**AHS-610型自动顶空进样装置**

****

**一、用途及应用范围**

顶空进样装置是一种气相色谱分析的样品前处理装置，与其他的样品预处理，如：溶剂萃取、热解吸等方法比较，更简单实用，工作效率更高，色谱分析结果重现性好等优点，是气相色谱痕量分析的优选方法之一，它广泛用于：

⑴石油化工： 高聚物单体涂料等中的可挥发性有机物分析；

⑵环境科学： 饮用水可挥发性卤代烃和工业污水中有机有毒挥发物分析；

⑶卫生、防疫：医疗用品消毒熏蒸残留分析；

⑷食品行业： 色酒、醋、酱油的质量控制；包装材料中乙醛等残留量；浸出油中的6#溶剂残留量分析等；

⑸香料香精： 啤酒、茶叶中香味分析；

⑹药品的质检：药品中有机残留溶剂分析；

⑺法医化学： 血和尿液中的乙醇、酮、醛的测定；

⑻其他： 如土壤中可挥发性有机物的测定等。

**二、工作原理**

AHS-61**0**型自动顶空进样装置其原理是将待测样品置于一密闭的容器中，通过加热升温使待测样品中挥发性组分从样品基体中挥发出来，在气-液（或气-固）两相中达到平衡，直接抽取上部气体进行色谱分析，从而检测样品中可挥发性组分的成分和含量。

**三、主要功能和技术指标**

3.1微机控制、液晶汉字显示、薄膜键盘、数字输入等，主要功能有：

 ⑴ 液晶显示：方法参数设置、实时工作状态、运行时间、年-月-日-时等；

 ⑵ 顶空瓶、进样系统和取样（进样）导管，三路同时加热控温；

 ⑶ 3个外事、8阶时间程序控制，可编程自动运行；

 ⑷ 具有9种方法供编辑、存储和随时调用，以实现了快速启动与分析；

 ⑸ 可同步启动GC、色谱数据处理工作站，也可用外来事件程序启动本装置；

 ⑹ 键盘操作设有静音功能；

 ⑺ 液晶亮度可根据使用场合调整；

 ⑻ 显示板和程序控制板电路有自检功能和故障显示；

 ⑼ 时间程序运行完毕,有自动提示音功能；

 ⑽ 秒表功能。

3.2样品区温度控制范围： 室温—200℃，以增量1℃任设；

3.3样品传送管线温度控制范围：室温—160℃，以增量1℃任设；

3.4 阀进样系统温度控制范围: 室温—160℃，以增量1℃任设；

3.5温度控制精度： <±0.5℃；

3.6温度控制梯度： <±0.5℃；

3.7进样加压范围： 0～0.4Mpa(连续可调)；

3.8顶空瓶工位： 9个；

3.9 重复性： RSD<3%（和GC性能和操作技术有关）；

3.10顶空瓶规格： 20ｍl（10ｍl、50ｍl等其他规格可定制）；

3.11进样系统反吹清洗流量和时间： 连续可调；

3.12仪器有效尺寸：200×380×400ｍｍ3；

3.13仪器的重量： 约12 kg；

**四、成套性**

4.1 AHS-61**0**型自动顶空进样装置 1台

4.2 备件（含备件清单） 1套

4.3 AHS-61**0**型自动顶空进样装置安装使用说明书 1份

4.4 出厂合格证书 1份

**五、开箱验收和安装要求**

5.1开箱验收

仪器开箱后，首先根据成套性和备件清单检查是否齐全，并检查仪器表面有无机械损伤，如发现问题应及时和仪器制造厂商联系解决。

5.2安装要求

5.2.1环境温度：10℃～35℃；

5.2.2相对湿度：<85%；

5.2.3供电电源： AC（220±22）V，频率（50±0.5）HZ；

5.2.4周围无易燃易爆及腐蚀性气体，无强烈机械振动、电磁干扰以及因空气对流造成的温度急剧变化；

5.2.5仪器机壳必须与实验室地线良好接触等。

**六、仪器的组成**

6.1前面板结构示意图



图6-1仪器前面板示意图

1．显示屏幕

显示当前功能参数的设定值和实时状态显示。

2．功能区

 见“**七、键盘功能与操作”**

3．压力表：指示色谱仪的柱前压 ；

4．压力表：指示当前加压气的压力值 ；

5．稳压阀：用于本装置提供GC载气时的压力调节；

6．稳压阀：用于调节取样加压气的压力。

6.2后面板局部示意图6-2

 

