

气相色谱分析仪

使用说明书



武汉市华英电力科技有限公司

地址：武汉市东湖高新区光谷大道 62 号光谷总部国际 7 栋 4 层

电话：400-027-0098 / 027-82850969

传真：027-82210223

E-mail: whhy97@126.com

网址: <http://www.hy-dl.cn>

警告用语：

说明：此信息是厂商对仪器特别声明内容，值得你关注。

注意：此信息是值得你关注的重要内容。

警告：此信息是提醒你特别注意，如不按本规定操作可能导致你（他人）的人身伤害或本仪器的损坏。

危险：此信息表示高度危险，要警惕。

高压危险：

- 在仪器运行时，严禁拆卸仪器盖板。仪器运行时，仪器的内部有可能导致人身伤害的高电压存在，拆卸仪器盖板时，可能使一些电器部件暴露。
- 更换保险丝及拆装维护仪器时，应先拔掉电源插头。关闭仪器的电源开关只是停止仪器运行，此时并未完全切断高压。
- 如果电源线破旧或损坏，必须立即更换。

高温危险：

- 仪器工作时或关机后一段时间内，仪器的进样器、检测器、柱箱及后出风口等部件会有一些的高温，应避免与其接触以防止烫伤。如需更换部件，一定要待仪器温度降低以后或使用保护措施后进行！
- 要注意仪器降温时排出的灼热气体，防止烫伤；
- 仪器后面不可放置易燃物品，以免排出的灼热气体点燃易燃物品！
- 气源管道（简称气路管）**应避开仪器的后出风口，以免排出的灼热气体熔断气源管道，造成更大的危险！

气源危险：

- 对于仪器所使用的气瓶、气源，应遵循有关的气瓶运输、储存、管理和安全使用规则。
- 当使用氢气作载气或 FID 燃气时，要注意氢气可能会流入柱箱引起爆炸危险。所以在管线连接好以前一定要关闭气源，安装色谱柱并连接好进样器和检测器的接头后，对所有的连接处管线和阀进行检漏后，才能打开氢气气源。以防止氢气泄漏到柱箱，发生爆炸。
- 当进行特殊样品分析（如有毒）或仪器可能排出有毒的物质，应将仪器的排出物质排放到室外安全处，以防止室内污染甚至中毒。

本说明文件中的信息如有更改，恕不另行通知。由于技术进步而造成的仪器升级（硬件及软件），厂家不再提供书面通知。

同时恳请您认为本说明书和仪器有需要改进的地方，以及在使用过程中遇到的疑问或异常现象反馈给我们，以推动我们对产品不断做出改进，也能更好的为您服务，谢谢！

目 录

1 简介 6

1. 1 气相色谱仪的工作原理 6

1. 2 气相色谱仪的特点 6

1. 3 系列气相色谱仪的型号和技术指标 8

1. 3. 1 实用型气相色谱仪 8

1. 3. 2 反控型气相色谱仪 9

1. 4 仪器结构及主要部件 11

1. 4. 1 气体流量控制系统 11

1. 4. 2 色谱柱箱 12

1. 4. 3 进样器 12

1. 4. 4 色谱柱 13

1. 4. 5 热导检测器 (TCD) 14

1. 4. 6 氢火焰离子化检测器 (FID) 15

1. 4. 7 电子捕获检测器 (ECD) 16

1. 4. 8 火焰光度检测器 (FPD)..... 17

1. 4. 9 显示屏与键盘 17

1. 4. 10 外部事件控制与通信输出 18

1. 4. 11 电源开关 18

1. 4. 12 工作站 18

2 仪器的安装 19

2. 1 仪器运用环境要求 19

2. 2 仪器的拆箱 20

2. 3 仪器的安装 20

2. 3. 1 气源的安装 20

2. 3. 2 减压阀的安装 21

2. 3. 3 外气路的安装 21

2. 3. 4 色谱柱安装 23

2. 3. 4. 1 填充柱的安装 23

2. 3. 4. 2 毛细管柱的安装 24

2. 3. 5 系统检漏 26

2. 5 色谱工作站软件的安装 26

2. 6 系统的开机 26

2. 6. 1 计算机的网络设定 (仅用于反控型气相色谱仪) 26

2. 6. 2 色谱仪的网络参数设定 (仅用于反控型气相色谱仪) 27

2. 6. 3 系统端口映射的设定 (仅用于反控型气相色谱仪) 27

2. 6. 4 系统的联通初测 (仅用于反控型气相色谱仪) 28

3 气相色谱仪器的操作 28

3. 1 键盘操作 28

3.1.2.1 温度控制的查看与设定 31

3.1.2.2 开启或关闭控温系统操作 33

3.1.2.3 程序升温的查看与设定 33

3.1.2.4 外部事件的查看与设定 34

3.1.2.5 检测器的查看与设定 35

3.1.2.6 气体保护功能及 EPC、EFC 模块的查看与设定 37

3. 2. 7 执行文件、自动进样时间、屏保、时钟及语言的查看与设定 41

3. 2. 8 网络参数的查看与设定 42

3. 2. 9	计时秒表的操作	43
3. 2. 10	自动进样器的查看与设置	43
3. 2. 11	FID 的点火操作 (选配)	44
3. 3	气体流量控制的操作	45
3. 3. 1	机械阀控制流量的操作	45
3. 3. 2	EPC&EFC 模块控制流量的操作	46
4	色谱仪工作站的使用 (仅适用于反控型气相色谱仪)	46
4. 1	工作站主界面功能	46
4. 2	下拉式菜单介绍	47
4. 2. 1	文件[F]	47
4. 2. 2	系统[S]	47
4. 2. 3	帮助 (H)	49
4. 3	谱图显示参数的查看与设置	50
4. 4	色谱仪管理功能	51
4. 5	运行参数的查询设置	52
4. 5. 1	温度/流量的设定	52
4. 5. 2	气路流量的设定	53
4. 5. 3	程序升温 and 外部事件的设定	54
4. 5. 4	进样器的设定	55
4. 5. 5	网络程序的设定	56
4. 5. 6	版本信息的查询	57
5	仪器的故障与排除	57
5. 1	开机问题	57
5. 1. 1	开机无反应	57
5. 1. 2	不联机	57
5. 2	色谱峰问题	58
5. 2. 1	无基线	58
5. 2. 2	没有色谱峰	58
5. 2. 3	正常滞留时间而灵敏度下降	58
5. 2. 4	拖尾峰	58
5. 2. 5	伸舌峰	58
5. 2. 6	色谱峰分离不好	59
5. 2. 7	平顶峰	59
5. 2. 8	基线突变	59
5. 2. 9	恒温操作时有不规则基线波动	59
5. 2. 10	滞留时间延长灵敏度低	59
5. 2. 11	出峰时信号突然回到低于基线并且灭火	60
5. 2. 12	基线不回零	60
5. 2. 13	不规律距离中有尖刺峰	60
5. 2. 14	在相等间隔中有一定的毛刺	60
5. 2. 15	圆顶峰	60
5. 2. 16	基线噪音大	60
5. 2. 17	额外峰	61
5. 2. 18	锯齿型基线	61
5. 2. 19	反峰	61
5. 2. 20	没有进样而基线单方向变化 (FID)	61
5. 2. 21	单方向基线漂移	61
5. 2. 22	升温时不规则基线变化	62
5. 2. 23	周期性基线波动	62
5. 2. 24	程序升温后基线变化	62
6	仪器维护与保养	62

6.1 气源及气路管 62

6.2 气体净化器的维护 62

6.3 气体捕集管的维护 63

6.4 气化室（或进样器）的清洗 63

 6.4.1 更换进样垫 63

 6.4.2 清洗或更换寸管或衬套 63

 6.4.3 清洗进样器内壁 64

6.5 色谱柱老化 64

6.6 FID 的清洗（氢火焰离子化检测器） 65

6.7 TCD 的清洗（热导检测器） 66

6.8 系统检漏 66

6.9 仪器表阀维护 67

7 仪器使用简要说明 67

8、运输和贮存 69

9、质量保证 69

10、仪器简易操作流程 70

1 简介

1. 1 气相色谱仪的工作原理

气相色谱分析技术是一种多组分混合物的分离、分析技术。它主要利用样品中各组份的沸点、极性、及吸附系数在色谱柱中的差异，使各组份在色谱柱中得到分离，并对分离的各组份进行定性、定量分析。

气相色谱仪以气体作为流动相（载气），当样品被送入进样器并气化后由载气携带进入填充柱或毛细管柱，由于样品中各组份的沸点、极性、及吸附系数的差异，使各组份在柱中得到分离，然后由接在柱后的检测器根据组份的物理化学特性，将各组份按顺序检测出来，最后通过串口或网络把数据传输至色谱工作站，由色谱工作站将各组份的气相色谱图记录并进行分析从而得到各组份的分析报告。其工作原理简图如下图所示：

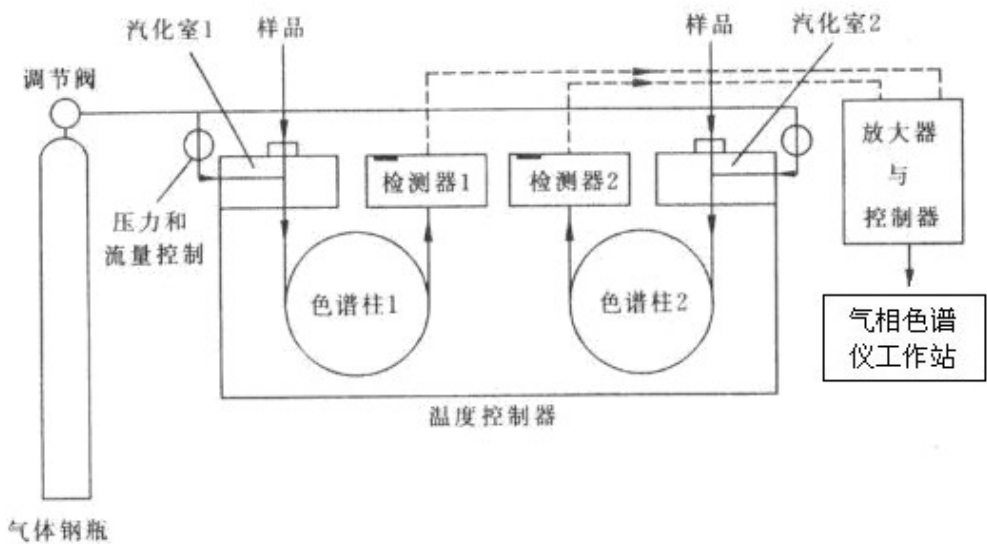


图 1.1 气相色谱仪工作原理简图

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、生产控制等问题。

1. 2 气相色谱仪的特点

气相色谱仪是计算机控制的多用途高性能系列气相色谱仪。配大屏幕液晶显示器。仪器的整体结构设计美观大方、结构合理、检修和使用操作方便。仪器具有全微机自动控制系统，不仅可同时微机控制多路温度（柱箱、进样器、多个检测器、辅助等），还可全部通过按键操作来控制检测器测量电路的衰减和调零，稳定性、可靠性较高。仪器上可根据用户需要选配各种新型高性能检测器。根据实际样品的分析需要，实现填充柱瞬间汽化进样、大口径毛细柱进样、毛细柱分流进样和平面转阀的定体积气体进样，可方便地配上顶空进样器,自动进样器,裂解器等。

仪器上温度控制具有超温保护功能和故障显示功能。柱箱可实现自动多阶程序升温，设

计有自动后开小门，使得柱箱温控不仅从高温自动降至低温既快速又稳定，而且可以实现柱箱近室温控制（各型号不同有所差异）。

仪器具有秒表功能，在用电膜流量计精确校正气体流量时当作电子秒表，在色谱分析过程中计测组份峰的保留时间。

仪器的微机系统随时监测外界电源电压的变化，对于抗电源电压的波动和抗瞬间突然停电的干扰进行强化处理，为长期连续的正常运行提供了可靠的保证。

系列气相色谱仪大体分为二种：

- 实用性气相色谱仪（单色大屏）：适用于对灵敏度要求不是非常苛刻的用户。

特点：多年来一直被用户认可的一款经济实用性气相色谱仪；

- 反控型气相色谱仪（彩色大屏）：先进电路，能够满足大多数用户的要求。

特点：采用国内外最成熟的电路技术研制而成，数据稳定性更好，仪器灵敏度更高；

适用于各种在线自动检测控制及需要对大量 GC 管理控制监督的客户，同时能够满足用户的各种特殊要求。采用了网络技术并内置了谱图数据处理技术，彻底打破了现有国产色谱仪的繁琐笨重的工作模式。使得多台色谱仪共用 1 套计算机完成数据分析、打印、存储成为现实，并实现了仪器的远距离监控和色谱数据的远距离传输，最大程度的降低了用户的实验室投资以及运行费用，方便了企业管理人员对产品质量的实时跟踪管理。下图 1.2 为反控型气相色谱仪工作运行简图。



图 1.2 气相色谱仪的运行简图

反控型气相色谱仪特点

- ★ 采用了技术先进的10/100M自适应以太网通信接口、并内置IP协议栈、使仪器可以轻松的通过企业内部局域网、互联网实现远距离的数据传输；方便了实验室的架设、简化了实验室的配置、方便了分析数据的管理；
- ★ 仪器内部设计 3 个独立的连接进程，可以连接到本地处理（实验室现场）、单位主管（如质检科长、生产厂长等）、以及上级主管（如环保局、技术监督局等），可以方便地使单位主管和上级主管实时监控仪器的运行以及分析数据结果；
- ★ 仪器配备的网络版工作站可以同时支持多台色谱仪工作（253台），实现数据处理以

及反控，简化了文档管理，并最大程度的降低了用户的实验室投资以及运行费用；

★ 仪器可以通过互联网连接到生产厂家，实现远程诊断、远程程序更新等（需用户许可）；

★ 仪器可配备的5.7寸彩色液晶屏或彩色触摸屏，满足不同的用户需求；

★ 系统具有中、英文2套操作系统，可自由切换；

★ 控温区域、电子流量控制器（EFC）、电子压力控制器（EPC）可由用户自由命名，方便用户的使用（选配）；

★ 仪器采用了多处理器并行工作方式，使仪器更加稳定可靠；可满足复杂样品分析，可选配多种高性能检测器选择，如FID、TCD、ECD、FPD和NPD，最多可同时安装四个检测器。也可采用检测器追加方式，在仪器购入后很方便的选购安装其它检测器；

★ 仪器采用模块化的结构设计，设计明了、更换升级方便，保护了投资的有效性；

★ 全新的微机温度控制系统，控温精度高，可靠性和抗干扰性能优越；具有六路完全独立的温度控制系统，可实现十六阶程序升温，使该设备能胜任更大范围的样品分析；具有柱箱自动后开门系统，使低温控制精度得到提高，升/降温速度更快；

★ 仪器可选配先进的电子流量控制器（EFC）、电子压力控制器（EPC）实现了数字控制，可大大提高定性和定量结果的重现性；

★ 仪器设计定时自启动程序，可以轻松的完成气体样品的在线分析（需配备在线自动进样部件）；

★ 全微机控制键盘的操作系统，操作简单、方便；并设计检测器自动识别技术；具有故障诊断以及断电数据保护的功能，可自动记忆设定参数；

★ 色谱机内置低噪声、高分辨率24位AD电路，并具有基线存储、基线扣除的功能。

★ 采集色谱信号及数据处理，适于 WinXP 、Win2000、Windows7 等操作系统。由符合 A/A（美国分析学会）标准的 CDF 文件读入采样数据，由此可与 Agilent、Waters 等色谱工作站接轨。

★ 具有完全自主知识产权的色谱系统具有 MODBUS/TCP 的标准接口，可以和 DCS 方便对接。

★ 仪器可以和国内外多个厂家生产的自动进样器对接；如岛津的AOC-20i、意大利HTA公司的HT系列高效气相液体自动进样器等；

1. 3 系列气相色谱仪的型号和技术指标

气相色谱仪由进样器、检测器、色谱柱箱、气体流量控制系统、电路控制检测系统及网络版专用工作站等组成。

1. 3. 1 实用型气相色谱仪

实用型气相色谱仪秉承了老款机型的外观大气、结构合理的设计，采用国内外最成熟的电路技术研制而成，采用全新的机械工艺和电子线路，各检测器的灵敏度有大幅度提高。采用多层印刷电路板和表面封装焊接工艺，使仪器更加稳定可靠，其性能已经相当于国际先进水平。



图 1.5 （实用型）气相色谱仪外观图（以实物为主）

主要技术指标:

- 操作显示: 5.7寸点阵汉化液晶
- 温控区域: 6路
- 温控范围: 室温以上5℃~450℃, 增量: 1℃, 精度: ±0.1℃
- 程序升温阶数: 9阶
- 程升速率: 0.1~39℃/min 200℃以内为39℃/分钟; 200℃以上为20℃/分钟

检测器技术指标

氢火焰离子化检测器 (FID)

- 检测限: $Mt \leq 5 \times 10^{-12} \text{g/s}$ (正十六烷);
- 噪音: $\leq 5 \times 10^{-14} \text{A}$
- 漂移: $\leq 1 \times 10^{-13} \text{A/30min}$
- 线性范围: $\geq 10^6$
- 最高使用温度: $\leq 450^\circ\text{C}$

热导检测器 (TCD)

- 灵敏度: $S \geq 10000 \text{mV} \cdot \text{ml/mg}$ (正十六烷)
- 噪声: $\leq 30 \mu\text{V}$ ●基线漂移: $\leq 100 \mu\text{V/30min}$

电子捕获检测器 (ECD)

- 检测限: $\leq 3 \times 10^{-14} \text{g/s}$ ●线性范围: 10^4 ●放射源: 63ni

火焰光度检测器 (FPD)

- 检测限: (P) $\leq 1 \times 10^{-12} \text{g/s}$; (S) $\leq 1 \times 10^{-10} \text{g/s}$ ●线性范围: 10^5 (P) 10^3 (S)

1. 3. 2 反控型气相色谱仪

反控型气相色谱仪在原有的设计基础上同时加载了我公司自主研发的彩屏显示技术、气体电子流量控制技术(选配)。使其的自动化水平和整体性能得到了大幅提高。特别是气体电子流量控制技术的研发成功并应用,缩短了国产机型与进口机型的差距,加之本仪器独特的网络远程传输及控制功能,使仪器在无人值守、分散监测、集中控制成为现实。



图 1.5 反控气相色谱仪外观图（以实物为主）

主要技术指标（EPC、EFC 为选配）：

- 操作显示：320*240点阵汉化彩色液晶（可配备触摸屏）
- 温控区域：6路
- 温控范围：室温以上4℃~450℃，增量：1℃，精度：±0.1℃
- 程序升温阶数：16阶
- 程升速率：0.1~39℃/min（普通型）；0.1~80℃/min（高速型）
- 气路控制：机械阀控制方式、电子压力流量控制方式任选
- 气体压力、流量测量：指针式压力表方式；电子压力、流量方式
- 全电子气体压力、流量测量系统
- 单模块最大测量路数：16路
- 量程：0~0.3Kpa（压强）；0~500sccm（流量）；
- 分辨率：0.01Kpa（压强）；0.01sccm（流量）；
- EPC、EFC工作模式：3种；恒流模式、恒压模式、分流模式
- EPC、EFC工作气体：4种；氮气、氢气、空气、氦气
- EPC、EFC程升：4阶
- EPC、EFC控制量程：压力：0~0.6Kpa；流量0~100sccm或0~500sccm（空气）；
- EPC、EFC控制精度：压力0.01Kpa；流量0.01sccm；
- 外部事件：4路；辅助控制输出4路
- 进样器种类：填充柱进样、毛细管进样、六通阀气体进样、自动顶空进样任选
- 检测器数目：4个（最多三种）；FID、TCD、ECD、FPD和nPD任选
- 启动进样：手动、自动任选
- 通信接口：以太网：IEEE802.3

