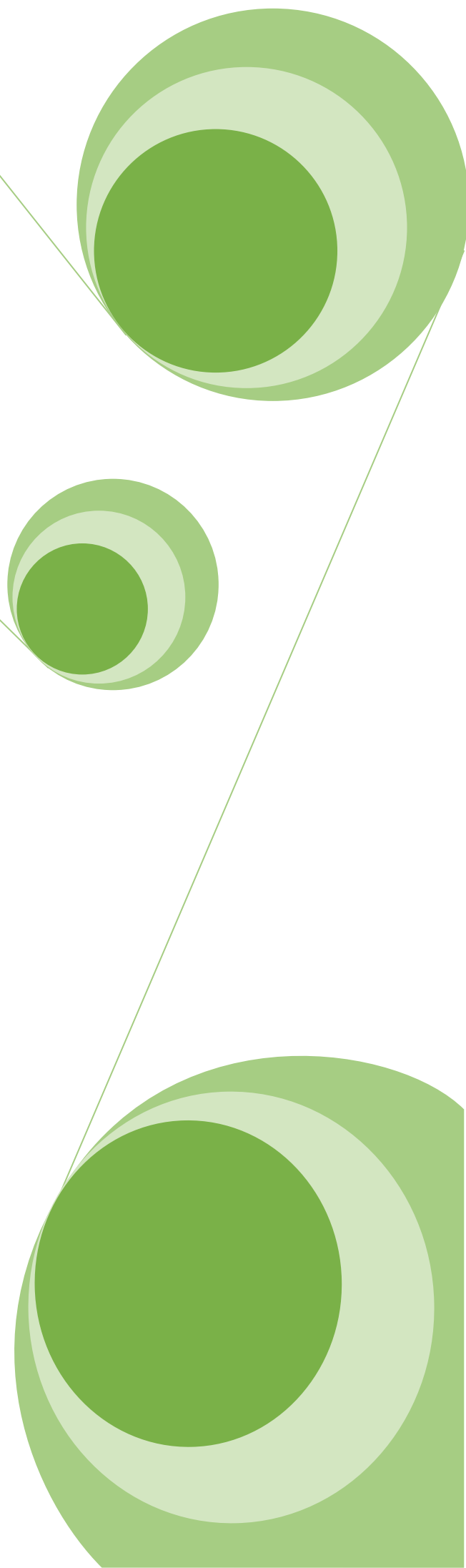


HS-9 顶空进样器

操作手册

上海思达分析仪器有限责任公司



本手册是对使用公司 HS-9 顶空进样器的一般指导。它包含仪器安装和操作的指引和标准，也包含维护和更换部件的信息。

信息

公司可能对本手册中内容随时修正而不预先通知。

公司对本手册中的错误或不正确使用本手册指示或仪器不负任何责任。

操作仪器前，建议操作人员认真阅读本手册。

安全信息

HS-9 是符合 IEC 安全一级标准的仪器。

本仪器是根据认可的安全标准来设计和测试的。

对本仪器任何部件维修时应先断开交流电源。

万一样品瓶在恒温炉中破裂或溢出，再次使用前必须先干燥仪器。

安全标志

用户必须依照本手册的安全信息操作以确保安全。

注意

要求注意可能对用户造成伤害的环境或可能的状况。

警告

要求注意可能损害或破坏仪器或用户工作的环境或可能的

目录

第一章 技术指标及安装.....	1
1.1 技术指标	1
1.2 仪器安装	1
1.3 相关参数	2
1.3.1 温度参数.....	2
1.3.2 气体调节.....	3
1.3.3 时间参数	3
1.3.4 样品瓶密封	4
1.3.5 灵敏度, 准确性, 精确度的影响因素.....	4
第二章 界面介绍	5
2.1 开机界面.....	5
2.2 键盘介绍	5
2.3 状态指示灯	5
2.4 面板布局	5
第三章 键盘操作	6
3.0 主菜单操作	6
3.1 进入顶空程序	6
3.2 编辑顶空方法	6
3.2.1 设置温度	6
3.2.2 设置时间	6
3.2.3 缺省顶空方法.....	7
3.2.4 存储顶空方法.....	7
3.3 参数设定	7
3.3.1 声音设置.....	7
3.3.2 语言选择.....	8
3.3.3 程序版本.....	8
3.3.4 程序升级.....	8
3.3.5 恢复出厂设置.....	8
3.3.6 硬件调试.....	9
3.4 错误信息	9
第四章 运行流程	错误!未定义书签。