图6-2仪器后面板示意图

1. 电源：AC（220±22）V供电插座（含电源开关及保险丝）；

2. 遥控：1、2为外部启动信号输入（外部设备启动顶空进样器）；3、4为同步信号输出（顶空进样器启动其他的设备）；

3．清洗气出口.：本装置不用；

4. 载气入口： 用所配GC的载气，作为载气时的载气进气口；

5. N2入口： 顶空进样器工作（加压和载气）气入口。

6.3 顶空进样器气路系统工作原理简图6-3

 稳压阀

 取样管 阀2 进样管 GC汽化室

 样品瓶

 阀1 N2进

 气阻 稳压阀

 样品瓶

 图6-3 气路系统工作原理简图

**七、键盘功能与操作**

7.1键盘说明

共有21个按键，分别为：

四个功能键设定、状态、运行、停止

设定：设定温度、外事等的内容

状态：显示状态信息

运行：外事时间程序运行或秒表的启动

停止：停止时间程序或秒表计时

数字键：0-9数字输入

清除键：在数字输入时，清除刚输入的内容；或在秒表功能时，清除停止时的秒表记数；

确认键：当数字输入时，确定输入的内容并向后移动光标，无数字输入时，仅向后移动光标；

上、下、左、右方向键；

 上、下方向键：外事的开关设定和键盘音的开关设定；

 左、右方向键：向左或右移动光标，不修改任何参数；

7.2状态显示

开机后，屏幕为状态显示页面，包括3个电磁阀的当前状态和三个加热区的温度值，如图7.1所示，在屏幕的最下边一行显示为当前时间或运行时间（在运行时显示运行时间，在停止时显示当前的日期和时间）；在任意状态下按“状态”按键都可以进入到状态显示页面。

样品：100℃

事件1：关

2007年11月01日 16：40

图7.1状态显示

阀箱：100℃

管线：100℃

事件2：关

事件3：关

7.3温度设定

按“设定”按键，进入设定页面，此时显示为如图7.2所示，用左或右箭头键选择需设定的内容，当选中温度时，按“确认”键进入温度设定页面，如图7.3所示，用数字键输入需要的温度值后，按“确认”键确认。

温度

事件

时钟

方法

选项

秒表

提示：用 或 选择设定

图7.2 设定页面

样品

管线

阀箱

50℃

50℃

50℃

提示： 0 - 400 ℃

图7.3 温度设定

7.4事件设定

按设定键，选择“事件”，按“确认”键进入外事设定页面，如图7.4所示，用↑或↓设定外事的开或关，用数字键输入时间程序阶数，按“确认”键确认，最多可设定8阶时间程序，0阶为无时间程序。在本页面内按←或→键移动光标，或“确认”键向后移动光标。

事件设定

关

1

初始状态：

程序阶数：

0

提示： 用↑或↓设定开或关

图7.4 外事设定

2

3

关

关

设定时间程序阶数后，进行时间程序设定，如图7.5所示，依次输入所需要的程序。程序自动判别输入的时间值，当输入正确时，光标移到下一项，当输入错误时，光标不动，等待修改；此时如果按左或右方向键，则此次输入的值无效，光标向前或后一项移动。当输入时间时，如果输入的时间大于下一阶程序的时间值，则软件自动将该阶后的程序清零，将该阶后的时间自动以当前时间为基准，每阶时间加5分钟作为默认的时间值，同时将三个事件同时设为关状态，然后再根据需要进行修改。如果输入的时间小于上一阶程序的时间则认为错误，不允许输入。

阶数

关

1

1

2

5.00

提示： 0.01 – 650.00 min

图7.5 外事程序设定

2

3

关

关

时间

1.00

关

关

关

7.5时钟设定

2007年11月01日

16时03分20秒

提示： 2000 – 2099 年

图7.6 时钟设定

按设定键，选择“时钟”，按“确认”键进入时钟设定页面，如图7.6所示。

用数字输入当前的日期和时间，按“确认”键确认，同时向后移动光标，输入下一项内容。

7.6方法存储和调用

按“设定”键，选择“方法”，按“确认”键进入，如图7.7所示。程序有自动保存参数的功能，程序在工作中自动将当前设定的参数保存在方法1中，每次在上电时自动从方法1中读取参数。当前方法表示当前调用的方法号，共有八个方法可供存储和调用（不含方法1）。

当前方法：1

保存方法 1

提示： 方法 1 - 9

图7.7 方法保存和调用用加载入

载入方法：1

保存方法：数字键输入方法号，按“确认”键将当前参数保存到方法中，保存成功后提示如图7.8所示。

图7.8 方法保存成功

方法1 保存成功！

载入方法：数字键输入方法号，按“确认”键，从该方法中的读取参数，作为当前的工作参数，同时当前方法显示为所调用的方法号。在读取方法参数时，程序会自动对所要读取的方法先进行判断，如果此方法中的参数正常，则载入此方法，并给出载入成功提示，如图7.9所示；如果发现此方法中的参数有错误，则给出错误信息，不载入此方法，如图7.10所示。

