

GC-9890 系列气相色谱仪

使用手册



* 安装使用产品前请阅读使用手册

俊齐仪器设备（上海）有限公司



俊齐仪器设备（上海）有限公司简介

俊齐仪器设备（上海）有限公司是专门从事气相色谱仪的制造及各类色谱应用技术研究的高新技术企业。公司全面贯彻、执行 ISO9002 国际质量体系标准，具有完善的质量保证体系。生产设备先进、技术力量雄厚，在国内具有较高的声誉，多年来以产品质量可靠、售后服务周到，受到用户的一致好评。

我们有由中科院、石油部、卫生部、公安部等行业专家组成的专家组及分析实验中心，致力于为广大用户提供全面的气相色谱分析解决方案，解决用户的实际问题。目前我公司与清华大学、中国石油大学、北京石油学院、北京化工大学、复旦大学、华南师范大学、石油化工科学研究院等科研院校均有良好的项目开发及合作关系。此外，我公司与可口可乐（中国公司）联合开发的 PET 瓶片中乙醛残留的专用“AA 测试仪”也通过可口可乐的认证，并协助其在各地制瓶及罐装厂建立检测实验室。

我公司可根据用户的需求，提供分析解决方案，选配仪器及专用色谱柱，并负责分析解决方案的实验验证（用户可提供样品，由我公司实验中心分析、完成谱图），以及培训操作人员等完善的售前、售后服务。

我公司可提供的典型气相色谱分析解决方案有：

- 变压器油溶解气体的测定
- 白酒（香精、香料）成分分析
- 高纯气体检测
- 水（饮料）中挥发性有机物的测定
- 血液中乙醇含量的检测
- 药品中溶剂残留的检测
- 室内环境的测定
- PET 瓶片乙醛残留含量测定
- 液化石油气组分百分含量测定
- 烟盒包装纸中 VOC 溶剂残留量测定

我公司还经营色谱仪配套产品，如：色谱工作站、色谱数据处理机、高纯氮气发生器、氢气发生器、无噪音空气泵、氮氢空三气一体机、气体净化器等系列外围设备，以及进口、国产气相色谱毛细管柱、液相色谱柱、进样垫、石墨垫等备品配件。

安全事项

▲氢气使用的安全事项

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. 气路连接好之后应再次确认正确无误。如不慎将氢气管道接到仪器的空气入口处，则氢气将大量泄漏，极易引发爆炸等危害。
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. 注意定期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. 将氢气的气源总阀关闭。
4. 拔下仪器电源插头。
5. 紧急情况排除后，重新开启仪器，请参照有关“注意”事项。如果需要，请与上海灵华仪器公司取得联系。

▲安全注意事项

1. 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。
2. 严格遵守本说明书所列出的操作步骤、警告和注意事项。
3. 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。
4. 仪器的维修，请与所在地的上海灵华仪器公司办事处或代理商联系。

▲注意避免仪器高温部位、高热空气对人员可能造成的伤害

1. 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。
2. 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。

目 录

第一章 概 述.....	1
1.1 主要性能特点.....	1
1.2 主要用途.....	1
1.3 工作条件.....	2
1.4 技术性能.....	2
1.5 仪器尺寸和重量.....	3
1.6 安装前的准备工作.....	3
第二章 整机结构及安装.....	4
2.1 整机结构.....	4
2.1.1 主机结构.....	4
2.1.2 气路流程.....	7
2.2 整机安装.....	9
第三章 键盘操作.....	11
3.1 键盘介绍.....	11
3.2 柱箱程序升温使用方法.....	15
3.3 加热单元的设定、开启和关闭.....	16
3.4 信号输出的操作.....	16
3.5 单柱补偿的输出.....	17
3.6 进样清洗的应用.....	18
3.7 键盘的锁定.....	19
3.8 秒表的应用.....	19
3.9 柱箱温度的校正.....	20
第四章 进样系统.....	21
4.1 填充柱进样系统.....	21
4.1.1 填充柱进样系统的结构.....	21
4.1.2 填充柱进样系统的应用.....	22
4.2 毛细管进样系统.....	22
4.2.1 毛细管进样系统结构.....	22
4.2.2 气流控制.....	22
4.2.3 分流/不分流的选择.....	24
4.2.4 毛细管系统的日常维护.....	24
4.3 其它进样系统.....	24
4.3.1 六通进样阀.....	24
4.3.2 顶空进样系统.....	25
第五章 氢火焰检测器的原理和使用.....	26
5.1 氢火焰检测器的原理.....	26
5.2 氢火焰检测器的结构.....	26
5.3 使用注意事项.....	27
5.4 使用方法.....	27



5.5 关机操作.....	28
5.6 影响氢焰检测器灵敏度的几个因素.....	28
5.7 灵敏度测试.....	28
第六章 热导池检测器的原理与使用.....	30
6.1 热导池检测器的原理.....	30
6.2 热导池检测器的结构.....	30
6.3 气路流程.....	30
6.4 使用注意事项.....	31
6.5 使用方法.....	31
6.6 关机.....	32
6.7 灵敏度及稳定性测试.....	32
第七章 变压器油分析仪的操作.....	33
7.1 主要性能特点.....	33
7.2 使用方法.....	33
第八章 仪器显示信息.....	35
第九章 常见故障及排除.....	37

第一章 概述

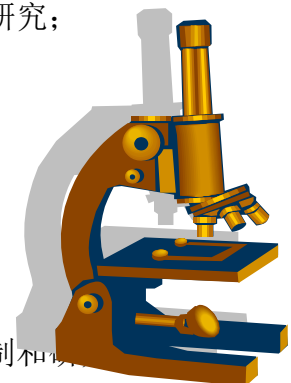
GC-9890 系列气相色谱仪是由计算机控制的多用途高性能气相色谱仪，可配有氢火焰离子化检测器（FID）、热导检测器（TCD）；可安装填充柱和毛细管柱；可以进行恒温及程序升温操作。

1.1 主要性能特点

1. 主机自带两路阀件控制系统，方便实现在线自动进样（需加配件）；
2. 单柱补偿电路使程序升温运行期间基线的漂移得到电子补偿，减少了由第二根柱子、检测器和辅助流量系统带来的复杂性；
3. 检测器信号、加热器数值、加热炉温度、流量传感器读数或储存的柱补偿基线信号都可以分配到一个模拟的输出通道；
4. 自机检测及故障诊断、断电保护储存实验数据、秒表、运转定时器和键盘锁定功能；
5. 智能后开门系统无级可变进出风量，缩短了升/降温后系统稳定平衡时间，柱箱温由 300℃ 降至 50℃ 所用时间 < 15min；
6. 可安装美国 HP-5890 气相色谱仪微型热导检测器，实现完全对接；
7. 能安装两个流量传感通道，两个单柱补偿通道；
8. 三阶程序升温，升温速率 0~40℃/min；增量 0.1℃/min，控温精度 ±0.1℃；
9. 可以由用户重新校正炉温，并设定最高温度 GC9890A（不超过 400℃）；GC9890B（不超过 450℃）
10. 输入信号可进行对数放大，减少了干扰，灵敏度高，线性好，量程宽；
11. 根据需要，可以装配顶空进样器及热解析仪。

1.2 主要用途

1. 环境保护，大气、水源等污染地的痕量物分析、监测和研究；
2. 生物化学，临床应用，病理和毒理研究；
3. 食品发酵，微生物饮料中微量组分的分析研究；
4. 中西药物，原料、中间体及成品分析；
5. 卫生检查，劳动保护公害检测的分析和研究；
6. 有机化学，有机合成领域内的成分研究和生产、控制；
7. 尖端科学，军事测控和研究；
8. 石油加工，石油化工，石油地质，油品组分等分析、控制和研究。



1.3 工作条件

1. 环境温度：+5~35℃
2. 相对湿度：<85%
3. 交流电压：220±22 V
4. 供电频率：50±0.5Hz
5. 额定功率：2200W
6. 安装仪器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，仪器安放应无振动。

1.4 系列产品（GC-9890A、GC-9890B）技术性能

1. 系列产品（GC-9890A、GC-9890B）温度控制指标

（1）色谱柱室温度

控温范围： A 型；室温+5~400℃ B 型；室温+5~450℃

控温精度： 在 200℃ 以内为±0.1℃

在 200℃ 以上为±0.2℃

温度梯度：柱有效区域内相对偏差不大于 1%

设定温度与指示温度之间偏差不大于 0.5℃

设定温度与实际温度之间相对偏差不大于 2%

程序色谱柱室温度：室温+5~400℃

（2）程序升温

程升阶数： 3 阶；升温速率： 0.1~40℃/min

（3）进样器温度： 室温+30~400℃

（4）检测器温度： 室温+30~400℃

2. 系列产品检测器指标

GC-9890A: FID

基线噪声 (A) : $\leq 6 \times 10^{-13}$ 基线漂移 (A/30min) : $\leq 6 \times 10^{-12}$

检测限 (g/s 正十六烷): $\leq 5 \times 10^{-11}$

GC-9890A: TCD

基线噪声 (mV) : ≤ 0.03 基线漂移 (mV/30min) : ≤ 0.15

灵敏度 (mv·ml/mg) : ≥ 3000

GC-9890B: FID

基线噪声 (A) : $\leq 5 \times 10^{-13}$ 基线漂移 (A/30min) : $\leq 5 \times 10^{-12}$

检测限 (g/s 正十六烷): $\leq 5 \times 10^{-12}$

GC-9890B: TCD

基线噪声 (mV) : ≤ 0.03 基线漂移 (mV/30min) : ≤ 0.15

灵敏度 (mv·ml/mg) : ≥ 5000

1.5 仪器尺寸和重量

尺 寸: 600mm×450mm×450mm

重 量: 52 kg

1.6 安装前的准备工作

1. 安装前的准备

(1) 工作室与工作台

工作室周围不应有易燃、易爆的气体以及强大的电磁场和电火花干扰，室内应通风良好。为使仪器程序升温正常工作，仪器后开门出口孔距离墙壁必须大于 0.8 米。

(2) 电源

仪器用 220 ± 22 V， 50 ± 0.5 Hz 交流电源，电源输入线路的承受功率应大于 2.5kW，电源接线板应接触可靠，电源应满足仪器使用条件，否则应加 3kW 以上的稳压电源。

(3) 地线

为保证仪器性能及人身安全，仪器必须和大地可靠相连。埋设地线建议用铜网或铜板埋入一米深以下的湿土中，不允许用电源中线代替地线，不允许接在自来水管或暖片上。

(4) 气源与气路管道

本仪器对三种气源所需压力：载气(N_2)0.4MPa，氢气 0.25MPa，空气 0.3MPa，须使用高纯惰性气体及纯净空气。使用高压钢瓶，应先熟悉高压钢瓶的资料，再动手操作，气瓶应放置牢靠。

2. 开箱检查，按装箱单清点仪器及附件。



第二章 整机结构及安装

2.1 整机结构

GC-9890 系列气相色谱仪由气路、柱温室、检测器、汽化室及电器部分组成。

2.1.1 主机结构

主机由三部分组成：左边为气路部分，中间有柱室及检测器、汽化(进样)室，右边为电器部分。

气路部分见图 2-1。载气、氢气和空气由调节阀调节，调节阀前均有稳压阀，稳压阀出厂前已定值，用户不需调节，侧面压力表显示稳压阀出口压力，阀件配有流量、刻度曲线表。仪器配有填充柱和毛细管柱气路系统。