检测器技术指标

氢火焰离子化检测器（FID）

- 检测限： $Mt \leq 3 \times 10^{-12} \text{g/s}$ （正十六烷）；

- 噪音: $\leq 5 \times 10^{-14} \text{A}$
- 漂移: $\leq 1 \times 10^{-13} \text{A}/30 \text{min}$
- 线性范围: $\geq 10^6$
- 最高使用温度: $\leq 450^\circ\text{C}$

热导检测器 (TCD)

- 灵敏度: $S \geq 4000 \text{mV} \cdot \text{ml}/\text{mg}$ (正十六烷) (放大 1、2、4、8 倍任选)
- 噪声: $\leq 10 \mu\text{V}$
- 基线漂移: $\leq 30 \mu\text{V}/30 \text{min}$

电子捕获检测器 (ECD)

- 检测限: $\leq 1 \times 10^{-13} \text{g/s}$
- 线性范围: 10^4
- 放射源: ^{63}Ni

火焰光度检测器 (FPD)

- 检测限: (P) $\leq 1 \times 10^{-12} \text{g/s}$; (S) $\leq 5 \times 10^{-11} \text{g/s}$
- 线性范围: 10^5 (P) 10^3 (S)

氮磷检测器 (nPD)

- 检测限: (n) $\leq 1 \times 10^{-12} \text{g/s}$; (P) $\leq 5 \times 10^{-13} \text{g/s}$

1. 4 仪器结构及主要部件

1. 4. 1 气体流量控制系统

本仪器的气路控制系统设置在整机的左边机架单元中, 包括载气流路, 氢气流路和空气流路, 详见整机流程图 (这是基本配置气路图)。

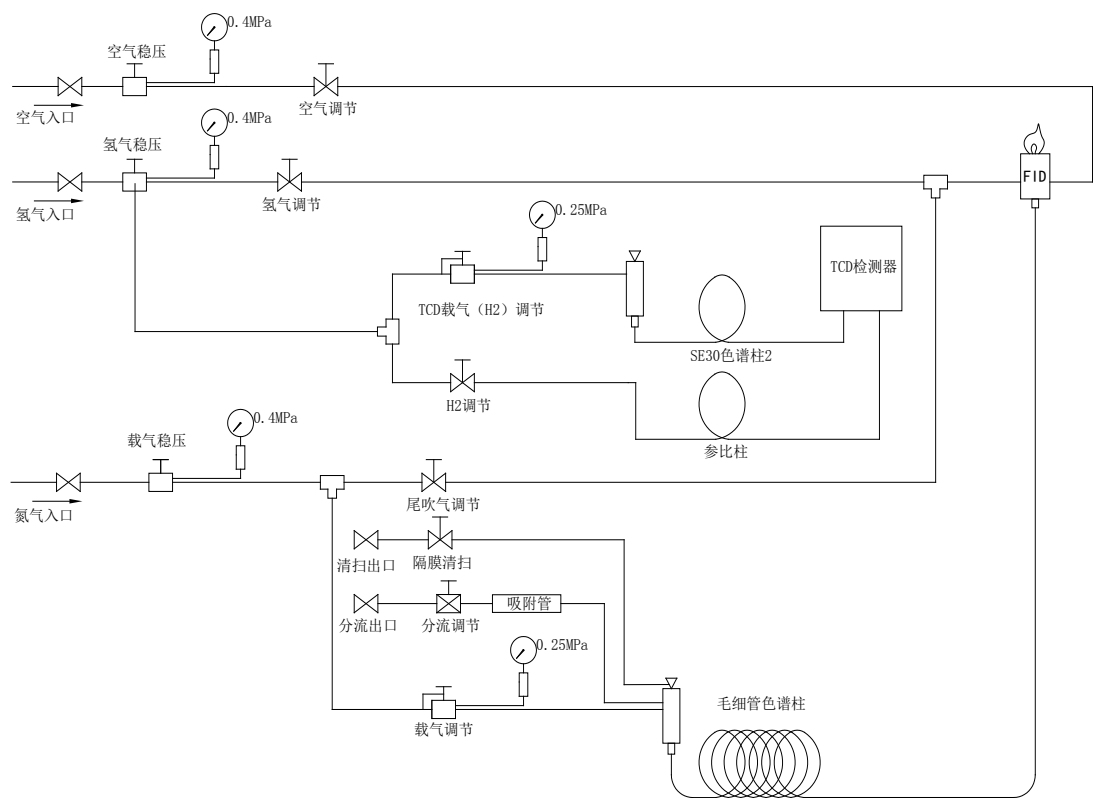


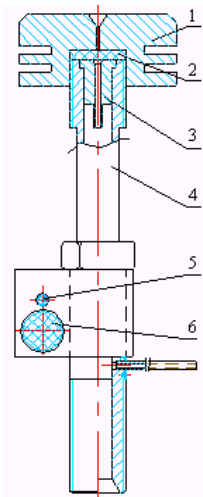
图 1.6 系列气相色谱仪的气路流程图

1. 4. 2 色谱柱箱

气相色谱仪的柱箱具有容积大、升温快、降温快、温度场均匀的特点。
柱箱内胆尺寸为宽 280×深 185×高 300 (mm)，柱箱加热功率为 1500W，柱箱空气浴搅拌采用大叶片风扇，排风量大，柱箱加热器和风叶的左方设计有冷热二个风道，有步进电机同步控制冷热风道的开启或关闭角度，在微机系统的控制下，有效地进行高精度温度控制和自动高速降温，并能实现室温以上 5℃ 的近室温控制。柱箱加热器应用了高绝缘高强度的高频陶瓷，耐高温、耐高压，安全可靠，柱箱通过微机控制具有超温保护功能。柱箱搅拌空气用的低噪音电机。

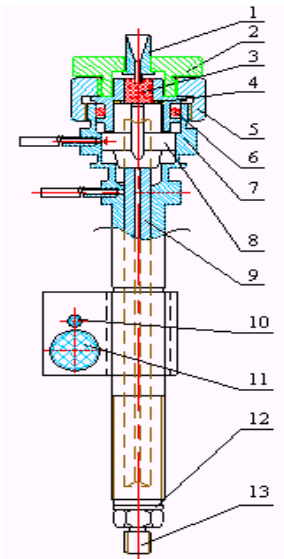
1. 4. 3 进样器

气相色谱仪的进样器安装在柱箱顶部左前侧，分为填充柱进样器和毛细管进样器。填充柱进样器（其结构如图 1.7 所示），毛细管进样器（其结构如图 1.8 所示）。
各种进样器由微机控制器设置并控制其温度。进样器的最上部是一个散热帽，散热帽的下部嵌装有硅橡胶进样垫。进样器的载气进口和气路控制系统中的稳流阀输出口相连接。



1 散热帽 2 进样垫 3 导向件 4 汽化管 5 铂电阻 6 加热管

图 1.7 气相色谱仪进样器结构示意图



1 导向器（毛细） 2 螺帽（毛细） 3 进样垫 4 垫片 5 六角螺帽 6 O 型垫圈
7 汽化管（毛细） 8 滑套 9 导管 10 铂电阻 11 加热丝 12 垫片 13 接头

图 1.8 毛细管进样器（分流不分流）（含隔膜清扫）结构示意图

- 注：**1.仪器可配备多个进样器安装，可以同时安装多根色谱柱；
2.的填充柱进样器可以直接安装外经为 $\Phi 5\text{mm}$ 的填充柱，通过安装不同的衬管，还可以安装外经为 $\Phi 3$ 、 $\Phi 4\text{mm}$ 的填充柱，必要时也可以安装大口径毛细管柱；
3.毛细管进样器（分流不分流）是用于实现毛细管柱的分流/不分流进样。

1. 4. 4 色谱柱

色谱柱是做色谱分析的核心部分，用以分离被分析样品中的各种组份。色谱柱有填充柱和毛细柱二大类型。填充柱柱管的材质常用不锈钢和玻璃二种，特殊有腐蚀性组份的分析时，可采用聚四氟乙烯管。

填充柱内径一般在 $\Phi 2\sim\Phi 4$ ，内径 $\Phi 2$ 的柱效高些，内径 $\Phi 4$ 的柱容量大些。柱外径一

一般为 $\Phi 3$ 和 $\Phi 5$ 二种，本仪器配有各种柱接头，外径 $\Phi 3$ 、 $\Phi 5$ 的柱管都可装接使用。

毛细柱管的材质一般常用玻璃和弹性石英毛细管二种，特殊应用也有采用不锈钢毛细管的，目前，应用较普遍的是使用弹性石英毛细管柱。毛细管柱内径一般分有内径 $\Phi 0.1 \sim 0.15$ 、 $\Phi 0.22 \sim 0.25$ 、 $\Phi 0.32 \sim 0.35$ 、 $\Phi 0.53 \sim 0.6$ 数种，其中内径 $\Phi 0.25$ 和 $\Phi 0.32$ 的称为标准毛细柱，内径 $\Phi 0.53$ 的称为大口径毛细柱，内径 $\Phi 0.1$ 称为特小口径毛细柱。

色谱柱内的固定相是由用户根据自己需要分析的样品来具体选择及制备的，也可向生产厂家提出订购专用色谱柱。仪器出厂可根据用户要求配置色谱柱样品分析。

确定填充柱的参数有：柱内径、柱长、固定液、担体种类和目数以及固定液与担体的配比；确定毛细柱的参数有：柱内径、柱长、固定液和液膜厚度。

1. 4. 5 热导检测器 (TCD)

基本原理：

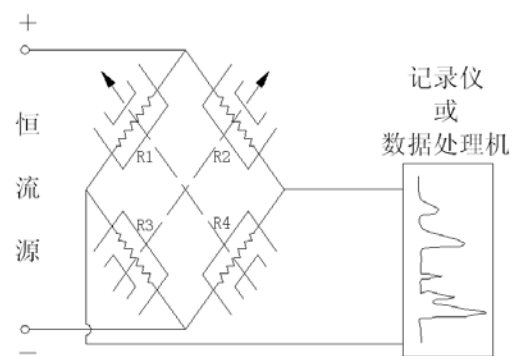
热导检测器是目前气相色谱仪上应用得较为广泛的一种通用型检测器，对有机、无机样品均有响应，而且不破坏样品，可用于常量和微量分析。

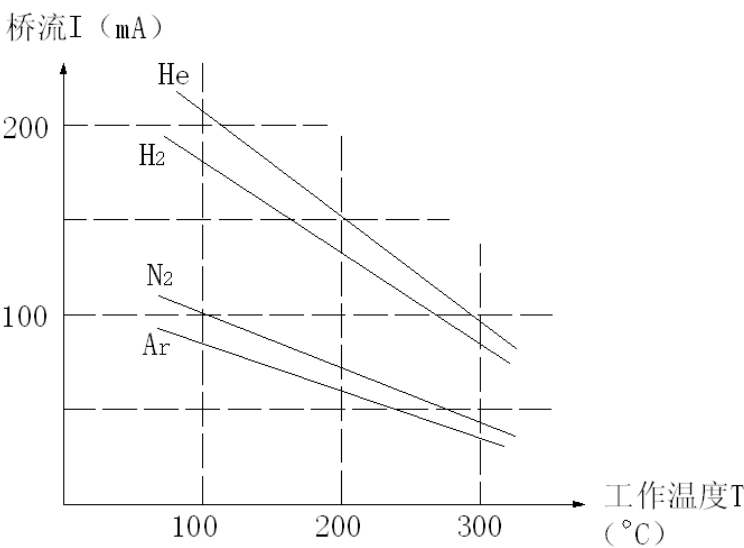
热导检测器是用热电阻式传感器组成的一种检测装置，是基于气体热传导原理和热电阻效应。本检测器的热电阻是采用钨钼丝材料制成的热导元件。并装在金属（不锈钢或黄铜）热导池池体的气室中，在电路上联接成典型惠斯顿电桥电路。

当热导池气室中流经的载气成份和流量稳定，热导池池体温度恒定，流经钨钼丝热电阻的电流恒定时，热电阻上产生的热能与通过载气热传导到池体等因素所失散的热能相平衡，由钨钼丝热电阻组成的电桥电路就处于平衡状态。当被测气体组份被载气带入气室时，就发生了一系列的变化：气室中的气体组成变化 $\rightarrow$ 混合气体导热系数变化 $\rightarrow$ 热电阻温度变化 $\rightarrow$ 热电阻阻值变化 $\rightarrow$ 电桥平衡被破坏，就输出了相应的电讯号，这个讯号与被测气体浓度成一定的线性函数关系，并由二次讯号记录仪表记录下来，这就是气体分析用热导检测的工作原理。

影响热导检测器的灵敏度因素很多，其中热导元件的阻值、池体气室的孔径、热导池测量电路等参数都是生产厂家定型设计好的，与用户操作使用直接有关的影响因素有：a.桥电流，桥电流大，灵敏度高，但受稳定性限制，具体设置还要看使用的载气种类和热导池工作温度，应参考热导池给定曲线图。

在满足分析灵敏度条件下，桥电流适当小些，可增加稳定性和延长热导池寿命。





热导池桥流给定曲线

当应用 H₂气作载气时，桥电流一般使用在 80~160mA，当应用 Ar 作载气时，桥电流一般使用在 70~80mA。b.热导池工作温度，温度越高，灵敏度越低，降低工作温度将受到被测样品的沸点和温度控制的限制。c.载气纯度，载气纯度提高，可提高检测灵敏度。d.载气流量，载气流量越小，灵敏度越高，这个影响因素在 H₂、He 作载气时不甚明显，而在应用 Ar、n₂作载气时影响较明显。例如 Ar 载气流量为 7~8ml/min 时，比流量为 30ml/min 时的检测灵敏度有成倍的提高。

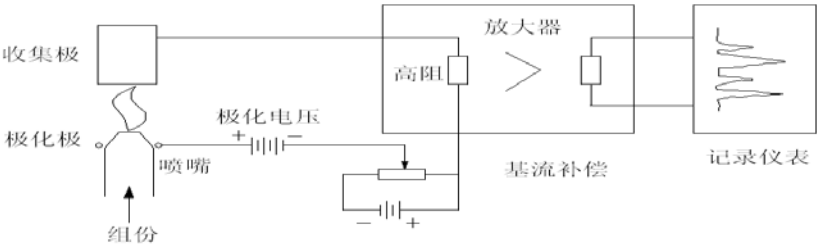
本仪器的热导池装有经精心测量选配四个热导元件，元件 1 (R1) 和元件 3 (R3) 处在同一气路中，元件 2 (R2) 和元件 4 (R4) 出在另一气路中，工作时必须二路同时通载气，一路进样测量时，另一路就作为参比。

警告：由于 TCD 为双路气体结构，在使用 TCD 检测器时，**其二路气必须同时通载气**（不可用空气或氧气），否则会造成热导元件损失（高灵敏度铼钨丝阻值发生变化导致 TCD 气路失去平衡而损坏（正常情况偏差不会大于 0.3 欧）），最好的办法是检测 TCD 出口是否有载气流出（不是氧气或空气）

1. 4. 6 氢火焰离子化检测器 (FID)

基本原理：

氢火焰离子化检测器 (FID)，简称氢焰检测器，它是以氢气与空气中 O₂燃烧产生火焰为能源，当有机物质进入火焰时，在火焰的高能作用下，被激发而产生离子。在火焰上下部有一对电极（上部是收集极，下部是极化极），二电极间施加一定电压（200~300V），有机物在氢火焰中被激发产生的离子在极间直流电场的作用下就定向移动，形成了一种微弱电流，然后流经高电阻（10⁷~10¹⁰Ω）取出电压讯号，经放大后送到二次讯号记录仪表被记录下来。由于 FID 灵敏度高，死体积小，响应快，线性范围广，故能最有效地与毛细柱联用，成为目前对有机物微量分析最有效、应用最广泛的检测器。



氢火焰离子化检测器 (FID) 原理图

检测器采用园筒状收集极,石英加金属喷嘴,极化极为铜片叉口,极化极与喷嘴口相碰,离子室为全密封式结构。FID 的极化电压为+230V,双检测器座落在一铝质加热块中,加热块用内热式加热器和铂电阻进行温度恒温控制。FID 的氢焰点火采用电子点火枪在出口端点火,由于是全密封式结构,出口点火非常容易。点火时 H_2 流量调节到 7 左右,点火后 H_2 流量调节到 4 左右。

影响 FID 检测灵敏度的因素很多,其中喷嘴内径的大小,极间距离,放大器输入高阻和内衰减比例等都是制造单位定型的设计参数,而用户使用中必定碰到的操作参数:气体流量对 FID 检测灵敏度有明显影响,一般空气流量大于 300ml/min 下,对灵敏度就没有影响,所以通常空气流量就可设在 7 左右,氮气:氢气的流量比有最佳值,一般情况下,氮/氢气为 1.37~1.5:1 为最佳,通常载气 n_2 流量在 30~40ml/min 左右,氢气 H_2 流量在 20~30ml/min 左右(氢气流量就可设在 4 左右),氢气 H_2 流量大会提高噪音。气体的纯度和色谱柱老化的好坏会影响基流和噪音的大小,必须引起注意。

警告:

- 1、 在没有接上色谱柱时,不要打开氢气阀,以免氢气进入柱箱。仪器关闭时应当先关闭氢气,降温后,再关闭载气;
- 2、 FID 是高灵敏度检测器,必须用经过净化的高纯度载气、氢气和空气;
- 3、 为了防止检测器被污染,柱子老化时不要把柱子与检测器连接,检测器用螺母封住;
- 4、 通电前检查电路连接是否正确,气路连接是否完整,气体种类是否与要求相符合。

警告: 在仪器工作时,极化电压为 220~250V 高压,请防止电击!