图7.9 方法载入成功

方法1 载入成功！

图7.10 方法载入错误

方法2 为非法！

**注意：**在调用了某个方法后，如果修改了任何参数值或按确认键向后移动光标，程序自动认为对参数进行了修改，将当前修改后的参数及其他未修改的参数重新自动保存到方法1中，同时当前方法自动回到方法1上，已保存的原方法不会被改变。

7.7秒表功能

0：0000

图7.11 秒表功能

按“设定”键，选择“秒表”，按“确认”键进入秒表页面，如图7.11所示。

在此页面内，按“运行”键启动秒表，按“停止”键停止秒表，在秒表停止计时时，按“清除”键将秒表的记数清除。

7.8选项设定

按“设定”键，选择“选项”，按“确认”键进入，如图所7.12示，设定键盘音为开时，每次按键都会发出短暂的提示音，键盘音为关时，按键无声音提示。

键盘音：

提示： 用↑或↓设定开或关

图7.12 选项设定

关

7.9运行和停止

当屏幕不在秒表页面时，按“运行”键启动外事的时间程序，在状态页面的最下边一行显示运行的时间，如图7.13所示, 当运行结束会发出10秒的提示音,提醒用户程序运行完毕。外事根据设定的时间自动开或关，当程序阶数为0时，无时间程序，外事的状态恒定为初始状态。当程序阶数为5阶时,程序默认第5阶只能设置结束时间，外事不能设置。

样品：100℃

事件1：关

运行： 0.15 min

图7.13 运行状态

阀箱：100℃

管线：100℃

事件2：关

事件3：关

当按“运行”键启动程序时，同步输出继电器吸合，送出一个2秒左右的短接信号。

按“停止”键停止外事的时间程序，外事回到初始状态。

7.10外部启动

当处于非运行状态时，短接外部输入信号，会启动外事程序的运行，同按“运行”键效果一样。

7.11液晶亮度调整

当液晶屏上显示的字体不清晰时，可以进行调整，方法是：在电路板背面找到电位器RW2，使用小一子螺丝刀调整电位器上旋钮，顺时针方向为增大显示的对比度，逆时针方向为减小显示的对比度。

7.12板上发光二极管状态

绿色发光二极管闪烁表示程序工作正常，如果不闪烁说明程序出现错误；

红色发光二极管闪烁表示板上A/D工作正常，亮灭一次为的频率为1秒钟。

1. **仪器安装及操作**

8.1.仪器安装

开箱后，将仪器摆放到GC的旁边（靠近汽化室的一边），气相色谱仪启动正常后，把顶空进样器的样品传送管线（较长者）插入GC的汽化室中（相当于注射针进样），记下GC的柱前压力，然后调低GC的载气，调节顶空进样器的载气压力调节阀至GC所需压力，然后关掉GC的载气（一般使用时用顶空进样器提供的压力与流量控制）.连接仪器电源线（220VAC）及仪器同步启动信号线。

8.2.仪器操作

8.2.1.启动气相色谱仪到正常的工作状态；

8.2.2．启动顶空进样器进入工作状态；

8.2.3．使用顶空进样器提供柱前压力与流量控制（常用）操作步骤

把顶空进样器的样品传送管线（较长者）插入GC的汽化室中，记下GC的柱前压力，然后适当调低GC的载气后，再调节顶空进样器的载气压力调节阀至GC所需压力（此时压力一般略高于记下GC的柱前压力，具体压力值由实验定），然后再关掉GC的载气；

8.2.4. 若使用GC的载气为顶空进样器提供进样载气，请与经销商联系。

8.2.5.设定温度

如：样品 70℃ 阀箱 60℃ 管线 70℃

按“设定”按键，进入设定页面，此时显示为如图8.1所示，用左或右箭头键选择需设定的内容，当选中温度时，按“确认”键进入温度设定页面，如图8.2所示，用数字键输入需要的温度值。

温度

事件

时钟

方法

选项

秒表

提示：用 或 选择设定

图8.1 设定页面

样品

管线

阀箱

70℃

60℃

70℃

提示： 0 - 400 ℃

图8.2 温度设定

8.2.6.事件设定

 事件1是加压和吹洗阀，事件2为进样阀，事件3为备用。如：加压时间：0.30min 进样时间：0.10 min 取样管清洗时间：2.00 min。

按设定键，选择“事件”，按“确定”键进入外事设定页面，如图8.3所示，用↑或↓设定外事的开或关，用数字键输入时间程序阶数，按“确认”键确认，最多可设定8阶时间程序，0阶为无时间程序。在本页面内按←或→键移动光标，或“确认”键向后移动光标。