4. 1 运行流程	错误!未定义书签。
4. 1. 1 清扫及平衡状态	错误!未定义书签。
4. 1. 2 刺进样品瓶隔垫和样品瓶加压	错误!未定义书签。
4. 1. 3 泄压状态	错误!未定义书签。
4. 1. 4 充样平衡	错误!未定义书签。
4. 5 进样状态	错误!未定义书签。
4. 6 阀循环结束和样品瓶复位	错误!未定义书签。
4. 2 持续运行样品瓶	错误!未定义书签。
第五章 简易操作	10
5. 1 仪器安装	10
5. 2 分析操作	10
第六章 仪器维护	11
6. 1 更换进样定量环	11
6. 2 更换进样针	11
6. 3 蒸汽清洗进样系统	11
6. 5 检漏	12

第一章 技术指标及安装

1.1 技术指标

样品瓶	
样品瓶数	: 9
样品瓶材料	: 中性玻璃
样品瓶体积	: 20ml 10ml (配有适配器)
样品瓶隔垫	: 聚四氟乙烯涂上丁烯橡胶 : 聚四氟乙烯涂上硅橡胶
样品瓶铝盖	: 铝质
平衡炉	
温度范围	: 高于室温 15℃至 200℃ 1℃增量
精确性	: 整个范围的 0.5%
稳定性	: ±0.1℃
进样系统	
温度范围	: 高于室温 15℃至 220℃ 1℃增量
精确性	: 整个范围的 0.5%
稳定性	: ±0.1℃
进样阀	: MV65/106HT, 6 通阀
进样环	: 1ml 体积, 镍管 : 3ml 体积, 镍管(可选)
传输管线	
温度	: 高于室温 15℃至 220℃ 1℃增加
精确性	: 整个范围的 2.0%
稳定性	: ±0.5℃
电力要求	
电源	: 220V (±10%), 50Hz, 600VA 110V (±10%), 60Hz, 600VA (选配)
保险丝	: 5AT, 250V (220V) : 10AT, 250V (115V) (选配)
尺寸和重量	
尺寸	: 15.5cm*43cm*49cm
重量	: 20Kg

1.2 仪器安装

环境要求

为发挥 HS-9/12 最佳性能和使用寿命推荐在感觉舒适的环境（相对恒温 and 恒湿环境）。

接触腐蚀性物质(气体,液体和固体)会对 HS-9/12 所用材料造成影响应尽量避免。

场地

只是对于 HS-9/12 提供一个 75cm 长, 50cm 宽, 并可承受 35KG 重量的实验台就足够了。要求台面上部应没有遮盖物或其它障碍物, 如有障碍物会影响仪器顶部的打开, 也可能影响冷却。

HS-9/12 传输管长度为 30cm, 因此进样器和 GC 间的距离必须适合。

气体供应

因进入 HS-9/12 气体用作色谱柱的载气, 所以仪器需要高纯气。

对于顶空分析载气的选择主要由所用进样口的类型和检测器决定。

把载气连接到仪器后部面板的载气入口接头上, 最大允许输入压力 0.4MPa。

注意

在 HS-9/12 中不要使用氢气作载气, 氢气潜在引起爆炸的危险。

电源连接

HS-9/12 顶空进样器配置适合在下述任一电压供应条件下操作:

220V ($\pm 10\%$), 50Hz, 600VA

110V ($\pm 10\%$), 60Hz, 600VA

实际电压见仪器后部标签所注。

注意

为保护用户, HS-9/12 依据国际电工委员会的要求通过电源三脚接头接地。

把三脚电源接头插入相应插槽中。

注意

HS-9/12 必须在适当的接地情况下操作以保持接地保护功能, 必须确认使用了正确的接地插座。

1.3 相关参数

1.3.1 温度参数

平衡温度

样品平衡温度极大地影响分析物在顶空气中的浓度。总的来说, 增加平衡温度, 进入气相色谱的分析物量和方法的灵敏度都增加。确保安全操作和满足所需分析的灵敏度前提下炉温尽可能高以获得最好的结果。