1. 4. 7 电子捕获检测器 (ECD)

电子捕获检测器 (electron capture detector),简称 ECD。电子捕获检测器也是一种离子化检测器,它是一个有选择性的高灵敏度的检测器,它只对具有电负性的物质,如含卤素、硫、磷、氮的物质有信号,物质的电负性越强,也就是电子吸收系数越大,检测器的灵敏度越高,而对电中性(无电负性)的物质,如烷烃等则无信号。

ECD 检测池中封入得放射源 (^{63}Ni) 所产生的放射线 (β 线) 使惰性气体 (n_2) 离子化,在检测池的电极上加上脉冲电压,捕获电子产生电流。吸收电子能力强的强电负性分子进入其中,吸收电子,形成负离子。由于带负电荷的分子比自由电子的移动速度慢,到达正电极的时间长,而且与正离子再结合的概率也增大,使检测器中的电子密度减小,一个脉冲捕获的电子数减少。根据电子数减少的程度相应加上多次脉冲,以保持每个单位时间内电子数的电流恒定,则脉冲数的变化与强电负性分子的密度成正比。ECD 装置简图如下:

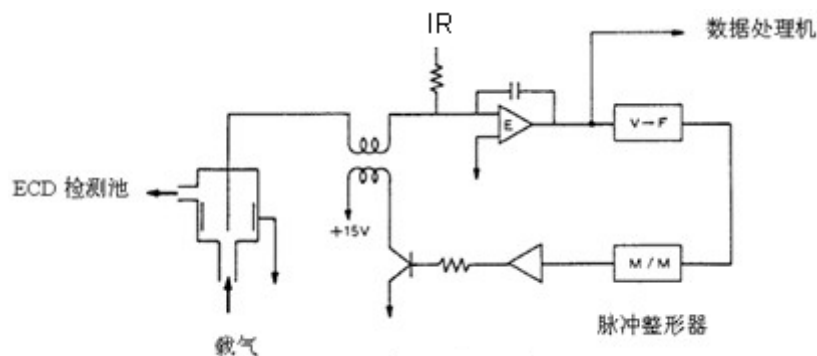


图 1.11 ECD 装置简图

通过放大器 E, 比较设定电流 IR 与 ECD 检测池形成的平均脉冲电流, 将两者相等时的

电压送入下段的电压—频率变换器（VFC）。VFC 发出的脉冲调到适当的脉冲幅度和脉冲高度后送到 ECD 检测池，构成控制电路。

1. 4. 8 火焰光度检测器（FPD）

火焰光度检测器(flame photometric detector,FPD)是 [气相色谱仪](#) 用的一种对含磷、含硫化合物有高选择型、高灵敏度的检测器。试样在富氢火焰燃烧时，含磷有机化合物主要是以 HPO 碎片的形式发射出波长为 526nm 的光，含硫化合物则以 S_2 分子的形式发射出波长为 394nm 的特征光。光电倍增管将光信号转换成电信号，经微电流放大纪录下来。此类检测器的灵敏度可达几十到几百库仑/克，最小检测量可达 10^{-11} 克。同时，这种检测器对有机磷、有机硫的响应值与碳氢化合物的响应值之比可达 10^4 ，因此可排除大量溶剂峰及烃类的干扰，非常有利于痕量磷、硫的分析，是检测有机磷农药和含硫污染物的主要工具。

如图1.12所示，FPD主要由二部分组成：火焰发光和光、电信号系统。

火焰发光部分由燃烧器和发光室组成，各气体流路和喷嘴等构成燃烧器，又称燃烧头。通用型喷嘴由内孔和环形的外孔组成。气相色谱柱流出物和空气混合后进入中心孔，过量氢从四周环形孔流出。这就形成了一个较大的扩散富氢火焰、烃类和硫、磷化合物在火焰中分解，并产生复杂的化学反应，发出特征光。硫、磷在火焰上部扩散富氢焰中发光，烃类主要在火焰底部的富氧焰中发光，故在火焰底部加一不透明的遮光罩挡住烃类光，可提高 FPD 的选择性。为了减小发光室的体积，可在喷嘴上方安一玻璃或石英管，以降低检测器的响应时间常数。

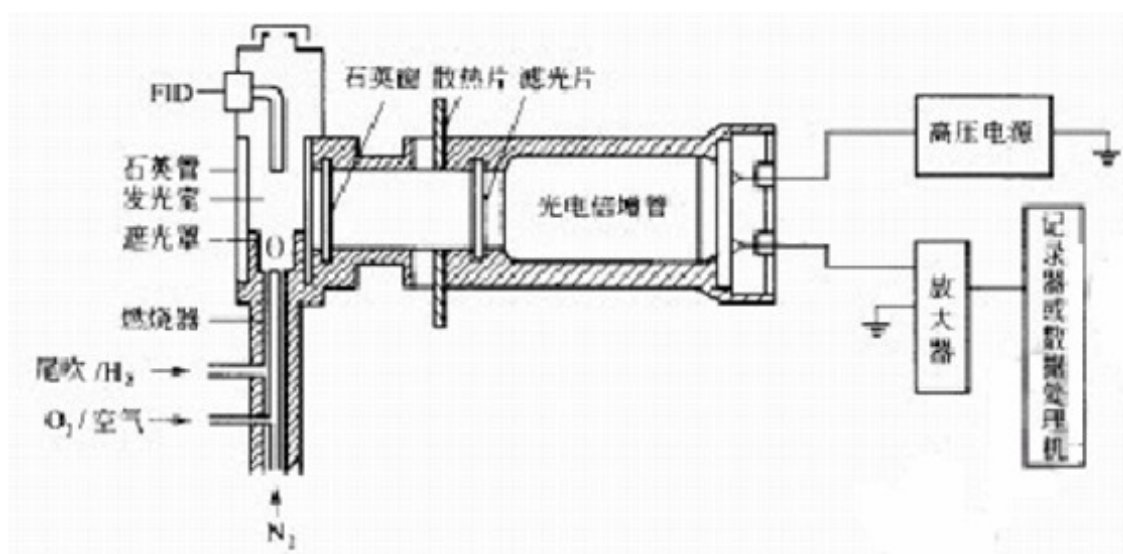


图 1.12 FPD 系统示意图

右为光、电信号部分，为了避免发光中产生的大量水蒸气，燃烧产物和高温对光、电系统的影响，用石英窗和散热片将发光室和光电系统隔开。因 FPD 不是将所有的光变成电信号，而是用滤光片选择硫、磷特征光。

1. 4. 9 显示屏与键盘

键盘设计简洁明了，功能齐全，操作简单，易学易用。因为各种型号仪器键盘操作相似，

所以本书只是详细的介绍了反控的键盘操作，这本书在 3.1 章节中有详细介绍，其他型号的用户可作参考。

1. 4. 10 外部事件控制与通信输出

反控气相色谱仪的外部事件控制在仪器的内部。控制主板左面一列为气路控制输出，右面一列为外部事件控制输出；自上而下二个端子为一组。气路控制输出分别为：载气(氮气)、氢气、空气、点火控制；外部事件分别为：事件 1、事件 2、事件 3（或报警输出）、事件 4（或快速降温控制）输出。

仪器的通信采用 10M/100M 自适应以太网接口（反控型）。通过局域网与工作站计算机通信。

注：为了保持仪器的高分辨率、高稳定性，在仪器的内部集成了 24 位的 AD 电路，常规的模拟信号不再输出，且只能与本公司的工作站相接。

注：事件 3（或报警输出）做报警输出时，是将第 3 路外部事件时间程序不用（全部清零）；

注：事件 4（或快速降温控制）做快速降温控制时，是将第 4 路外部事件时间程序不用（全部清零）；

说明：此项目只针对反控气相色谱仪

1. 4. 11 电源开关

电源开关为机器的电源开关。

警告：当打开机器，可能触及电气部分时，应将电源插头拔离电源！关闭电源开关，色谱仪器内部部分电器仍有高压存在！

1. 4. 12 工作站

目前我国主要采用浙江大学研制的 n2000 系列工作站（n2010-n3000 等）和 ZB-911-III 系列工作站，这类工作站比较简单这里不做赘述。

注：这类工作站需要电脑提供 UBS 接口和 RS232 通信接口（COM 口）

反控型色谱仪网络版工作站为适应气相色谱仪的网络化需求，从根本上解决传统色谱仪的使用弊端，公司研发了突破传统的网络版专用工作站。该工作站适用于所有色谱仪。

传统工作站软件一般只设计支持 RS232 通信接口，众所周知，这种通信接口是即将淘汰的一种通信方式（众多电脑厂家生产的电脑也不再装配这一装置）另外这种通信接口由于是点到点通信，且通信速率低，采用这种通信方式无法完成多台仪器数据的同时处理。该网络版工作站除保留了传统工作站的功能外，增添了多个创新功能。该网络版工作站采用的机理先进、通信容量大、接口方便的以太网通信方式，一举攻克了传统工作站软件的这一弊病；一套传统工作站软件一般只能同时支持 2 个通道的数据处理，而该网络版工作站可以支持多台色谱仪的多个通道的数据同时处理（最大设计支持 5000 个色谱仪链接）；由于一套网络版工作站可以同时支持多台色谱仪，谱图文件的管理就尤为重要。为此本系统设计了自动生成色谱仪文件夹、自动生成时间文件夹、以及按时间、班次或序列命名谱图文件功能，简化了文档管理，方便了用户使用。

该网络版工作站突破了传统工作站的只能纸质输出报告的模式，开发了可以将分析结果通过多种传输方式（互联网、CAN 总线、MODBUS/TCP、GPRS 通信、3G 通信、无线专网等）远程地传输到客户需要的地方。这一功能极大地方便了用户的使用，使人工送样（配合

自动进样)、人工传送报告成为了历史,节省了人力物力。

该网络版工作站可配备“组份含量监控系统”,完成色谱组份含量的统计、分析、监控,可用于化工产品生产中(如:反应、分流、精馏等)对样品进行各个组份的数据统计、含量变化趋势、阈值检测、阈值报警,使组分含量变化趋势一目了然,当天或当班的数据自动存档,免去了人工分析谱图、人工整理谱图、人工判断结果,提高了工厂的自动化水平。

特点与功能:

- 色谱数据处理与仪器操作控制有机的结合,使得操作方便,界面友好;
- 采用 10/100M 自适应以太网通信技术;通信速率高、支持远距离数据传送和控制;
- 采用多线程技术实现信号采集、数据处理、用户管理三者同时协同工作;
- 独特的软件架构,实现了一个系统多个监控座席的丰富配置;使得仪器数量不多的用户可以在单一电脑上完成分析结果的查看管理;仪器数量较多的用户可以配备多个监控座席以满足多人同时工作;
- 配备分析结果扩展通信接口,支持用户二次开发和功能扩展;
- 独有的谱峰智能辨识技术,最大程度的减少需要用户设置的谱图处理参数,基本实现判峰、基线校正、重叠峰分割的自动处理;
- 可由符合 A/A(美国分析学会)标准的 CDF 文件读入采样数据,由此可与 Agilent、Waters 等色谱工作站接轨;
- 采用独有的高保真数字滤波算法,拥有强大的抗噪声干扰能力,可以检测与基线噪声同级的弱小峰;
- 数据处理具有:归一法、校正归一法、单点校正法(单点内标法、单点外标法)、多点校正法(多点内标法、多点外标法);
- 工作站支持 MODBUS/TCP 协议,可以方便接入 DCS,完成分析结果的 DCS 处理;
- 输入电压范围: $-2.5V \sim 2.5V$
- 积分灵敏度: $0.05\mu V \cdot s$
- 最小分辨率: $1\mu V$
- 动态范围: 10^7
- 线形度: $\pm 0.005\%$
- 重复性: $\pm 0.005\%$
- 采样周期: 10、20、30、40、50 次/秒可调

2 仪器的安装

2.1 仪器运用环境要求

2.1.1 安装环境要求

气相色谱仪应在温度和相对湿度分别为 $5 \sim 35^{\circ}C$ 和 $0 \sim 85\%$ 的范围内使用。但最好是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。

若将仪器暴露在腐蚀性物质(不管是气体、液体还是固体)中,就会危及气相色谱仪材料和零部件,应避免。

安装气相色谱仪的试验台必须稳固。试验台的震动会影响仪器的稳定性。为了能使柱炉

的热空气的排出，仪器的背后还应留出至少 30cm 的空间（且在后面不要放置易燃物品!），以及 30—40cm 的通道，以便安装、检修色谱仪。

若需要 10/100M 的以太网，可以用 HUB 或交换机等构建以太网。

2.1.2 电源环境要求

气相色谱仪的接入电源为 220V±10%（50Hz±0.5 Hz），能提供的功率不小于 2000W。为了保护人身的安全，气相色谱仪的面板和机壳按照国际电工技术协会的要求，用三芯电源线接地。

注：为了减少仪器的电器噪音，必须接地良好。

警告：严禁将水管、煤气管、零线等代替接地线！

2.1.3 气体环境要求

为了发挥气相色谱仪最佳性能，使用气体必须达到相应纯度级别。我们推荐如下的纯度值。

检测器	所需气体及作用	气体名称	纯度
FID、FPD 及 nPD	载气和尾吹气	n2 或 He	不小于 99.999%
	燃气	H2	不小于 99.99%
	助燃气	Air	尽可能洁净、干燥
TCD	载气	H2 或 He	不小于 99.999%
ECD	载气和尾吹气	n2	不小于 99.999%（脱氧）

我们建议在气路上要装上净化器！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。

2. 2 仪器的拆箱

仪器到货后请及时检查仪器外包装的质量，如有损坏，请立即与厂家或销售商联系。拆箱后，请对照发货单清点配套部件，如发现配套部件不符或仪器外观有破损现象，请立即与厂家或销售商联系，以便您免受不必要的经济损失或延误您的工作。

检查无误后请打开仪器柱箱门，察看马达风扇页轮是否运转灵活，固定螺丝有无松动；如有松动应及时排除。

同时请检查电源插头中线路有无短路现象，如有短路现象万不可将仪器接入市电！

2. 3 仪器的安装

检查无误后，将仪器小心放置在工作台合适的位置。工作台必须稳固。仪器后面不要堆放易燃物品并留有检修的空间。

2. 3. 1 气源的安装

安装前的准备：使用气相色谱仪之前请参照 2.1.3 所述,并根据你欲使用的检测器的种类配备气源。

安装:气源请安装在安全之处。如采用钢瓶气源,钢瓶应加以固定以防止翻倒造成事故。无论选择何种形式的气源(如:气体发生器,钢瓶气源,空气压缩机等),皆应仔细查阅所产生气体的质量是否满足气相色谱仪的气源要求。以免影响分析结果或造成色谱仪的污染甚至损坏!

2. 3. 2 减压阀的安装

如采用钢瓶式气源,其减压阀(双表头:左边为低压,右边为高压)安装步骤如下:

- 1. 将二只氧气减压阀和一只氢气减压阀的分别拧下,接上**减压阀出气接头**见右图(左下角的宝塔结构),旋松(逆时针)低压输出调节杆(不要旋紧);
- 2. 将减压阀装到钢瓶上,旋紧螺帽(注意氢气阀为反丝)后,打开钢瓶高压阀,减压阀高压表应有所指示;
- 3. 关闭钢瓶高压阀后,减压阀高压表指示不应下降,否则就有漏气之处,应予以排除后才能使用。

注:若用发生器请按照相应发生器说明书操作



2. 3. 3 外气路的安装

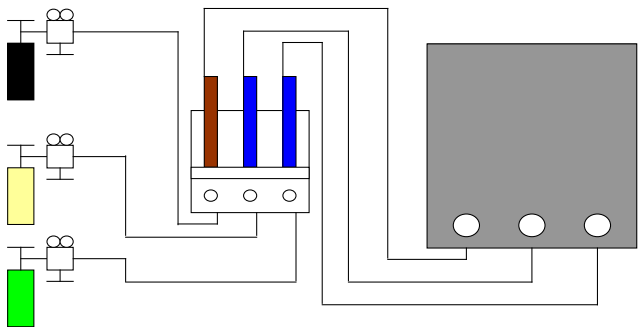


图 2.1 外气路连接示意图

该气相色谱仪的气路输气管主要是 $\Phi 3 \times 0.5$ 聚乙烯管或 $\Phi 3 \times 0.5$ 铜管或不锈钢导管(自备)。将输气管按需要长度切成六段(用铜管及不锈钢管请用相应的切割工具,注意割伤),按图 2.1 所示连接气源--净化器--色谱仪。

聚乙烯管或不锈钢导管接头处的连接方式按图 2.2 所示操作。

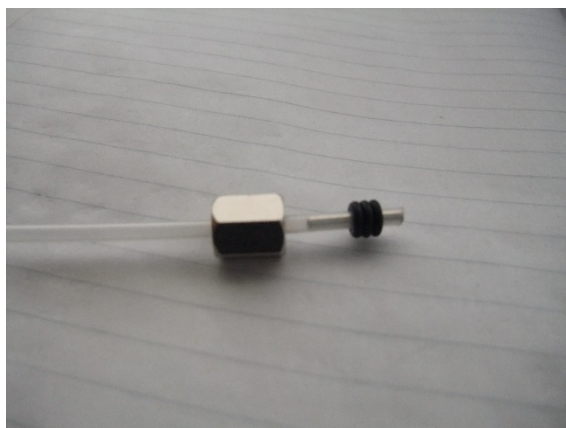


图 2.2 聚乙烯管气路连接示意图

- 注：**
- 1、剪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、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。
- 其余的外气路连接与上相同。

气相色谱仪亦可采用 $\Phi 3 \times 0.5$ 外径的不锈钢或紫铜管来作为外气路的连接管。

其连接方法如图 2.3:



图 2.3 金属管气路连接示意图

注意：

1. 气路分流放空口和检测器放空口应采用管道将气体通到室外，以免分析有毒有害物质时造成室内空气污染；
2. 在实操中，注意经常检漏！一旦某处发生泄露，轻则影响仪器正常工作，重则造成意外事故（如氢气泄露就可能引起爆炸）！
3. 载气输入到色谱仪的压力必须在 0.343—0.392MPa 范围内（相当于 $3.5\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ ）；
4. 空气输入到色谱仪的压力必须在 0.294 K Pa—0.392MPa 范围内（相当于 $3\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ ）；
5. 氢气输入到色谱仪的压力必须在 0.196 K Pa—0.392MPa 范围内（相当于

2kg/cm²—4kg/cm²);

6. 如果使用氢气为载气时, 输入到色谱仪的载气入口压力应在 343000Pa (相当于 3.5kg/cm²)。

说明: 载气输入到色谱仪的压力: 一般是指: 钢瓶分压或者是发生器压力表指示压力

2. 3. 4 色谱柱安装

2. 3. 4. 1 填充柱的安装

安装前的准备: 请按照色谱柱上面的标示确定色谱柱安装方向, 务请注意!

金属柱安装方法确定

拧紧柱子上的螺母, 将柱子装进进样器, 假定密封垫圈 (**石墨垫或者四氟乙烯垫**) 已经定位在柱子上, 若是 3mm 的柱, 只需要用手拧紧再加 1/4 圈就足够了, 若是 6mm 的柱子, 用手拧紧后, 再拧 3/4 圈就足够了。

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

6mm 玻璃柱方法确定 (购买前请确定安装位置及间距尺寸)

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

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

安装位置确定: 在进样器末端必须留出足够的空间, 以防插入的针头接触玻璃毛堵头或柱填料 (至少留出 50-55mm)。

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

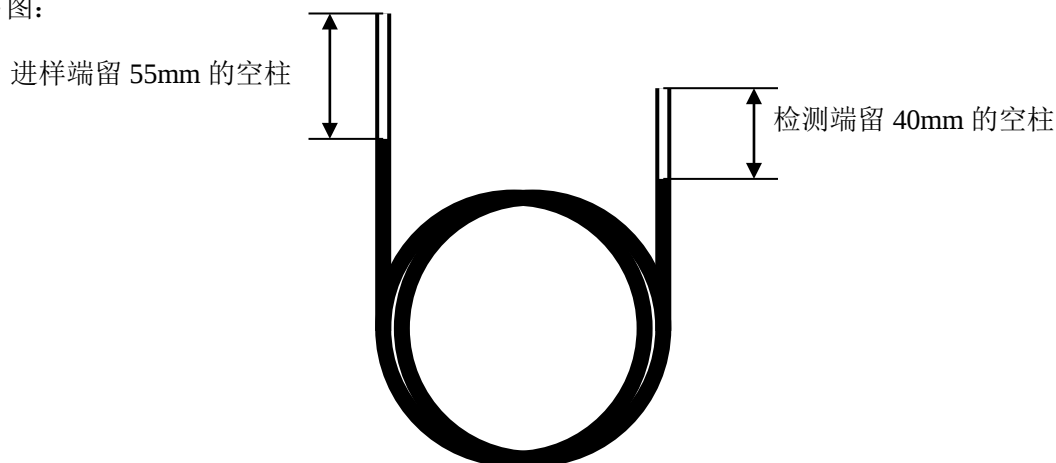


图 6.1 填充柱两端留空管部分示意图

1、把螺母和密封圈 (或 O 型圈) 放在柱子上。

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

- 2、把柱插进进样器和检测器，尽可能插到底。把柱箱底清扫干净，可以从柱子的比较长的一端开始，以较小的角度开始，将柱插入。
- 3、把柱子拉出大约 1~2mm，用手拧紧柱上的两个螺母，螺母要拧多少，这取决于所用的密封圈的类型。若是 O 型圈，用手指拧紧就足够了。