柱室：柱室由风扇、电炉丝、铂丝电阻、不锈钢室体及智能后开门组成。汽化室分为进样器 A、进样器 B；检测器分为检测器 A、检测器 B。具体位置见图 2-2

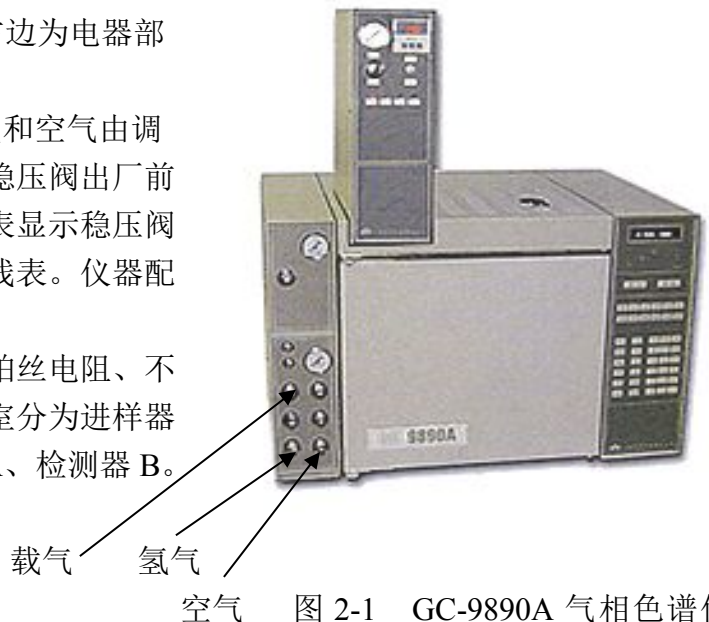


图 2-1 GC-9890A 气相色谱仪示例

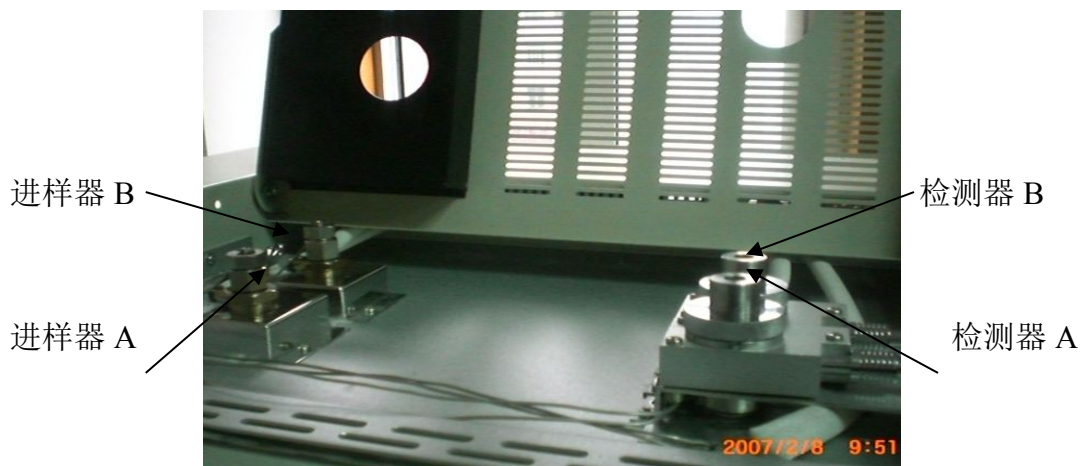


图 2-2 GC-9890A 双氢火焰气相色谱仪进样口及检测器外形图

电器部分：由主板、显示板、键盘板、放大板、触发板及变压器组成。

主板、显示板、键盘板、放大板位于仪器右侧电路框内，触发板、变压器、位于仪器后部。

如图 2-3、2-4 所示：

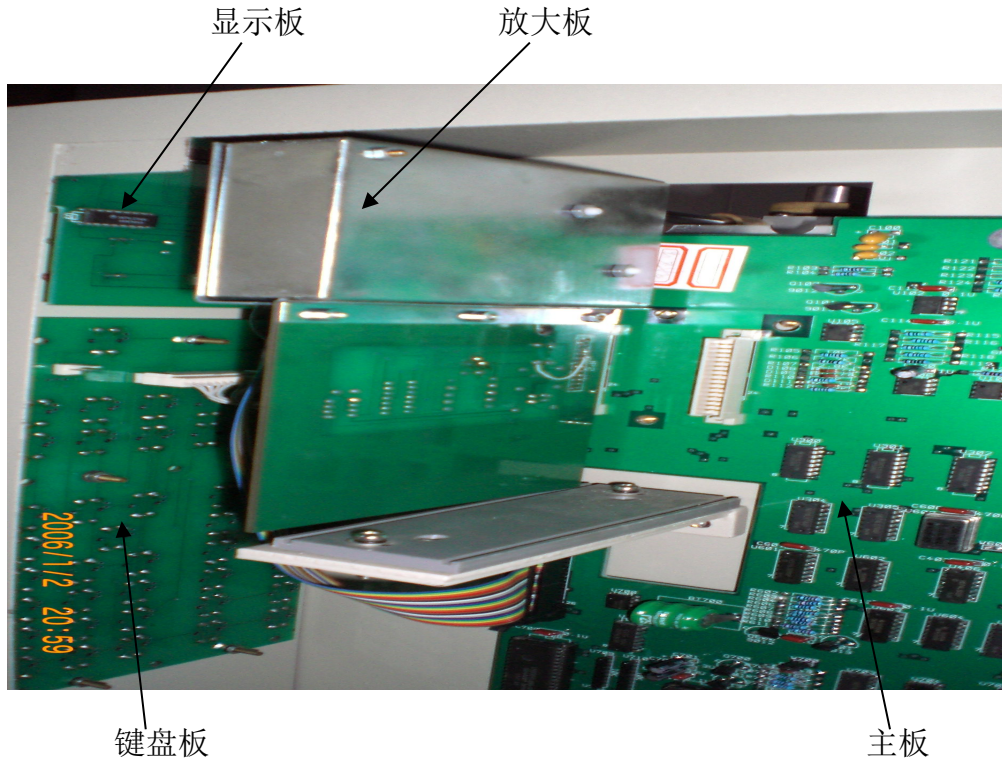


图 2-3 GC-9890A 主板侧面图

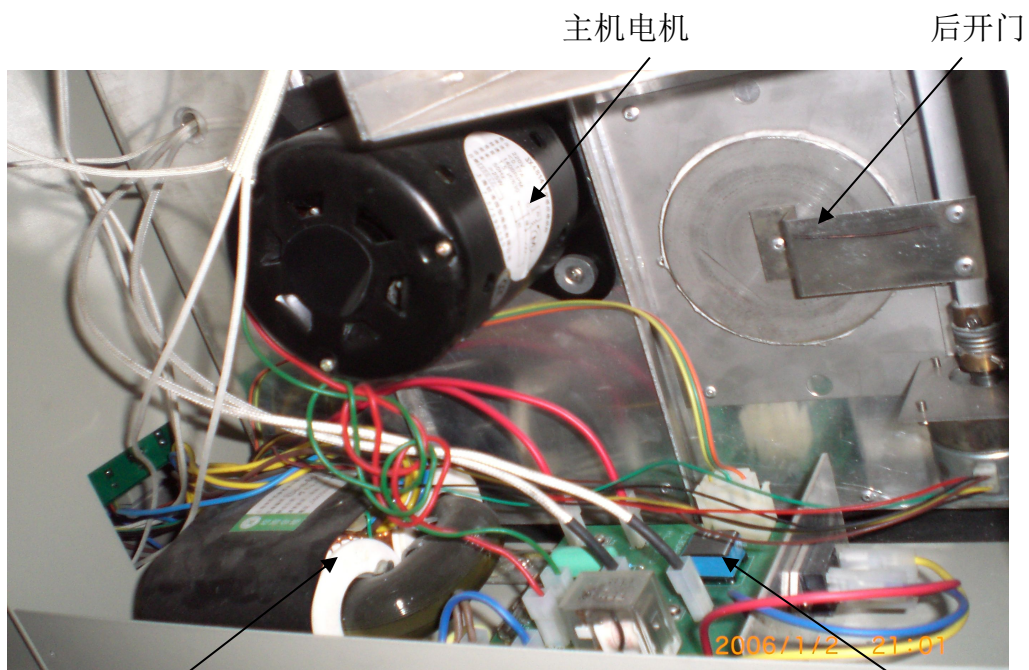


图 2-4 GC-9890A 电器部件
气路阀件如图 2-5 所示。



图 2-5 GC-9890A 气路阀件

2.1.2 气路流程

气路流程如图 2-6、2-7、2-8 所示

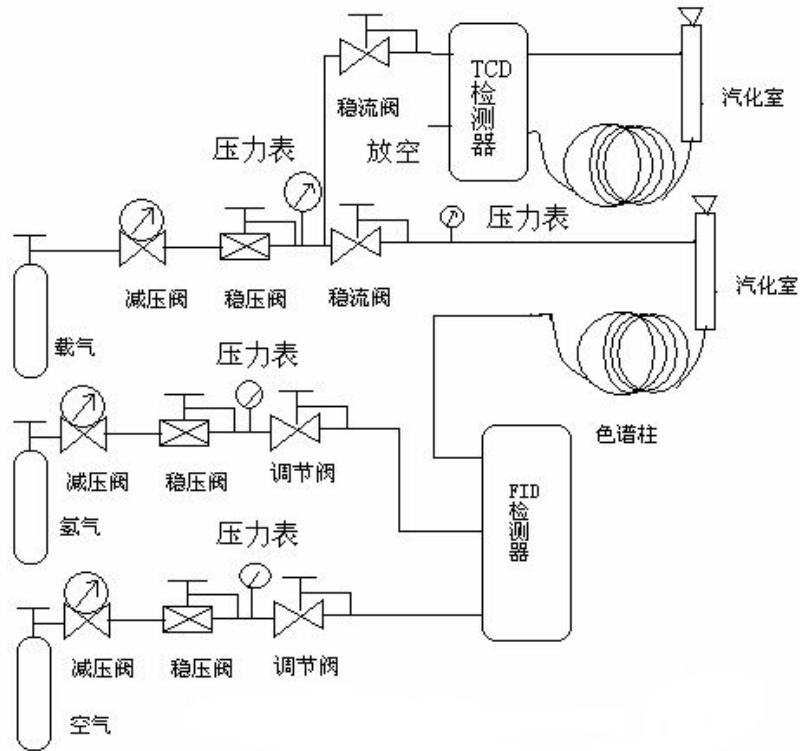


图 2-6 填充柱气路流程图

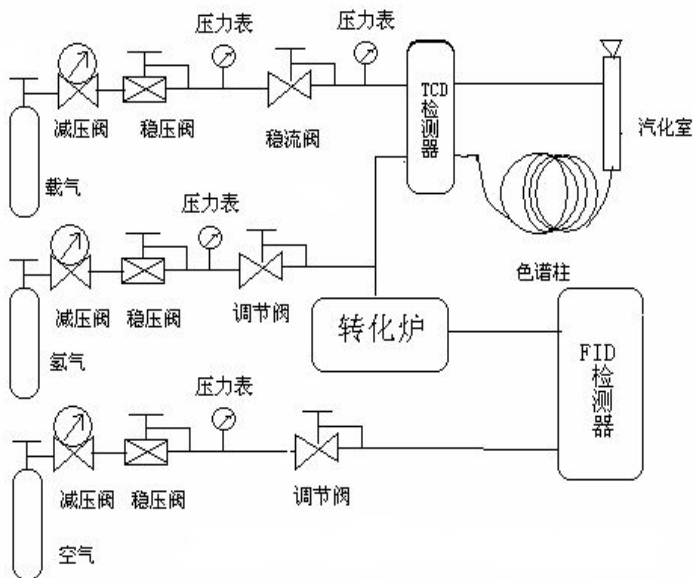


图 2-7 变压器油分析仪单柱系统气路流程图

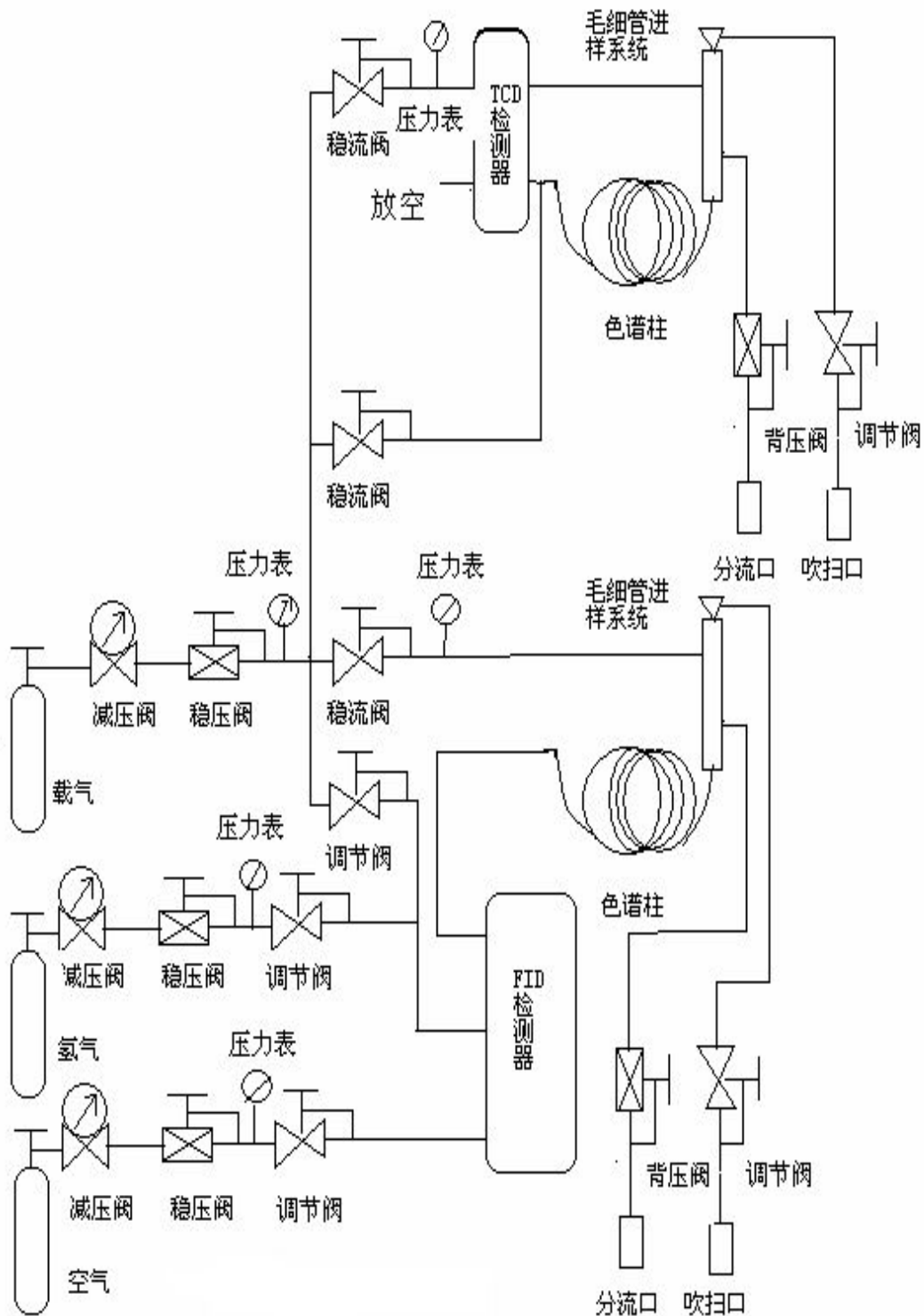


图 2-8 毛细管柱气路流程

2.2 整机安装

1. 用万用表电阻档测量仪器的绝缘，即测量主机电源，插座对机壳绝缘要大于 $20M\Omega$ 。
2. 气路安装：将装好减压阀的钢瓶接上净化器（如用发生器，则无需减压阀），用仪器带的气路管，连接在仪器进气接头上，连接后将接头用肥皂水试漏，保证不漏气，使用氢气时一定要杜绝外界火源。
3. 连接地线：主机、色谱数据工作站（处理机）的接地端连接在一起，然后与大地线牢固相连。
4. 连接信号输出线：将信号输出线与主机信号输出口相连，再将另一端与记录设备相连，注意极性，如果出反峰可以调换一下接头顺序。
5. 如配有净化器，连接之前需先通气流，将里面的粉末吹出，防止其进入气路损坏阀件。净化器中的填料一般为 5A 分子筛和硅胶，要定期更换填料。分子筛可以重新活化后再使用（马弗炉内加热至 $400\sim 600^{\circ}\text{C}$ ，活化 4~6h）；硅胶可根据颜色变化判断是否失效，当颜色变红，就需要重新活化（烘箱中 140°C 加热 2h）。
6. 安装色谱柱

A. 填充柱的安装

如图 2-9

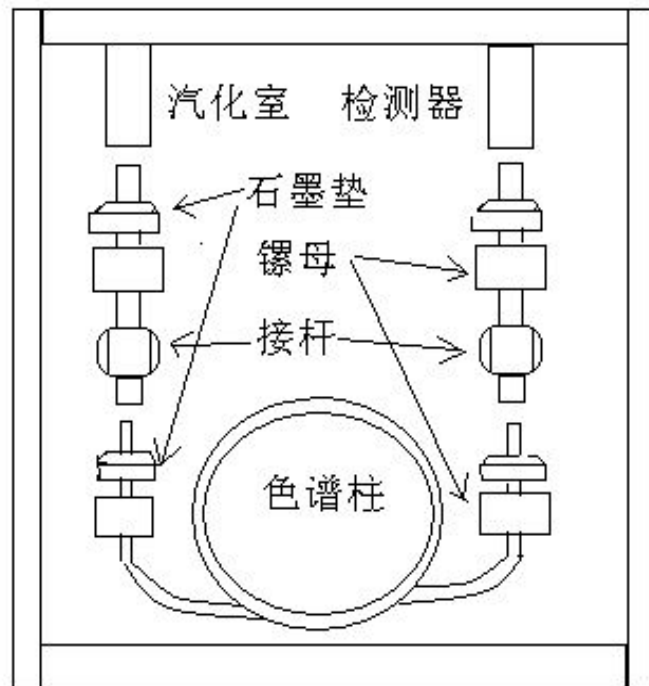


图 2-9 填充柱安装接口图

- a. 将接杆装上螺母、石墨垫用扳手旋紧。
 - b. 将柱子两端分别装上柱螺母、石墨垫用扳手旋紧。
 - c. 检查气密性。
- B. 毛细管柱的安装
如图 2-10 所示



图 2-10 毛细管色谱柱

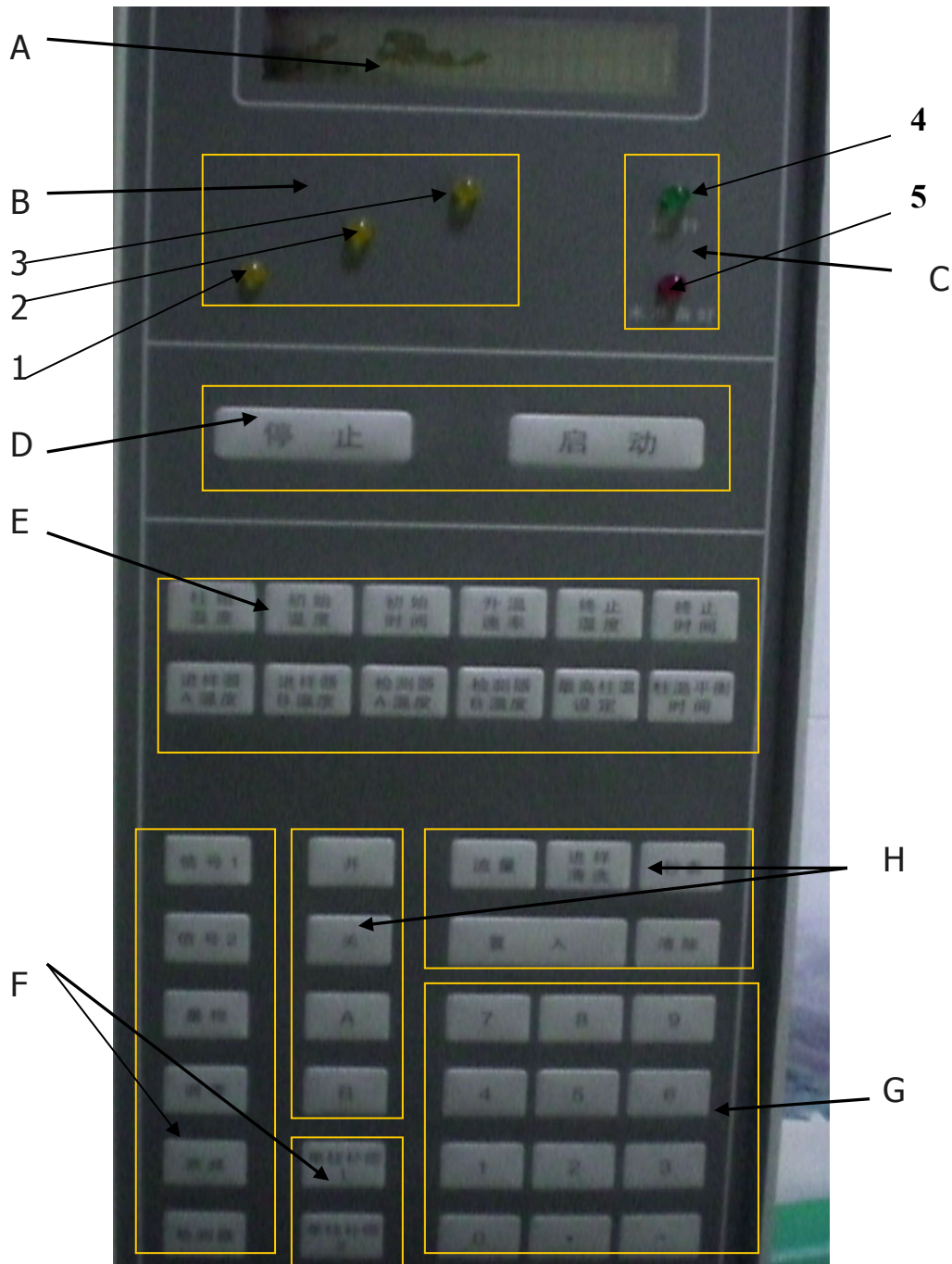
首先把毛细管柱圆形弓架固定在仪器的固定架上，柱两端分别套入柱螺母、石墨垫，在放大镜下检查柱子入口处情况，若有变形或入口有异物，用刀具在距柱口 2~3cm 处划一下，然后折断，断口处应平整光滑。柱入口 20mm 左右插入汽化室内，然后先用手拧紧螺母，再用扳手轻旋至不漏气。通载气，把柱出口处放在乙醇液体中，测量有无载气输出。将柱出口端插到 FID 入口处，插到底再倒退 1~2mm，大约伸入 70mm 左右。然后先用手拧紧螺母，再用扳手轻旋至不漏气。

通载气，并调节一定柱头压，在柱接头连接处涂异丙醇液体，检查有无气泡产生。在无气泡产生时，还应注意毛细管柱是否有载气至检测器，方法是在有载气压力、检测器点火的情况下，柱温为 70~80℃，进样器温度为 120℃，检测器温度为 230℃，注入 0.3μl 乙醇，应有信号出峰。

第三章 键盘操作

3.1 键盘介绍

键盘采用性能稳定可靠的轻触单键，操作方便。具体如图 3-1 所示：A 型示例



- A. 显示屏