定量管温度

应设定定量管温度稍高于炉温以获得最高的准确度

传输管温度

应设定传输管温度等于或高于定量管温度。

1.3.2 气体调节

载气流速

应设定一个足够高的载气流速把顶空样品吹出样品定量环。例如：当使用填充柱时，正常产生峰宽时间大约为 15s，载气把样品吹出定量环的时间大约为 10s，对于 1ml 定量环要求载气流速为 6ml/min，这是不造成峰扩展的最小载气流速。同样条件下对于 3ml 定量环的最小流速是 18ml/min。对于毛细柱除出峰时间为 1s 外，其它情况与填充柱相同。因此要求最小流速大于 60ml/min 以避免峰扩展。大流量将影响柱容量和分流比：明显地，分流率越高，分流比越高，结果灵敏度越低。这就是为什么要求载气流速只要足够吹扫样品定量环。

辅助气压力(加压压力)

辅助气压力用于把样品气相传送到样品定量环中。理想状况为设定足够的压力刚好把气相填满定量环。太高的压力会使顶空气体被稀释。可以按下述方法优化辅助气压力：

- 1 在所需炉温平衡样品。
- 2 测量样品瓶中的压力把连接针压力表的进口（压力表与注射器针相接）插入样品瓶隔垫。
- 3 读出样品顶空压力，可以从压力表上看出加热对样品瓶的影响。
- 4 设定辅助气压力稍高于（例如大于 0.2bar）压力表读数，这是能够使用的最低辅助气压力设定值。
- 5 运行一系列的样品，每一样品辅助气压力都高于前一个样品。
- 6 得出样品峰面积对辅助气压力图，使用在步骤 4 中峰面积最大的辅助气压力。

注：此优化程序只对特定炉温分析特定样品时才有效。

1.3.3 时间参数

分析周期

样品中所有组分经色谱柱完全分离并流出的时间。

平衡时间

样品瓶中的组分应在所需平衡温度中充分平衡。在某一平衡温度中平衡样品的时间可能需要几个小时，平衡时间是样品粘度的函数。增加平衡时间运行一系列样品，并得出峰面积和炉平衡时间图，以确定最佳平衡时间。当峰面积达到稳定状态的时间为最佳平衡时间。

充样时间

样品气充入定量环的时间，该时间不宜设置过长，以避免样品浓度过分稀释。

充样平衡时间

样品气平衡时间

进样时间

六通阀进样后由进样状态切换为清扫状态的时间

1.3.4 样品瓶密封

样品瓶密封隔垫

推荐使用 PTFE 面隔垫，确认在密封样品瓶做空白实验时得到平滑色谱图。

可以使用两种 PTFE 面隔垫：

-D 20 BUT/PTFE

-D 20 SIL/PTFE

D20 BUT/PTFE 隔垫用丁烯橡胶制成，具有温度限制，最大操作温度是 120℃。对于更高平衡炉温度推荐使用 D20 SIL/PTFE。

样品瓶密封

样品瓶盖不良密封可能造成泄漏，这经常是产生分析错误的重要原因。把铝盖卡到样品瓶上以后，试着旋转铝盖检查样品瓶盖是否拧紧。如果很容易旋转，重新再卡紧。盖子应完全不能旋转或要花好大劲才能使它旋转。

1.3.5 灵敏度，准确性，精确度的影响因素

样品定量环大小

工厂已在进样器上安装 1ml 样品定量环对于大多数情况已足够，与所有型号柱子相配备。然而选择 3ml 的样品定量环可以用于提高灵敏度，特别是当使用填充柱分析时大体积定量环不会造成峰扩展。