说明：订购色谱柱时候请说明空间预留，若色谱柱厂家未能提供预留空间，请先安装到顶端再向下移动到所需要的预留空间。

注 意

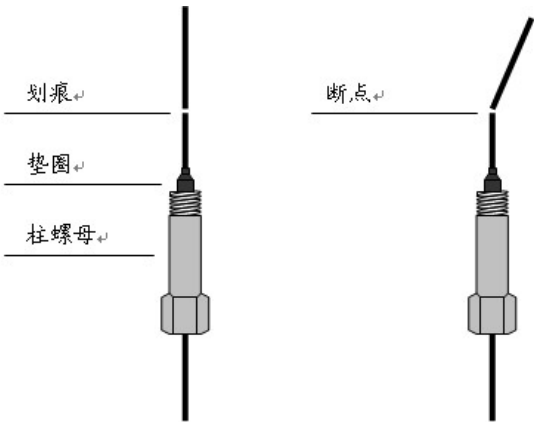
若柱子上的螺母拧得过紧，会拧坏柱子。

2. 3. 4. 2 毛细管柱的安装

安装前的准备：请按照色谱柱上面的标示确定色谱柱安装方向，务请注意！

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

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



警 告

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

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

(1) 与进样器连接

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

① 往色谱柱上装上螺母和密封垫圈。

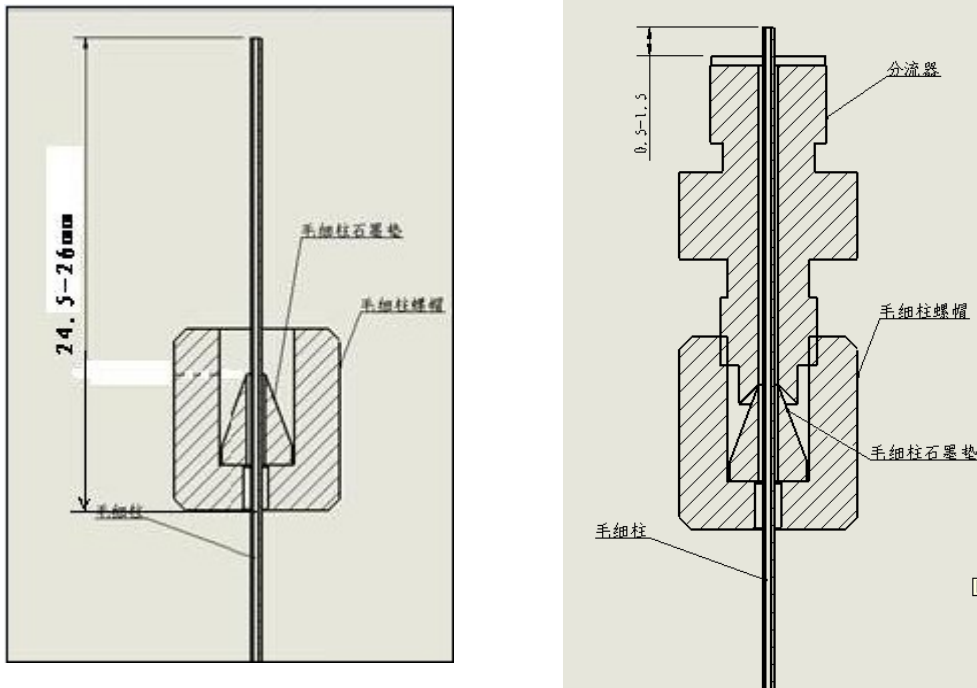
毛细柱最好是采用石墨密封垫圈，因为在很宽的温度范围内，它的密封性能都很好。可以使用的石墨垫圈有两种规格，根据柱子的外径而定：1.0mm 的用于玻璃毛细柱或 530 μ 系列毛细柱，0.5mm 的用于内径 0.20 和 0.32mm 的熔融硅毛细柱。

②按本节中“毛细柱的准备”来准备一个新柱尾。

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

③给柱子定位，让它从密封圈顶部伸出来大约 24.5-26mm。

装好的位置一般高于分流器 0.5-1.5mm



(2) 与检测器连接

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

安装毛细管柱前, 确认检测器中毛细柱喷嘴已装好。

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

(3) 检漏

色谱柱装好后, 需要进行检漏, 以确认柱子的连接处是否密封。

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

注意

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

毛细管柱绕在金属框上, 此框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。柱两端由框底部伸出, 平顺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。石墨垫圈穿过柱时可能会污染柱, 可按“准备熔融硅毛细管柱”中的说明切割柱端。

2. 3. 5 系统检漏

外气路安装完成后，需进行检漏，以免造成事故发生。检漏按如下步骤执行：

- (1) 将主机上的载气稳流阀、氢气、空气针型阀全部关闭；
- (2) 将钢瓶低压调节杆处于放松状态，开启钢瓶高压阀，再缓慢调节低压调节杆，使低压表指示为 3 kg/cm²；
- (3) 关闭钢瓶高压阀。此时减压阀上的低压表指示不应下降。否则，外气路中存在漏气，应仔细检查并予以排除。

2. 5 色谱工作站软件的安装

请查阅软件说明书或软件光盘

2. 6 系统的开机

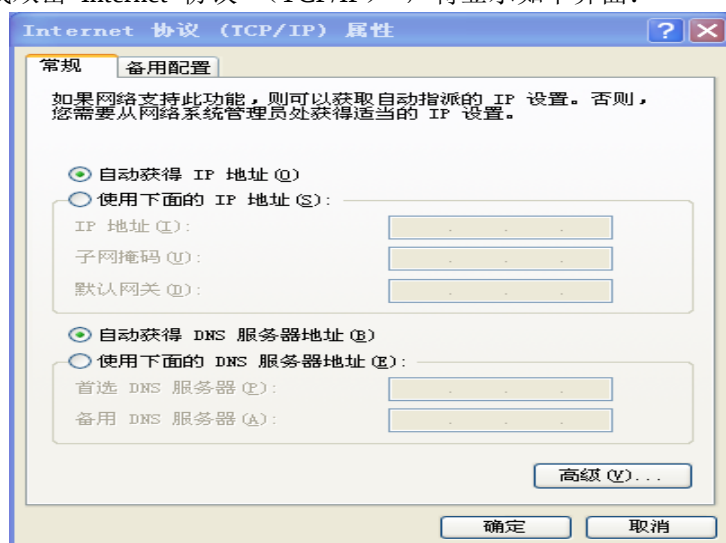
当系统构建完毕，就可以开机以及网络参数的设置了（说明：实用型气相色谱仪不需要设定网络参数，因其不能实现计算机控制）

网络参数（这里包括计算机和网络色谱仪）的设置是本系统中一个重要的参数设定。如果设置不正确，会使系统部分功能不能实现甚至系统不能运行。所以在设定本系统的 IP 地址前一定要规划好 IP 地址的分配，不要使本网络的 IP 地址与其他计算机或设备的 IP 冲突。在使用路由器并且使用路由器的“DHCP”功能时，本系统的计算机和网络色谱仪要尽量避开使用“DHCP”的 IP 段，以防其他计算机或设备分配到本系统设定的 IP 地址。

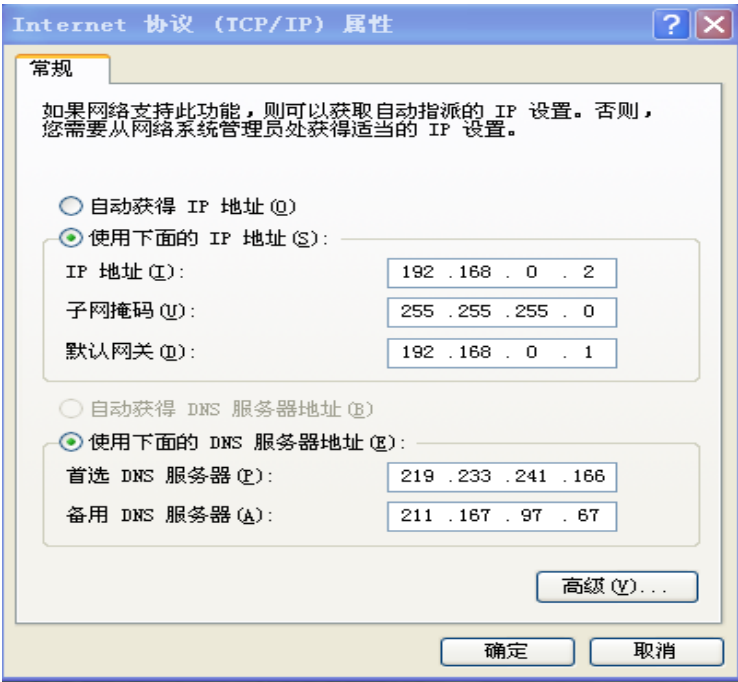
2. 6. 1 计算机的网络设定（仅用于反控型气相色谱仪）

首先将“本地处理计算机”以及“单位主管计算机（如果需要）”的 IP 地址、网关、子网掩码设定。设定网络参数时应避免与本网络中的其他的网络设备（如电脑、网络打印机、网络色谱仪、网络电话等）的 IP 地址冲突。

设定计算机的 IP 地址可参照如下方法：在操作系统的桌面上的“网上邻居”单击点右键，选择“属性”单击；选“本地连接”击点右键，选择“属性”单击；单击“Internet 协议（TCP/IP）”再单击“属性”或双击“Internet 协议（TCP/IP）”，将显示如下界面：



单击“使用下面的 IP 地址 (S) ”，依次输入“IP 地址 (I) ”、“子网掩码”、“默认网关”，按“确定”即可。如下图所示：即是将本计算机的 IP 地址设置为“192.168.0.2”。



注：如果用户的这台电脑还需要登录互联网（俗称：上网），则需要设定 DnS 服务器地址。DnS 服务器地址可咨询互联网服务商。

2. 6. 2 光谱仪的网络参数设定 *（仅用于反控型气相色谱仪）*

设置网络光谱仪的 IP 地址同样要遵循 2.4.1 的原则。只需将本色谱仪的 IP 地址设置为一个空余的 IP 地址即可。详细参照：3. 1. 8。

2. 6. 3 系统端口映射的设定 *（仅用于反控型气相色谱仪）*

如果构成本系统的处理计算机和网络光谱仪在同一个局域网并且使用同一个网段，则不需要设定系统的端口映射（一般在路由器等网络设备中设定）。

如果本系统是通过互联网联通的，则需要在路由器中做好端口映射的工作。比如：单位主管计算机（或上级主管计算机）和分析实验室不在同一个局域网里，而主管计算机和分析实验室都有登录互联网的服务，则可以设置路由器的端口映射以完成系统的联通。

这里只需将主管计算机所在的路由器的“转发规则”里的“虚拟服务器”配置一下。比如：我们假设“主管计算机”的 IP 地址是“192.168.0.2”，只需将 8000、8001 端口配置到这个 IP 地址上即可。见下图所示：

虚拟服务器

虚拟服务器，简单地说，您可以做这样的指定：对路由器任何一个或一段协议端口的访问（从WAN口进来的访问），都可以重定位到局域网内某一台指定的网络服务器。

ID	服务端口	IP地址	协议	启用
1	8000	192.168.0.2	ALL	☒
2	8001	192.168.0.2	ALL	☒
3		192.168.0.	ALL	☐
4		192.168.0.	ALL	☐
5		192.168.0.	ALL	☐
6		192.168.0.	ALL	☐
7		192.168.0.	ALL	☐
8		192.168.0.	ALL	☐

常用服务端口：

DNS (53)

填充到 ID 1

上一页

下一页

清空

保存

这里要特别注意的是：此时在色谱仪上设定的单位主管计算机（或上级主管计算机）的IP地址不是这台计算机内网的IP地址，而是这台计算机所在的局域网的公网的IP地址。即：不是“192.168.0.2”，而是这台路由器所分配的公网的IP地址。这一公网的IP地址可以通过访问路由器来查看获得，也可以咨询互联网服务商（比如：电信、网通、铁通等）。

注：不同厂家的路由器配置访问的界面会有所不同。但大同小异。

2. 6. 4 系统的联通初测（仅用于反控型气相色谱仪）

完成上述几项配置，就可以开始系统的联通初测了。分别运行计算机“网络色谱仪工作站”软件和“网络色谱数据处理”软件并打开色谱仪电源。如果联机正常，在“网络色谱仪工作站”软件的“色谱仪管理”处会出现彩色（灰色表示这台色谱仪没联机）的图标（图标的下方是本色谱仪的ID码），右侧功能区会显示该仪器的运行参数，谱图区会显示空走的基线。此时就可以进行系统的操作了。

3 气相色谱仪器的操作

3. 1 键盘操作

系列气相色谱仪设计有六路控温算法，可以对六个温度控制区域进行独立的控温设定和温度控制。并且色谱柱箱具有的8阶或16阶程序升温功能。柱箱后门会根据柱箱的控温算法自动启闭。

基础性和II型的显示屏均为单色汉字液晶显示屏，反控型是5.7寸汉化彩色液晶（可配备触摸屏），可一目了然的查看仪器的工作状态。键盘设计简洁明了，功能齐全，操作简单。因为基础性有对应的说明书，所以本书只是详细的介绍了实用型型气相色谱仪和反控型气相色谱仪的键盘操作。

3.1.1 实用型型气相色谱仪键盘操作

面板与键盘设置:

- 1、开机，屏显示：型号、厂名、版本号。
- 2、按主菜单显示：

温度
程序升温
进样器 1
进样器 2
检测器 1
检测器 2
外部事件

在光标显示温度时，按输入键，屏幕显示：

	设定值	实际值
柱箱	200	20
进样器 1	...	...
进样器 2	...	...
检测器 1	...	...
检测器 2	...	...

- 按数字键设定各项温度，设定值再按输入键。
- 3、程序升温设置
- 按主菜单，再按▼角向下键至程序升温，再按输入键，进入程序升温显示界面，从初始温度设定温度，按输入键至初始保持时间设定值，按输入键进入至一阶，进入一阶速率光标按数字键，再按输入键进入一阶温度，按数字键设置所需温度。按输入键进入一阶保持时间，按数字键，设所需时间按输入键，这样一阶程序升温设定好。再按开始键，这样就运行一阶程序升温。如需设定几阶程序升温，就按照一阶程序升温的设置方法来设定后几阶程序升温。
- 提示：一阶温度必须大于初始温度，二阶温度必须大于一阶温度。依次类推。

	速率	温度	保持时间
初始	...	...	...
一阶	...	...	...
二阶	...	...	...
三阶	...	...	...
四阶	...	...	...
五阶...	...	...	...

- 4、进样器设置
- 毛细管进样器分流/不分流的设定。按主菜单进入到毛细管进样，光标按输入键，
- 温度XXX
初始状态不分流
切换时间0.00（最小 0.01 分-99 分）
- 5、氢火焰检测器的设定
- 温度设定值
- 按▼键光标至量程显示，按 7-10 数字，按输入键。这样放大器量程设定好了。
- 按▼键光标至点火，按输入键进行点火，自动点火大约 3 秒钟，二个检测器是先后分别点火的。先点一个检测器大约 3 秒钟后点另二个检测器大约 3 秒钟。
- 检测一 氢火焰检测器设置

	设定值	实际值
温度		
量程		
调零		
点火		

- 6、检测二 热导池检测器设置
电流设定参数关机后不保留，每次开机都要手动设定，设定前先看载气是否打开，没有打开载气设定电流会烧断热导池的钨丝，钨丝是不包修的。
按主菜单至检测器二，按输入，屏幕显示热导池检测器
按▼键光标至电流，按数字键 0-220，再按输入键。这样电流就设置好了，最大电流为 250 毫安。

	设定值	实际值
温度	100	
电流	130	
极性	正～负	

极性设定：按▼键光标至极性，按输入键会切换极性。

- 7、外部事件的设置与操作 1
光标显示外部事件 1 按输入键，显示：

	设定值
初始状态	关
切换时间	0.00
切换时间	0.00
切换时间	0.00
切换时间	0.00
切换时间	0.00

按▼键光标至初始状态，按输入键会切换开和关的状态。
按▼键光标至切换时间，输入数字键后按输入键即可（0.01-99 分钟）。

实用型型的按键设计比较少，方便灵活，操作起来比较便利。

3.1.2 反控型气相色谱仪键盘操作



反控气相色谱仪的操作键盘共 22 个操作按键以及 3 个状态指示灯：

开始 键为控温开始键（开机第一次按动）或信号处理、程序升温开始键（控温状态以后）。

注意：如在准备灯未被点亮时，按**开始**键程升无效。

结束 键为结束信号分析或程序升温状态下的停止程序升温的按键；

休眠 键控制显示屏关闭或打开状态，不影响仪器的工作状况。可以延长液晶显示屏的使用寿命；

帮助 键用户可以查看到本公司联系方式，及色谱仪的操作简要；

语言 键可以切换操作界面的语言状态，即显示中文或英文；

经济 键色谱仪将暂时关闭不使用的氣源关掉，以节约费用，如昂贵的氦氣、氩氣等；

设置 键为使仪器进入设置状态的按键；进入设置状态后，待设置的内容反显；

↑ 键为显示界面的上翻按键；在设置状态，可移动设置的位置；

↓ 键为显示界面的下翻按键；在设置状态，可移动设置的位置；

输入 键为使设置参数确认按键；

中间复合键共 12 个。设置状态时为键上部分数字、“删除”和“.”功能键；在非设置状态时，为键下部分所示功能键，轻按这些功能键将使仪器进入相应的界面显示。

准备 灯长亮表示允许控温的各路控制单元的实测温度达到了设定值，其中柱炉温度为设定值的 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，其他为设定温度的 $\pm 6^{\circ}\text{C}$ ，此时可以进样。

故障 灯长亮表示仪器出现故障，并会显示所出故障的原因，请用户及时排除。

联机 灯**长暗短亮**表示仪器正在工作但未与工作站联机，**长亮短暗**表示仪器正在工作且与工作站联机成功；**长亮或长暗**表示仪器内部有故障，有待检查。

注：进入设置状态后，没有操作键盘，5 分钟后将自动退出设置状态。

当温度控制系统发生故障时，可能会造成温度失控，当任何一个控温区域的实测温度达到设置保护温度时，微机控制器会自动切断加热电源，并在显示器的状态显示区域显示超温报警的内容提示（详见故障与排除章节）。当色谱柱箱内温度超过 450°C 时，色谱柱箱内的熔断片即熔化，以切断色谱柱箱加热电源，保护柱箱。重新开机前须更换熔断片。气相色谱仪的附件中备有熔断片（附录 D 中配件：29）。

3.1.2.1 温度控制的查看与设定

在仪器开机的状态下，按**温度**键使仪器进入温度显示状态，可以查看到各路温控运行状

态，如下图所示：

温度	程升	事件	流量	文件	网络
控 区		使能	设定		实测
进样器:		开	040℃		026.0℃
柱 炉:		开	200℃		030.3℃
检测器:		关	100℃		029.3℃
检 测 2:		关	134℃		606.7℃
辅 助 1:		关	135℃		029.5℃
辅 助 2:		关	136℃		606.8℃
控温状态					结 束
控 区		保 护			状 态
进样器:		060℃			开
柱 炉:		270℃			开
检测器:		120℃			关
检 测 2:		154℃			关
辅 助 1:		155℃			关
辅 助 2:		156℃			关
等待...			000.00	10:00	

控区是显示 6 路控温的名称，该名称在出厂时已做配置；如果需要修改可以通过工作站软件进行修改，详见：4.2.2 章节。

使能是将 6 路控温设置成工作状态或关闭状态。“开”表示工作状态，“关”表示关闭状态。当某一路控温被设为“开”状态时，该路控温在按动 **开始** 后将处于加热控温状态，并且其控温误差将作为准备灯点亮的依据。当某一路控温被设为“关”状态时，该路控温在按动 **开始** 后也不处于加热控温状态，且该路与**准备**灯点亮无关。

设置是显示 6 路控温的设置温度。

实测是显示 6 路控温的实测温度。

保护是显示 6 路控温的保护温度。该温度是仪器根据用户设定的温度自动计算出来的，无需修改。

状态是显示 6 路控温是否处于加热状态。该状态是仪器根据控温状态自动计算出来的，无需修改。

按 **设置** 键可以使某一参数反显（此时为设置状态，下同！），如果不需设置，再按一下**设置** 键，即可退出设置。设置状态下，按**↓** 键 、**↑** 键可以选择设置其他的参数，按数字键可以设置参数，按**输入** 键为使设置参数存入仪器并自动进入下一条设置。在非设置状态下（界面上无反显状态），此时如按**↓** 键 、**↑** 键可以切换到其他操作界面，设置参数步骤同理。

注：当设置各路“使能”状态时，按**删除**键为使能开关键，也可以在工作站设置。

注：当参数改变时，如不按**输入** 键，设置参数只作为显示内容而不被仪器保存、执行；下同。

3.1.2.2 开启或关闭控温系统操作

在仪器开机的状态下，按开始键使仪器进入温度控制系统。此时会听到仪器内部有继电器吸和的响声，“使能”为“开”的各路控温区域会加热控温。同时“状态”栏会显示各路的加热状态。如没有进入温度控制状态则此“状态”栏全部显示“关”。

