

SP-7820 气相色谱仪

本产品：

执行标准 Q/0481LHY022-2014

执行检定规程 JJG700-1992

型式计量证书编号：2011C1902-37

生产许可证编号：鲁制 04000403 号

通过了 GB/T 19001-2008/ISO 9001:2008

国际质量管理体系认证

国家级火炬计划高新技术企业

山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司

山东省滕州市恒源南路 1866 号

电话：0632-5581056 5570896(FAX)

网址：<http://www.lunan-gc.com>

非常感谢您选用

SP-7820 气相色谱仪



山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司
Shandong rainbow Chemical Co., Ltd

山东省滕州市恒源南路 1866 号
电话：0632-5581056 5570896(FAX)
网址：<http://www.lunan-gc.com>

目 录

● 承诺与服务	V
● 安全注意事项	VI
● 友情特别提示	VII
● 仪器的基本操作要求	VIII
● 快速安装指南	IX
第一章 概述	1
第二章 仪器工作原理、结构及安装	7
第三章 仪器操作	19
第四章 键盘及其控制操作	28
第五章 热导检测器(TCD)的安装与使用	44
特别说明：双 TCD	49
第六章 氢焰检测器(FID)的安装与使用	54
特别说明：双毛双放双 FID	59
第七章 电子捕获检测器(ECD)的安装与使用	62
第八章 火焰光度检测器(FPD)的安装与使用	67
第九章 氮磷检测器(NPD)的安装与使用	72
第十章 毛细管进样系统的安装与操作	77
第十一章 仪器维护保养及常见故障处理	95

附录:

《附录 1》	报警代码	98
《附录 2》	电器条例细则	99
《附录 3》	接地	100
《附录 4》	SP-7820 气相色谱仪-关于《一键启动》	102
《附录 5》	SP-7820 气相色谱仪-关于全尾吹系统	103
《附录 6》	SP-7820 气相色谱仪-关于进样口相关说明	104
《附录 7》	SP-7820 气相色谱仪-关于断气保护及断气保护指示	105
《附录 8》	SP-7820 气相色谱仪-关于检测器相关说明	106
《附录 9》	三氢焰检测器型气相色谱仪	107
《附录 10》	SP-7820 系列变压器油分析系统	111
《附录 11》	SP-7820 系列矿井气分析系统	113
《附录 12》	SP-7820 气相色谱仪关于《外部事件》	115
《附录 13》	SP-7820 气相色谱仪关于热导、氢焰、转化炉+加热六通阀	117
《附录 14》	7820 附件用户清单	119

承诺和服务

◆ **承诺:**

本仪器的有效保修期为自到货之日起一年。保修期内由于供货商的原因造成仪器任何部件的损坏，本公司将免费更换并且免费维修。免费保修不包括易耗件的更换。

但下列原因造成的仪器损坏不包括在保修范围内：

- 1、由于误操作造成；
- 2、由于非本公司指定的人员维修或调试而造成的；
- 3、由于在恶劣环境条件下使用，如：高温、高湿、腐蚀性气体等本仪器以外的原因引起的。

◆ **服务:**

本公司产品免费安装调试。并按照有关规定产品实行“三包”。

服务热线：0632-5581056

0632-5581054

0632-5570896（传真）

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。

本说明书由山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司工程师张令甲编著，错误在所难免，敬请原宥。

本说明书中的文字及插图皆为山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司版权所有，未经书面许可严禁翻印。

安全注意事项

为了保证仪器的操作安全，请认真遵守下列注意事项：

1、 请严格按照仪器的设计用途使用仪器，并严格遵守本说明书所规定的操作步骤、注意事项。

2、 请不要自行拆卸或改装仪器，仪器需要维修，请与本公司联系。

3、 仪器运行工作时，汽化室、检测器和主机盖板等部位温度较高。请勿触动。同时，高热空气也会从仪器后部的后开门排出，请勿在周围放置易燃物品。

4、 对仪器进行拆卸操作前，必须切断仪器电源。

5、 仪器所使用的气瓶一定要固定牢固。

6、 使用氢气时，为确保安全应严格遵守下列操作规程：

● 气路连接应正确无误。切不可将氢气管路连接到其它气路上，否则将造成危险。

● 仪器不用时，务必将氢气气瓶总阀关闭或氢气发生器电源关闭。

● 为防止氢气泄漏引起事故，放置仪器的房间必须保持良好通风。

7、 接好仪器专用地线。

电源除了一根相线和一根中线外，必须要一根专用地线。地线不能和中线共用一根线作为地线！

友情特别提示：

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）或仪器可能排除有毒的物质，应将仪器的排除物质排放到室外安全处，以防止室内污染甚至中毒。

仪器的基本操作要求

- 1、 电源要求： 电压： $220 \pm 10\%$
频率： $50 \pm 0.5\text{Hz}$
功率： $\geq 3000\text{W}$
接地要求电阻： $< 0.1\Omega$
- 2、 气源要求： 氮气： 99.995%
氢气： 99.995%
空气： 干燥无油
- 3、 氢火焰离子化检测器（FID）基本操作要求
载气： 流量 50ml/min(30—80 ml/min)
氢气： 流量 30ml/min(25—40 ml/min)..
空气： 流量 350 ml/min(250—500 ml/min).
- 4、 热导池检测器（TCD）基本操作要求
 - 开机前应先通载气 30min， 流量 50ml/min， 然后开机加热
 - 流量校正， 两出口流量偏差 $\leq 1\%$
 - 根据分析要求， 设定桥流值的大小
 - 用氮气作载气时， 桥电流较与氢气作载气时要适当减小
 - 电子捕获检测器(ECD) 气源要求 氮气： 99.999%
并加装脱氧管。 开机前应先通载气 2 小时， 流量 80ml/min， 然后
开机加热
- 6、 特别提示： 先通载气， 再开机升温！

快速安装指南

1. 打开包装箱，抬出色谱仪，放到工作台上。检查外观应完好，对照合同，物品及附件应齐全。

2. 连接好气路：TCD 仅将 H₂ 接到色谱仪的载气入口即可。FID/FPD/NPD 要将高纯 N₂/H₂/Air 接到色谱仪的对应的入口上，**切勿接错**。ECD 仅将 **99.999%**的 N₂ 接到色谱仪的载气入口即可。本仪器对**三种气源减压阀输出压强要求为：载气 (N₂): 0.4MPa 氢气: 0.26MPa 空气: 0.4MPa**(不论用多大流量的气，三个压力固定不变！)

3. 将色谱柱接到对应的检测器上，通载气，试漏。安装并打开工作站，将信号线接到对应的控制器上。检查工作站与对应的检测器应工作正常。

4. 接好地线。开机—升温—应正常；**不用的温度设为“0”并设置为“关”**。合理设置对应检测器的参数。外部事件的初始状态均应设为“关”。

5. FID 要点火；TCD 加适当桥流（不得大于 160mA），并按加桥流按钮，桥流灯亮；FPD 点火—加高压；NPD 加铷珠电流至铷珠暗红色；ECD 加脉冲电流（1nA）。

6. 看基线—调零。

7. 等基线稳定后即可进样分析：适当调整柱室温度及柱前压，使出峰正常。条件参照：将柱室温度设定在被分析的试样**沸点附近**，汽化、检测器温度高于柱室温度 20℃—50℃。**降低柱温，分离变好，保留时间加长；升高柱温，分离变差，保留时间缩短。降低柱前压（减小载气流量），分离变好，保留时间加长；升高柱前压（增大载气流量），分离变差，保留时间变短。**

第一章 概 述

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，并对分离的各组份经检测器进行检测，从而对多组分混合物进行定性、定量分析。

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。

SP-7820 气相色谱仪是一种高性价比、多功能、经济实用型精密仪器。仪器采用三柱三气路操作系统，基本型配制有氢火焰离子化检测器（FID）和热导池检测器（TCD）。还可配置 ECD、FPD 和 NPD。

SP-7820 气相色谱仪采用微型计算机和集成电路控制，中、英文界面，自动化程度高、可靠性好，操作参数键盘设定。仪器具有掉电保护、文件存储及调用功能。仪器采用大屏幕液晶显示，显示内容丰富、直观。仪器的检测器及其控制部件采用即插即用控制模式，操作简单方便。仪器可进行恒温 and 程序升温操作。柱室配有柔性后开门自动控温系统，柱箱性能优良。温度控制精度高，升、降温速度快。能实现近室温操作。气路流程灵活、可靠，易于扩展，适于多种检测和进样组合。