样品量

顶空分析的液体样品量为样品瓶容量的 25-75%。

样品组分

制备校准标准液反映样品组分是顶空分析的一个主要问题。

使用内标法或标准加入法、多重顶空抽提，检查因样品组分造成的不准确性。

注：内标物的化学和物理性能必须与样品一致或尽可能相近。

样品影响

存在一些可测的与顶空分析相关的影响，在大多数情况下这种影响不能超过 0.5%。建议运行一批样品从较稀到浓样品或在高浓样品和较稀样品间运行空白样品。

添加剂

提高顶空分析的一种重要手段是加入一种可以减少分析物在样品中溶解度的物质，使更多的组分转移到顶空气中。对于多数的溶液，可以加入一种无机盐作为添加剂获得“盐析”效果。这种技术常用于各种极性分析物溶液中，可以极大地提高分析物的灵敏度。

第二章 界面介绍

2.1 开机界面

打开电源后仪器进入开机界面。

上海思达
分析仪器公司

随后进入自检状态，自动进行运行系统检测。自检通过后进入主菜单界面：

系统自检中
\\复位样品瓶

〔 主菜单 〕
1. 进入顶空程序↓

2.2 键盘介绍

- 1、 向上 表示向上移动或数字的增加/用于时间设置时小数点后部分的增加
- 2、 向下 表示向下移动或数字的减小/用于时间设置时小数点后部分的减小
- 3、 向左 用于时间设置时小数点前部分的增加或用于温度加热状态的开启与关闭
- 4、 向右 用于时间设置时小数点前部分的减小
- 5、 表示进入该项目程序并进入下一界面或采用
- 6、 表示退出当前界面并返回上一界面
- 7、 表示进入或退出编辑状态

2.3 状态指示灯

- 1、编辑 该灯亮时表示处于编辑状态，该灯灭时表示处于编辑禁止状态
- 2、出错 该灯亮时表示运行系统出现错误
- 3、运行 启动顶空程序时该灯处于闪亮状态

2.4 面板布局

气源接入口，电源线插座，升级接口，启动信号接口在仪器的后部。

第三章 键盘操作

3.0 主菜单操作

在主菜单界面通过  键移动光标至要编辑的项目上,按  键进入该项目的操作。如图 3-1 所示:

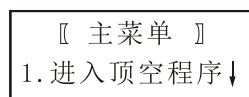


图 3-1 主菜单界面

3.1 进入顶空程序

在主菜单界面图 3-1 通过  键使光标处于“1.进入顶空程序”位置,按  键进入“启动顶空”界面,如图 3-2 所示

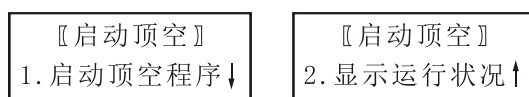


图 3-2 启动顶空

通过  键移动光标至所需要的项目上,按  键,启动顶空程序或显示运行状态。

如需要中途停止顶空运行,按  键,通过  键移动光标至需要的项目上,按  键,停止顶空运行或显示当前运行状态。

3.2 编辑顶空方法

在主菜单界面通过  键使光标处于“2.编辑顶空方法”位置,按  键进入“编辑方法”界面,如图 3-3 所示



图 3-3 编辑方法

3.2.1 设置温度

在图 3-3 界面通过  键移动光标至“1. 设置温度”上,按  键进入“设置温度”界面。图 3-4 所示:

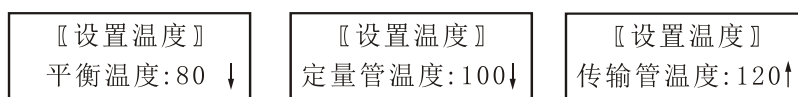


图 3-4 设置温度

通过  键移动光标至需要设定温度单元上,按  键,此时编辑灯亮,通过  键加或减小设定值,按  可关闭或开启该加热单元。再按  键,此时编辑灯灭,退出编辑状态。按  键,退出当前界面。

3.2.2 设置时间

在图 3-3 界面通过   键移动光标至“2. 设置时间”上，按  键进入“设置时间”界面。如图 3-5 所示：

『设置时间』 分析周期20.00 ↓	『设置时间』 加压时间0.20 ↓	『设置时间』 充样时间0.20 ↓
『设置时间』 充样平衡0.05 ↓	『设置时间』 进针时间1.00 ↑	