事件设定

关

1

初始状态：

程序阶数：

5

提示： 用↑或↓设定开或关

图8.3 外事设定

2

3

关

关

阶数

开

1

1

2

0.31

提示： 0.01 – 650.00 min

图8.4外事程序设定

2

3

关

关

时间

0.01

关

开

关

阶数

关

1

3

4

1.00

提示： 0.30 – 650.00 min

图8.5 外事程序设定

2

3

关

关

时间

0.41

开

关

关

阶数

---

1

5

提示： 5.00 – 650.00 min

图8.6 外事程序设定

2

3

---

---

时间

3.00

 初始状态事件为全“关”的状态，设定时间程序阶数为“5”，按“确认”键显示图8.4，第一阶的时间设定为“0.01”（min），按“确认”键移动光标至事件1，状态设定为“开”其他事件为“关”。按“→”键移动光标至第二阶时间设定为“0.31”（min）（第一阶至第二阶的时间为加压时间），按“确认”键两次移动光标至事件2，状态设定为“开”（事件2“开”时开始进样）其他事件为“关”。按“→”键移动光标至第三阶时间设定为“0.41”（min）（第二阶至第三阶的时间为进样时间），按“确认”键，这阶三个事件状态都为“关”。按“→”键移动光标至第四阶时间设定为“1.00”（min），按“确认”键移动光标至事件1状态设定为“开”（此时为开始吹洗管路），按“→”键移动光标至第五阶时间设定为“3.00”（min）（第四阶至第五阶的时间为吹洗时间）按“确认”，后面事件不可设。五阶程序设定完毕。

8.2.7.当样品区加热温度达到后，把待分析的样品瓶放入样品工位加热并计时；

8.2.8.调节加压气的稳压阀，使其压力大于顶空进样器指示的载气柱压力，通常所需压力比柱前压高0.05Mpa左右（具体值与分流大小有关，分流大，差值越大，可通过实验定）；

8.2.9.当样品瓶加热平衡时间到（加热时间一般大于30 min），把取样样品传送管线（短者）插入所选样品瓶并按[运行]键（注意：同时启动GC和色谱工作站），自动进样与分析开始直至分析结束。及时观察进样过程，进样完毕（0.31min以后），拔出取样样品传送管线（短者）以便反吹清洗，准备下一个样品瓶取样、进样分析；

8.2.10.一天工作结束后先关电后关气。

**九、故障现象与排除方法**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 故障现象 | 可能原因 | 排除方法 |
| 控制器不工作 | 电源没有接通 | 检查是否连接电源 |
| 保险丝断 | 更换 |
| 样品区不升温 | 温度设定错误 | 重新设定  |
| 铂电阻开路 | 检修或更换 |
| 加热棒坏 | 更换 |
| 电磁阀不工作 | 无电源供给 | 检修 |
| 电磁阀坏 | 更换 |
| 无峰或峰小 | 程序设定不对 | 重新设置程序 |
| 电磁阀不工作 | 检修或更换 |
| 进样系统漏气 | 检漏或重新安装 |
| 样品瓶密封不好 | 更换 |
| 针头堵 | 更换 |
| 没有清洗管路 | 进样前要清洗管路 |

**十、制造商的保证**

在用户遵守保管和使用规则的条件下，从制造厂发货之日起14个月内产品因制造质量不良而发生损坏或不能正常工作时，制造厂无偿为用户维修或更换。

附：定性、定量重复性计算公式（6次测量）如下



**气相色谱顶空分析水中乙醇即调试** **SL-HS90A型自动顶空进样装置实验条件和参考谱图**

**1、仪器配置**

1.1 SP-3400气相色谱仪配 AHS-61**0** 型自动顶空进样器

1.2 氢火焰检测器

1.3 填充柱进样器

1.4 不锈钢色谱柱： Porapak Q 2m Φ3×0.5 mm

1.5 N2000色谱工作站

**2、色谱条件**

2.1 柱温：80℃ 保持1min 终温150℃ 速率:15℃/ min 保持1min

2.2 汽化温度： 150℃；

2.3 检测器温度：180℃；

2.4 柱前压力：0.10Mpa

2.5 仪器量程：1×10-11AF 1MV

**3、顶空条件**

3.1 样品：70℃ 阀箱：60℃ 管线：70℃

3.2 载气：N2

3.3 样品平衡时间：40min

3.4加压压力：0.13Mpa

3.5加压时间：0.3min

3.6进样时间：0.05min

3.7取样管清洗时间：2.0min

**4. 样品**

4.1 样品瓶体积：20 ml

4.2加入样品量：5mL

4.3溶剂：水

4.4样品：乙醇

4.5样品浓度：100 ppm

**5. 参考谱图：**



气相色谱顶空分析水中乙醇示意色谱图