检测器采用单元化组合设计，安装维护方便，本仪器可配置多种检测器（TCD、FID、ECD、FPD 和 NPD），根据用户分析需要进行配置，本仪器最

多可同时安装四种检测器。

仪器的进样系统可选配填充柱柱头进样、玻璃内衬快速进样、带有隔膜清洗功能的毛细管柱分流/不分流进样等多种进样装置。

仪器的信号输出可与各种色谱数据处理机和色谱工作站等外围数据处理设备或绘图设备方便连接。

仪器具有载气气路断气保护功能。可有效保护色谱柱及 TCD 操作时的热敏元件不受损坏。预置备用温控端口，易于扩展使用。

仪器具有超温保护功能，任何一路温控超过保护温度，仪器将断电保护并报警。



图 1 仪器外型结构

一、工作条件

仪器正常工作条件：

- 1、环境条件：5℃～35℃。
- 2、相对湿度：低于 85%。

3、周围无强电磁场干扰，无腐蚀性气体，无强烈振动，空气无大的对流存在。

4、供电电源：220V \pm 10%； 50 \pm 0.5Hz ； 配电承受功率不小于 3KW。

二、技术性能

1、 温度控制

(1) 色谱柱室温度；

控温范围：室温加+6 $^{\circ}$ C \sim 399 $^{\circ}$ C。

控温精度：优于 \pm 0.1 $^{\circ}$ C。

温度梯度：室温加+6 $^{\circ}$ C \sim 399 $^{\circ}$ C，柱室有效区域内不大于 1%。

设定温度与指示温度之间偏差不大于 1 $^{\circ}$ C。

设定温度和实际温度之间的偏差不大于 2%。

程序升温阶数：8 阶。

升温速率：1 \sim 40 $^{\circ}$ C/min。

线性程序升温范围：

每分钟 40 $^{\circ}$ C 时为 150 $^{\circ}$ C。

每分钟 15 $^{\circ}$ C 时为 300 $^{\circ}$ C。

每分钟 10 $^{\circ}$ C 时为 350 $^{\circ}$ C。

初温终温控制时间：0 \sim 999.9min。

程序升温的重复性不大于 2%。

(2) 汽化室、检测室温度

控温精度：

汽化室： \pm 0.1 $^{\circ}$ C（室温+15 $^{\circ}$ C至 200 $^{\circ}$ C以内），200 $^{\circ}$ C以上为 \pm

0.2℃。

检测室：±0.1℃（室温+15℃至 200℃以内），200℃以上为±0.2℃。

设定温度与指示温度之间的偏差不大于 1℃。

2、 热导池检测器

(1) 灵敏度：不小于 6000mv.ml/mg（苯）

(2) 噪音：不大于 0.04mV

(3) 漂移：不大于 0.15mV/30min

3、 氢火焰离子化检测器

(1) 检测限：不大于 5×10^{-12} g/s（样品：C₆H₆/CS₂溶液）

4、 噪音：不大于 4×10^{-14} A。漂移：不大于 5×10^{-13} A/30min

5、 电子捕获检测器

(1) 检测限：不大于 1×10^{-13} g/ml（γ -666）

(2) 噪音：不大于 0.04mV

(3) 漂移：不大于 0.15mV/30min

6、 氮磷检测器

(1) 检测限：对氮不大于 5×10^{-12} g (n) /s(偶氮苯)

对磷不大于 5×10^{-12} g (p) /s(乙基 1605)

(2) 噪音：不大于 0.04mV

(3) 漂移：不大于 0.15mV/h

7、 火焰光度检测器

(1) 检测限：对硫不大于 1×10^{-12} g (s) /s（噻吩）

对磷不大于 $1 \times 10^{-12} \text{g (p) /s}$ (乙基-1605)

- (2) 噪音: 不大于 0.04mV
- (3) 漂移: 不大于 0.15mV/h

8、 仪器可匹配的数据处理或记录外围设备

- (1) 台式双笔记录仪 (最少量程 1mv, 行程时间 1s)
- (2) 数据处理机
- (3) 色谱数据工作站。(目前基本都是配置色谱数据工作站)。

9、 电源消耗功率

刚开机时约 2.5 千瓦, 温度稳定后小于 1 千瓦。

10、 仪器尺寸与重量。

- (1) 主机尺寸: $560 \times 510 \times 530 \text{ mm}$ (长 \times 宽 \times 高)
- (2) 重量: 约 50kg

三、 安装前的准备工作

1、 安装前准备

(1) 工作室与工作台: 工作室周围不应受易燃、易爆的气体以及强大的电磁场和电火花干扰, 室内要求通风良好; 工作台应能承受整套仪器的重量、工作台后面应留有适当间隙 (约 60cm) 以便工作和检修)。

(2) 电源: 仪器用 220V/50Hz 交流电源, 电源的输入线路的承受功率, 必须大于仪器消耗功率 (约 3kw); 电源接线板要接触可靠; 当外供电源电压波动较大时, 要用 5~10kw 的稳压器或调压器及时调压, 否则将对仪器性能产生重大影响。

(3) 地线: 为保证仪器性能及使用者的人身安全, 仪器必须和大

地可靠相连。建议用铜网或铜板埋入一米深以下的湿土中，土中最好加 1Kg 食盐，来埋设地线。用 2 mm*10 mm 的扁铜带电焊引出并接到仪器的接地端，不允许用电源中线代替地线，不允许将地线接在自来水管或暖气片上。

(4) 气源与气路管路：须用高纯惰性气体和纯净空气。氮气和氢气要由高压钢瓶或氮气、氢气发生器供给。空气可由无油空压机供给，方便时用高压钢瓶。用高压钢瓶时，氮气、空气可用氧气减压阀（0-25MPa/0-2.5MPa），氢气为专用氢气减压阀，为反丝（0-25MPa/0-0.4MPa）。本仪器对三种气源减压阀输出压强要求为：载气（N₂）：0.4MPa 氢气：0.25MPa 空气：0.4MPa。

当使用电子捕获检测器时，载气必须用纯度为 99.999%以上的高纯氮气，最好再加上脱氧管。

安装注意以下几点：

- 先参阅有关使用高压钢瓶的资料，按要求操作，装好减压表。
- 气瓶放置牢靠，周围严防明火和电火花存在。
- 电子捕获检测器使用 Ni⁶³ 放射源，需在检测器的排出口装上排气管、使气体排出室外，同时用标签注明有放射性同位素存在。（排出口最好高出房顶，且管口朝下，以防进雨。）。

2、开箱检查

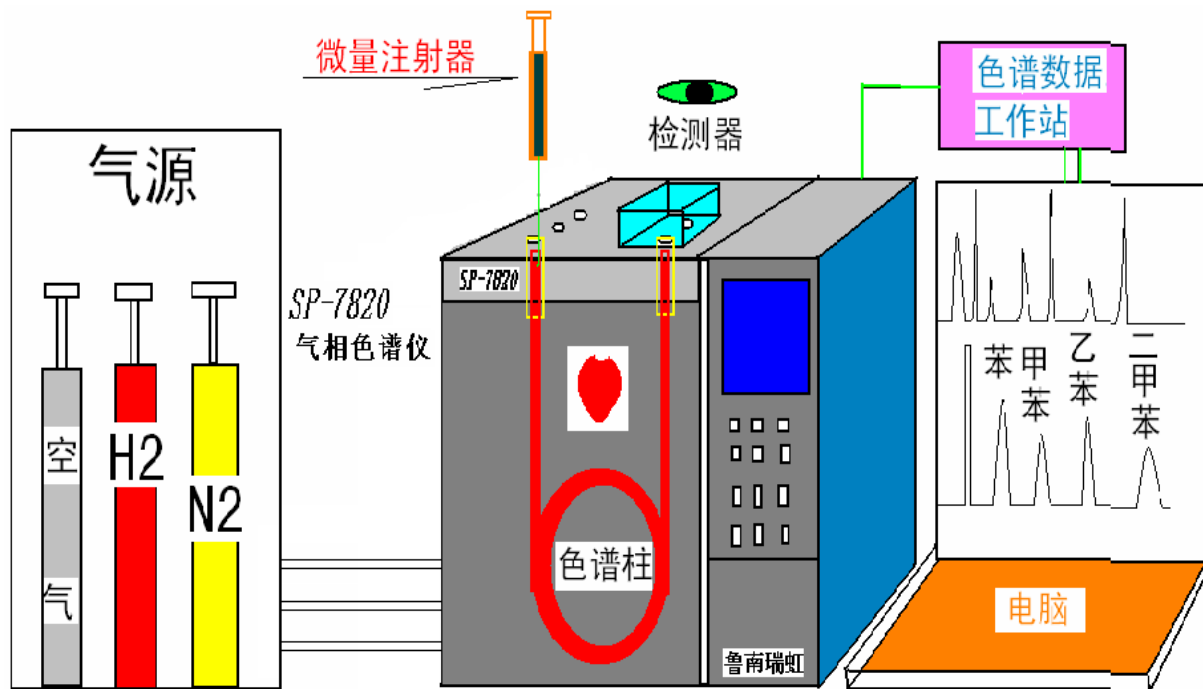
按装箱单清点仪器和附件。

第二章 仪器工作原理、结构及安装

一、仪器工作原理

气相色谱仪是一种多组份混合物的分离与检测的分析工具。它是以气体为流动相，采用冲洗法的柱色谱技术。从结构上看，又是一个载气连续运行的自动记录仪器。其工作流程见图 2 与图 3。