当柱箱温度达到设定的±1℃、其余各使能为开的各路温度达到设定的±6℃时，“准备”灯被点亮，键盘下方的状态显示区也会出现“准备”字样。

注：当“准备”灯被点亮时，如再按开始键将启动工作站进入分析状态；同时，如果程序升温参数、外部事件参数有效时，将同时使仪器进入程序升温状态、外部事件控制状态。

在仪器温控的状态下，按关闭键会显示如下界面：

检 1	检 2	检 3	秒表	关闭	关于
关闭控温？					
注意：关闭控温后					
按操作规程关闭电源，载气！					

当界面中的“关闭控温？”反显，如按输入键，即关闭控温。此时会听到仪器内部有继电器施放的响声，后开门会自动打开进行降温；如按设置键，“关闭控温？”停止反显，即退出该界面设置，此时按其它键则可切换界面。

3.1.2.3 程序升温的查看与设定

在仪器开机的状态下，按程升键使仪器进入程序温度显示状态（也可以在非设置状态按↓键或↑键进入），如下图所示：

温度	程升	事件	流量	文件	网络
初始化时间			005.0 min		
1 阶	10.0℃/min	250℃	010.0 min		
2 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
3 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
4 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
5 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
6 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
7 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
8 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
9 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
10 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
11 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
12 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		
13 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min		

14 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min
15 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min
16 阶	00.0℃/min	000℃	000.0 min
等待...		000.00	10:02

界面上方是初始化时间，为需要等待开始升温的时间，中间第 1 列为程升阶数，第 2 列为升温速率，第 3 列为终止温度，第 4 列为保持时间。界面最下行为状态显示区，会显示出仪器当前的运行状态，秒表记录等待的时间，以及当时时间

注：参数的设定同 3.1.1 的温度的设定。

注：程升终止温度设置要高于柱炉的设定温度，下一阶温度要高于上一阶温度。

注：当某一阶的升温速率为 0 时将使该阶以及此后阶的程序升温无效；第 1 阶升温速率为 0 将使整个程序升温内容无效。

程序升温操作：

在仪器开机的状态下，按开始键使仪器进入温度控制系统，当仪器的处于“准备”状态后，再按开始键将使仪器开始程序升温控制。状态显示区域的计时秒表（00.00）将开始计时。同时还会显示程升进行到哪一阶，如显示 n0.01 表示执行的是第一阶程序升温，依次类推。

当色谱仪执行升温程序时，仪器进入初始温度保持状态时，显示区显示“初温”；

当色谱仪执行升温程序时，仪器进入升温状态时，显示区显示“升温”；

当色谱仪执行升温程序时，仪器进入程升温度保持状态时，显示区显示“保持”；

当色谱仪执行升温程序时，仪器进入降温状态时，显示区显示“降温”；

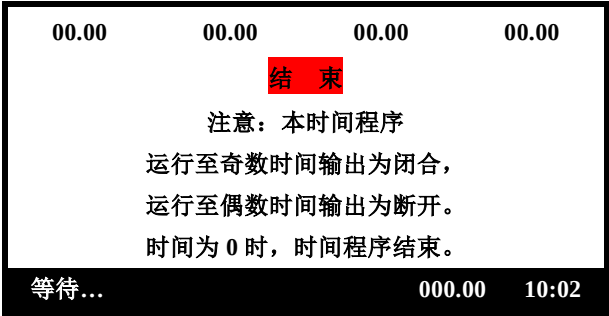
当仪器执行完一个完整的程序升温周期后，状态显示区域的计时秒表将结束计时并清零；仪器会自动打开柱箱后门，以使柱箱内温度迅速下降到初始温度，缩短仪器的降温时间。当柱箱内温度降至初始温度时（±1℃），“准备”灯被再次点亮，等待下一次程序升温开始。如此反复。

在仪器执行程序升温时，在温度控制系统下，按“停止”键将中断程序升温状态，状态显示区域的计时秒表（00.00）将结束计时并清零，仪器将返回恒温状态。

3.1.2.4 外部事件的查看与设定

在仪器开机的状态下，按事件键使仪器进入外部事件时间程序显示状态。如下图：

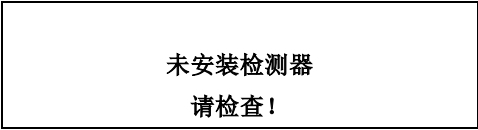
温度	程升	事件	流量	文件	网络
第 1 路 时间程序 (min)					
00.00		00.00	00.00		00.00
00.00		00.00	00.00		00.00
第 2 路 时间程序 (min)					
00.00		00.00	00.00		00.00
00.00		00.00	00.00		00.00
第 3 路 时间程序 (min)					
00.00		00.00	00.00		00.00
00.00		00.00	00.00		00.00
第 4 路 时间程序 (min)					
00.00		00.00	00.00		00.00



- 注：参数的设定同 3.1.1 的温度的设定。
- 注：当第 3 路时间程序设为全 00 时，第 3 路外部事件的输出为报警信号。当第 3 路时间程序设有非 0 的参数时，将同 1、2 时间程序的输出。
- 注：当第 4 路时间程序设为全 00 时，第 4 路外部事件的输出为快速降温控制。当第 4 路时间程序设有非 0 的参数时，将同 1、2 时间程序的输出。

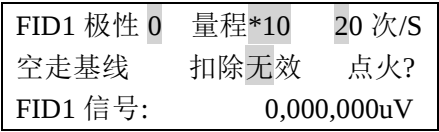
3.1.2.5 检测器的查看与设定

在仪器开机的状态下，按**检测 1**、**检测 2**、**检测 3**可以分别查看和设置已经安装的检测器。当某一检测器位置没有安装检测器时，系统将会显示：

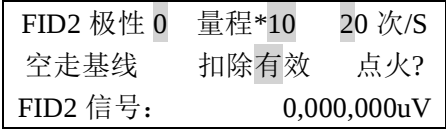


对于已经安装了 1—3 个检测器时，按**检测 1**、**检测 2**、**检测 3**键仪器则自动显示如下界面：

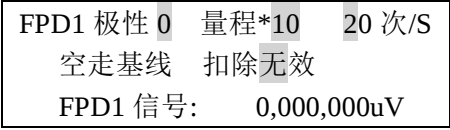
当 FID1 被安装时，则显示：



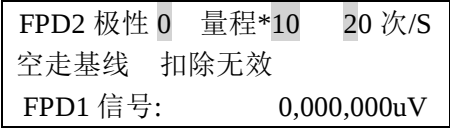
当 FID2 被安装时，则显示：



当 FPD1 被安装时，则显示：



当 FPD2 被安装时，则显示：



当 nPD1 被安装时，则显示：

nPD1 极性	0	量程*10	20 次/S
空走基线	扣除	无效	电流 0.00A
nPD1 信号：	0,000,000uV		

当 nPD2 被安装时，则显示：

nPD2 极性	0	量程*10	20 次/S
空走基线	扣除	无效	电流 0.00A
nPD1 信号：	0,000,000uV		

以上几种检测的量程只可选择输入“7”、“8”、“9”或“10”；输入其他数字无效，且会发警报声提示。下同。

当 ECD1 被安装时，则显示：

ECD1 量程	0	基流 0.05nA	20 次/S
空走基线	扣除	无效	
ECD1 信号：	0,000,000uV		

当 ECD2 被安装时，则显示：

ECD2 量程	0	基流 0.05nA	20 次/S
空走基线	扣除	无效	
ECD2 信号：	0,000,000uV		

ECD 检测器的量程只可选择输入“0”或“1”。“0”表示保持不变；“1”表示量程扩大一倍。基流可选择输入“0.05”、“0.1”、“0.2”、“0.5”、“1”或“2”六个数值，其他值无效。

当 TCD1 被安装时，则显示：

TCD1 极性	0	桥流 000mA	20 次/S
空走基线	扣除	无效	
TCD1 信号：	0,000,000uV		

当 TCD2 被安装时，则显示：

TCD2 极性	0	桥流 000mA	20 次/S
空走基线	扣除	无效	
TCD1 信号：	0,000,000uV		

桥流电流的选择输入值范围：0~220mA。其他值无效。

“空走基线”为：在仪器进入准备状态下且基线已经走稳（基线的漂移未超过技术指标），在未进样时执行程序升温，而把因程序升温而使基线的漂移数据记录下来。将光标停留在空走基线处按输入键后，仪器将自动启动程序升温（程序升温参数有效），并开始记录基线数据；按结束键停止空走基线记录。空走基线的最大记录时间为 2 个小时，且被仪器存储。存储的空走基线数据在下一“空走基线”命令开始时被自动更新。

“扣除有效”、“扣除无效”表示仪器在分析状态下存储的基线是否参与基线扣除。

注：参数的设定同 3.2.1 的温度的设定。

注：极性数字只能输入“0”或“1”，其他数字无效，“0”表示输出的数据不变，“1”表示输出数据改变符号，对应的谱图会翻转。

注：目前仪器内部的采样速率一定要设定为 20 次/S，以适应数据处理软件。

注：如果将扣除设为有效，仪器内部存储的基线数据必须是正确的基线，否则仪器的输出为不可知的状态。

注：TCD 检测器的工作，必须遵守“先通气，后升温，再电流”的规则。亦即当 TCD 检测器

未通载气时，千万不可设置桥路电流，否则，会损坏钨丝！关机时，一定要先关桥流、再降温、待 TCD 温度降至室温附近后再关载气！

注：TCD 操作时，请尽量不要用太高的电流。高电流的操作会加快钨丝的氧化，有损于 TCD 检测器的寿命。

注：为防止 TCD 检测器的损坏，在本机的设计中采用桥流设定数值不被关机保存。即机器开机时 TCD 桥流设定数值自动为 0 毫安。

警告：载气中含有氧气时，会使 TCD 钨丝的寿命缩短。载气一定要彻底除氧！

3.1.2.6 气体保护功能及 EPC、EFC 模块的查看与设定

本仪器可以采用机械阀或 EPC、EFC 模块控制气路的流量或压力。机械阀操作详见：3.2 节气体流量控制机械阀。

本仪器最多可以安装一个“电子压力、流量测量模块”、18 路 EPC、EFC 智能模块。每个 EPC、EFC 智能模块可以工作在氮气、氢气、空气、氦气等气体状态，可以设定为恒压、恒流 2 种工作状态。

3. 2. 6. 1 电子压力、流量的查看与设定

在仪器开机的状态下，按流量键使仪器进入气体参数的显示状态。当仪器未安装 EPC、EFC 智能模块，而是配备了传统的机械阀作为控制气体流量、采用电子压力、流量传感器测量压力和流量是时，按流量键则显示如下：

n2:000.00	H2:000.00	AIR:000.00
载气 1:	000.00KPa	000.00sccm
分流 1:	000.0sccm	000.00sccm
吹扫 1:	000.0sccm	000.00sccm
载气 2:	000.00KPa	000.00sccm
分流 2:	000.0sccm	000.00sccm
吹扫 2:	000.0sccm	000.00sccm
载气 3:	000.00KPa	000.00sccm
分流 3:	000.0sccm	000.00sccm
吹扫 3:	000.0sccm	000.00sccm
氢气 1:	000.00KPa	000.00sccm
空气 1:	000.00KPa	000.00sccm
尾吹 1:	000.00KPa	000.00sccm
氢气 2:	000.00KPa	000.00sccm
空气 2:	000.00KPa	000.00sccm
尾吹 2:	000.00KPa	000.00sccm

第一行显示 n2、H2、AIR 的减压阀之后的压力。其余是显示“进样器 1”、“进样器 2”、“进样器 3”、“进样器 1”、“进样器 2”的压力和流量。

如果仪器气路全部安装 EPC、EFC 智能模块时，按流量键则有相应智能模块的运行界面显示，按↓键、↑键可以查看或设置不同智能模块的参数，同时，会因模块的不同工作方式而自动显示不同的操作界面。如下图所示：

n2:000.00	H2:000.00	AIR:000.00
载气 1: 恒流 000.0	000.00sccm	
分流 1: 000.0sccm	000.00sccm	
吹扫 1: 000.0sccm	000.00sccm	
载气 2: 恒流 000.0	000.00sccm	
分流 2: 000.0sccm	000.00sccm	
吹扫 2: 000.0sccm	000.00sccm	
载气 3: 恒流 000.0	000.00sccm	
分流 3: 000.0sccm	000.00sccm	
吹扫 3: 000.0sccm	000.00sccm	
氢气 1: 000.0sccm	000.00sccm	
空气 1: 000.0sccm	000.00sccm	
尾吹 1: 000.0sccm	000.00sccm	
氢气 2: 000.0sccm	000.00sccm	
空气 2: 000.0sccm	000.00sccm	
尾吹 2: 000.0sccm	000.00sccm	

第一行显示 n2、H2、AIR 的减压阀之后的压力。其余是显示“进样器 1”、“进样器 2”、“进样器 3”、“进样器 1”、“进样器 2”的压力和流量设定值和实测值。

按设置键可以设置压力、流量等参数。参数的设定同 3.2.1 的温度的设定。
注：只有仪器安装有“电子压力、流量测量模块”、“EPC 及 EFC 控制模块”时，本项参数才有意义。

3. 2. 6. 2 电子压力、流量测量模块的气体配置、动态配置参数查看与设定

电子压力、流量测量模块的功能是替代传统的指针式压力表而采用压力、流量传感器的方式测量工作气体的压力、流量。比传统的指针式压力表具有：测量精确、显示直观、可以远程查看仪器的工作状态的优点。

当仪器配备电子压力、流量测量模块时，在工作状态下，按流量键，再按↓键可以对气体保护、电子压力、流量测量模块的气体配置、动态配置参数查看或设置。界面如下：

气体保护	n2:开	H2:开	AIR:关
气体设置:	氮:0	氢:1	空:2 氮:3
01->0	02->1	03->2	04->3
05->0	06->1	07->2	08->3
09->0	10->1	11->2	12->3
13->0	14->1	15->2	16->3

动态配置:		关闭不用为: 88	
01->00	02->01	03->02	04->10
05->10	06->12	07->13	08->14
09->15	10->16	11->17	12->18
13->88	14->88	15->88	16->88
总 压: 氮气 00 氢气 01 空气 02			
进样器 1: 载气 10 分流 11 吹扫 12			
进样器 2: 载气 13 分流 14 吹扫 15			
检测器 1: 氢气 20 空气 21 尾吹 22			
检测器 2: 氢气 23 空气 24 尾吹 2			
请查看仪器配置,谨慎修改!			

气体保护是指采用压力传感器或 EPC 模块等技术措施，又用户设定当某种气体输入压强达不到 0.1MPa 时仪器自动关闭控温、TCD 检测器桥流的功能。当设为“开”时，这路气体的压强不到 0.1MPa 时仪器自动关闭；当设为“关”时，这路气体压强将不参与气体保护。

当仪器没有配备“气体保护”的硬件时（如：没有配备压力传感器或 EPC 模块），设定不再有任何意义，仪器可以正常开启，只是没有保护功能。

电子压力、流量测量模块安装在柱箱的后面，设计有 13 路压力传感器接口和 3 路流量传感器接口。其中 1~13 路为压力传感器接口，其中 14~16 路为流量传感器接口。

模块的 1~13 路的压力测量，与工作气体无关；但如果要计算出这一气体的流量，则必须设置正确如下参数：气体设置（氮:0 氢:1 空:2 氦:3）、毛细管及气阻配置（见下一章节）。

为适应用户的不同仪器配置要求，该模块采用了动态配置的方式。“动态配置”是指模块的 1~16 路传感器接口可以任意配置为任何检测位置的需要。

比如：如果将第 1 路配置为氮气总压，只需设置“01->00”；配置为空气总压，只需设置“01->02”；

配置为载气 1 柱头压力，只需设置“01->10”；需要关闭该路计算时，只需设置“01->88”。

“气体设置”和“动态配置”的设定方法同 3.2.1 的温度的设定。

- 注：每台仪器出厂时是按照您的需求进行安装配置的，随机配备的“配置记录”张贴在电路箱盖板的背面，请认真保存！
- 注：当您在使用种如需更改配置，请认真核对 1~16 路的传感器安装的实际位置，在配置参数中配置正确，否则将造成显示参数错误。
- 注：只有仪器安装有“电子压力、流量测量模块”、“EPC 及 EFC 控制模块”时，本项参数才有意义。
- 警告：除非错误，请不要随意更改仪器配置的参数！
- 警告：拆装气体压力传感器、流量传感器或拆装气路后，一定要认真检漏，以防发生爆炸！

3. 2. 6. 3 电子压力、流量测量模块的毛细管参数或气阻的参数查看与设定

当仪器配备电子压力、流量测量模块时，在工作状态下，按流量键，再按 2 次 ↓ 键可以对电子压力、流量测量模块的毛细管参数或气阻参数查看或设置。界面如下：

毛细柱及气阻配置：		
气阻 01：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 02：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 03：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 04：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 05：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 06：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 07：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 08：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 09：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 10：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 11：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 12：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 13：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 14：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 15：	D=0.10mm	L=000.115m
气阻 16：	D=0.10mm	L=000.115m

气阻参数的“D”为毛细柱或气阻的内孔直径；“L”为毛细柱或气阻的长度。由于计算的气体流量与“D”的 4 次方成正比，与“L”成反比。所以这项参数的设置正确与否直接关系到结算结果的正确。

在随机配备的气阻中已经过严格的标定、修正，该项数值不可任意修改！

当安装或更换毛细管柱后，应查看柱子的铭牌（或咨询毛细管柱厂家），正确输入内径和柱长。

以免仪器计算的流量与实际不符，耽误您的测试。

“毛细柱及气阻配置”的设定方法同 3.1.1 的温度的设定。

注：每台仪器出厂时是按照您的需求进行安装配置的，随机配备的“配置记录”张贴在电路箱盖板的背面，请认真保存！

注：模块的 14~16 路为流量传感器的接口，14~16 路的“毛细柱及气阻配置”参数与流量测量无关！这 3 路的参数与相应地址的 EPC、EFC 模块有关！

注：只有仪器安装有“电子压力、流量测量模块”、“EPC 及 EFC 控制模块”时，本项参数才有意义。

3. 2. 6. 4 电子压力、流量的调零

为方便生产及用户更换传感器后的调零，在仪器中设计“电子压力、流量的调零”的界面。

用按 键、 键选择到“秒表”界面，将会显示：

检 1	检 2	检 3	秒表	进样	关于
秒表功能					
设置皂泡流量计读数：50ml					
实测气体流量：000.0 ml/min					

EPC&EFC 调零
在断开所有气源
打开电源 15 分钟，达到热平衡后
调零？

按“设置”键进入设置状态，按 $\downarrow$ 键、 $\uparrow$ 键选择到“调零”，按“输入”键即可。

警告：在打开气源的情况下，不可执行此操作！否则将造成不可预计的测量结果！

3. 2. 7 执行文件、自动进样时间、屏保、时钟及语言的查看与设定

在仪器开机的状态下，按`时间`键使仪器进入时间参数的显示状态。如下界面所示：

温度	程升	事件	流量	文件	网络
当前执行文件：1 号文件					

气体自动进样器程序设置					
自动进样 0006 次 间隔 008.0 分钟					
(进样次数为 9999 时，为永久进样)					

屏保时间：05 分钟 (99 时为常亮)					
FID、FPD 检测器点火时间：0 秒					
时钟设置：10/06/21 14:09:20					
语言选择：0 0：中文 1：English					

机器编号： 60F9-990A-4A48-485D					
主板版本： GCM-SUn-V2-1005					
显示版本： GCD-SUn-V3-1005					
EPC 版本： GCF-SUn-V1-1006					
DET1 版本： GCT-SUn-V1-0911					
DET2 版本： GCT-SUn-V1-0911					
DET3 版本： GCF-SUn-V1-0911					