- B. 柱箱温度的状态显示灯
 - 1—初始温度状态
 - 2—升温状态
 - 3—终止温度状态
- C. 仪器平衡状态显示灯
 - 4—运行
 - 5—未准备好
- D. 仪器运行控制
 - 停止—升温停止
 - 启动—升温启动
- E. 温度控制

柱箱温度 (OVEN TEMP)

设置柱室加热单元目标温度

例如：要求柱室的温度为 60℃

	实际值	设定值
按 <u>柱温</u> 显示: OVEN TEMP	XXX	XXX
按 <u>60</u> 显示: OVEN TEMP	*	60
按 <u>置入</u> 显示: OVEN TEMP	XXX	60

注：XXX 代表某一数值或字符，出现*后必须按置入键或清除键，以下相同
 初始温度 (INITIAL TEMP) 设置程序升温的初始温度(其值等于恒温运行时柱室温度值，即柱室温度设定后初温值会自动置入)

例如：要求初始温度为 60℃

按 <u>初始温度</u> 显示: INITIAL TEMP		XXX
按 <u>60</u> 显示: INITIAL TEMP	*	60
按 <u>置入</u> 显示: INITIAL TEMP		60

初始时间 (INITIAL TIME) 初温保持时间

例如：要求初始时间保持 1min

按 <u>初始时间</u> 显示: INITIAL TIME		X.XX
按 <u>1</u> 显示: INITIAL TIME	*	1
按 <u>置入</u> 显示: INITIAL TIME		1.00

升温速率 (RATE) 柱箱升温速率

例如：要求一阶升温速率为 15℃/min

按 <u>速率</u> 显示: RATE	X.X	DEG/MIN
按 <u>15</u> 显示: RATE	*	15
按 <u>置入</u> 显示: RATE	15.0	DEG/MIN

终止温度 (FINAL TEMP) 程序升温的终止温度

例如：要求一阶的终止温度为 120℃

按 <u>终温</u> 显示: FINAL TEMP		XXX
按 <u>120</u> 显示: FINAL TEMP	*	120
按 <u>置入</u> 显示: FINAL TEMP		120

进样器 A 温度 (INJ A TEMP) 设置进样 A 加热单元目标温度

例如：要求进样器 A 的温度为 240℃

按 进样器 A 温度 显示：INJ A TEMP XXX XXX

按 240 显示：INJ A TEMP * 240

按 置入 显示：INJ A TEMP XXX 240

进样器 B 温度 (INJ B TEMP) 设置进样 B 加热单元目标温度

例如：要求进样器 B 的温度为 130℃

按 进样器 B 温度 显示：INJ B TEMP XXX XXX

按 130 显示：INJ B TEMP * 130

按 置入 显示：INJ B TEMP XXX 130

检测器 A 温度 (DET A TEMP) 设置检测 A 加热单元目标温度

例如：要求检测器 A 的温度为 260℃

按 检测器 A 温度 显示：DET A TEMP XXX XXX

按 260 显示：DET A TEMP * 260

按 置入 显示：DET A TEMP XXX 260

检测器 B 温度 (DET B TEMP) 设置检测 B 加热单元目标温度

例如：要求检测器 B 的温度为 180℃

按 检测器 B 温度 显示：DET B TEMP XXX XXX

按 180 显示：DET B TEMP * 180

按 置入 显示：DET B TEMP XXX 180

最高柱温设定 (OVEN MAXIMUM) 设置柱箱最高加热温度 最高柱温设定后，柱温、终温的设定值要小于最高柱温值。范围：70~400℃。

例如：要求最高柱温为 250℃

按 最高柱温 显示：OVEN MAXIMUM XXX XXX

按 250 显示：OVEN MAXIMUM * 250

按 置入 显示：OVEN MAXIMUM 250

柱温平衡时间 (EQUIB TIME) 柱箱的平衡时间 即设定当柱温改变时，达到设定值后所稳定的时间。是从实际柱箱温度达到与设定值相差不 1℃ 开始计算的。范围：0~200min，增量 0.01min。