气相色谱分离是利用试样中各组份在色谱柱中的气相和固定液液相间的分配系数不同，当汽化后的试样被载气带入色谱柱中运行时，组份就在其中的两相间进行反复多次的分配（吸附-脱附或溶解-释放），由于固定相对各组份的吸附或溶解能力不同（即保留作用不同），因此各组份在色谱柱中的运行速度就不同，经过一定的柱长后，便彼此分离，顺序离开色谱柱进入检测器，经检测器后转换为电信号送至色谱数据处理装置处理。



SP-7820 气相色谱仪整体工作原理示意图

图 2 气相色谱仪工作流程示意图

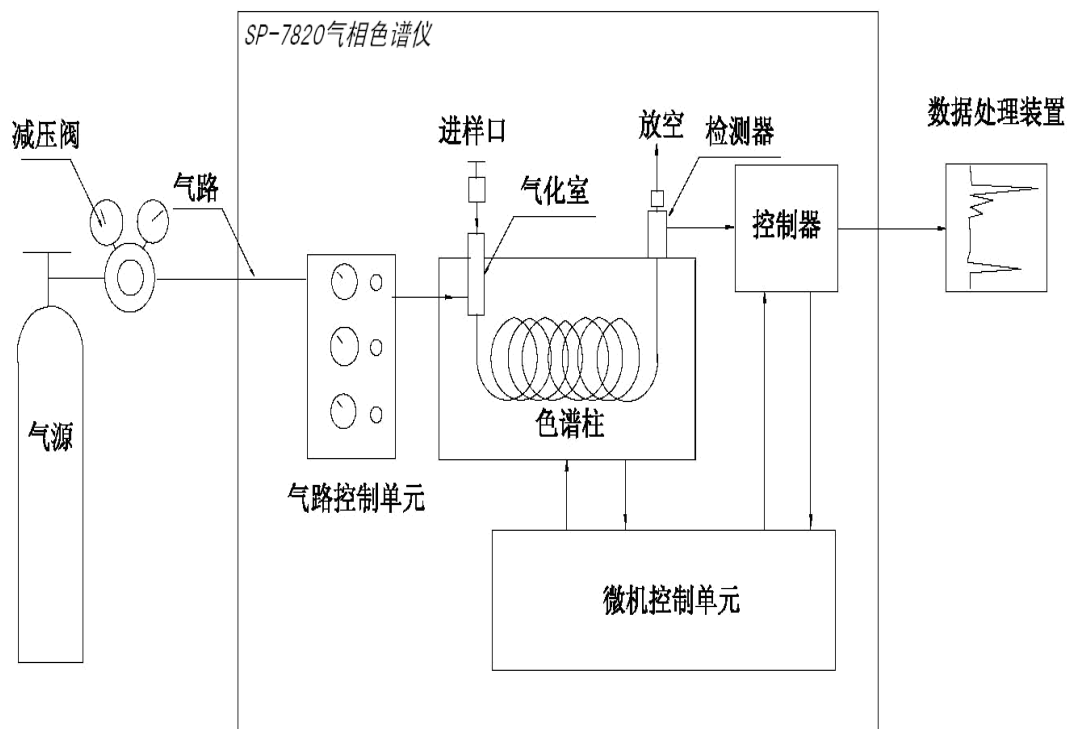


图 3 气相色谱仪工作流程图

二、仪器整机结构

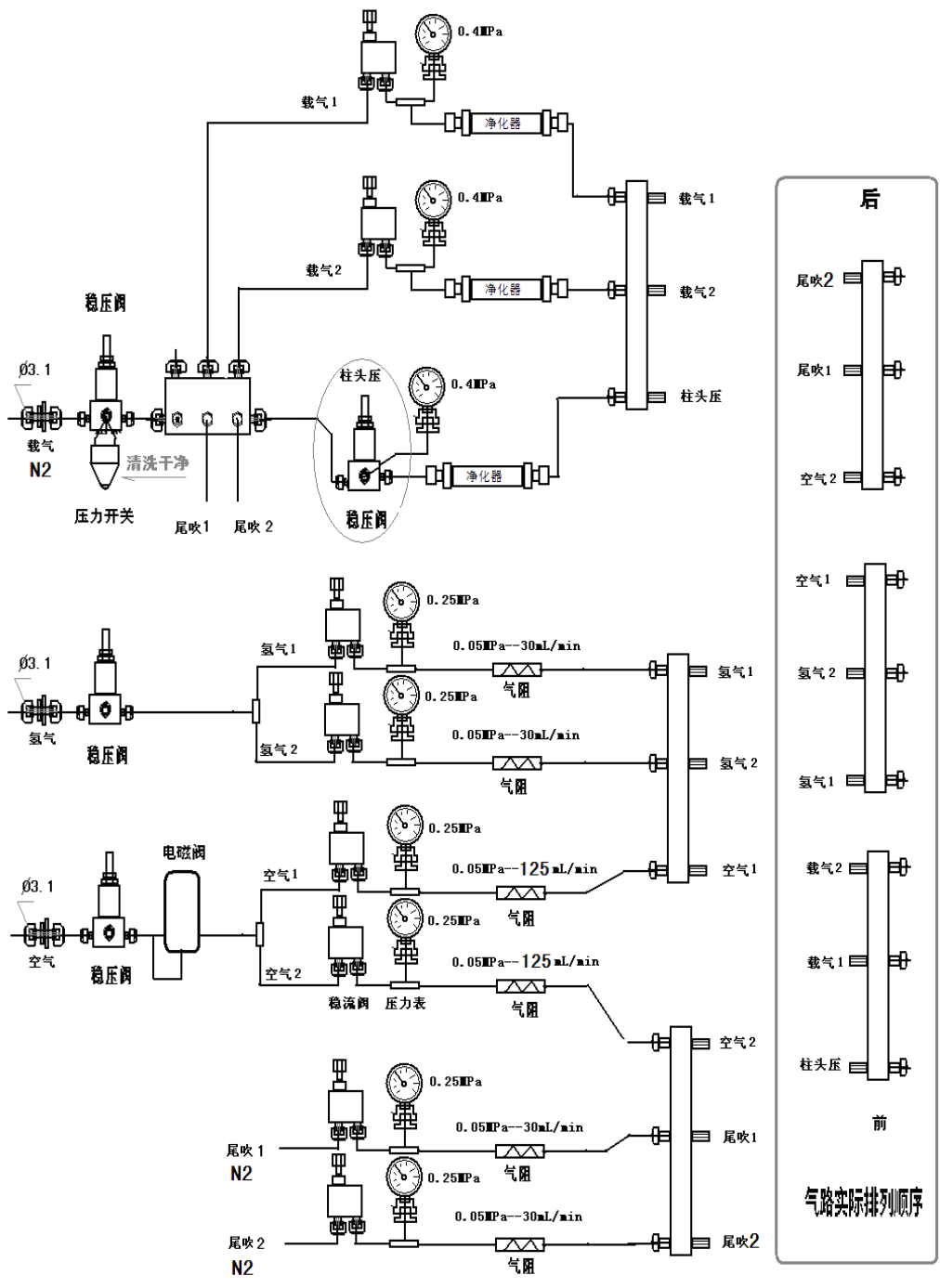
SP-7820 气相色谱仪由主机(包括进样、色谱分离、检测及电气、气路控制系统)、色谱数据处理机或工作站组成。

主机分为：色谱柱室（包括进样和检测器）和气路、电气控制部分。

1、气路

SP-7820 气相色谱仪采用先进的气路结构，三柱三气路操作。气路流程可靠、灵活、易于扩展，基线稳定性好。基本气路为 9 路（其气路流程见图 4），可扩展到 21 路。