等待...		00.00		10:02	

注：参数的设定同 3.1.1 的温度的设定。

在本仪器内保存 8 个仪器运行参数文件。您可以选用 0—7 号文件作为当前仪器执行的文件。当更换执行文件后，仪器会重新初始化。这需要几秒钟的时间。

“进样:0006 次”表示让系统自动完成 6 次进样；当为 0 次时，则不启动自动进样程序；当为 9999 次时，则仪器不受进样次数的限制，永久执行自动进样，直到用户手动停止；

“间隔:008.0 分”表示系统执行自动进样的时间间隔。它包括自动重复执行程序升温（在程序升温参数有效的情况下）、外部事件时间程序（在时间程序参数有效的情况下）以及远程启动工作站软件开始分析等。当为 0 分时，则不启动自动进样程序；

“屏保”为不按动任何键盘后到设定的时间自动关闭背光。

FID，FPD 检测器点火时间设置。也可以通过键盘直接操作，详细说明见后。

“时钟”为仪器内部的实时时钟，分别为年/月/日 时:分:秒。时钟的修改也可通过工作站

软件远程修改。

注：屏保时间设定为 99 分钟时为不关闭背光。

注：开机时，屏保时间默认为 5 分钟；当按动任一键盘后，实际运行的屏保时间才为设定的屏保时间。

注：背光的关闭会使 FID 基线有 10-20uV 的突变，为了不影响分析，请将背光时间调整为合适的数值或设为 99 分钟。

注：在“准备状态下”且进样次数和进样间隔时间都不为 0 时，按动**开始**键或在工作站软件上启动分析后，仪器将进入“自动进样时间”执行状态，在状态栏会有“InJ0001”闪烁显示。“InJ0001”表示仪器已经进入自动进样状态，且当前为第 0001 个样品分析。

语言选择，0 表示中文操作界面，1 表示英文操作界面。也可以直接按**语言**切换操作界面，这样更加便捷。

注：下方的机器编号是色谱仪自动生成的电子标签。不可修改。版本信息是本仪器的各部件的软件版本信息。不可修改。

3. 2. 8 网络参数的查看与设定

在仪器开机的状态下，按**网络**键使仪器进入网络参数的显示状态。如下界面所示：

温度	程升	事件	流量	文件	网络
色谱仪网络参数					
本 机 IP:		192.168.018.202			
子网掩码:		255.255.255.000			
网 关:		192.168.018.001			
工作站网络参数					
本地处理 IP:		192.168.018.003			
业务主管 IP:		192.168.018.199			
上级主管 IP:		192.168.018.198			
连接状态					
本地处理:					
业务主管:					
上级主管: <——>					
等待...		00.00		10:02	

注：参数的设定同 3.2.1 的温度的设定。

注：当修改色谱仪的网络参数后，会使色谱仪与工作站的链接中断，并试图初始化色谱仪的本身的网络参数重新链接到工作站。

由于以太网技术及其复杂，很难在有限的篇幅里描述清楚。IP 地址的信息设定请参阅相关的书籍或由网管人员设定。这里只做基本的描述。

“本机 IP”是指本色谱仪的 IP 地址。一般设定一个与本企业局域网同一个网段的且其他仪器或电脑未使用的 IP 地址。

“子网掩码”设定一个本企业局域网使用的同一个子网掩码。一般为 255.255.255.0。

“网关”设定一个本企业局域网使用的相同网关。一般为：192.168.×.1

“本地处理”是指工作站软件工作的计算机的 IP 地址。也就是设置成工作站软件工作的

计算机 IP 地址。这个参数一定要设置正确，否则色谱仪将无法连接到工作站软件。

工作站软件工作的计算机的 IP 地址可以在“网上邻居”的属性的“本地连接”的属性的“Internet 协议(TCP/IP)”里查看。也可以在操作系统的命令状态里用“IPConFIG”命令查看。也可以采用“网络色谱仪工作站”软件来查看本计算机的 IP 地址（详见后 4.2.2）。

“业务主管”是指本单位的业务主管（如总工、质检主管等）为了关注本色谱仪的运行状态和分析数据而将工作站软件安装在自己工作的计算机的 IP 地址。如果要使用这一功能，这个参数一定要设置正确，否则色谱仪将无法连接到业务主管的工作站。当然，如果业务主管不关注色谱仪的运行状态以及分析数据，可以不安装工作站软件，只要将该项 IP 地址设置为本局域网内不使用的 IP 地址即可。

“上级主管”是指本单位的上级行政主管单位（如：技术监督局、卫生局、环保局等）为了监控色谱仪的运行状态和分析数据而建立的监控系统的公网 IP 地址（一般要通过互联网）。如果上级主管没有这样的要求，只要将该项 IP 地址设置为本局域网内不使用的 IP 地址即可。“上级主管”后面显示<——>标志，表示色谱仪和工作站连接成功；如无此显示的，则色谱仪没有和工作站连接成功。

注：色谱仪的 IP 地址以及工作站软件计算机的 IP 地址不能与其它网络设备的 IP 地址冲突（一致）。

注：色谱仪的 IP 地址采用静态 IP 地址工作模式。不支持“自动获取 IP 地址”功能。

注：由于本色谱仪的工作方式是开机后自动连接工作站。为了系统的稳定工作，所以工作站计算机的 IP 地址一定要固定。工作站计算机的 IP 地址应采用静态 IP 地址工作模式，不要采用“自动获取 IP 地址”模式。

3. 2. 9 计时秒表的操作

气相色谱仪设计有计时秒表（00.00）。该计时秒表在仪器执行程序升温或时间程序时被使用。在计时秒表未被系统使用时，用户可使用该秒表进行计时（如测量出峰时间、气体流量等）。按秒表键将开始秒表计时，再按秒表键将结束秒表计时。

下图为秒表界面图：

检 1	检 2	检 3	秒表	进样	关于
秒表功能					
设置皂泡流量计读数：50ml					
实测气体流量：000.0 ml/min					
EPC&EFC 调零					
在断开所有气源					
打开电源 15 分钟，达到热平衡后					
调零？					

注：参数的设定同 3.1.1 的温度的设定。

注：秒表功能键和删除为复合键，在非设置状态下为秒表功能；设置状态下则为删除功能键。

警告：当无需 EPC&EFC 调零时，不要执行“调零”确认！否则将造成不可预计的测量结果！

3. 2. 10 自动进样器的查看与设置

“进样器”是指随仪器配备的液体进样器（如：AOC-20i 等）。

用按 键、 键选择到“进样”界面，将切换到“进样器”查看设置的界面。如下图：

检 1	检 2	检 3	秒表	进样	关于
液体自动进样器程序设置					
次序	瓶号	进样	次/瓶	间隔	
1:	002-003	01.0uL	003	010	分
2:	000-000	08.0uL	000	000	分
3:	000-000	08.0uL	000	000	分
4:	000-000	08.0uL	000	000	分
液体自动进样器参数设置					
自动进样器:有 型号 0 进样口:0					
进样前溶剂清洗:000 次					
进样前样品清洗:000 次					
进样后溶剂清洗:000 次					
泵样次数:000 次					
粘度延时:00.0 秒					
进样驻留:00.0 秒					
取样方式:0 进样针速度:0					
针芯速度:0 启动延时:00.0 小时					
状态: 离线空闲 当前:003-001					

界面的上部为设置自动进样器的批处理程序设置，如从第 2 号到第 3 号样品瓶，每次进样量为 1 微升，每样品瓶重复做 3 次分析，每次分析的时间间隔为 10 分钟。

界面的中部为设置自动进样器的基本参数。

界面的下部为自动进样器的当前状态，如“在线”、“离线”、“空闲”、“进样”等。当前瓶号是指在实际进样时，自动进样器已经执行到第几号样品瓶以及该样品屏的第几针。

- 注：当没有配备自动进样器时，该项参数无意义。
- 注：自动进样器的基本参数是由所配备的进样器型号而决定的。不同型号的自动进样器所设置的参数也略有区别，请认真翻阅所配备的自动进样器使用说明！
- 警告：自动进样器是精密的仪器，安装使用自动进样器，请严格按照其说明书操作，以免损坏！

3. 2. 11 FID 的点火操作（选配）

- 本仪器设计有开机自动点火功能。
- 开机自动点火的条件是：
- ☆安装有 FID 检测器；
 - ☆FID 检测器的实际温度达到 130℃以上“仪器将自动打开空气”；
 - ☆仪器将打开空气后，约 1 分钟，将自动执行点火；
 - ☆仪器自动执行点火时，将自动调小空气流量；
- 当达到点火条件，亦可以随时手动点火。

FID 手动点火可以在检测器界面执行，也可以直接按键盘的**点火**键执行（非设置状态为点火功能键，设置状态为小数点输入键），也可以直接在工作站软件里操作执行。其点火间由“检测器点火时长 3 秒”设定的时间自动控制，用户无需干预。

注：仪器设计有空气自动关闭功能：非控温状态、点火条件不具备（FID 温度未达到 130℃ 以上）时，空气是自动关闭的；此时空气没有打开，是正常现象。

注：为了方便点火，在仪器中设计有“点火时自动将空气流量关小”功能。是正常现象。

注：电子点火部件为选购件，如果仪器没有安装电子点火装置，则采用打火机、点火枪点火。

注：根据实际应用情况，一般将点火时间设置为 **3 秒**。太长则会将空气完全关断，点燃后会熄灭；太短，则不容易点燃。

警告：在仪器中设计有开机（装有 FID 检测器时）后自动点火功能，为**防止电击**，不要在开机状态下拆装高压放电导线！

3. 3 气体流量控制的操作

本仪器可以采用机械阀或 EPC、EFC 模块控制气路的流量或压力。

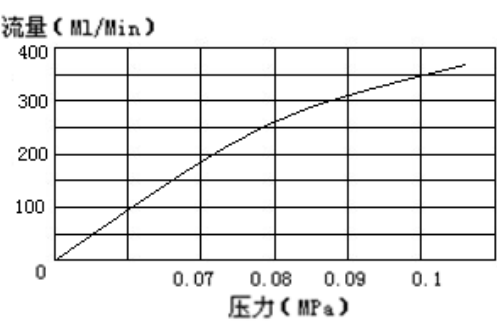
3. 3. 1 机械阀控制流量的操作

载气气路先经稳压阀稳压，压力稳定在 0.294MPa（3kg/cm²）左右（出厂时已调整好，用户不可自行调整！）。然后载气经稳流阀输出流量恒定的载气。

调节“载气流量调节阀 A”（或“载气流量调节阀 B”）即可调节载气 A（或载气 B）的流量。

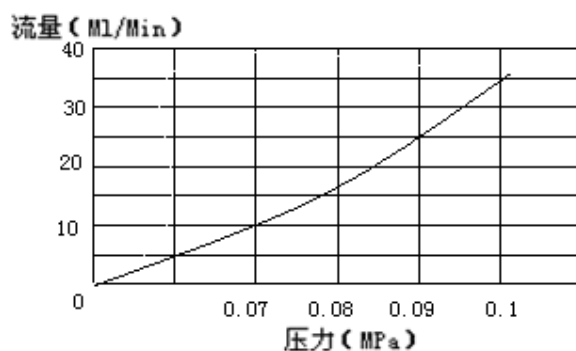
“柱前压力 A”（或“柱前压力 A”）压力指示表指示相应的柱前载气压。

空气气路先经稳压阀稳压，压力稳定在 0.196Mp（2kg/cm²）左右（出厂时已调整好，用户不可自行调整！）。然后空气经二级稳压结合固定气阻输出一定流量的空气。在表压 0.1Mp 时流量为 350ml/min，如下图仪器空气流量曲线表所示。



空气压力—流量曲线图

氢气气路先经稳压阀稳压，压力稳定在 0.196MPa（2kg/cm²）左右（出厂时已调整好，用户不可自行调整！）。然后氢气经二级稳压结合固定气阻输出一定流量的氢气。在表压 0.1Mp 时流量为 35ml/min，如下图仪器氢气流量曲线表所示。



氢气压力—流量曲线图

注：当装有电子压力、流量测量模块时，可直接从仪器中读出压力和流量数值，无需在核对上述曲线。

3. 3. 2 EPC&EFC 模块控制流量的操作

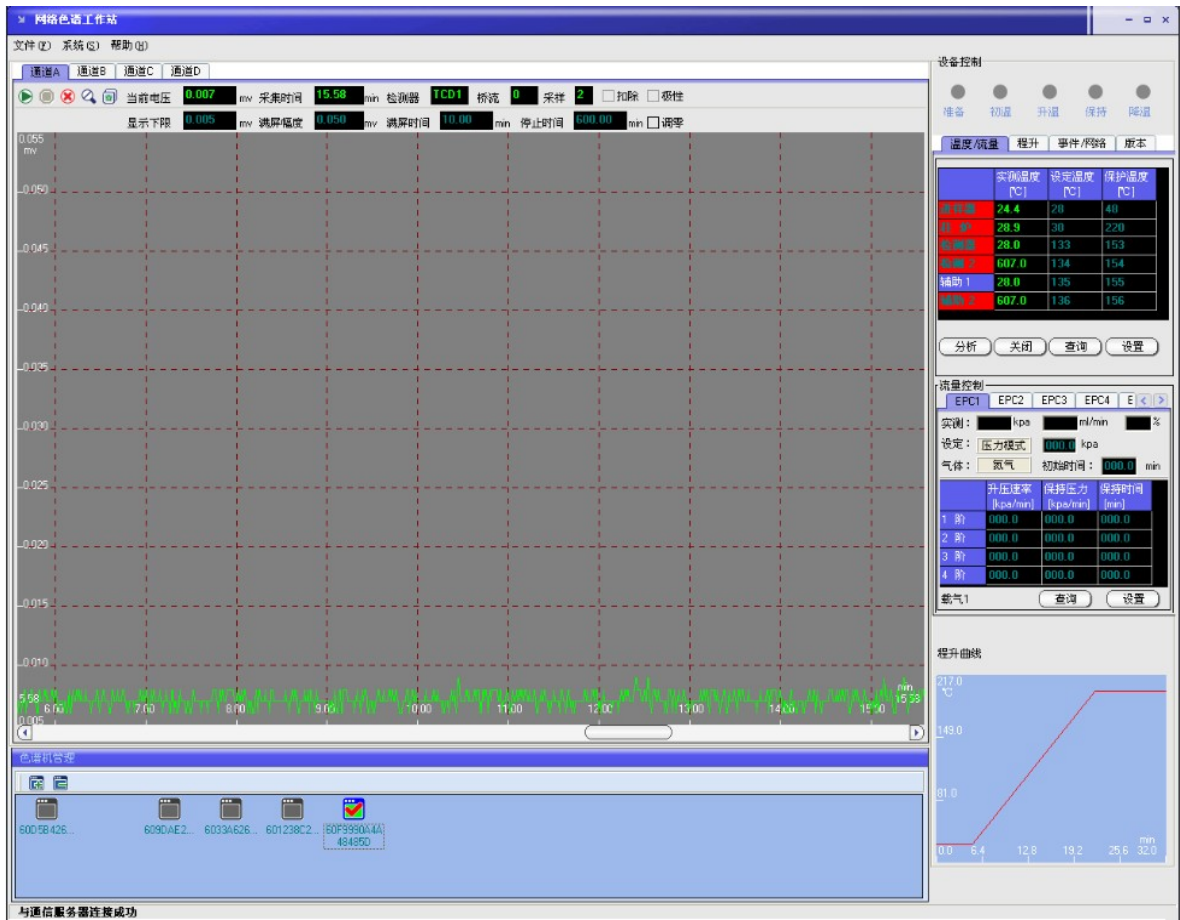
本仪器可以采用 EPC、EFC 模块控制气路的流量或压力。

EPC、EFC 模块操作均采用键盘或工作站数字设定。详见：3.1.6 部分。

4 色谱仪工作站的使用 （仅适用于反控型气相色谱仪）

4. 1 工作站主界面功能

本系统软件采用了反控软件（工作站）与谱图数据软件处理软件分离设计的技术方式，本节先介绍工作站的使用方法。气相色谱仪工作站软件运行时会显示如下界面：



界面的上方是下拉式菜单；下拉式菜单下方是检测器的运行参数和屏幕显示参数；中部是谱图数据显示区；最下方是色谱仪状态指示区；右面是色谱仪的运行参数。左下角显示了通信服务连接状态是否成功。

4. 2 下拉式菜单介绍

4. 2. 1 文件[F]

文件菜单中从上到下有：新建（N）、打开（O）、保存（S）、另存为（A）、关闭（C）、退出（X），移动鼠标，单击被选择项则可进入下步操作。

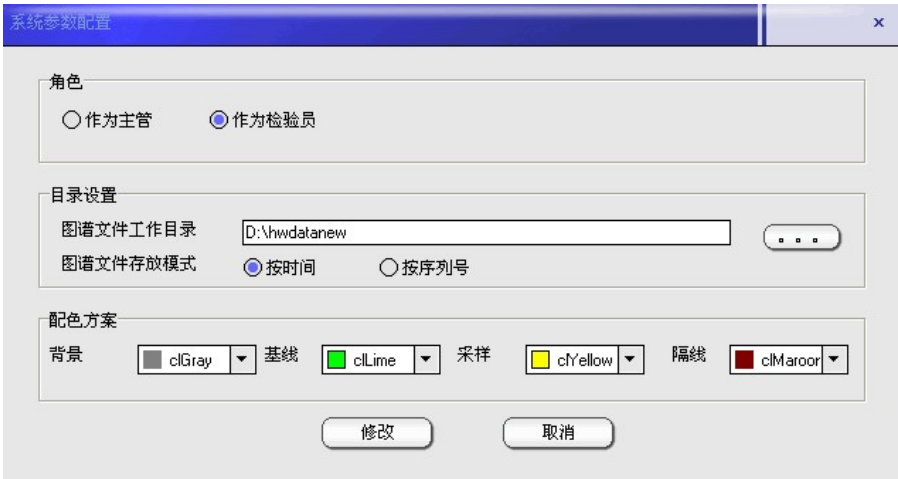
4. 2. 2 系统[S]

校正时钟（X）：本系统提供了远程校正色谱仪时钟的功能（时钟亦可以在色谱仪上直接通过键盘修改）。单击下拉式菜单的“系统”，再单击“校正时钟”即完成时钟的校正。

注：本校正时钟是以计算机的时钟作为标准。如果计算机的时钟不准确，请先校正计算机的时钟。

系统参数设置（P）：为了方便用户操作，本系统软件提供了用户自定义的界面显示配色方案。

单击下拉式菜单的“系统”，再单击“系统参数设置”，界面会弹出如下对话框：



本系统软件支持“检验员”和“主管”级别设置。在“检验员”和“主管”计算机均可以查看系统色谱仪的运行状态以及输出谱图；同时系统会将“检验员”产生的分析结果上传至“主管”计算机，方便主管查看系统的运行情况以及分析结果。根据实际情况，单击“主管”或“检验员”并单击“修改”确认。

谱图文件工作目录是本系统中所有仪器产生的谱图文件将要保存的目录。设置该目录时，请先自建一个目录（为了数据的安全，不建议用户在 C 盘上建立文件夹）。谱图文件存放模式是指谱图文件的产生是按“时间”方式或是按“序列号”方式。

在“背景”、“基线”、“采样”、“隔离”点击下拉选择按钮，选择您喜欢的颜色按“修改”即可。

注：最好不要将“基线”、“采样线”等与“背景”的颜色一致，这样会使谱图无法看到。



同步设置：如果本计算机做为“主管”计算机则不能设置“同步参数”（同步参数中的内容亦会虚掉，不用用户设定），如果本计算机做为“检验员”计算机则可以设置“同步相关信息”（在未安装主管计算机的情况下，无需设置“同步参数”）。

在对话框里设置主管计算机的 IP 地址（如果在同一个局域网内，该 IP 地址是计算机内网的 IP 地址；如果不在同一个局域网内，而是通过互联网连接的，该 IP 地址是计算机所在的公网的 IP 地址。）。