例如：要求柱温平衡时间为 1min

按 柱温平衡时间 显示：EQUIB TIME X.XX

按 1 显示：EQUIB TIME * 1

按 置入 显示：EQUIB TIME 1.00

注意：如果某一加热单元未安装,查看，则会显示：

XXX X NOT INSTALLED

不允许设定数值。

温度设定小窍门：

1. 温度设定一般步骤为：加热单元键+数字键+置入键；
2. 在输入新设定值时，显示屏上会有一个“*”号，按下置入键后“*”号立即消失，该加热单元自动开启，开始加热；

3. 如果该加热单元界面已经出现，可以直接输入新的设定值；
4. 输入设定值的过程中，在按置入键之前可以按清除键来抹去正在进行的输入；
5. 在按下置入键后，仪器就对设定值进行校对，如果没有问题，该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），即会显示出适当信息，需重新输入另一个设定值；
6. 在按下启动键后，正在进行的输入设定将不予接受；
7. 在进行某一功能输入时，按其它功能键是不起作用的，要等到当时的输入终止后（按过置入键或清除键），才能起作用；
8. 为方便起见，可以用加热单元键+开（关）键，开启（关闭）加热单元，而设定值不变，如果柱箱单元被关闭，柱箱风扇也会同时被关闭。

加热单元设定范围及增量

表 3-1 加热单元参数

加热单元	有效设定范围	增量值	功能
柱箱温度	室温+7~400℃	1℃	柱箱加热单元
初始温度	室温+7~400℃	1℃	柱箱加热单元
初始时间	0~650.00min	0.01min	柱箱加热单元
升温速率	0~70℃	0.1℃	柱箱加热单元
终止温度	室温+7~400℃	1℃	柱箱加热单元
终止时间	0~650.00min	0.01min	柱箱加热单元
最高柱温	70~400℃	1℃	柱箱加热单元
平衡时间	0~200.00min	0.01min	柱箱加热单元
进样器 A 温度	室温+7 ~400℃	1℃	进样器 A 加热单元
进样器 B 温度	室温+7 ~400℃	1℃	进样器 B 加热单元
检测器 A 温度	室温+7 ~400℃	1℃	检测器 A 加热单元
检测器 B 温度	室温+7~400℃	1℃	检测器 B 加热单元

F. 功能键

信号 1—信号显示键

以数字形式显示，范围：-830000~+830000

信号 2—信号显示键

以数字形式显示，范围：-830000~+830000

具体操作见本章节

量程—检测器信号输出衰减键

每高一档设定值，就按 2 的因数降低输出信号电平，即为前一电平的 1/2。

例如：欲使信号 1 的信号输出衰减为 3

按 信号 1 3 置入

调零—检测器信号零点调节

从检测器信号中减去背景信号。

例如：欲使信号 1 的信号输出下移 300

按 信号 1 调零 300 置入

欲使信号 1 的信号输出上移 300

按 信号1 调零 -300 置入

例：以当时的背景信号为零点偏移：

按 调零 置入

衰减—检测器信号衰减（记录仪信号输出用）

该功能为选配功能，使用方法同量程。

单柱补偿 1—空柱补偿程序 1

单柱补偿 2—空柱补偿程序 2

检测器—检测器状态选择键

通过开、关键可以开启、关闭相应的检测器。如果是 TCD 检测器，可以变换信号极性（须技术支持），极性可以通过按“—”予以切换。

例如：检测器 A 是 FID，关闭检测器 A

按 检测器 A 关 显示：DET A FID OFF

例如：检测器 B 是 TCD，开启检测器 B

按 检测器 B 开 显示：DET B TCD ON [+]

如果某一检测器没有安装，则会显示：DET A (B) NOT INSTALLED

G. 数字键

0、1、2、3、4、5、6、7、8、9、.. -

H. 特殊功能键

开 功能的开启

关 功能的关闭

A 检测器信号单元的选择；程序升温第一阶的选择；时间控制的选择。

B 检测器信号单元的选择；程序升温第二阶的选择；时间控制的选择。

流量 电子流量显示（需加附件）

进样清洗 事件控制键。

秒表 时间显示键。

置入 对设置数值的确认。

清除 在设置数值的过程中，按清除键可清除掉正在进行的输入。在没有设置数值的过程中，按清除键可显示仪器运行的状态。

3.2 柱箱程序升温使用方法

一阶升温（以下 X 为数字键）

按 初始温度 X X X 置入

按 初始时间 X X X 置入

按 升温速率 X X X 置入

按 终止温度 X X X 置入

按 终止时间 X X X 置入

二阶升温：（如果仅进行一阶升温，须将二阶的升温速率设为 0）

按 升温速率 A X X X 置入

按 终止温度 A X X X 置入

按 终止时间 A X X X 置入
 三阶升温：（如果仅进行二阶升温，须将三阶的升温速率设为 0）
 按 升温速率 B X X X 置入
 按 终止温度 B X X X 置入
 按 终止时间 B X X X 置入

参数输入完毕，等温度恒定后按启动键即可，绿色的运行指示灯亮；黄色的指示灯显示柱箱程升温度状态；在运行期间，只有当整个操作系统的某些部分还没有准备好的时候，红色指示灯(没有准备好)才会亮；如果中途想停止程升，只要按停止键即可。按下启动键，不管正在进行什么键盘操作，仪器立即开始运行，正在进行的键盘操作无效。

程序升温的总时间不能超过 650.00min。

3.3 加热单元的设定、开启和关闭

加热单元的设定一般步骤为：加热单元键名+数字键+置入键

按加热单元的键名和开键可以开启加热单元；按加热单元的键名和关键可以关闭加热单元；而设置的数值不发生改变。

例如：

按 进样器 A 开 进样 A 加热单元开始加热；
 按 进样器 A 关 进样 A 加热单元停止加热；
 按 柱箱温度 开 柱箱加热单元开始加热，炉膛风扇开始转动；
 按 柱箱温度 关 柱箱加热单元停止加热，炉膛风扇停止转动。

在加热单元关闭状态下输入一个新的设定值，加热单元会自动开启。按相应加热单元键名，可以观察温度的设定值与实际值。

如果某一加热单元未配置，按下该键名后会显示：XXX X NOT INSTALLED（X 代表某一字符）。

如果柱箱的后开门关闭失败或柱箱门打开，而令其加热，会显示：WARN: OVEN SHUT OFF，柱箱加热单元停止加热，炉膛风扇停止转动。

3.4 信号输出的操作

输出信号包括检测器信号、加热单元温度信号、柱补偿运行数据、检测谱图。如果仪器提供两个信号通道，每个通道可同时输出来自同一信号源的信号或是两个不同信号源的输出信息，具体功能分配见表 3-2。

一般操作步骤为：（以欲从信号 1 通道输出检测器 A 的信息为例）

操作	显示	注释
按 信号键 (<u>信号 1</u>)	SIGNAL 1 XXXXX	调出信号显示界面
按 组合键 (<u>A</u>)	SIGNAL 1 * A	选择输出信号的功能

按 置入键 (置入) SIGNAL 1 A 确认
 按 信号键 (信号 1) SIGNAL 1 XXXXX 观察信号显示信息
 注：温度信号折算为：摄氏度×64+12800 (64=1℃)

例如：欲从信号 1 通道输出柱箱温度实际值为 200℃的信息

按 信号 1 0 置入 信号 1

显示：SIGNAL 1 25600 (左右)

例：从信号 1 输出测试信号

此测试信号包括三个峰，每个峰大约为前峰的 1/10。在衰减=0，量程=0 时，第一个峰信号为 125mV。

按 信号 1 9 置入 显示：SIGNAL 1 TEST PLOT

再键入 开 测试信号一直循环运行直到键入 关，每一个周期约为 1.5min。再按一次 信号 1，可以观察测试信号显示值。

量程和衰减两个给定值影响测试信号输出电平。必须建立柱箱程序升温（升温速率设定值不是 0）。通过测试信号，可以判断故障产生在积分仪上还是在色谱仪上。

注意：观察检测器信号必须按信号 1 (信号 2) A (B) 置入 信号 1 (信号 2)

表 3-2 信号输出键及功能

信号键	组合键	功 能
信号 1	A	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 (或 B) NOT INSTALLED
	B	
	A-B	输出两个同类型的检测器输出信号之差。如果检测器 A (或 B) 不存在，信息显示为：DET A (或 B) NOT INSTALLED；如果检测器 A (或 B) 不是同一类型的，信息显示为：UNLIKE DETECTORS
	B-A	
或 信号 2	A-单柱补偿 1	输出一个给定的检测器和柱补偿之间的信号差并存储检测器和柱子的“空运行”信号。如果检测器 A (或 B) 不存在，信息显示为：DET A (或 B) NOT INSTALLED
	B-单柱补偿 1	
	A-单柱补偿 2	
	B-单柱补偿 2	
	0	输出柱箱温度
	1 或 2	输出存贮的单柱补偿 1 或单柱补偿 2 的数据
	3 或 4	输出进样器 A 温度或进样器 B 温度
	5 或 6	输出检测器 A 温度或检测器 B 温度
	7 或 8	输出 A 或 B 的载气流速
9	输出一个测试信号(存储的谱图)	

3.5 单柱补偿的输出

1. 单柱补偿数据的存储

单柱补偿是指色谱柱空白运转（没有样品注入的运行），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）。因此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，则会导致结果的不正确。

本机可以存储两个独立的基流补偿信号（通过单柱补偿 1 和单柱补偿 2 及 \cdot 三个键来设定），这两个独立的补偿信号可以是两个不同的检测器，或者是相同的检测器，但使用不同的色谱条件。

操作：输入柱箱的程序升温数据后，按单柱补偿 1 或单柱补偿 2 键，选取要存储的信号来源于哪个检测器（A 或 B 或 \cdot ），再按置入，柱补偿运转就开始了，显示：COMP 1 (2) BLANK RUN A (B)。按 \cdot 键是开始两个平行的柱补偿运行，使用相同的柱温程序，对每一个选用的检测器同时储存相应的基流补偿数据。柱补偿运行在完成了柱箱程序升温以后会自动结束，原有的任何基流补偿数据被抹去，而收集和贮存新的基流补偿值，显示：COMP 1 (2) — DATA OK A (B)。如果按停止键，使柱补偿运行中途作废，则由于柱箱温度程序还没有达到事先的设定值，因此储存的基流补偿值很可能不合适，会显示：COMP 1 (2) WRONG TIME A (B)

例如：在单柱补偿 1 中存储检测器 A 的基流补偿信号
先设定程升条件（略）

按 单柱补偿 1 如果已经存在基流补偿信号，显示：

COMP 1 — DATA OK A (B)

如果没有存储过基流补偿信号，显示：

COMP 1 — NO DATA A (B)

如果存储的其它错误信息，显示：

COMP 1 — TOO STEEP A (B) 或：

COMP 1 WRONG TIME A (B)

按 A 显示的检测器信息是所要选用的检测器，则只要按置入键即可；如果检测器信息不正确，则按 A (B) 选取希望使用的检测器；

如按 \cdot 键，则开始两个平行的柱补偿运行，使用相同的温度程序，对每个选取的检测器同时存储相应的基流补偿数据。

按 置入 单柱补偿开始运行，在完成了柱箱温度程序以后会自动结束，原先的数据被新的数据所取代，并显示：

COMP 1 — DATA OK A

2. 单柱补偿的应用

对于给定的检测器（A 或 B），在单柱补偿 1 或单柱补偿 2 中存储了合适

的

基流补偿数据以后，对于同一个检测器，可以从以后的样品运行数据中扣除柱补偿数据。

操作步骤为：

按 信号 1 (或信号 2) + A (或 B) + - + 单柱补偿 1 (或单柱补偿 2) + 置入，显示：

SIGNAL 1 (2) A (B) - COMP 1 (2)

3.6 进样清洗的应用

如果仪器配有电子流量系统，按进样清洗键可以通过配置的电磁阀用时间程序控制分流阀及清扫阀的开关；如果仪器配置了顶空进样器，按进样清洗键可以通过配置的电磁阀用时间程序控制加压（泻压）及取样（进样）。如果仪器配置了信号切换系统，按进样清洗键可以通过配置的电磁阀用时间程序进行信号的切换。总之，通过进样清洗键、开 键、关 键及秒表键，可以编制时间程序进行电磁阀的控制。

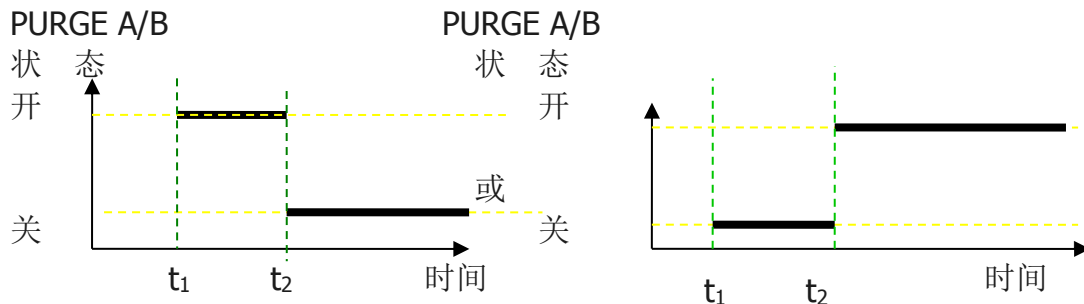


图 3-2 时间程序状态图

编制时间程序

按进样清洗 显示: PURGE A (B) ON (OFF)