气路控制面板位于仪器整机右下侧（见图 1 仪器外型结构）。



批准: 朱瑞林	SP7820 气路流程图	瑞虹公司
审核:		
设计: 张令甲	SP7820 气相色谱仪	材料:
绘图: 张令甲		数量: 1

图 4 SP-7820 气路流程图

使用填充柱操作时：

载气分为载气 1 和载气 2，经稳压阀与稳流阀调节后分别与汽化室 1 和汽化室 2 连接，并有压力表指示。由流量曲线图对应相应的流量（仅做参考）。

辅助气有尾吹 1、尾吹 2。通常用于双 FID 的尾吹气。用于调节毛细柱 FID 操作尾吹气、ECD 尾吹气，也可用于填充柱的尾吹气等操作。由流量曲线图对应相应的流量。

氢气分为氢气 1 和氢气 2，经稳压、稳流阀调节流量，压力表指示，由流量曲线图对应相应的流量，并与检测器 1 和检测器 2 分别连接。

空气分为空气 1 和空气 2，经稳压、稳流阀调节流量，压力表指示，由流量曲线图对应相应的流量，并与检测器 1 和检测器 2 分别连接。

毛细管柱操作时，打开稳流阀到适当位置（约 6 圈）即为总流量，由背压阀调节柱头压力，并获得相应的载气流量，柱头压力由压力表指示。分流由精密稳流阀调节、隔膜清扫气由精密针型阀调节，其流量由分流气路控制盒面板上的放空口用皂泡流量计或其它流量检测装置测得。

2、 色谱柱室

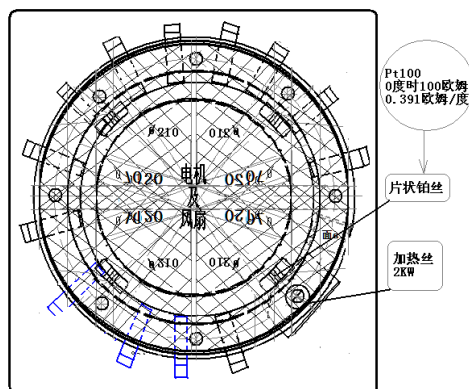


图 5 SP-7820 气相色谱仪柱室内风扇、加热丝、感温元件位置图

SP-7820 气相色谱仪采用大柱室结构，见图 5，最多可同时安装三根色谱柱，并可同时使用。柱室炉门为悬挂式结构。由机械结构控制锁定开关，炉门右下角**向上按开门按钮**，既可打开柱室门。柱室内有风扇、加热丝、感温元件和不锈钢室体等组成。柱室后安装有微机控制的柔性后开门装置，当柱室降温或近室温操作时，控制系统自动控制其开启角度，并相应的控制进、排风量，达到精确控温目的。该结构控制精度高，升、降温速度快，能实现真正意义上的近室温操作。

3、汽化室

SP-7820 气相色谱仪共有 3 个进样口：

(1) 在同一个加热模块上配有两个填充柱进样口（填充柱进样口 1 与填充柱进样口 2）；可实现柱头进样、玻璃内衬进样。

(2) 在另一个加热模块上配有带隔膜清扫功能的分流/不分流毛细管专用进样口。可实现分流/不分流进样操作。

汽化室位于主机炉体上方左侧。见图 6

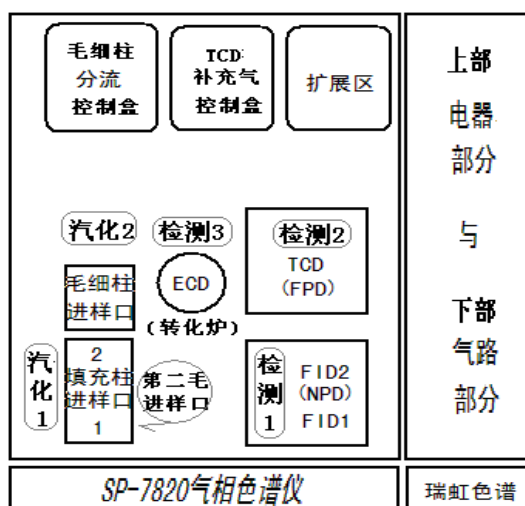
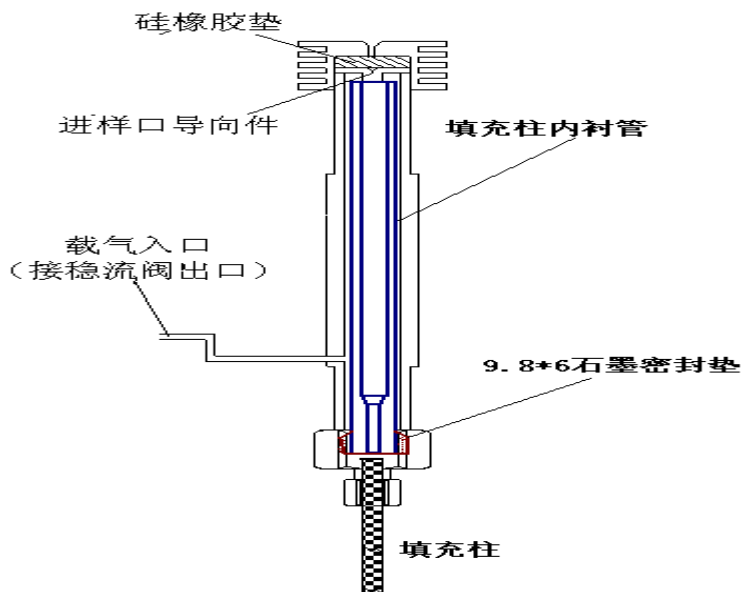


图 6 SP-7820 气相色谱仪上部俯视图 进样器、检测器布置图

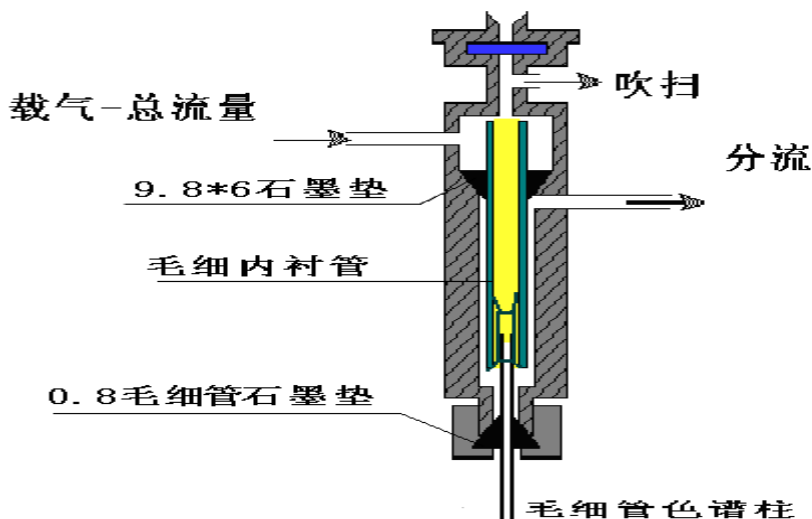
SP-7820 气相色谱仪填充柱汽化室结构示意图如下：



SP-7820气相色谱仪填充柱汽化室结构图

图 7 SP-7820 气相色谱仪填充柱汽化室结构示意图

SP-7820 气相色谱仪分流/不分流毛细管专用汽化室结构示意图如下：



SP-7820气相色谱仪
毛细管色谱柱专用分流/不分流进样口(汽化室) 示意图

图 8 SP-7820 气相色谱仪分流/不分流毛细管专用汽化室结构示意图

4、 检测器

SP-7820 气相色谱仪检测器采用单元组合设计，可提供热导检测器 (TCD)、氢火焰离子化检测器 (FID)、电子捕获检测器 (ECD)、火焰光度检测器 (FPD) 和氮磷检测器 (NPD) 等五种检测装置，最多同时安装四个检测器。见图四。

三、安装准备

1、 安装准备

仪器应安装在专用的色谱仪器分析实验室内，以便于将仪器与气源分开管理。仪器应安装在牢固无振动的水泥或木质工作台上，工作台的台面上应留有足够的空间，以便于放置电脑、色谱数据工作站、记录仪、积分仪等外围设备，工作台的背后应留有一事实上的间隙（0.5 米以上），以备于仪器维护保养。电源应有足够的功率（大于 5KW）。仪器应远离火种，室内不得有强腐蚀性气体，应避免室内温度剧烈波动和空气的过分流动。工作台（高 0.7-0.8 米*宽 0.6-0.7 米*长 2 米）的设置请参照（图 9）。