在“同步文件名后缀”栏目里选择要传输的文件的后缀（系统产生的*.DAT 文件是原始的谱图文件；*.HW 文件是经过处理分析的谱图文件；*.DOC 文件是分析报告文件；*.TXT 文件是分析报告文件）；可以根据您的需要打勾或取消即可。此后检验员电脑里的保存在谱图目录的文件将按照所选择的文件名后缀自动传输到“主管”的谱图文件存放目录里。

注：为了检验员计算机能将谱图数据上传至主管计算机，检验员计算机与主管计算机之间的网络必须联通。

本机 IP (I)

点击该菜单，会显示本机的 IP 地址如下图所示，该地址亦可以通过电脑查询。



控温配置 (Y)

单击该菜单，可以查看、配置六路控温的中、英文名字及使能，如下图所示：



其中中、英文名称应根据实际情况编辑。上图为出厂默认名称，更改后的名称工作站会传送到色谱仪对应位置操作键盘同步更改。如使能下的方框为没有勾选状态时，表示对应的控区为关闭状态，相反，勾选状态表示对应的控区为打开状态。

同时工作站会把更改的命令发送到色谱仪，可实现工作站电脑远程控制色谱机。

气路配置 (Z)

单击此菜单，则会查看、配置各 EFC 模块的中、英文。同上，其中中、英文名称可以根据实际情况编辑。上图为出厂默认名称，更改后的名称工作站会传送到色谱仪，对应位置操作键盘同步更改。

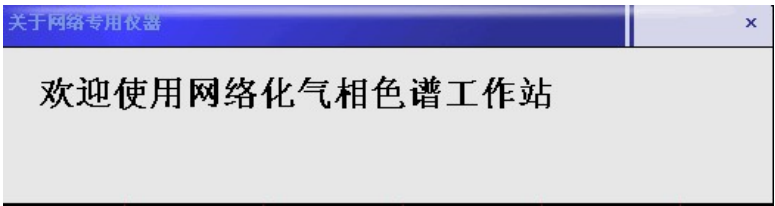


4. 2. 3 帮助 (H)

在“帮助”下拉菜单里，单击使用帮助 (Z) 会调出本使用说明书的电子文档。上面有详细的操作说明，可翻阅查看。

注：使用该功能时，用户的电脑必须安装“Adobe Reader”工具，该工具可以在光盘中、或互联网上找到。

单击关于色谱工作站（A）界面会弹出如下界面：



该界面上显示了软件的版本信息、生产厂家、地址以及联系电话和公司网址等。单击“链接”可以自动打开 IE 浏览器登录生产厂家的网站（该电脑可以上网时有效!）。

4. 3 谱图显示参数的查看与设置

谱图显示参数的查看与设置可以直接在界面上查看并设置。如下图所示：



挡鼠标放在这几个图标上时，鼠标下会自动显示图标的功能，其功能从左至右依次为开始采样、停止采样、放弃采样、恢复尺寸及重设通道参数。单击图标即启动其对应的功能。

其中单击图标，系统会弹出如下查询设置界面。



设置相应的参数，按“设置”即可；如果不予设置，按“关闭”即可。

注：“极性”是控制该通道输出信号的极性是不是取反（改变数据的符号）；

注：“扣除”是控制该通道的输出信号是否先完成基线扣除再输出；

注：选定“扣除”前，必须先按实际要求空走基线，并记录在色谱仪内；

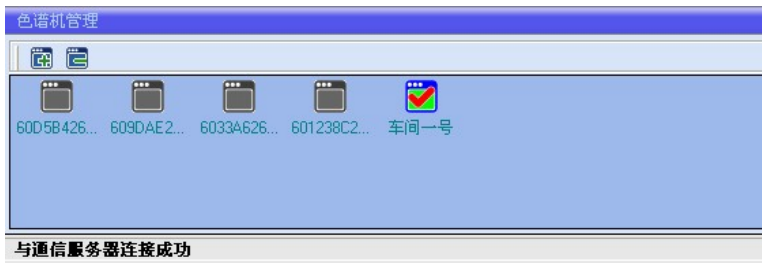
注：不同的检测器，弹出的查询设置界面是不同的。

注：谱图的放大和缩小可以通过修改“显示下限”、“满屏幅度”、“满屏时间”的数值来改变。

注：为了方便用户便于谱图的局部放大，系统设计谱图的局部放大功能。在预放大的区域按

住鼠标的左键拖动画矩形框后放开左键，即可放大显示该区域；在谱图上双击鼠标，即恢复原来的显示尺寸。谱图的局部放大最多可放大 5 次；

4. 4 色谱仪管理功能



如上图所示，该界面显示了本系统以前所连接的色谱仪（或其他分析仪器）的信息。灰色方框表示该仪器现在没有连接，绿色方框表示仪器已经连接上，方框上有红勾则表示主界面显示的是该台仪器的谱图曲线和仪器参数等信息。

如想查看其他仪器的谱图曲线和色谱仪参数单击其对应的图标即可。如双击图标则会出现如下对话框，选中该设备则可以更改其对应的色谱机工作站的设置：

注：如需要添加色谱仪，单击图标，出现如上所示的空白对话框。

在“设备机标识符(ID 号)”处填写预增添色谱仪的 ID 码(该 ID 码可以在“保修卡”获得，亦可以直接从色谱仪上读取，详见：3. 1. 8 网络参数的查看与设定)。

在“设备机名称(助记符)”处填写您喜欢的、容易记忆的名字，比如：一车间、质检科 1、质检科-FID、中心化验室-TCD 等。

在“所属单位部门”以及“其他备注信息”处填写该台仪器的一些相关信息。该信息只是标注使用，不会影响系统的运行，也可以不填。填写好上述信息，按“确定”即可。



A、B 通道时间程序为将送至谱图处理软件的 A、B 通道的检测器信号的合成时间程序。比如：上图所示的 A 通道的时间程序就表示：自开始至 1 分钟检测器 FID1 的信号将送至 A 通道，1 分钟至 3 分钟检测器 TCD1 的信号将送至 A 通道，3 分钟至 6 分钟检测器 FPD1 的

信号将送至 A 通道。B 通道设置同理。

注：“设备机标识符（ID 号）”不可以填写一个不存在的机器。

注：“设备机名称（助记符）”是一个极其重要的仪器参数。它将在建立仪器文件目录以及谱图文件存储中要用到。也就是说，您填写什么样的名字（比如：质检科 1），将自动建立什么样的文件目录（质检科 1 文件夹）以及存储什么样的谱图文件（质检科 1_FID1_2008 年 12 月 01 日_8 时 58 分 58 秒.HW）；

注：由于本系统可以在仪器初次联机时自动添加仪器，所以也可以不进行这一步操作；

注：A、B 通道的时间程序的最后一阶的时间长度应设置成足够的时长，如 9999 分钟。

删除色谱机，单击预删除的色谱机，再单击图标即可。

注：正处于联机状态的色谱仪是不能删除的。

4. 5 运行参数的查询设置

4. 5. 1 温度/流量的设定

温度/流量	程升/事件	进样器	网络	版本
温度控制				
	实测温度 [℃]	设定温度 [℃]	保护温度 [℃]	
进样器	77.1	230	250	
柱 炉	25.0	200	220	
检测器	95.8	230	250	
辅助 2	630.2	134	154	
辅助 1	34.0	160	180	
辅助 2	630.3	136	156	
分析 控温 查询 设置				

色谱仪的设定温度和保护温度可以通过工作站软件设定（在该仪器联机的情况下）；也可以直接在色谱仪上通过键盘设定。（其他参数同理）

通过工作站软件设定控温参数界面如上图所示，只需单击相应设置区的数值，修改数字，按“设置”即可。

注：当某个控区的名称为红色时，表示该路控温处于关闭状态。

注：1、在设备控制下面是五个信号灯，分别为准备、初温、升温、保持、降温。其显示意义如下所述：

准备：当色谱仪柱箱的实际温度已达到设定温度，该灯被点亮；

初温：当色谱仪执行升温程序时，仪器进入初始温度保持状态时，该灯被点亮；

升温：当色谱仪执行升温程序时，仪器进入升温状态时，该灯被点亮；

保持：当色谱仪执行升温程序时，仪器进入程升温度保持状态时，该灯被点亮；

降温：当色谱仪执行升温程序时，仪器进入降温状态时，该灯被点亮。

2、保护温度为设定温度自动加上 20℃。系统会根据设定温度自动改变。但本仪器最高

- 使用温度为 450℃，因此保护温度的最高值为 450℃。另外柱炉温度的保护温度是在程升温设置的最高温度上加上 20℃。
- 3、如上图所示第一列线路名称显示为红色表示此路为关闭状态，如为蓝色则表示打开状态。此线路的开/闭状态可以通过下拉菜单中的“系统”中的“温控配置”中的“使能”来控制。可参照 4.2.2。
- 4、如某一路控温输入没有接入测温器件（PT100），则实测温度显示栏的温度不是真实温度，如上图中的“检测器 2”和“辅助 2”后的实测温度。
- 5、单击  则启动色谱仪开始采样，此时工作站基线变为采样后所选定的颜色（本软件默认颜色为黄色），同时图标变为 ，且开始采样图标  由绿色变灰色 ，停止采样图标  由灰色变为红色 ；单击  则色谱仪停止采样，此时工作站基线变为所选定的颜色如绿色（本软件默认颜色为绿色），同时图标变为 ，开始采样图标有灰色变为绿色，停止采样图标由红色变为灰色。它们之间的联系用户多操作几次便知。
- 6、单击  即启动这台色谱仪开始控温，同时图标会自动变成 。单击  即关闭这台色谱仪的控温，同时图标会自动变成 .

4. 5. 2 气路流量的设定

单击“温度/流量”页面，则流量的运行参数处于工作站界面的右侧中间，如下图所示：



单击流量控制下面的各路图标“如上图进样 1”则会显示该气路的运行情况，击相应设置区的数值，修改数字，按“设置”即可。实测值是仪器实际测出的数值，不可更改。

4. 5. 3 程序升温 and 外部事件的设定

单击“程升/事件”页面，使程升的运行参数处于最上页，事件控制处于下部，如下图所示：

温度/流量程升/事件进样器网络版本

程升控制

阶号	升温速率 [°C/min]	终止温度 [°C]	保持时间 [min]
1	000.0	200.0	000.0
2	000.0	000.0	000.0
3	000.0	000.0	000.0
4	000.0	000.0	000.0
5	000.0	000.0	000.0
6	000.0	000.0	000.0
7	000.0	000.0	000.0
8	000.0	000.0	000.0

初始时间000.0

查询

设置

事件控制

阶号	事件1 [min]	事件2 [min]	事件3 [min]	事件4 [min]
1	00.01	00.11	00.21	00.31
2	00.02	00.12	00.22	00.32
3	00.03	00.13	00.23	00.33
4	00.04	00.14	00.24	00.34
5	00.05	00.15	00.25	00.35
6	00.06	00.16	00.26	00.36
7	00.07	00.17	00.27	00.37
8	00.08	00.18	00.28	00.38

查询

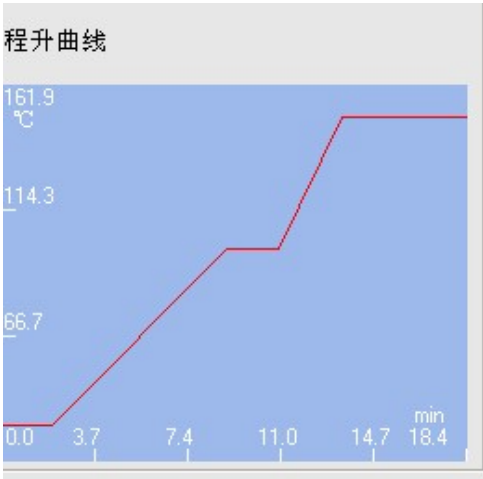
设置

单击相应设置区的数值，修改数字，按“设置”即可。

注：程升终止温度设置要高于柱炉的设定温度，下一阶温度要高于上一阶温度，第一阶程升速率为 0 时，程升无效。程升曲线会在其下方自动显示出来。

在“准备”灯被点亮时，单击工作站上“开始采样”图标或者“分析”图标或者按色谱仪操作键盘上的开始键，色谱仪开始程序升温控制，同时开始采样分析；单击工作站上“结束采样”图标或者“结束”图标或者按色谱仪操作键盘上的结束键，色谱仪将结束采样分析，并开始降温至温控设置温度，工作站显示走基线状态。

该程升对应的程升曲线如下所示：



4. 5. 4 进样器的设定

“进样器”是指随仪器配备的液体进样器（如：AOC-20i 等）。
单击“进样器”页面，将切换到“进样器”查看设置的界面。如下图：

温度/流量

程升/事件

进样器

网络

版本

状态

进样器状态：离线 空闲

当前瓶号--针号： --

程序设置

起始 瓶号	终止 瓶号	进样量 [微升]	次/瓶	间隔 [分钟]
000	000	1.0	003	010
000	000	1.0	003	010
000	000	1.0	003	010
000	000	1.0	003	010

基本设置

自动进样器：☐ 选中为有

型号：AOC-20i 进样口：0

进样前溶剂清洗：001 次

进样前样品清洗：003 次

进样后溶剂清洗：003 次

泵样次数：002 次 粘度延时：00.1 秒

进样驻留：00.1 秒 延时启动：001 小时

取样方式：0 进样针速度：慢速

针芯速度：慢速 查询 设置

Excel表存储复位

界面的上部为自动进样器的当前状态，如“在线”、“离线”、“空闲”、“进样”等。当前瓶

号是指在实际进样时，自动进样器已经执行到第几号样品瓶以及该样品屏的第几针。
界面的中部为设置自动进样器的批处理程序设置，如从第 2 号到第 3 号样品瓶，每次进样量为 1 微升，每样品瓶重复做 3 次分析，每次分析的时间间隔为 10 分钟。
界面的下部为设置自动进样器的基本参数。

Excel表存储复位

是为特殊用户专门设计的将分析结果自动导入“EXCEL”文件而设计的。用户如需，可咨询生产厂家或经销商。

注：当没有配备自动进样器时，该项参数无意义。
注：自动进样器的基本参数是由所配备的进样器型号而决定的。不同型号的自动进样器所设置的参数也略有区别，请认真翻阅所配备的自动进样器使用说明！
警告：自动进样器是精密的仪器，安装使用自动进样器，请严格按照其说明书操作，以免损坏！

4. 5. 5 网络程序的设定

单击“网络”页面，将显示该联机色谱的网络参数。如下图所示：

温度/流量程升/事件进样器网络版本

网络控制

设备网络参数

本地 IP

0000

子网掩码

0000

网 关

0000

处理计算机IP

本地处理

0000

业务主管

0000

上级主管

0000

查询

设置

单击相应设置区的数值，修改数字，按“设置”即可。

注：网络参数的设置方法以及注意事项请参阅：“3. 1. 8 网络参数的查看与设定”以及“2.4.1 计算机的网络设定”。
注：当修改色谱仪的网络参数后，会使色谱仪与工作站的链接中断，并试图初始化色谱仪的本身的网络参数以及链接到工作站。

4. 5. 6 版本信息的查询

单击“版本”页面，使版本处于最上页，您可以查询到色谱仪的版本信息。该信息只可查看，不能修改。如下图所示：



5 仪器的故障与排除

5. 1 开机问题

5. 1. 1 开机无反应

故障判断	检查方法和修理
市电问题	检查市电
保险丝熔断	检查保险丝，并更换
显示屏不点亮	检查显示屏

5. 1. 2 不联机

故障判断	检查方法和修理
网线问题	检查网线
IP 地址设置错误	检查 IP 地址，设置正确
电脑或色谱仪网络指示灯不亮	检查网线、交换机、色谱仪或计算机
联机但时断时通	检查网络以及 IP 地址是否冲突

5. 2 色谱峰问题

5. 2. 1 无基线

故障判断	检查方法和修理
检测板没有安装	检查检测板是否安装
检测板故障	更换检测板
基线和背景颜色设成了一致的颜色	修改颜色
采样速率不正确	修改采样速率（20 次/秒）
色谱仪与计算机没有联机	检查网络以及网络参数

5. 2. 2 没有色谱峰

故障判断	检查方法和修理
进样器温度太低	增加进样器温度
注射器堵塞	更换注射器
放大器电源断开	检查放大器，
没有载气通过	检查载气流路是否堵塞、气瓶中气体用完
硅橡胶漏气	更换硅橡胶
无火	点火
FID 极化电压接触不良	排除极化电压连接不良现象

5. 2. 3 正常滞留时间而灵敏度下降

故障判断	检查方法及修理
注射器漏气	更换注射器
灵敏度的选择不当	选择适当的灵敏度
载气漏	探漏并做相应的处理
氢气和空气流量选择不当（FID）	调正它们的流量
检测器无高压（FID）	装上高电压

5. 2. 4 拖尾峰

故障判断	检查方法及修理
进样管污染	清洗进样器管子
层析柱炉温太低	增加层析柱温度
进样温度太低	调高进样器温度
层析柱选择不当	选择适当的色谱柱

5. 2. 5 伸舌峰

故障判断	检查方法及修理
------	---------

样品量太大	降低样品量
样品凝集在系统中	先提高柱温，再选择适当的进样器、色谱柱、检测器温度

5. 2. 6 色谱峰分离不好

故障判断	检查方法及修理
柱过短	选择较长色谱柱
固定液流失	更换层析柱或老化色谱柱
柱温度太高	降低柱温
固定液选择不正确	选择适当色谱柱
载气流速太高或太低	调整载气流量

5. 2. 7 平顶峰

故障判断	检查方法及处理
放大器输入饱和	降低样品量，降低放大器灵敏度
记录器零点位置发生变化	检查记录器零点位置并做相应的处理

5. 2. 8 基线突变

故障判断	检查方法及处理
外电场干扰	排除影响仪器正常工作的外电场干扰
电源插头接触不良	把电源插座安装牢固
氢气、空气流量选择不当	重新调整氢气和空气的流量

5. 2. 9 恒温操作时有不规则基线波动

故障判断	检查方法及修理
仪器安装的位置不好	把仪器安装在无强烈振动处，最好把仪器放在没有振动的水泥台上。
仪器接地不好	检查并做好相应良好接地
固定液不适当	固定液选择适当
载气流量选择不当	把载气流量调节适当
载气漏	探漏
检测器污染	清洗检测器
氢气、空气选择不当（FID）	适当调节氢气、空气的流量

5. 2. 10 滞留时间延长灵敏度低

故障判断	检查方法及修理
载气流速太慢	增加载气流速
进样后载气流量变化	换进样器硅橡胶

进样器硅橡胶漏	换进样器硅橡胶
---------	---------

5. 2. 11 出峰时信号突然回到低于基线并且灭火

故障判断	检查方法及修理
样品量太大	降低样品量
载气流速太高	选择合适的载气流速
氢气或空气流量太低	重新调节氢气、空气流速
火焰喷口污染	清洗火焰喷口
层析柱里面的固定液流失	重新老化层析柱

5. 2. 12 基线不回零

故障判断	检查方法及修理
检测器污染	清洗检测器
放大器故障	检查放大器

5. 2. 13 不规律距离中有尖刺峰

故障判断	检查方法及修理
绝缘子漏电	探漏，并做相应的处理
放大器故障	流路中消除杂质
火焰跳动	调节合适的氢气和空气流量
高频信号线故障	检查高频信号线

5. 2. 14 在相等间隔中有一定的毛刺

故障判断	检查方法及修理
水冷凝在氢气管路中	从管路中消除水并调换或活化干燥剂
流路中有堵塞现象	流路中消除杂质
漏气	探漏，并做响音的处理
火焰跳动	调节合适的氢气和空气流量

5. 2. 15 圆顶峰

故障判断	检查方法及修理
超过检测器线性范围	降低样品量
放大器选择不当	重新选择适当的放大器

5. 2. 16 基线噪音大

故障判断	检查方法及修理
色谱柱污染	更换色谱柱

载气污染	更换或再生载气过滤器
载气流速太高	重新调节载气流速
接地不良	检查并做好良好的接地
高阻污染	清洗污染的高阻
进样器污染	清洗进样器中进样管
空气或氢气流速太高或太低 (FID)	重新调节空气或氢气的流速
空气或氢气污染	更换氢气或空气过滤器
水冷凝在 FID 中	增加 FID 温度清除水分
高频信号线故障	检查高频信号线