按 A (B) 选择时间程序 A 或时间程序 B

按 开 (关) 选择状态

按 秒表 显示: PURGE A(B) ON (OFF) XX.XX(X 代表某一数字)

按 数字键 显示: PURGE A(B) ON(OFF) * XX.XX

按 置入键 显示: PURGE A(B) ON(OFF) XX.XX

如此反复操作即可完成时间程序的编制。

上图中 t_1 可以为 0.00 分钟， t_2 必须大于 t_1 。 t_2 之前时间内保持原状态不变。具体操作请参考相关部分说明。

3.7 键盘的锁定

按 清除 \cdot $_$ $_$ 显示: KEYBOARD LOCK
按 置入 显示: KEYBOARD LOCK ON (OFF)
如果要锁定仪器的设定值
按 开 显示: KEYBOARD LOCK ON
如果要解锁
按 关 显示: KEYBOARD LOCK OFF
锁定状态显示如下:
KEYBOARD LOCKED
此时, 只能显示而不能改变原来设定值。

3.8 秒表的应用

连续按下秒表键即可显示出与所进行分析有关的时间, 也可以作为秒表来测定各类事件所消耗的时间。

秒表在不进行分析时或不在单柱补偿运转中具有三个功能, 每按一下就进入下一个功能。

- 1、显示: NEXT RUN XXX.XX MIN 下一次运行时间
- 2、显示: $t=xx: xx.x$ $1/t=x.xx$ 作为气体流速测定时的秒表定时器
- 3、显示: LAST RUN XXX.XX MIN 上一次运行时间。

秒表在进行分析时或在单柱补偿运转中具有三个功能, 每按一下就进入下一个功能。

- 1、显示: $t=xx: xx.x$ $1/t=x.xx$ 作为气体流速测定时的秒表定时器
- 2、显示: ELAPSED XXX.XX MIN 已运行时间
- 3、显示: REMAINING XXX.XX MIN 剩余运行时间

下一次运行时间和上一次运行时间的显示都不包括柱箱平衡时间, 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所用的整个时间。

秒表在作为秒表定时器时, 按置入键, 计时开始; 再按置入键, 计时停止; 按清除键, 则重新设定时间。

3.9 柱箱温度的校正

用高精度温度计实测柱箱温度, 并记录下来为 T_1 。设定柱箱温度, 待仪器温度稳定后显示温度为 T_2 , $T_3=T_1-T_2$ 。

按 清除 \cdot $_$ $_$ 显示: CALIBRATE OVEN
按 置入 显示: CALIB XXX.XX (柱箱温度显示值) XX.XX(校正值)
按 数字(T_3) 显示: CALIB DELTA * XX.XX(T_3)
按 置入 显示: CALIB XXX.XX (柱箱温度显示值 T_1) XX.XX(校正值 T_3)



俊齐仪器设备（上海）有限公司

电话：021-57786311 57654830

地址：上海市松江区叶榭双高广场 1902 室

Mail: smthuang@163.com 网址: www.junqi-sh.com

第四章 进样系统

4.1 填充柱进样系统

4.1.1 填充柱进样系统的结构

见图 4-1

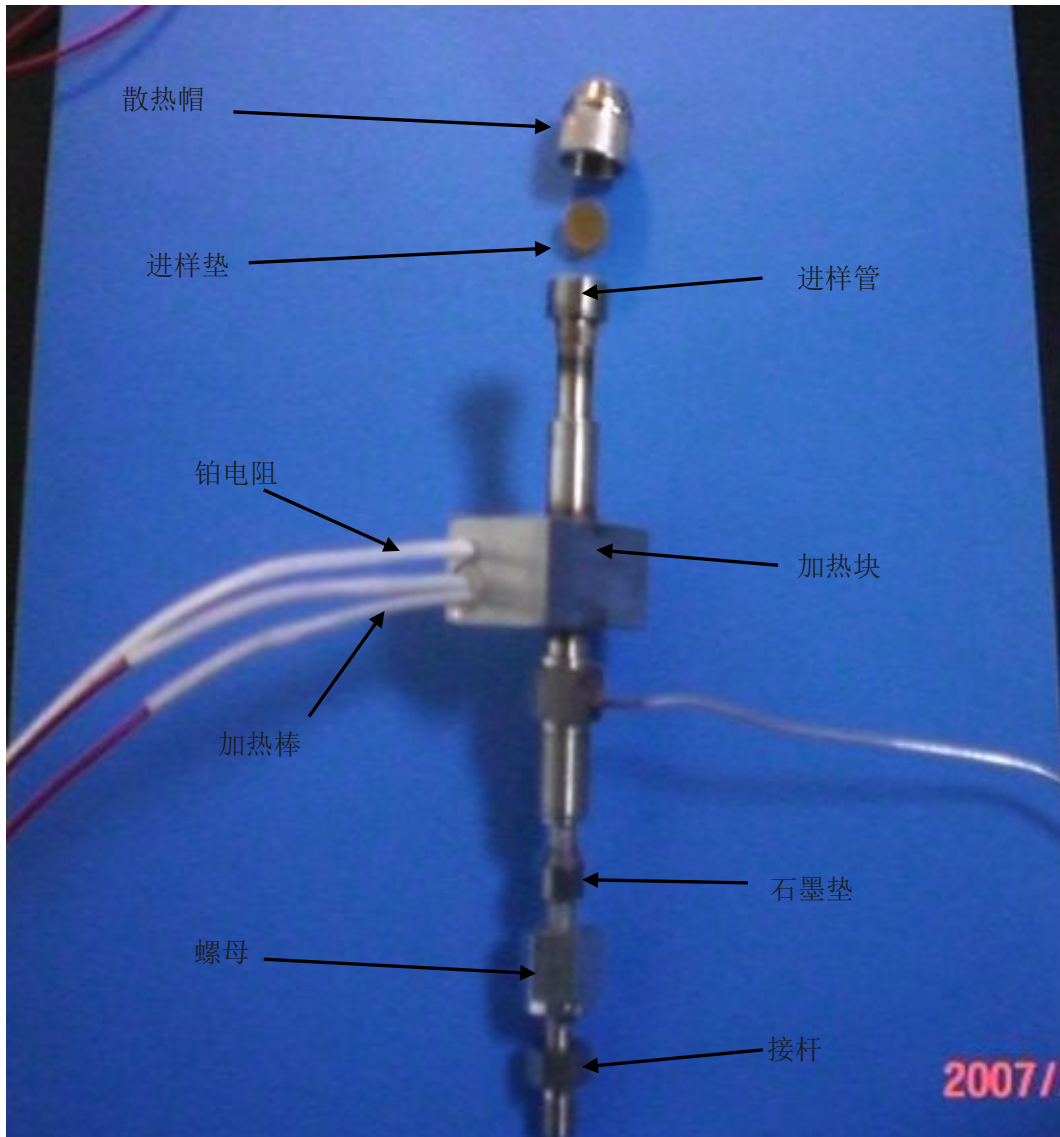


图 4-1 填充柱进样系统

4.1.2 填充柱进样系统的应用

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，为确保液体样品完全汽化，进样器的温度一般应该比柱温高 20℃ 以上。

柱子安装完毕后必须试漏，保证系统无泄漏。进样垫应定期更换。

4.2 毛细管进样系统

4.2.1 毛细管进样系统结构

如图 4-2 所示



图 4-2 毛细管进样系统

4.2.2 气流控制

A. 载气流速设定，载气柱头压力与毛细管的关系如表 4-1 所示。

表 4-1 毛细管柱常用的柱前压参考值

柱前压 (kPa)	柱长 (m)			
	12	25	50	100
柱内径 (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

注：以上值仅供参考

载气的调节

先打开载气旋钮，再调整分流阀，调节柱头压力。本仪器采用先进的背压阀，保持柱前压的恒定，有利于分析的准确性。

毛细管柱流速一般通过测定柱的无保留气体的线速度测量，FID 用甲烷测定，通过无保留峰的保留时间 T_m ，则

$$\bar{U} = \frac{I}{t_m} \qquad F = \frac{\pi I d^2}{4 T_m}$$

式中 \bar{U} —线速度 (cm/min)；

I—柱长 (cm)；

t_m —甲烷的保留时间 (min，即为死时间)；

F—柱体积流速 (ml/min)；

d—柱内径 (cm)

表 4-2 不同柱长、内径毛细管的 $\pi I d^2 / 4$ 值

$\pi I d^2 / 4$ 柱内径 (mm)	柱长 (m)			
	12	25	50	100
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

柱流速要根据柱长、内径和膜厚而定，在具体的分析中，还需要根据样品的分离程度来定流速。

B. 分流的调节

分流比的定义

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

由此可见分流比是无量纲。

柱前压调整后，调节载气旋钮，载气流速越大，分流比越大，即进入柱子的流速越小。分流出口流速可从分流口用流量计测出。分流流量一般控制在 30ml/min 左右。

C. 清扫气的调节

清扫气一般为 0.5~6 ml/min，具体要根据定量的重复性和程序升温基线漂移的情况来规定。吹扫气太小，将降低吹扫的作用，使溶剂峰拖尾或程序升温基线漂移严重；吹扫气太大，将影响定量的重复性。

D. 尾吹气的调节

一般情况下，尾吹气 (ml/min) + 柱流速 (ml/min) = 30 (ml/min)，当不分流时或柱流速为 30ml/min 左右时，可不加尾吹气。

4.2.3 分流/不分流的选择

本系统为全玻璃系统，具有样品吸附小、安装清洗方便、操作简单等特点。有效的隔垫清洗功能，不仅减小了溶剂的拖尾，而且避免了进样垫对样品的干扰。

分流进样方式是对样品的主要组分进行定量分析的优选方法。分流比一般在 10~100 范围内是线性的，它适用于大多数样品，但对特别宽沸点样品，易产生非线性分流，使样品失真。对分流方式的进样体积一般为 0.1~1 μ l。

不分流进样方式适用于样品痕量组分分析，特别适用于高纯物质或稀溶液中痕量组分的分析。它适用于靠近溶剂峰的组分，但对于一般浓度样品需要稀释。不分流进样主要用于大口径毛细管分析，进样体积一般为 0.5~3 μ l。

4.2.4 毛细管系统的日常维护

在用毛细管分析时，应选用 99.999% 的 N₂ 为载气，使用时间较长的毛细管系统，除了定期对柱子老化之外，还需对玻璃内衬管定期清洗。用可溶解样品的溶剂清洗衬管。重点清洗衬管内壁和内径的微粒。