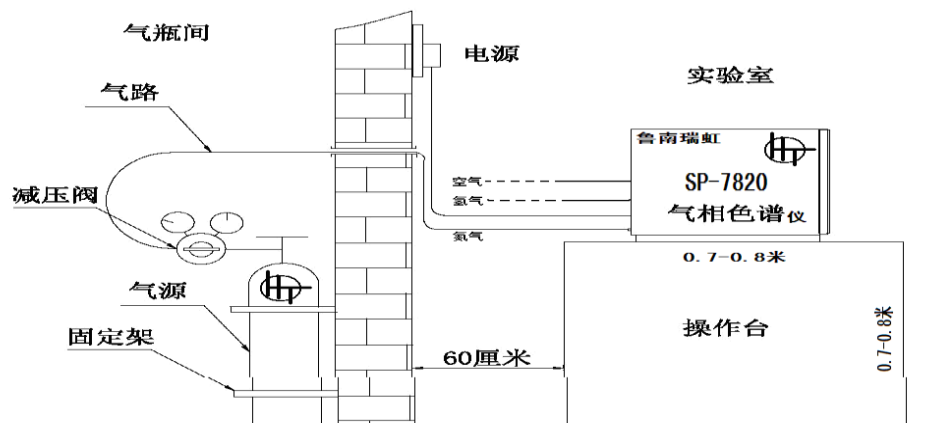


图 9 工作台的设置

仪器所需要的载气和辅助气体，一般可由高压气体钢瓶、气体发生器、无油空气压缩机等装置提供，高压气体要经过减压阀减压后供给仪器。气源是仪器启动的前提条件，所以必须提前考虑。若用户订货时提出具体的使用要求时，制造商可以协助用户购置必要的设备。仪器根据检测器的配置情况应选择不同的气体，气体的种类和基本参数及选用原则请参照（表一）。

表一

检测器	气 源	入口压力	纯 度
TCD	H ₂ 或 He	0.26MPa	99.999%
FID	H ₂	0.26MPa	99.995%
	N ₂ 或 He	0.4~0.5MPa	99.998%
	Air	0.4—0.5MPa	无灰尘、油雾、水份等
ECD	N ₂ 或 He	0.4~0.5MPa	99.999%
	或 Ar/CH ₄		H ₂ O ≤ 0.002pma
			O ₂ ≤ 1ppm
FPD	N ₂	0.4-0.5MPa	99.995%
	N ₂ 或 He	0.4~0.5MPa	99.998%
	Air	0.4—0.5MPa	99.998%

仪器允许使用气体发生器、无油空气压缩机等装置来提供仪器的工作气源。气体发生装置或空气泵产生的气体含水量较高，使用时一定要进行必要的气体净化。使用气体净化装置时 要注意对该装置的定期保养。净

化装置内部的填充物要做到定期活化或更换，否则将失去应有的作用。长期使用含水量高的气体会减少色谱柱的使用寿命，降低仪器的稳定性及污染气路系统使仪器不能正常工作。

2、 开箱

仪器到货以后，请及时检查仪器外包装，并对照发货单清点检查数量的完整性。如发现外包装已破损或配套部件遗失时，请及时与运输部门取得联系，并通知供应商，以便及时妥善地处理。

拆箱后请检查仪器外观质量，查看在运输中是否有破损现象，并对照装箱清单点附件、备件数量是否相符。仪器配置情况与产品订货单是否一致，功能是否完整，各转动活动部位是否灵活可靠。若发现遗漏物品、装配差错或工作性能不完整时，请及时将信息反馈给供应商。以便及时妥善地处理。

3、 电源及信号连接

本仪器的电源及信号接头在仪器的后部（对应处印有文字说明），通电前检查仪器电源输入端电源插头、保险丝座、电源插座是否满足仪器使用要求，接地线是否良好。仪器电源总开关位于仪器的右侧板的下侧。**仪器配电最好和其它用电设备单独配置，以避免相互干扰。**

仪器各控制器各自带有自己的信号输出端口，仪器可同时安装三个控制器（TCD、FID、ECD），或其中 FPD、NPD。输出信号线为通用型。仪器输出信号可与记录仪、数据处理机或色谱工作站等记录装置直接连接。

4、气路连接

仪器气源通过外径 Φ 3mm 的气路管与气路入口接头(位于仪器机箱后侧面下部) 分别对应相连接(见下图)。气路管要用**无油干净的不锈钢管或紫铜管或乙烯管、聚四氟乙烯管**，注意经常性地检查、维护，以防止泄漏事故发生。

5、气路系统试漏

仪器内部气路出厂前均进行了严密性能检验，仪器系统内部一般不会产生漏气现象，漏气一般常发生在色谱柱的接口或进样垫(由于进样次数多了以后针孔扩大降低了密封性能，应及时适当旋紧或更换。)或外接气路连接处等位置。

FID 检测器的氢气、空气两路气体到检测器后的阻力很小，即使有一点的微漏，对仪器一般不会产生大的影响。所以无特殊情况不要拆卸气路、检测器部分，仪器启动只要保证机外气路部分不漏气，就可以进行下一步调试。

当仪器出现故障或不能正常工作，要求拆卸检测器、气路部件时，应请有一定操作经验的人员进行维护，维护仪器首先要保证清洁，特别对一些重点部件，如陶瓷件、喷嘴等部位请不要用手直接触摸，应戴上干净的细纱手套以防污染部件，保持仪器的稳定性能。

仪器系统检漏一般分两步进行。通气后首先要检查气源出口至净化器选配入口处气路部分(减压阀及接头包括气路引线部分)。第二步检查仪器气路系统至净化器出口，仪器气路系统的密封性能。

钢瓶至净化器入口处的检漏程序；

气源接通后，由减压阀给定压力 0.5MPa，关闭净化器面板上相对应的关闭阀；

关闭减压阀，并观察减压阀上的低压压力指示，记录 10 分钟的压力变化值。若压力明显下降，则说明系统有漏气现象，此时必须进行检漏试验。气路系统检漏可以用检漏液进行，（若一时没有检漏液可以用白猫牌洗涤剂和水溶液代替，配制的方法是：在温水中加入一定剂量的洗涤剂，搅拌时能够起泡就可以了）。在系统保持一定压力的状态下，将检漏液少量的涂在有可能产生漏气点。检漏过程中要尽量少的使用检漏液，而且**检漏后，应及时将检漏液擦干净**，以防止压力降低后，检漏液污染气路系统。

6、 系统气密性检查程序；

气源接通后，由减压阀给定压力 0.4MPa，在第一步检查无问题的前提下，进行下一步打开仪器主机机箱盖板，松开相应气路紧固压帽，将气路接线端用盲堵头封闭，并保证出气口的气密性。

打开仪器前面板的控制阀，让系统充氮气到 0.32Mpa，让气体平衡 2 分钟后，关闭减压阀。观察气路面板压力表相应压力的压力变化，10 分钟后压力若有显著变化，则说明系统有漏气，需要进行检漏试验。其检漏方法同上。检漏过程中一定要尽量少的使用漏液，检漏后必须及时清除检漏液以防污染气路系统。

仪器出厂前系统气密性经过严格试验，仪器启动前此项不是必做项目。只有确切系统有故障，或更换气路部件方可进行此试验。

7、 通电前的检查

检查电源接线是否正确；

检查气路连接是否完整，并检查气体种类是否与要求相符；

检查钢瓶是否固定，减压阀的压力范围是否符合要求；

检查并熟悉仪器整体结构。键盘设定方法、各项控制开关、气路系统，并参照本说明书的有关章节熟悉每个气体流量调节阀的作用及调节方法。

当气源使用钢瓶供气时，每个钢瓶必须装配一个气体减压阀，以将高压气体减到所需的压力值，减压阀只能使用一种气体，不得混用。

一般钢瓶贮存的气体最高压力为 15、20、30Mpa 三种。其中最常用的为 15Mpa 的气体钢瓶，钢瓶气的容量为 40 升左右。由于钢瓶内部气体压力比较大，所以使用时一定要注意安全。必须严格遵守有关钢瓶的使用规则。使用钢瓶气的优点是种类齐全，压力稳定、气体纯度高、安装容易、更换方便。缺点是某些城市供应比较困难，运输麻烦且价格比较高。