5. 2. 17 额外峰

故障判断	检查方法及修理
前一样品的高阻分峰	待前一次样品全部溜出后再进样
冷凝在层析柱中的水分在出峰	安装或再生净化器的操作条件要适当选择
样品分解	降低进样器温度
样品被污染	保证样品干净

5. 2. 18 锯齿型基线

故障判断	检查方法及修理
稳流阀膜片疲劳	换膜片或修理阀
载气瓶减压阀输出压力变化	调节载气阀减压的压力在另一位置
气流的流量不当	重新设置气流的流量

5. 2. 19 反峰

故障判断	检查方法及修理
氢气流量过大 (FID)	调整氢气流量
正负开关弄错	改变正负开关到正确的位置
参比池与测量池的钨丝引线搞错 (TCD)	检查参比池与测量池钨丝的引线情况。

5. 2. 20 没有进样而基线单方向变化 (FID)

故障判断	检查方法及修理
检测器温度太低	提高检测器温度
谱柱温停止加温或失控	检修控温系统和加热丝铂电阻
漏气	探漏

5. 2. 21 单方向基线漂移

故障判断	检查方法及修理
检测器温度大幅度变化	稳定检测器温度

放大器零点漂移	检修放大器各部件
柱温大幅度增加或减少	稳定色谱柱温度
漏气	探漏

5. 2. 22 升温时不规则基线变化

故障判断	检查方法及修理
柱流失过多	选择适当色谱柱，使用柱温应远低于固定液最高使用温度，老化柱子
没有选择好合适的操作条件	选择合适的操作条件
色谱柱被污染	更换色谱柱

5. 2. 23 周期性基线波动

故障判断	检查方法及修理
检测器温控不良	检查接触是否良好
载气流量压力太低	更换载气瓶
色谱柱炉温调节不当	检查铂电阻接触是否良好
载气流量调节不当	重新调节载气流速
空气、氢气调节不当（FID）	重新调节氢气、空气流量

5. 2. 24 程序升温后基线变化

故障判断	检查方法及修理
温度上升时，柱流失增加	选择适当的色谱柱或老化色谱柱
柱流速没有矫正好	矫正柱流速
色谱柱被污染	更换色谱柱

6 仪器维护与保养

6.1 气源及气路管

发生器：请按照发生器说明书操作；

钢瓶气：减压阀总压表小于 2Mpa 请及时更换钢瓶气，减压阀分压表上下波动或不稳定请检查减压阀，打开气源后请检漏；

检查气路管有无漏气的地方；

警告：氢气为易爆炸气体，色谱房间禁止吸烟或有明火存在！

6.2 气体净化器的维护

流路控制系统中，接有过滤器，其中就置放有 5A 分子筛。5A 分子筛需要定期更换或活化。活化温度为 260℃，活化时间 24 小时。

小建议：使用三个月后（按照每天八小时计算）活化一次，二年更换新的净化器

6.3 气体捕集管的维护

流路控制系统中，分流出口及隔膜清扫出口接有气体捕集管，其中就置放有活性炭吸附剂。活性炭吸附剂定期更换或活化。活化温度为 320℃，活化时间 24 小时。

小建议：使用六个月后（按照每天八小时计算）活化一次，二年更换新的净化器

6.4 气化室（或进样器）的清洗

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。

6.4.1 更换进样垫

关闭加热区，让其冷却，并关机。

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

隔垫泄漏可以从下面现象观察到：保留时间延长，无响应和/或柱前压减少。

小建议：一般的使用规律是经常扎针的每天换一次隔垫。或者扎针 50 次更换一次

注 意

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

操作步骤

- ① 关闭桥流，降温，关机
- ② 卸下隔垫压紧螺帽，取出并扔掉旧垫。旧垫可能在进样器顶部，也可能在压紧螺帽的同侧
- ③ 将新垫置于进样器的顶端，确认密封面（在进样器的顶部及压紧螺帽的内侧），洁净无异物。
- ④ 用手拧紧螺帽，不要太紧，能提供密封必须的足够的压力。

6.4.2 清洗或更换衬管或衬套

关闭加热区，让其冷却，并关机。

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

在内衬管或衬套的任何部位，都不该有污染物，尤其是它们的内部。

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

玻璃内衬管

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

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

警告

浓铬酸剧毒，腐蚀性强，应注意安全防护措施。

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

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

金属内衬和衬套不能使用浓酸。

内衬管用非腐蚀性溶剂洗涤（ H_2O ， CH_3OH ， $(CH_3)_2CO$ ， CH_2Cl_2 ），然后在恒温箱中 105℃ 充分干燥。

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

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

6.4.3 清洗进样器内壁

关闭进样器加热区，让其冷却。

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

分流/不分流及只分流毛细管柱进样器。

6.5 色谱柱老化

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

由于柱子很容易吸附某些空气中的污染物，所以，新填充的柱子必须老化，对于那些

用过的柱子，并且有搁置了一段时间没有用盖帽或塞子保护起来的，同样有必要作柱老化。

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

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

①关闭检测器！切断检测器的气源（如果有的话），尤其是氢气！

②A、如果要老化的柱子已安装好了，则将其与检测器连接的一端拆下来。

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

C、用进样器螺帽盖好检测器的入口，以防止空气和/或污染物进入检测器。

③建立稳定的载气流量。老化填充柱时，以 He 为最佳，用 N_2 也可以满足要求。

A、对于 $\Phi 3$ 或 $\Phi 4$ 柱（内径 2mm），流量约 30ml/min

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

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

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

注意

过热将缩短柱子使用寿命。

柱老化时间对填充柱来说长一些，可能要过夜，对于毛细管柱则稍短一些。

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

6.6 FID 的清洗（氢火焰离子化检测器）

关闭加热区，让其冷却，并关机。

检测器本身及其连接系统，要求作常规维护。

警告

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

开/关阀

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

喷嘴的更换和更新

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

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

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

注 意

喷嘴不要拧得太紧！拧得太紧会造成喷嘴和基座永久性变形和损坏。

6.7 TCD 的清洗（热导检测器）

- ① 气源要求纯度 99.999%。
- ② 开主机电源前一定要通载气，热导出口要有载气冒出，方可开机。
- ③ 开桥电流电源应在温度稳定后进样前打开。
- ④ 桥电流过大，会缩短钨丝寿命，一般取最低值。
- ⑤ 进样体积：气体 0.1~5mL；液体 1~5uL。

6.8 系统检漏

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

- ① 关闭检测器！
- ② 安装一个与毛细管柱外形相同的零件在进样器出口（一根别针或类似的仪表游丝）
- ③ 盖住流路面板上隔垫清扫出口
- ④ 将背压调节器调到“柱压”为 150Kpa。
- ⑤ 关闭载气流量调节器也就是切断去进样器的气流。
- ⑥ 顺时针调节背压调节器，再多开 1/4 圈，观察表上“柱”压 5 分钟。

如果系统无泄漏，压力恒定在 150Kpa，如果压力下降，说明有泄漏存在，在有泄漏的情况下，通上载气，并且：使用一种合适的检漏液检查流量面板后面，气路系统的有关管线接口，必要时可更换或检修某些连接件和部件。

注意

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

检查进样器三个可能泄漏的地方：隔垫、柱连接口、压紧螺帽密封环（O 型环）

正常操作时，可能进行下列操作，既不需卸下柱子，也不需卸下进样器的密封环，可以简单地给系统升压进行检漏。

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

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

如果隔垫和柱帽已证明无泄漏，则更换进样内衬管的密封环（O 型圈）。

上述过程操作完毕，系统再次充压，并再一次检查整个系统有无泄漏。

进样器加热区停止加热，让其冷却。

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

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

6.9 仪器表阀维护

警告 1: 各气路稳压阀（在气路系统后部）出厂时已经过严格调试，不要自行改变气路稳压阀的输出压力，以免影响刻度—流量曲线的有效性或输出精度！

参考：载气为 n_2 时候，出厂时调为约 0.3Mpa ($3\text{kg}/\text{cm}^2$)

载气为 H_2 时候出厂时调为约 0.25Mpa ($2.5\text{kg}/\text{cm}^2$)

燃气出厂时调为约 0.1Mpa ($1\text{kg}/\text{cm}^2$)，助燃气出厂时调为约 0.15Mpa ($1.5\text{kg}/\text{cm}^2$)

警告 2: 气路针型阀和稳流阀旋钮不宜右旋到底，以免造成阀件损坏！须关闭气体时，可直接关闭净化器上的开关阀或者钢瓶总阀！若需要熄火可以选择减小空气流量，但不可旋死阀门。

7 仪器使用简要说明

(1) 仪器使用时，务必检查一下微机控制系统机架右面下方的 TCD 桥电流钮子开关状态，应处在正确的位置，例如使用 FID 时，钮子开关应放在桥电流断开位置；否则在面板按键操作时一不小心误按 TCD 桥流按键，就会造成 TCD 热导元件的损坏。

(2) 热导检测器的操作必须严格遵守热导检测器先通载气后通热导恒流源的操作原则。

在长期停机后重新启动操作时，应先通载气 15 分钟以上，然后检测器通电，以保证热导元件不被氧化或烧坏。

(3) TCD 桥电流设置大小与载气种类有关，也与热导池工作温度有关，并要考虑被分析对象对灵敏度的要求，具体请参照热导池桥电流给定曲线。

(4) 使用热导检测器时，必须并联装接双柱，如果采用 TC-4 微型热导池联用毛细柱，则另一路必须也装上柱子或空柱管，这样保证了热导池的二路气室中都通载气。如果只装一根柱子，则不装柱的另一路热导元件就会因不通气而被烧坏。

(5) 更换汽化室硅橡胶垫时，务必先把热导池桥电流关掉，换好硅橡胶垫后，通载气几分钟后再接通桥电流。

(6) 柱箱温度的设置必须低于色谱固定液的最高使用温度，检测器温度的设置应保证样品在检测器中不冷凝，汽化室进样器系统的温度设置应高于样品组份的平均沸点，一般应高于柱箱温度 30~50℃。

(7) 用平面六通阀作气体进样时，取样的气体流量和压力每次要保持重复一致，才能保证分析的重复性，平面六通阀旋转时只能放置在二端位置而不能放在中间，中间位置将会导致载气被切断不通，从而会造成热导元件损坏。

(8) 仪器气路中稳压阀，一般在出厂前都调整好用户不必再变动，若需重新调整则必须注意稳压阀只有在阀前后压差大于 0.05MPa 的条件下才能稳压作用，即如果稳压阀输出压力要求在 0.15MPa，则稳压阀输入压力必须大于 0.2MPa，仪器上的稳压阀入口压力不得超过 0.6MPa，超过了要损坏稳压阀。

(9) 在国内热导检测器最被广泛采用的载气是用氢气，载气通入仪器前应先通过气体净化管，气体净化管内装有分子筛，用来吸除载气中水份，内装 105 催化剂，用来吸除载气中氧，除去水份和氧是为了保护色谱柱和检测器，延长使用寿命。所以，气体净化管内的吸附剂必须定期活化处理，以保持净化效果。

(10) 仪器使用后关机时，必须牢记在热导池出口接头处旋上闷头螺帽，防止在切断载气后，外界空气中氧返进色谱柱和检测器系统，是为了保护色谱柱和检测器，在高温使用后，尤其要注意必须在柱箱和检测器温度降到 70℃ 以下，才能关闭气源。

(11) 在使用仪器进样分析达一定次数后，由于色谱柱（不管是填充柱还是毛细柱），内积累吸附了一些水份或其它物质，将会影响柱效和基线稳定性，因此必须对色谱柱进行活化处理，长期停用的柱子，在重新使用前也须活化处理。在仪器上进行活化处理的简单方法就是通高纯氮并将柱子加热恒温，氮气流量 50~60ml/min 左右，柱子活化温度取比固定液最高使用温度低 10℃ 左右，对气固吸附色谱用常用吸附剂：分子筛类活化温度为 300℃；硅胶、活性炭、GDX 类活化温度为 200℃。活化时间一般 3~4 小时，然后自然冷却（氮气仍在流通）。柱子活化时，必须将柱子出口端从检测器的接头上拆下来，防止在柱活化处理过程中将有害物质带进检测器系统造成污染。

(12) 色谱柱连接用密封圈可根据不同使用温度采用不同材料，一般在 200℃ 以下可采用硅橡胶圈，200℃~250℃ 以下可采用聚四氟乙烯圈，250℃ 以上可采用紫铜圈或柔性石墨圈。

(13) 在采用小口径毛细柱分流进样时，用户可在分流气路中分流调节阀前的流路中自行串接一段（ $\phi 3 \times 0.5\text{mm}$ 管，长 50~60mm）活性炭（40~60 目）吸附管用以吸附有机物保护分流调节阀。

(14) TCD 载气出口及分流出口流量除了用皂膜流量计来精确测定外，还可在主机左侧外装一只 6~60ml/min 的玻璃转子流量计来连续监视

(15) 载气 2 路，主要做填充柱，载气 1 路主要做毛细柱（也可做填充柱），做毛细柱时，稳流阀应全打开为佳，毛细柱流量用稳压阀来调节，保证分流流量调节时，毛细柱流量不变；载气 1 路做填充柱时，稳压阀全打开，用稳流阀来调节柱流量。隔膜清扫气流量一般在 2~10ml/min，可在出口处用皂膜流量计或浮子流量计测量。

(16) 开机使用 FID 时，必须先通载气、空气，再开温度控制，待检测器温度超过 100℃ 时才能通氢气点火。FID 系统停机时，必须先关氢气熄火，然后再关闭温度控制，当柱温降下后再关载气和空气。如果开机时在 FID 温度低于 100℃ 时就通氢气点火，或关机时不先熄火就降温，就容易造成 FID 收集极积水而使放大器输入级绝缘下降，会造成基线不稳

(17)。

(18) FID 联用标准小口径毛细柱时，毛细柱可插入 FID 石英喷嘴内孔，柱端面略低于喷嘴口 1~2mm 为最佳，这样可保证最佳柱效。

(19) FID 点火后，由于基始电流的作用，点火后电压会高于原先值，高出的大小可大致判断气体净化程度和色谱柱老化的好与不好。

(20) 为了保证 FID 在高灵敏度下使用时的基线稳定，气体应除去气体中微量 CH（烃类）杂质；色谱柱固定相必须在略低于最高使用温度下充分老化，从而可减少固定液流失和固定液中溶剂残留量对基线的影响；高温使用汽化室时，进样器的硅橡胶垫必须事先高温老化处理并开启隔膜清扫气路。

(21) FID 放大器屏蔽铁盒内放有干燥剂（硅胶、分子筛类），用以保持放大器输入级的高度绝缘性能。由于环境空气中水份的影响，使用一段时间后，应更换干燥剂或将原来放在里面的干燥剂取出，在 150℃下烘烤（活化）二小时再回用，这样可降低噪音，保证基线稳定性。

(22) FID 系统经分析大量样品后，可能会污染喷嘴或检测器座，就需拆洗，重新安装。复原时，必须注意极化极圈应与喷嘴处于同一平面。喷嘴不能与极化极相碰，如果喷嘴口低于极化极，将会造成噪音增大；喷嘴口高于极化极，将降低检测灵敏度。

(23) 仪器的维护不但能使仪器正常工作而且能延长仪器寿命

(24) 仪器应严格地在规定的条件下工作，在某些条件下不符合时必须采取相应措施

(25) 严格地按操作规程进行工作

(26) 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

(27) 仪器在关机时，先降柱温然后关断载气气源

8、运输和贮存

1 运输：产品在包装完整的状态下，允许用一般交通工具运输，运输过程中应按印刷标志的要求进行运输作业。

2 贮存：产品在运输状态下，应贮存在温度 5-35℃，相对湿度<85%的环境中，且空气中不含油性气体。

9、质量保证

1: 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 13 个月内(或安装调试完毕 12 个月内)，产品确因制造质量而不能正常工作时，本公司无偿为用户修理和调换（不包括易耗件的调换）。

2. 在正确使用情况下，热导元件钨铼丝一般不会发生 0.5 欧以上阻值变化和断丝。操作人员由于疏忽大意，违反操作规则（例如：所用载气不纯，低于 99.999%，O₂含量较高；进样垫或色谱柱装接漏气；仪器通气量不够就快速接通热导池电源；色谱柱填料及固液流失；使用强氧化性腐蚀性样品等等）就会造成热导元件钨铼丝阻值变化，破坏了出厂时元件所有的配对性能，以至检测器系统不能正常工作。此种情况，不属保修范围，酌情收费。

10、仪器简易操作流程

仪器已经正确安装，按以下步骤调试仪器，确认仪器处于良好的状态。

(1) 开机程序

- ①首先打开氮气钢瓶总阀门、调节减压阀压力为 0.3~0.4Mpa。调节柱前压约为 0.04Mpa。
- ②打开 GC 气相色谱仪后侧的电源开关，当屏幕上显示出主画面后，即可设置测试参数（柱温、进样器温度、检测器温度等）。设定柱温时，一定要注意柱子的最高使用温度。
- ③当温度达到设定温度时，开空气、氢气。打开空气、氢气钢瓶总阀门，调节减压阀压力为 0.3~0.4Mpa。
- ④打开仪器面板上空气、氢气针形阀开关。（参考值：空气开 7 圈，氢气开 4 圈。）
- ⑤用点火器点火。注意将氢气针形阀开至 5 圈以上来点火，火点着后调回 4 圈。为防止积水，当检测器温度大于 150℃且检测器外侧有少许发热后才可以点火；火点着后，检测器上方有水汽，信号显示有激流产生。
- ⑥ 打开工作站，查看基线。稳定大约 30min，待 GC 温度达到设定温度后，基线亦稳定，即可测定。

(2) 测试条件的设定：

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

一般测试化合物有两种测试方法：

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

②大口径毛细管法不分流：

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

(3) 注意事项：

- ①检测器温度不能低于进样口温度，否则会污染检测器 进样口温度应高于柱温的最高值，同时化合物在此温度下不分解。
- ②含酸、碱、盐、水、金属离子的化合物不能分析,要经过处理方可进行。
- ③进样器所取样品要避免带有气泡以保证进样重现性。
- ④取样前用溶剂反复洗针，再用要分析的样品至少洗 2-5 次以避免样品间的相互干扰。
- ⑤需直接进样品，要将注射器洗净后，将针筒抽干避免外来杂质的干扰。

(4) 关机程序

- ①关闭氢气、空气钢瓶总阀。
- ②退出软件，关闭计算机。
- ③按下退出按键，使仪器降温：
- ④待柱箱温度降至 50℃后，关闭色谱仪开关。
- ⑤待氮气吹一段时间（约 10 分钟），关闭氮气钢瓶总阀。

使用 FID，操作规程可以归纳为以下几点：

- ① 开载气
- ② 开主机电源，设定温度（柱温、进样器温度、检测器温度）
- ③ 温度稳定后，开氢气、空气
- ④ 点火

- ⑤ 待基线走稳后，进样分析
- ⑥ 分析完后关氢气、空气
- ⑦ 将柱温降至室温，进样器、检测器关掉。
- ⑧ 关主机电源
- ⑨ 关载气（若是极性柱，载气多通一段时间，主要是为了延长柱的使用寿命）
如果使用的是 TCD，操作规程如下：
 - ① 先通载气 15 分钟，同时保证热导出口的地方有载气流出
 - ② 开主机电源，设定温度（柱温、进样器温度、检测器温度）
 - ③ 温度稳定后开桥电流电源，调桥电流到相应值
 - ④ 基线稳定后进样分析
 - ⑤ 分析完后关桥电流电源的硬件开关和软件开关
 - ⑥ 降温至室温，关主机电源
 - ⑦ 关气源（**注意：**检测器温度降到 100℃ 以下，停载气，否则继续通载气。）