清洗后按卸下的相反顺序安装好汽化室系统。注意整个汽化室系统要检漏，完全正常后，重新安装好毛细管的柱入口。

4.3 其它进样系统

4.3.1 六通进样阀

气路流程如图所示：

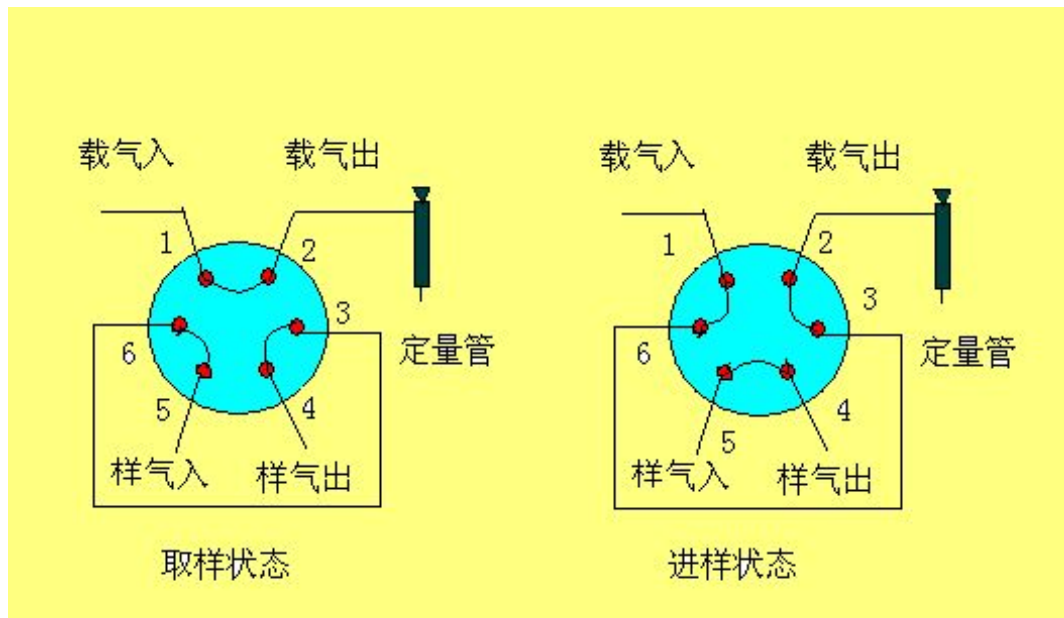


图 4-3 六通阀结构图

使用方法

样品气接入样气入接口，将进样阀置于取样状态，通样品气几分钟，将定量管中的空气排尽。将进样阀置于进样状态，即完成进样。

定量管可以根据分析的需要选择不同的规格，常用的规格有 0.5ml、1ml。

4.3.2 顶空进样系统

气路流程如图所示：

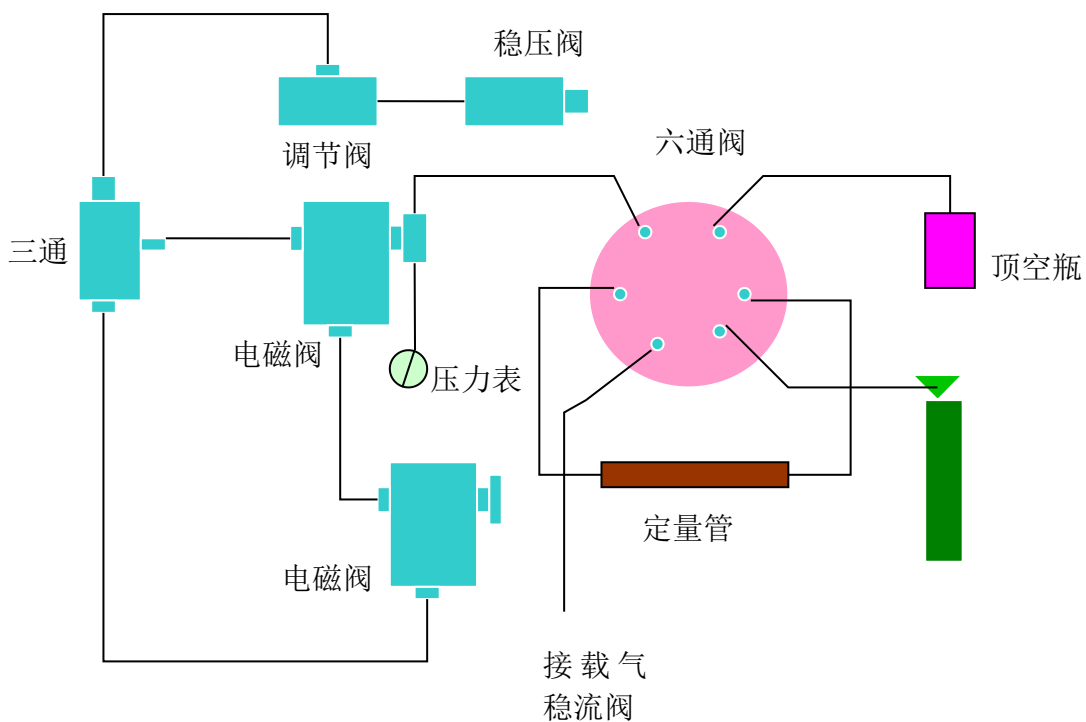


图 4-3 顶空进样气路流程

使用方法

将顶空进样器与主机连接好，定量管处的温度由主机控制（一般由检测器 2 温度控制），以例子说明时间程序的设定

按 <u>进样清洗</u>	<u>A</u>	开	秒表	数字键 (0.4)	控制六通阀为进样状态
按 <u>进样清洗</u>	<u>A</u>	关	秒表	数字键 (0.8)	控制六通阀为取样状态
按 <u>进样清洗</u>	<u>B</u>	关	秒表	数字键 (0.00)	控制加压状态
按 <u>进样清洗</u>	<u>B</u>	开	秒表	数字键 (0.35)	控制泻压状态

按启动键即可运行。

第五章 氢火焰检测器的原理和使用

5.1 氢火焰检测器的原理

含碳有机物，在氢火焰的扩散焰内燃烧，由于氢火焰的高温（2100℃）作用，使有机物电离生成正离子和电子，在外加电场的的作用下，正离子被离子室的负极吸收，电子被正极捕获，形成微弱的离子流，经放大器放大后送到记录设备记录下来。

5.2 氢火焰检测器的结构

它由以下几部分组成：

1-烟囱；2-收集部件；3-收集管；4-喷嘴；5-气路部分；6-铂电阻；7-加热棒；8-接杆；9-石墨垫；10-螺母；11-衬管

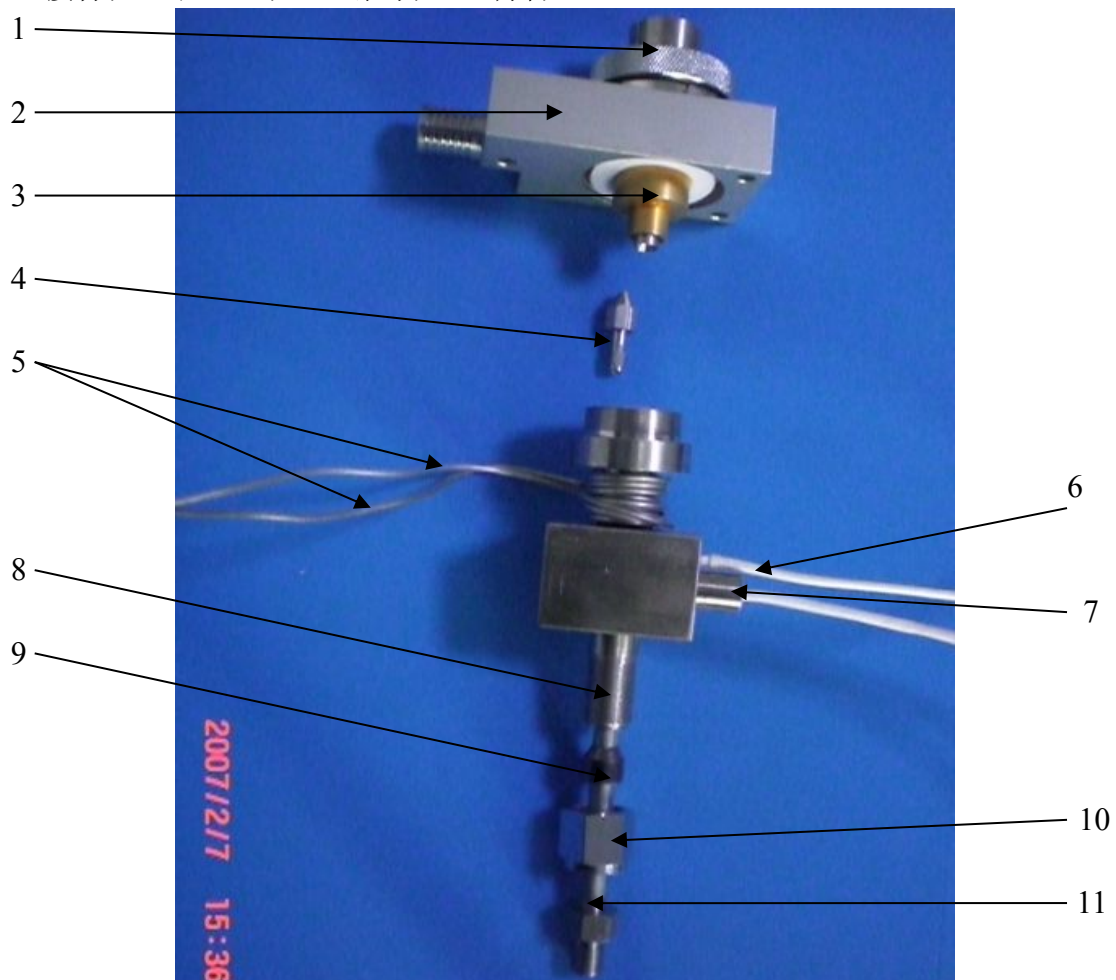


图 5-1 氢火焰检测器结构

5.3 使用注意事项

1. 严格注意气源及气路的清洁。
2. 气源一定要接正确，千万不能接错，否则仪器不能正常工作。
3. 为防止水蒸汽的冷凝，检测器的温度应设为 200℃ 以上。
4. 氮气，氢气，空气的流速比值一般为 1：1：10 时灵敏度较高。
5. 若仪器配有两套或两套以上进样系统，而实际使用时仅使用某一进样系统，务必将未使用进样系统的载气关闭（当接有色谱柱时除外），为毛细管进样系统时还需要将尾吹关闭。
6. 使用氢火焰检测器时，严防色谱柱未接入检测器而打开气路系统的氢气，以防氢气充入柱箱，一旦开机可能引起爆炸！
7. 关机前一定要先灭火！方法是：将氢气阀关闭，用手指放在氢火焰检测器的烟囱处，轻轻一按，观察检测器信号显示为 0 左右，说明火焰已灭。再降温。
8. 积水后的处理：如果发生检测器积水情况，一般表现为开机后检测器信号显示为：SIGNAL 1(2) 830000，可以将收集部件取下，将积水擦拭干净，重新安装好后，将检测器的温度设置高一点(例如 300℃ 左右)，老化一定时间即可。
注意：拆卸时一定要在关机状态下进行，先将放大板拆除。
9. 安装完色谱柱后一定要试漏，保证气路系统的气密性良好，不漏气。
10. 如果出反峰，请调换信号输出线与记录设备的连接顺序，即将接线端对调一下。

5.4 使用方法

1. 根据需要安装好色谱柱，并用试漏液试漏（可用肥皂水替代试漏液）。
2. 打开氮气气源开关，调节气源出口压力为 0.4MPa。
3. 调节色谱仪上载气阀旋钮，通载气。若为毛细管进样系统时，还需要调节分流量、清扫流量以及尾吹气的流量，具体见 § 4.2。
4. 打开色谱仪电源开关，色谱仪经过内部电路自检后(整个过程约为 20 秒)，显示屏上将显示 PASSED SELF TEST，并且红灯亮而不是闪烁，设置温度条件，例如：
按 检测器 A (B) 温度 230 置入
按 进样器 A (B) 温度 230 置入
按 柱箱温度 180 置入
5. 按检测器 A (B) 开 显示：DET A (B) FID ON

6. 按 信号 1 (信号 2) A (B) 置入 信号 1 (信号 2)

显示: SIGNAL 1 (2) 0.X

按 量程 3 (或其它数值) 置入

按 信号 1 (信号 2)

A(B)根据配置的检测器位于仪器的位置定的。

7. 等温度恒定约 0.5h 后, 打开空气气源开关, 调节气源出口压力为 0.4MPa, 调节色谱仪上所使用气路的空气阀, 旋至 8 圈左右 (流速约 400ml/min)。

8. 打开氢气气源开关, 调节气源出口压力为 0.25MPa, 调节色谱仪上所使用气路的氢气阀, 先旋至 7~8 圈左右, 用点火枪点火, 待火点着后 (具有一定的信号值), 再将氢气阀旋至 3~4 圈 (流速约 30ml/min 左右), 此时检测器信号显示为:

SIGNAL 1 (2) 20.X~80.X 注意信号显示值不要太大。

9. 打开记录设备, 观察基线情况, 仪器的稳定时间一般不大于 2 小时。待基线平稳后, 准确抽取待测样品进行分析。

5.5 关机操作

1. 灭火。详情见本章第三节第七条。
2. 关闭辅助气源。关闭氢气阀, 关闭气源开关, 如使用钢瓶, 请将减压阀关闭。关闭空气阀, 关闭气源开关, 如使用钢瓶, 请将减压阀关闭。
3. 降温。将检测器、进样器加热单元关闭, 将柱温设置为一个比较低的温度值 (如 10℃), 待各加热单元温度降至 80℃ 以下时关闭仪器电源开关。
4. 关闭载气。关闭载气阀, 关闭气源开关, 如使用钢瓶, 请将减压阀关闭。
5. 关闭主机电源, 将电源线插头拔掉。

5.6 影响氢焰检测器灵敏度的几个因素

1. 氢气流速对响应值的影响

在载气流速固定时, 随着氢气流速的增加, 检测器的响应值将逐渐增至最大后, 然后降低。氮气: 氢气=1: 1 时生成的离子信号最高, 但基流随氢气的增加而有所上升, 因此采用氮气: 氢气=1: 0.95 较佳。氢气流速一般在 30ml/min 时响应值较高。

2. 空气流速对响应值的影响

响应值随空气流速的增大而增大, 达到某一点后稳定, 再增加空气量, 响应值也不变化, 但流速过大噪声增加。

5.7 灵敏度测试

色谱柱

5%SE-30 chromsorb w AW DMCS 担体 60~80 目 Φ 3 mmX1.5M 不锈钢柱

温 度

柱箱温度：80℃

进样口温度：120℃

检测器温度：200℃

流 速

载气(氮气)：30ml/min 氢气：30ml/min

空气：380ml/min

样 品：0.05%苯/二硫化碳

进样量：0.3 μ l

灵敏度公式

$$D_t = \frac{2N \cdot W}{S}$$

式中 D_t —灵敏度 (g/s)

N —实测噪声 (mV)

W —进样量 (g)

S —苯（二硫化碳）的峰面积 (mV·s)