请不要移动装有减压阀的钢瓶，钢瓶运输时要取下减压阀并装好安全帽，以保护气瓶输出接嘴不受碰撞或冲击。

使用钢瓶时装上减压阀以后，必须严格进行检漏测试。站立的钢瓶要有钢瓶架或带固定。

气瓶间要远离火种、热源，避免放置于雨淋、暴晒以及温差过大的场所。

仪器开机前，建议用万用表兆欧档测量仪器绝缘，主机电源、记录仪或数据处理机电源对机壳绝缘应大于 20M Ω 。

第三章 仪器操作

一、气源

气源是气相色谱仪载气和辅助气的来源。仪器一般使用的气体有氢气、氮气、氦气、氩气、空气等。

选择载气首先要满足检测器的要求，还要考虑到分析方法对分析周期、柱效率及灵敏度的影响。例如从柱效率考虑。要求载气的扩散系数要小，为得到好的峰型，常用高纯氮气作载气。要减小分析周期，氦气要比氮气好。对 TCD 检测器来讲，为提高灵敏度常用热传导大的高纯氢（氦）作载气，而不使用氮气或氩气。从安全和分析周期来讲，氦气要比氢气要好，但我国的氦气的资源较少，价格比较高，因此使用氢气作载气比较普遍。对于 FID 用氮气作载气，既安全又可得到比较好的灵敏度。而用氢气作载气，为提高灵敏度，在进入检测器之前，还要进行尾吹处理。综上所述 TCD 检测器用高纯氢气、氦气比较好，用氮气、氩气、空气时，灵敏度比较低，且易出现 N 型或 W 型峰。FID、FPD 检测器常用高纯氮气作载气，在特殊情况下时也可用氢气。ECD 检测器一般用高纯氮气作载气。一般载气选取用原则是：

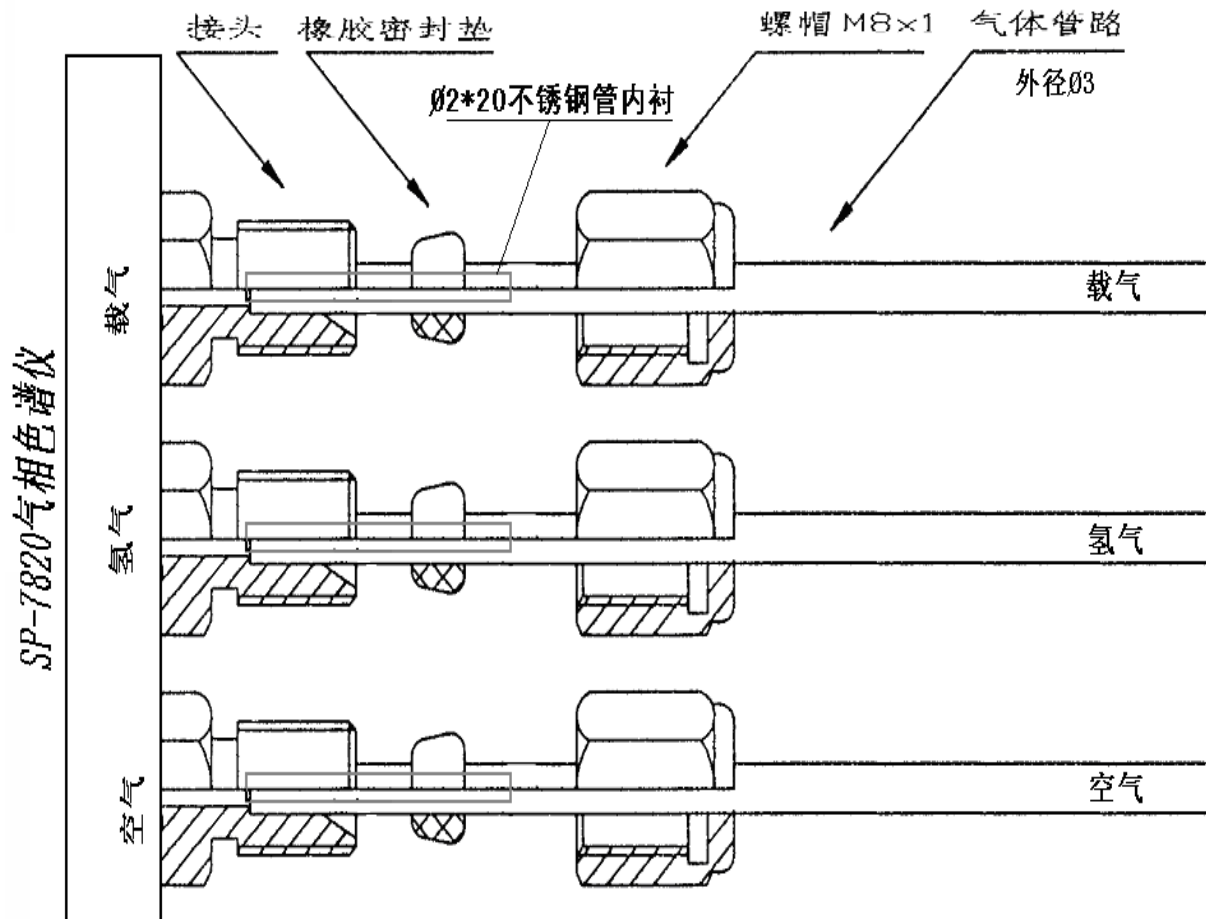
惰性气体（分析中不与样品或固定相发生化学反应），无腐蚀性、在 200~400℃ 范围内不分解：

气体扩散系数小，以提高柱效率：

价格合理、且能够满足检测器的使用要求。

气源的种类和纯度，应与所分析的样品和所要求达到的分析精度进行合理的选择，也可从化学分析手册中查到。

仪器所有气源入口均采用外径 $\Phi 3\text{mm}$ 管路接在仪器气路箱后面板的接头上（见下图），其接头螺纹采用 M8×1 公制螺纹，密封结构见图 10。操作 TCD 和 ECD 检测器只需要一路载气，而操作 FID、FPD、NPD 检测还需要氢气和空气。



SP-7820气相色谱仪外接气路连接图

图 10 气路密封结构示意图

当气源使用钢瓶供气时，每个钢瓶必须装配一个气体减压阀，以将高压气体减到所需的压力值，减压阀只能使用一种气体，不得混用。无油的氧气减压阀 0-25MPa—出口 0-2.5MPa,可作为 H₂ 以外的减压阀，H₂ 要用氢气专用减压阀（倒丝！）



上图是减压阀接到高压钢瓶上的实际图片。高压钢瓶通常用 40L 的，将减压阀用 300mm 的活口扳手螺紧到高压钢瓶的出口上，不得漏气。减压

阀上有两只压力表头，一只指示的是高压钢瓶内部的压力，一只指示的是减压阀出口的压力。当高压钢瓶内部的压力还有 1Mpa 时，就不能再用了，要去重新灌气。

二、气体流量调节

SP-7820 气相色谱仪基本型仪器提供填充柱载气、氢气、空气、辅助气和毛细管柱气路专用等气路控制系统。见图 11 气路面板布置图。仪器出厂前气路面板上的载气、氢气、空气等控制阀均处于关闭状态。

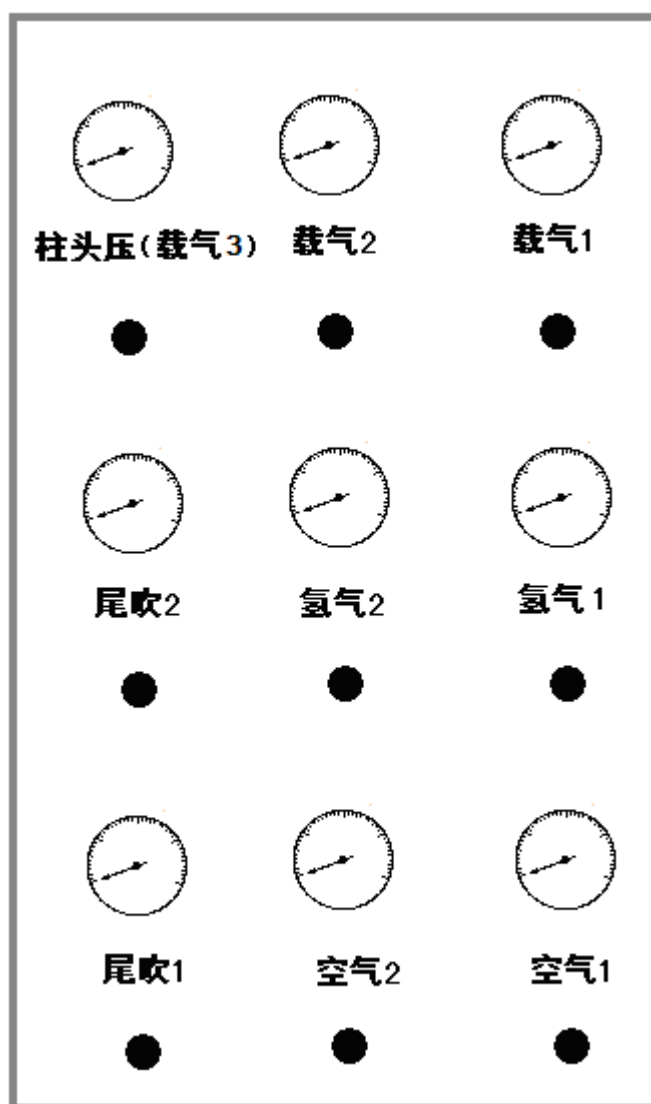


图 11 气路面板布置图

1、载气气路流量调节：

填充柱操作时载气分为载气 1 和载气 2，经稳压、稳流阀调节后分别与气化室 1 和气化室 2 连接，并有压力表指示相应的载气流量。

仪器出厂时气路后部的载气稳压阀已定值在 0.3MPa (N₂)，用户也可根据色谱柱使用要求合理的选择气体种类、气体压力、流量等。

载气气体流速确定后，柱前压力表将会根据色谱柱的阻力指示相应的柱前压力值。若仪器流速调节好后升温，柱前压力表压力指示会随着温度的升高而有一定的上升。这是稳流阀性质所决定的，说明稳流阀工作正常。