图 3-5 设置时间

通过   键移动光标至需要设定时间单元上，按  键，此时编辑灯亮，通过   键增加或减少小数点前的设定值，按   可增加或减少小数点后的设定值。再按  键，此时编辑灯灭。按  键，退出当前界面。

3.2.3 缺省顶空方法

在图 3-3 界面通过   键移动光标至“4. 缺省顶空方法”上，按  键进入“缺省顶空方法”界面。如图 3-6 所示：

按进入键载入缺省顶空方法

图 3-6 缺省顶空方法

按  键就可载入缺省顶空方法。

3.2.4 存储顶空方法

在图 3-3 界面通过   键移动光标至“3. 存储顶空方法”上，按  键进入“存储顶空方法”界面进行存储方法文件。

3.3 参数设定

在主菜单界面通过   键使光标处于“3.参数设定”位置,按  键进入“参数设定”界面。如图 3-7 所示：

『参数设定』
 1. 声音 开/关

图 3-7 参数设定

3.3.1 声音设置

在图 3-7 界面，通过   键，使光标位于“1.声音 开/关”位置。按  键进入“声音设置”界面，如图 3-8 所示：

『声音设置』
 声音:开

图 3-8 声音设置

按任何一个     键都可进行声音的开、关切换操作。

3.3.2 语言选择

在图 3-7 界面，通过   键，使光标位于“2.语言”位置。按  键进入“语言”界面，如图 3-9 所示：



图 3-9 语言设置

按任一     键都可进行中英文语言切换操作。

3.3.3 程序版本

在图 3-7 界面，通过   键，使光标位于“3.程序版本”位置。按  键进入“程序版本”界面，如图 3-10 所示：



图 3-10 程序版本

按  键即可显示该仪器当前版本号。

3.3.4 程序升级

在图 3-7 界面，通过   键，使光标位于“4.程序升级”位置。按  键进入“程序升级”界面，需事先将通讯接口连接好，按  键进入升级模式。如图 3-11 所示：



图 3-11 程序升级

如果在升级过程中出现故障，造成升级失败，需要进行低级升级操作。用短路块将主板上 J5 的 1-2 脚短接。升级步骤：

1. 关掉电源
2. 打开电路侧盖板
3. 用短路块短接 J5
4. 然后打开电源
5. 此时显示板的所有发光管会有一闪一闪的，如果没有则电路有问题
6. 接入串行线到电脑上
7. 从电脑运行升级程序，如
“思达升级程序 Star_Upgrade_Utility_xxxxxx.exe”
8. 等升级结束后，关掉顶空电源
9. 去掉 J5 上的短路块

低级升级的概念：当从程序的主菜单进入升级程序进入升级到半道失败时，这时的程序区是不完整的，不能从主菜单进入升级，需要进行低级升级。

3.3.5 恢复出厂设置

在图 3-7 界面，通过   键，使光标位于“5.恢复出厂设置”位置。按  键进入“恢复出厂设置”界面，按  键恢复出厂设置。如图 3-12 所示：

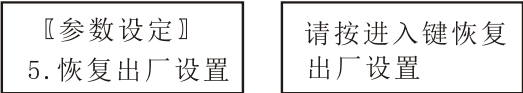


图 3-12 恢复出厂设置

3.3.6 硬件调试

在图 3-7 界面，通过   键，使光标位于“6.硬件调试”位置。按  键进入“硬件调试”界面，按  键进行状态切换。如图 3-13 所示：

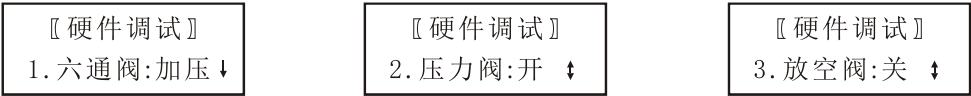


图 3-13 硬件调试

注：三路温度只能观察加热情况

3.4 错误信息

在主菜单界面通过   键使光标处于“4.错误信息”位置,按  键进入“错误信息”界面。如图 3-14 所示：

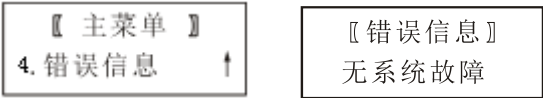


图 3-14 错误信息

本机运行出现错误，系统可自动检测出故障点，有助于检修。

第五章 简易操作

5.1 仪器安装

- 将顶空进样器安放在色谱仪上，用配件中所带管路连接气路。顶空上辅助气从用作载气的钢瓶减压阀接入；顶空上的载气接色谱仪上的稳流阀，并将原色谱仪上的管路进行密封；顶空上空气从空气钢瓶的减压阀接入。将顶空上进样管路接入色谱仪进样口或与进样口的进气管路相连。
- 将工作站的启动线、色谱仪的启动线接入顶空后面对应接孔。
- 将电源线插好。