第六章 热导池检测器的原理与使用

6.1 热导池检测器的原理

一个被气体包围的发热导体散失的热量和它周围气体的导热性能有关。而不同气体的导热性能不同，热导池检测器就是利用这一原理制造的。

6.2 热导池检测器的结构

热导池检的基本结构如右图：

- 1-钨丝；2-池体；3-加热棒
- 4-铂电阻；5-保温材料；6-保温盒

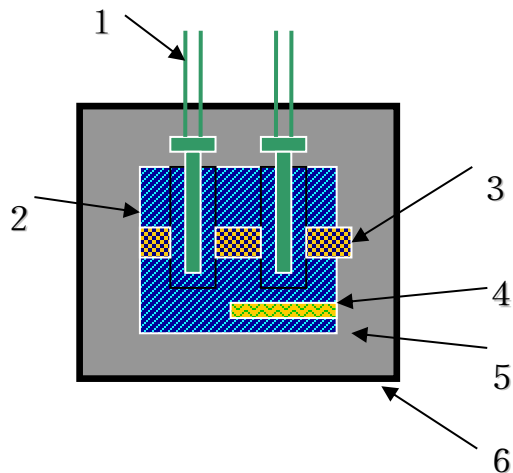


图 6-1 热导池检测器结构简图

6.3 气路流程

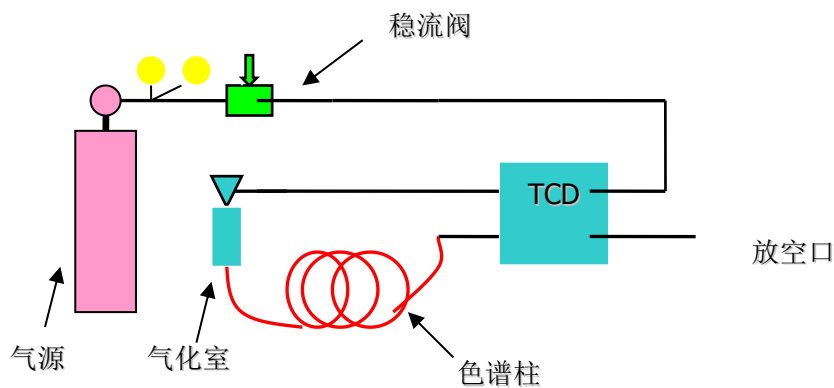


图 6-2 热导型气相色谱仪流程

6.4 使用注意事项

1. 载气中应无腐蚀性物质，注意气路净化。
2. 使用时先通载气 10~30min，将管路中的残余空气赶净，防止钨丝氧化。
3. 不能用载气直接吹 TCD 或用较大的气流冲击。
4. 不允许有强烈的震动。
5. 不能将 TCD 处于风口处。
6. 关机时先将 TCD 电源关掉，然后将仪器降温，等到 TCD 检测器的温度降至 100℃ 以下时，再关闭气源，这有利于延长钨丝的寿命。
7. 在灵敏度足够的情况下，应尽可能降低桥电流使用值。这样可提高仪器稳定性，延长使用寿命。
8. 做完高温分析后，需要拆换色谱柱时，一定要等柱温降到 70℃ 以下（最好降至室温），方可拆卸色谱柱，以防损坏柱接头丝扣。
9. 在换接不同的色谱柱后一定要检查是否漏气。一般载气流速在 50ml/min 时灵敏度较高。
10. 使用不同的载气时，不同温度下桥流允许的最大值如下表

表 6-1 不同温度下桥流值

桥流(mA) 载气	温 度 (℃)	100	150	200	250	300
	H ₂		175	150	125	100
N ₂		125	100	75	50	25

6.5 使用方法

1. 根据需要安装好色谱柱。
2. 打开气源开关，调节气源出口压力为 0.4MPa。
3. 调节色谱仪上载气阀旋钮，通载气。一般载气流速在 50ml/min 时灵敏度较高。
4. 打开色谱仪电源开关，设置温度条件。
5. 待恒温后，打开 TCD 开关，设置桥电流。

桥电流设置如下

A: 键没有按下时，10mA、20mA、40mA、80mA 四个按键可以分别按下相互组合最高至 150mA。

B: 键按下时，10mA 键变为 160mA 与 20mA、40mA、80mA 四个按键可以分别按下相互组合最高至 300mA。

当桥流按键处于按下状态时其上方的指示灯会亮，当桥流按键处于弹起状态时其上方的指示灯会灭。例如：



设置 110mA 桥电流 分别使 10mA、20mA、80mA 按键处于按下状态，使×2 键、40mA 按键处于弹起状态即可。

6. 待基线平稳后，进样分析。

6.6 关机

待所有的分析结束后要关机。

1. 关掉 TCD 电源。
2. 将柱温，检测器，进样器温度降低，待检测器的温度降至 100℃ 以下时，关掉仪器电源。
3. 关掉气源。

6.7 灵敏度及稳定性测试

测试条件

色谱柱：5%SE-30，chromosorb w，Aw，DMCS 担体，60~80 目，柱长 2m，不锈钢柱；柱温 100℃，汽化 100℃，热导检测器 100℃；桥流 160mA，量程 1；样品苯，进样量 0.3ul

稳定性

记录仪置于 5mV 档，桥流为 160mA，量程为 1 时，基线漂移 ≤ 记录仪量程 3% / h。

灵敏度

$$S = \frac{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2} \cdot K \cdot F}{W} (mV \cdot ml / mg)$$

式中 h—峰高值(mV)

$W_{1/2}$ —半峰宽 (min)

F—载气流速(ml/min)

W—进样量(mg)

K—记录色谱峰时的输出衰减数和记录基线时输出衰减数之比



图 6-3 热导检测器桥流开关控制

第七章 变压器油分析仪的操作

GC-9890A 型变压器油分析仪是根据电力部颁布的标准，广泛吸收国内外同类仪器的优点而创新设计的多用途气相色谱仪。

仪器采用单柱系统，配有热导和氢焰检测器及转化炉，能一次进样实现油中溶解气体组分的全分析。

仪器主要应用于电力系统充油电气设备内部故障检测，兼有一机多用功能，可用于六氟化硫杂质分析，氢冷发电机冷却介质分析，锅炉烟气分析，天然气分析和环境监测分析等。另外，仪器还广泛应用于石油、化工、矿山等系统的气体分析。

7.1 主要性能特点

1. 高性能检测器及甲烷转化器，检出能力完全满足电力部对变压器油中气体组分含量的测定及环保监测对微量 CO、CO₂ 的检测；
2. 采用一次进样全分析系统，分析速度快，重现性好；
3. 对数放大氢焰检测器设计，使低含量的烃类和高含量的 CO、CO₂ 全部满足检测要求，避免相互干扰，提高了检测灵敏度；
4. 采用新型柱填料，检出时间提前，灵敏度提高，分析周期缩短；
5. 采用信号切换，使所有组分都在同一张谱图上，便于计算。

7.2 使用方法

1. 将仪器的外气路及信号输出线连接好。
2. 打开电源，设置温度条件，具体请参考第三章。

参考条件

柱箱温度：60~70℃

进样器 A 温度：100℃

进样器 B 温度：360℃（转化炉）

检测器 A 温度：100℃（TCD 检测器）

检测器 B 温度：230℃（FID 检测器）

3. 其它注意事项及氢焰检测器和热导检测器的使用请参考第五章、第六章内容。
4. 信号切换时基线位置及时间的设定（出厂前已经调好，一般不需要再调节，如确需调节请按下面方式操作）

打开记录设备

A. 按 信号 1 A 置入 信号 1

B. 按 进样清洗 A 开 显示: PURGE A ON

调节 TCD 调零旋钮，观察记录设备处信号是否发生变化，如发生变化说明

当前信号处于 TCD 状态, 否则说明信号当前处于 FID 状态, 按 **关** 显示: PURGE A OFF, 信号就会切换到 TCD 状态, 此时调节 TCD 调零旋钮, 记录设备处信号应该发生变化。一定要记清楚 TCD 信号是在“ON”还是在“OFF”状态, 先观察一会 FID 基线, 再将信号切换至 TCD 状态, 调节旋钮使基线位置同 FID 的基本一致。(假定在“ON”时信号为 TCD 状态)

C. 进样, 确定氢气出峰时间。

D. 按 **进样清洗** **A** **开** (假定 TCD 状态) **秒表**

显示: PURGE A ON 0.00

按 **关**

显示: PURGE A OFF XX.XX, 此时 XX.XX 必为某一数值。如: 只要根据氢气峰的结束时间调整这一有数值的一项即可。如图所示

氢气峰结束时间为 1.8, 按 **1.8** **置入**。

E. 如果想观察 FID 信号, 可以按 **信号 1** **B** **信号 1**

5. 进标气, 按启动键, 进行分析。

6. 用记录仪器计算校正因子。

7. 进与标气同体积的解析出来的变压器油气, 按启动键, 进行分析。

8. 进行系统评定。

9. 关机。

a. 灭火。详情见本章第三节。

b. 关闭辅助气源。关闭氢气阀, 关闭气源开关, 如使用钢瓶, 请将减压阀关闭。关闭空气阀, 关闭气源开关, 如使用钢瓶, 请将减压阀关闭。

c. 降温。将检测器、进样器加热单元关闭, 将柱温设置为一个比较低的温度值 (如 10°C), 待各加热单元温度降至 80°C 以下时关闭仪器电源开关。

d. 关闭载气。关闭载气阀, 关闭气源开关, 如使用钢瓶, 请将减压阀关闭。

e. 关闭主机电源, 将电源线插头拔掉。

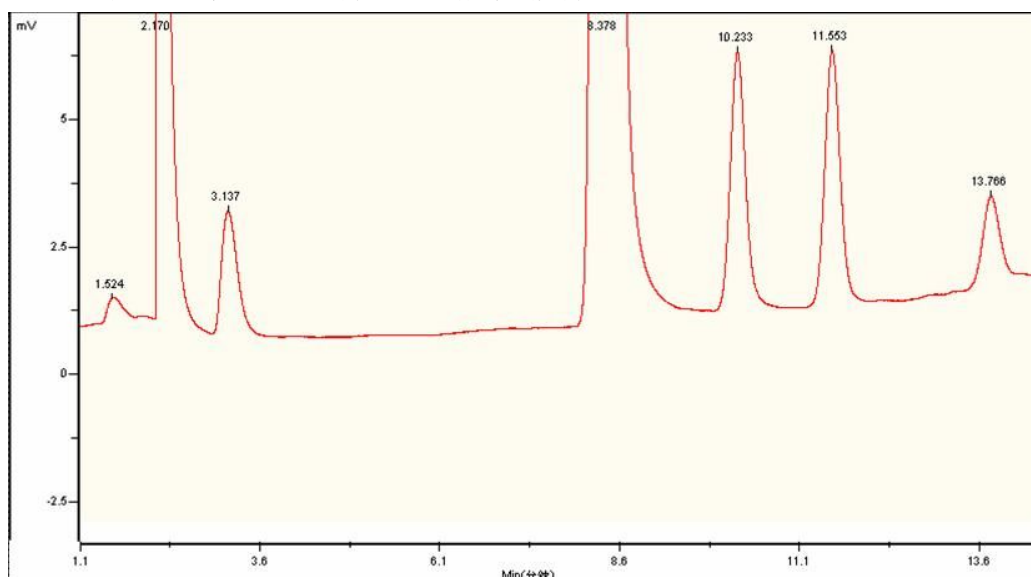


图 7-1 变压器油色谱图

第八章 仪器显示信息

A. 仪器的开机正常显示

仪器接通电源，正常情况下先后进行如下四个程序

1. 面板上的显示屏和显示灯将亮几秒钟。
2. 显示 TESTING MEMORY。
3. 显示 TEST SIGNAL PATH。
4. 显示 PASSED SELF TEST（自检通过）。

B. 仪器的故障信息

仪器开机进行自动检测。如果仪器存在故障，则故障信息重复出现在显示屏上。自动检测信息将分三个级别：

1. FATAL ERR（严重出错）

该级信息表示色谱仪实质上不工作，仪器始终是“NOT READY”状态，甚至键盘也不起作用。

FATAL ERR: BAD RAM 表示主板上 CPU 部分的 RAM 片和它的电路有问题。

FATAL ERR: BAD ROM 表示主板上 CPU 部分的 ROM 片和它的电路有问题。

FATAL ERR: >25MS 表示主板 CPU 或时钟部分有问题。

FATAL ERR: STACK ERR 表示堆栈有问题或主板 CPU 有问题。

2. FAULT（故障）

表明仪器的主要系统不能正常工作，但色谱仪还是能正常工作。当 FAULT 存在时，仪器状态灯 READY 可能不亮。

FAULT: ADC OFFSET 表示 ADC 热失调读数有问题。

FAULT: LINE SENSE 表示实际电源电压或传感器电路有问题。

FAULT: OVEN>MAX+20 表示柱箱超出了设定值 20℃ 以上。问题可能出现在柱箱传感器部分或柱箱控制电路，如果显示柱箱温度高于 800℃ 可能传感器开路（断了）。