可以在柱尾接皂泡流量计测量实际流量。结合显示屏上的秒表-流量测量系统。

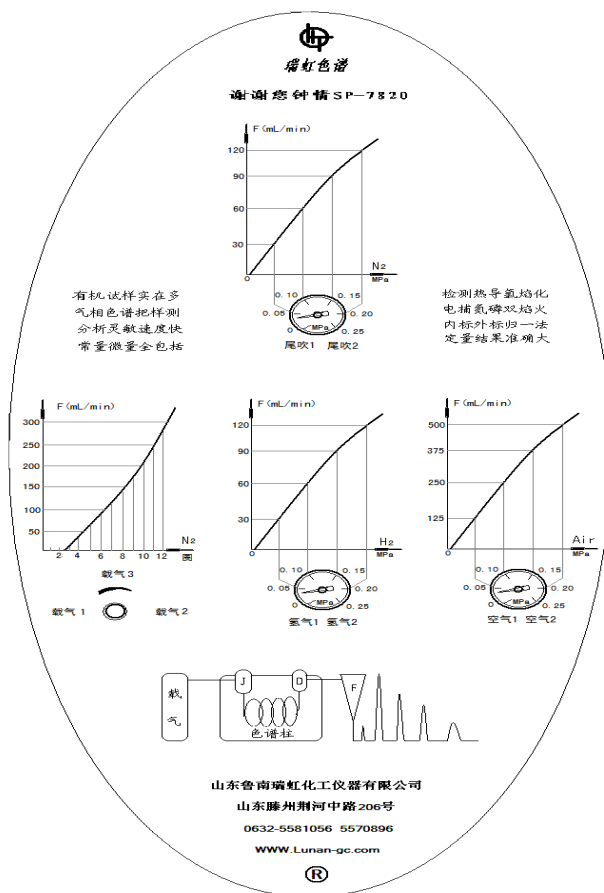


图 12 SP-7820 气体压力流量曲线图（仅做参考）

2、氢气气路调节

根据气体压力流量曲线图（见上图 12）分别调节氢气 1 和氢气 2 的流量，压力表相应的指示其流量值。一般气体流量 30ml/min 时，压力指示 0.05Mpa，为氢焰检测器 (FID) 常规操作条件。

3、空气气路调节

根据气体压力流量曲线图调节空气流量，压力表相应的指示其流量值。常规操作条件下氢焰检测器 (FID) 所需空气值一般为 300ml/min 时，压力指示 0.10Mpa。（见上图 12）

三、流量测量

当对仪器气路控制系统有特殊要求时，可以用皂沫流量计重新校准气体流速。其气路见连接方法图（13）。将皂膜流量计内装入发泡剂（发泡剂的配制可以用白猫`洗涤剂配制，方法同检漏液），并接到所需测量的检测器上。为了减小测量误差，测量空气路的气体流量时，应

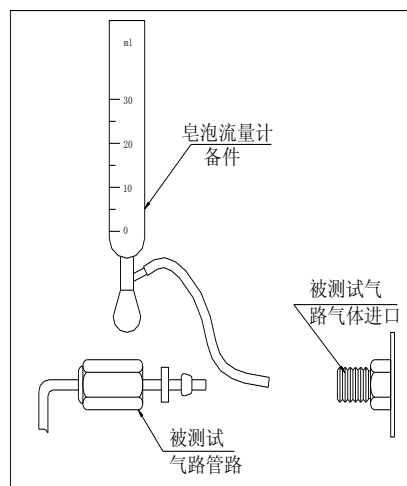


图 13 皂沫流量计测流量图

选用较大的皂膜流量计。通入气体后，用秒表测量皂膜由 0 点到 10 所经过的时间，以 ml/min 计算气体流量。为了避免污染气路，一定要注意流量计内部皂液的使用高度，以防止皂膜溶液从流量计流入气路。图八 为 流量测量示意

例如：用秒表测量皂膜由 0 点到 10ml 所经过的时间为 12 秒，则所测流量 $F=10 \times 60 / 12 = 50 \text{ml/min}$

可以启用仪器秒表功能：皂膜由 0 点到 Xml 所经过的时间为 T 秒，

则所测流量 $F=60/T$ 的数值* X ml/min

四、填充柱安装

在气相色谱中，样品的分离过程是在色谱柱中进行的。因此，色谱柱的填充质量和柱效率对仪器来讲是十分关键的。色谱柱的分离效能主要取决于柱中固定相的选择和填充工艺。同时色谱柱的种类，柱管的材料、形状、尺寸、安装、密封、活化处理都对样品的分离检测有很大的影响。

仪器所配制的进样器、检测器接口（色谱柱的入口和出口）位于柱恒温箱的顶部，装有双填充柱进样口和一毛细管分流/不分流进样口。色谱柱的外观及柱开口尺寸见图（14）。色谱柱的密封结构及安装方法（内衬管方式）见图（15）。连接检测器、色谱柱、进样器的接头为 M10×1 公制螺纹。