5.2 分析操作

- 准备待测样品或标准品，放入洁净的顶空瓶内。
- 用专用封口钳将该顶空瓶密封好，不能漏气。
- 打开电源开关，仪器进行自检。
- 待自检通过后，在主菜单进入编辑顶空方法，设置参数。
- 将事前准备好的已密封的顶空瓶放在相应瓶位。进行预热合适时间。
- 预热时间到后。在主菜单进入顶空程序，启动顶空程序。
- 分析结束后，仪器会有声音提示。
- 进入下一个样品分析
- 样品预热可根据分析时间间隔依次放入。

第六章 仪器维护

6.1 更换进样定量环

松开进样器盖子左右两边的螺丝钉，移开盖子。

从阀箱与绝热材料一起移开盒子。

样品定量环直接连接在进样阀上，被一个铝制圆筒形支撑架固定在进样系统上。

用 7mm 扳手移开和安装样品定量环的两端和支撑架。

务必在盖上盒子前进行检漏测试。

6.2 更换进样针

松开进样器盖子左右两边的螺丝钉，移开盖子。

从阀箱与绝热材料一起移开盒子。

进样针位于进样系统中方形铝块中，通过镍管和六角形接头与进样阀相连。

先用扳手移开螺帽，接着移开六角形接头，进样针将与六角形接头一起被提起。

更换进样针，确保拧紧接头，盖上盒子前进行检漏测试。

6.3 蒸汽清洗进样系统

进样管路经常流过惰性气体，这就意味着在“正常”进样过程中大部分的污染物都被冲洗干净。

然而，系统可能被不能冲掉的组分所污染。在这种情况下建议用蒸汽冲洗进样器。

在这个程序中，干净的水被注入到密封的样品瓶中。样品瓶被加热到高于沸点产生压力，用加压蒸汽吹扫污染进样管线。

注意

由于爆炸的危险和溶剂可能污染流路系统，因此只能用水进行蒸汽冲洗。

程序如下：

加平衡温度到 125℃。

定量管进样系统和传输管温度到 150℃。

设定加压压力为 1bar。

在 20ml 进样瓶中充入 10ml 干净水。

使样品瓶平衡 15min，不要摇晃。

注意

当水温达到 100℃或更高时，样品瓶中压力将增加。在此程序中要使用新的、小心密封的样品瓶。样品瓶破裂或不正确密封，如打破或盖子不能承受压力都可能造成受伤。

1. 将进样器和色谱仪脱离开。
2. 进入顶空启动界面。
3. 在蒸汽清洗 5-10min 后需要把蒸汽吹出管路。
4. 用一个空瓶运行一个额外的循环结束清洗程序。把一个空样品瓶放到系统中，重复程序。

6. 5 检漏

HS-9/12 仪器的气路在工厂时已经过测试不漏气。

建议在安装或更换气路元件（如：更换定量环）时进行检漏测试。

HS-9/12 仪器可以按下述方式进行检漏测试：

- 1、把一个密封样品瓶放在样品盘中 1 号位置。
- 2、进入顶空的硬件调试程序。
- 3、举瓶位置处于进样状态
- 4、使六通阀处于加压状态。
- 5、放空阀处于关闭状态。
- 6、加压阀处于开状态。
- 7、加至一定压力后，使加压阀处于关状态。
- 8、观察加压压力表上压力情况 5 分钟，良好情况下压力值不应该发生变化；如果压力下降找出漏气的地方。

上海思达分析仪器有限责任公司

地址：上海市丹徒路 405 号 5 楼 A 座

电话：021-65352003 51534733

传真：021-65351869