 | 柱箱：铂电阻短路        | 请查柱箱铂电阻引线                   |
| 21 | 热导池：铂电阻短路       | 请查 TCD 检测器铂电阻引线             |
| 31 | 检测器：铂电阻短路       | 请查检测器铂电阻引线                  |
| 41 | 进样器 1：铂电阻短路     | 请查进样器 1 铂电阻引线               |
| 51 | 进样器 2：铂电阻短路     | 请查辅助 1 铂电阻引线                |
| 61 | 转化炉：铂电阻短路       | 请查辅助 2 铂电阻引线                |
| 12 | 柱箱：铂电阻开路        | 请查柱箱铂电阻                     |
| 22 | 热导池：铂电阻开路       | 请查 TCD 检测器铂电阻               |
| 32 | 检测器：铂电阻开路       | 请查检测器铂电阻                    |
| 42 | 进样器 1：铂电阻开路     | 请查进样器铂电阻                    |
| 52 | 进样器 2：铂电阻开路     | 请查辅助 1 铂电阻                  |
| 62 | 辅助炉：铂电阻开路       | 请检查辅助 2 铂电阻                 |
| 13 | 柱箱：超过设定的最高温度    | 请检查柱箱温度设置是否正确及加热区是否失控       |
| 23 | 热导池：超过设定的最高温度   | 请检查 TCD 检测器温度设置是否正确及加热区是否失控 |
| 33 | 检测器：超过设定的最高温度   | 请查检测器温度设置是否正确及加热区是否失控       |
| 43 | 进样器 1：超过设定的最高温度 | 请检查进样器温度设置是否正确及加热区是否失控      |
| 53 | 进样器 2：超过设定的最高温度 | 请检查辅助 1 温度设置是否正确及加热区是否失控    |
| 63 | 辅助炉：超过设定的最高温度   | 请检查辅助 2 温度设置是否正确及加热区是否失控    |
| 14 | 柱箱：加热失败         | 请检查柱箱电热丝和铂电阻引线              |
| 24 | 热导池：加热失败        | 请检查炉子加热器和铂电阻引线              |
| 34 | 显示检测器：加热失败      | 请检查炉子加热器和铂电阻引线              |
| 44 | 进样器 1：加热失败      | 请检查炉子加热器和铂电阻引线              |
| 54 | 进样器 2：加热失败      | 请检查炉子加热器和铂电阻引线              |
| 64 | 辅助炉：加热失败        | 请检查炉子加热器和铂电阻引线              |
| 15 | 柱箱：温度异常         | 请检查柱箱电热丝和铂电阻引线              |

|    |               |                |
|----|---------------|----------------|
| 25 | 热导池：温度异常      | 请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 35 | 检测器：加热区温度异常   | 请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 45 | 进样器 1：加热区温度异常 | 请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 55 | 进样器 2：加热区温度异常 | 请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 65 | 辅助炉：加热区温度异常   | 请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 17 | 后开门：定位失败      | 请检查后开门连线       |

说明：故障排除后，要用清除键关闭报警，如不关闭，此后将每隔一分钟报警三声。多个报警（例：显示 2 / 2 则表示有两个报警）可以用上下键查看。