FAULT: *** TEMP RDG 这里的***可能是 OVEN, INJA, INJB, DETA, DETB。这表明这些加热区内的传感器有问题。

FAULT: ***TEST ***可能是 DAC1、DAC2、ATTN1 或 ATTN2。这里的 DAC1 和 ATTN1 表示主电路的 D/A 部分。

3. WARN（警告）

此信息表示某种情况需要引起注意，通常除了在显示屏上出现的功能外，仪器仍然在运转，按下任何一个仪器功能键将会擦掉 WARN 信息。

WARN: MEMORY RESET 这可能是操作人员用键盘输入引起的或是由更换 RAM 造成的，或是由取出电池造成的。

WARN: SIGNAL CHANGED 表示预先分配的特定信号通道的那个检测器不再被承认，仪器将重新配置信号。在修理期间，检测器板被拆掉时会发生这

种现象，如果板没有被拆掉有这种情况，应怀疑是板坏了。

WARN: NO DETECTORS 表示没有装检测器板或者是处理器没有辨认出板已装上。如果检测器板已经装好而不能辨认，就要怀疑主板上 I/O 或主板上的 CPU 有问题。

WARN: OVEN SHUT OFF 表示柱箱停止加热，可能是柱箱门没有关。通过 **OVEN TEMP** 以及 **ON** 键再启动柱箱加热。如果同时存在多个问题，则按清除键，可从头到尾显示所有的错误信息。

仪器的保养和维护

仪器的维护不但能使仪器正常工作，而且能延长仪器的寿命，在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，在某些条件下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，严禁违规作业。
3. 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 20℃，在高灵敏度操作时选择温度应更低。
4. 仪器在开机时应先通载气，再加热；关机时先降温然后关断载气。
5. 关机后待仪器冷却到室温时应将仪器的防护罩罩住。

运输与贮存

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的运输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。

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 12 个月内，确因制造质量不良而不能正常工作时，本厂无偿为用户修理和调换（不包括易耗件的调换）。

第九章 常见故障及排除

故障	故障判断	检查方法及修理
1.没有峰	(1) 放大器电源断开 (2) 没有载气流过 (3) 记录器接触不良 (4) 记录器故障 (5) 进样温度太低，样品没有汽化 (6) 微量注射器堵塞 (7) 进样器硅橡胶漏 (8) 色谱柱连接松开 (9) 无火 (FID) (10) FID 极化电压没接或接触不良	(1) 检查放大器，保险丝 (2) 检查载气流路，是否阻塞，或气瓶中气源用完 (3) 检查记录器接线 (4) 看仪器说明书，排除记录器故障 (5) 增加进样器温度 (6) 更换注射器 (7) 更换硅橡胶 (8) 拧紧层析 (9) 点火 (10) 接上极化电压，或排除极化电压连接不良现象
2.正常滞留时间而灵敏度下降	(1) 衰减太大 (2) 没足够样品量 (3) 样品进样过程中的损耗 (4) 注射器漏或者堵 (5) 载气漏特别是进样器漏 (6) 氢气和空气流量选择不当 (FID) (7) 检测器没有高压 (FID)	(1) 降低衰减 (2) 增加进样量 (3) 进样过程中尽可能保证样品全部进入系统 (4) 更换注射器或通注射器 (5) 探漏 (6) 调整氢气和空气流量 (7) 检查或者装上高压电
3.拖尾峰	(1) 进样温度太低 (2) 进样管污染 (样品或者硅橡胶残留) (3) 层析柱炉温太低 (4) 进样技术过低 (5) 层析柱选择不当 (样品与柱担体或固定液起反应)	(1) 重新调节进样器温度 (2) 用溶剂清洗进样器管子 (3) 增加层析柱温度 (4) 提高进样技术，做到进针快、出针快 (5) 重新选择适当色谱柱
4.伸舌峰	(1) 柱超地负荷，样品量太大 (2) 样品凝集在系统中	(1) 降低进样量 (2) 先提高柱温，再选择适当的进样器，色谱柱，检测器温度
5.没分离峰	(1) 柱温太高 (2) 柱过短 (3) 固定液流失 (4) 固定液或者担体选择不正确 (5) 载气流速太高 (6) 进样技术太差	(1) 降低柱温 (2) 选择较长色谱柱 (3) 更换层析柱或老化色谱柱 (4) 选择适当色谱柱 (5) 降低载气流速 (6) 提高进样技术
6. 圆顶峰	(1) 超过检测器线性范围	(1) 降低样品量

	(2) 记录器阻尼太大	(2) 重新调节记录器阻尼
7. 平顶峰	(1) 放大器输入饱和离子化检测器 (2) 记录器传动装置零点位置变化	(1) 降低样品量 (2) 检查记录器零点位置，或者用其他记录对比使用
8. 锯齿型基线	(1) 稳流阀膜片疲劳 (2) 载气瓶压阀输出压力变化	(1) 换膜片或者修理阀 (2) 调节载气瓶减压阀的压力在另一位置
9. 没进样而基线单方向变化 (FID)	(1) 检测器温度太低 (2) 色谱柱温停止加温或失控	(1) 提高检测器温度（超过 100℃）清洗检测器或把检测器温度升在 200℃赶走水蒸气 (2) 检修控温系统和加热丝铂电阻
10. 出峰到固定位置记录笔抖动	(1) 记录器滑线电阻玷污	(1) 清洗滑线电阻
11. 基线突变	(1) 电源插头接触不良 (2) 外电场干扰 (3) 氢气、空气流量选择不当 (FID)	(1) 把电源插头座安装牢靠 (2) 排除足以影响仪器正常工作的外电场干扰 (3) 重新调整氢气、空气流量特别是空气流量
12. 基线突偏移	(1) 记录器灵敏度低 (2) 记录器接触不良	(1) 调整记录器，把放大器灵敏度提高 (2) 保证记录器及整机有良好接地
13. 滞留时间延长灵敏度低	(1) 载气流速太慢 (2) 进样后载气流量变化 (3) 进样器硅橡胶漏	(1) 增加载气流速，如载气流路中有阻塞现象，则设法排除 (2) 换进样硅橡胶 (3) 换进样器硅橡胶
14. 反峰	(1) 样品进到另一根柱中 (2) 正负开关位置放错	(1) 样品进到适当层析柱中 (2) 改变正负开关放在正确位置
15. 恒温操作时有不规则基线波动	(1) 仪器安放位置不好 (2) 仪器接地不好 (3) 柱固定液流失 (4) 载气漏 (5) 检测器污染 (6) 载气流量选择不当 (7) 氢气、空气选择不当 (FID) (8) 放大器本身不稳 (9) 记录器不好	(1) 把仪器安放在无强烈振动强空气对流处，并把仪器安放水平，最好把仪器放在水泥台上或垫有橡皮的桌子上 (2) 仪器及记录器应良好接地 (3) 固定液选择适当，柱子应充分老化，不能把柱温升到固定液使用极限（特别是高灵敏度检测器） (4) 探漏 (5) 清洗检测器 (6) 调节载气稳流阀，使载气流量调节适当，保证载气流量调节适当，保证载气瓶总压力在 50~150kg/cm ² (7) 适当调节氢、空气流量 (8) 检查放大器，并照线路修理放大器 (9) 断开记录器讯号线，用金属丝把讯号线短路，此时记录器不好，则照记录器说明书修理记录器
16. 额外峰	(1) 前一样品的高组分峰	(1) 待前一次样品全部溜出后再进样

峰半高宽度突然增大	(2) 当柱温升高时，冷凝在层析柱中的水分或其它不纯物在出峰 (3) 空气峰 (4) 样品分解 (5) 样品玷污 (6) 样品与固定液，担体或吸附剂反应 (7) 色谱柱头玻璃棉玷污或注射器玷污 (8) 进样硅橡胶污染或低分子组分溜出	(2) 安装或调配或再生净化器选择适当的操作条件 (3) 排除注射器内的空气 (4) 降低进样器温度（不用易催化易分解固定液或担体） (5) 保证样品干净，无杂质与其它组分混合 (6) 利用其它层析柱，以免样品及固定相起反应 (7) 调换柱头玻璃棉或清洗注射器 (8) 把硅橡胶头在 200℃ 中烘 16 小时再使用
17. 出峰时记录笔突然回到低于基线并且灭火 (FID)	(1) 样品量太大 (2) 氢气或空气流量太低 (3) 载气流速太高 (4) 火焰喷口污染（或堵塞） (5) 氢气用完	(1) 降低样品量 (2) 重新调节氢气，空气流速 (3) 选择合适的载气流速 (4) 清洗火焰喷口（或通火焰喷口） (5) 保证氢气源有足够的氢气
18. 台阶峰不回零（峰平头）记录笔手动会左右移动	(1) 记录器增益，阻尼调节不适当 (2) 仪器没合适接地 (3) 有极低交流讯号反馈到记录器中	(1) 校正记录器增益及阻尼（直到手动记录笔左右移动后仍回原处） (2) 仪器和记录器需要良好接地 (3) 根据需要接一只 0.25μf/250V 的电容从正或负的输入端与地端相接，正或负的接法根据试验决定，（注意：不要使电容接在讯号线的正负处）
19. 基线不回零	(1) 记录器零点调节位置不正常 (2) 由于柱的过多的流失 (FID) (3) 检测器污染 (4) 记录器故障	(1) 用金属丝使记录器讯号输入短路，校到零 (2) 利用流失少的色谱柱 (3) 清洗检测器 (4) 照记录器说明书，修理记录器
20. 不规距离中有尖毛刺峰	(1) 灰尘粒子或外来物质不规则地在火焰中燃烧 (FID) (2) 放大器故障	(1) 保证检测器没有玻璃棉分子筛灰尘微粒进入，分子筛过滤器使用前必须活化，并在通 N ₂ 气流或用真空泵抽气的情况下冷却 (2) 修理放大器
21. 在相等间隔中有一定短毛	(1) 水冷凝在氢气管路中（水一般从氢气源来 FID） (2) 漏气 (3) 流路中有堵塞现象 (4) 火焰跳动	(1) 从管路中消除水并换掉或活化氢气过滤器中的干燥剂。 (2) 探漏 (3) 流路中清除杂质，如是色谱柱中有杂质，则可适当提高柱温 (4) 调节合适的氢气和空气流量

22.基线噪声大	(1) 色谱柱污染或色谱柱流失太大 (2) 载气污染 (3) 载气流速太高 (4) 载气漏 (5) 接地不良 (6) 记录器滑线污染 (7) 记录器不好 (8) 进样器污染 (9) 氢气流速太高或太低 (FID) (10) 空气流速太高或太低 (FID) (11) 空气或氢气污染 (12) 水冷凝在 FID 中 (13) 检测器绝缘变小 (离子化检测器) (14) 检测器电极或喷口及底部污染	(1) 更换色谱柱 (2) 更换或再生载气过滤器 (3) 重新调节载气流速 (4) 探漏 (5) 保证仪器接地良好 (6) 擦干净滑线电阻上污染污 (7) 短路记录器讯号输入端如仍有噪声则检修检测器 (8) 清洗进样器中进样管及清除硅橡胶残渣 (9) 重新调节氢气流速 (10) 重新调节空气流速 (11) 更换氢气、空气过滤器 (12) 增加 FID 温度清除水分 (13) 清洗检测器绝缘子 (14) 清洗检测器
23.周期性基线波动	(1) 检测器温控不良 (2) 色谱柱炉控制不良 (3) 载气流量调节不当 (4) 载气瓶压力太低 (5) 空气、氢气调节不当 (FID)	(1) 检查铂电阻，调整温控灵敏度，提高控制精度 (2) 检查铂电阻，提高控制精度 (3) 重新调节载气流速 (4) 更换载气瓶 (5) 重新调节氢气、空气流量
24.单方向基线漂移	(1) 检测器温度大幅度增加或者减少 (2) 放大器零点漂移 (3) 柱温大幅度增加或者减少	(1) 稳定检测器温度，如果是开机后温度变化，属正常现象 (2) 检修放大器 (3) 稳定色谱柱温度，如果是开机后温度变化，属正常现象
25.程序升温后基线变化	(1) 温度上升时，柱流失增加 (2) 柱流速没校正好 (3) 色谱柱污染	(1) 选用适当的色谱柱或老化色谱柱 (2) 校正柱流速 (3) 更换色谱柱
26.升温时不规则基线变化	(1) 柱流失过多 (2) 没选择好合适的操作条件 (3) 柱污染 (4) 硅橡胶升温时出鬼峰	(1) 选择适当色谱柱，使用温度应远低于固定液最高使用温度 (2) 选择合适的操作条件 (3) 更换色谱柱 (4) 硅橡胶使用前放在 200℃ 中烘 16 小时



俊齐仪器设备（上海）有限公司

电话：021-57786311 57654830

地址：上海市松江区叶榭双高广场 1902 室

Mail: smthuang@163.com 网址: www.junqi-sh.com

具体分析方案电话详询：

俊齐仪器设备（上海）有限公司

上海市松江区叶榭镇双高广场 1902 室

电话：021-57786311 021-57654830

网址：www.junqi-sh.com