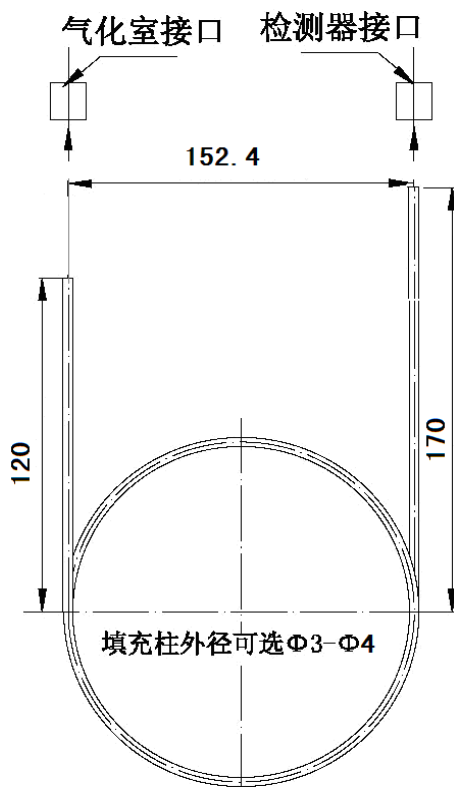


图 14 填充柱外型尺寸图

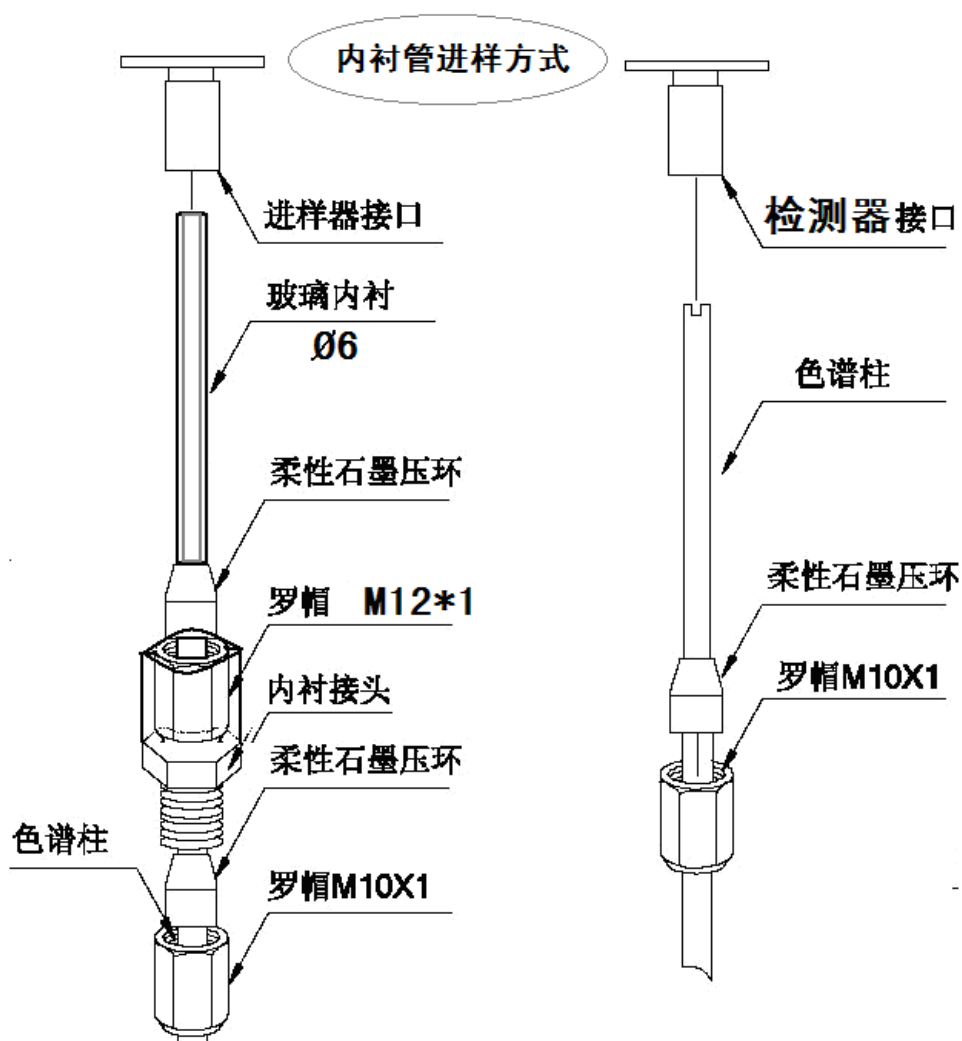


图 15 填充柱安装图（内衬管方式）

加热后，即使柱恒温箱及色谱柱冷却了，进样器、检测器的接头仍然有一定的温度，操作时要戴隔热手套或采取一定的保护措施，以免烫伤；

装柱过程中一定要关掉《电源》开关，以免柱箱鼓风吹起碎屑飞入眼睛；

装配好色谱柱以后，应将柱恒温箱内的所有多余物品清理干净，并擦除柱箱表面的污物；

通入氢气应立即点火，以免气体存积产生危险。

安装色谱柱的顺序如下：

关闭仪器右下侧《电源》开关。

打开柱箱门（若已加热，应让柱箱内部自然冷却至室温，以免发生烫伤。）新的仪器要先取下汽化室、检测器的密封螺帽。

将活化好的色谱柱装上 M10 螺帽及石墨垫后，沿进样器和检测器的内孔一直插到底，其顶部尽量不留有间隙，并用扳手旋紧密封螺帽。石墨垫使用比较方便，但在装柱时，压紧螺帽不可旋的过紧，以免失去密封作用。

玻璃柱使用的柱温较低，常配用黄铜螺帽。密封压环采用硅橡胶或石墨垫。装柱时不可用力过猛；若柱的开口误差太大，应更换。装配玻璃柱时要格外小心，不能拧的太紧，只要保证密封性就可以，避免因升温或玻璃柱应力变化而发生断裂。

下面是柱头进样方式，填充柱安装示意图 16：

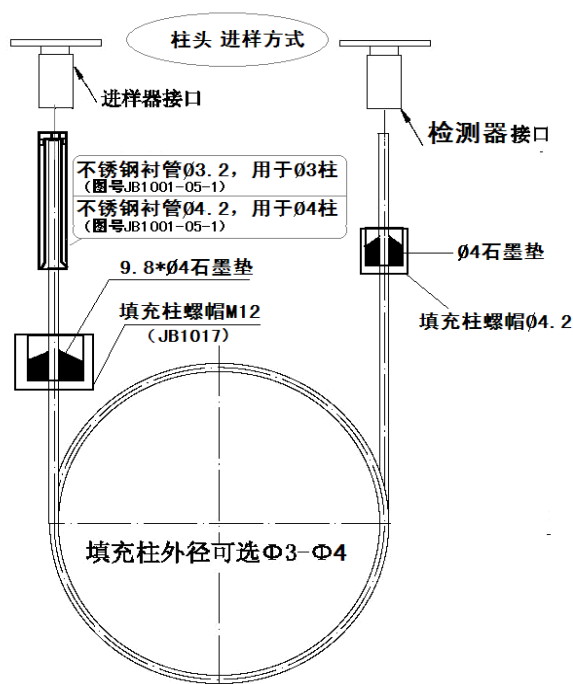


图 16 柱头进样方式填充柱安装示意图

第四章 键盘及其控制操作

本章详细介绍了气相色谱仪的 键盘操作方法，参数、功能的设定等操作程序。仪器使用前请仔细阅读。

一、控制面板及键盘

本节主要介绍 SP-7820 型气相色谱仪的键盘操作方法及各键的功能等。仪器操作键盘位于气路箱的上部，为便于使用者操作及观察，面板为倾斜设计，并采用大屏幕液晶显示，共有 21 个操作键位，布置见[图 17]。界面操作简单、易懂，现将各键功能介绍如下：

《0~9》----- 数字键；

《·》----- 按一次为小数点键，按二次为清除键；

启动/《START》----- 程序运行启动键；

停止/《STOP》----- 程序运行终止键；

菜单/《MENU》----- 菜单键；

清除/《F》----- 清除报警功能键；

《▲》----- 光标向上移动键；

《▼》----- 光标向下移动键；

《◀》----- 光标向左移动键

《▶》----- 光标向右移动键

《确认》 确认键

进样(IN)---进样时启动工作站

点火(FIRE)---FID 点火



图 17 控制面板

打开位于机箱前下面的电源开关，仪器通电，液晶显示屏点亮。仪器经过自检，数秒后，显示如[图 18]界面（当光标处于后面任一界面最下面的状态时，可按“0”键回到此界面）；



图 18

再经过数秒后，界面显示为如[图 19]。

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

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

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

《注意》

过温保护温度的设置一定要大于使用温度的 20℃或 20℃以上，最高不能高于 400℃，若低于使用温度或设置错误，系统将出现报警提示，保护温度设置数据仍为原来的数据，仪器将处于保护状态，不能正常工作。



图 19 温度控制界面

说明:

柱箱——指柱室温度;

汽化 1——指填充柱汽化室 (进样口) 的温度;

汽化 2——指毛细管柱汽化室 (进样口) 的温度;

检测 1——指氢火焰离子化检测器 (FID) 的温度 (氢焰 1—氢焰 2 是同一个温度) 或 NPD 温度 (有 NPD 时);

检测 2——指热导池检测器 (TCD) 的温度或 FPD 温度 (有 FPD 时);

检测 3——指电子捕获检测器 (ECD) 的温度或甲烷转化炉的温度 (有甲转

时);

各加热单元的位置图见下图 20。

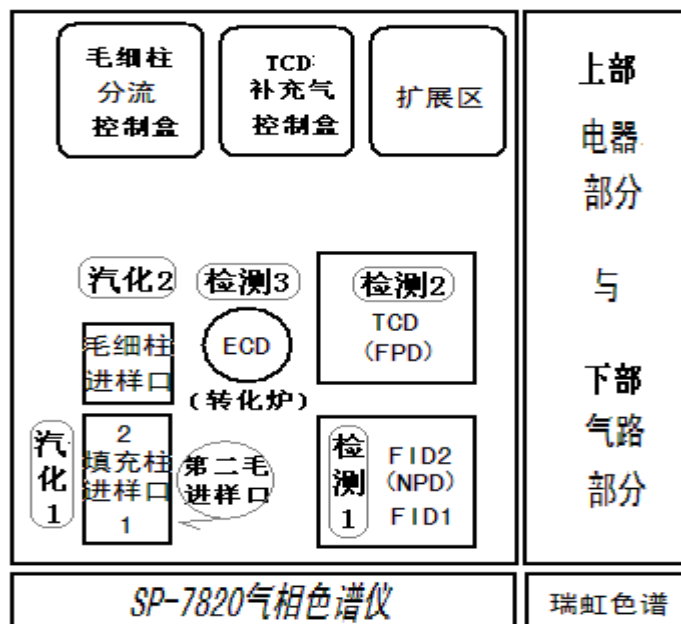


图 20 各加热单元的位置图

通常:

	设定温度	目标温度	实际温度	
柱箱	100.0	开	100.0	100.0 ✓
进样 1	240.0	开	240.0	240.0 ✓
进样 2	240.0	开	240.0	240.0 ✓
检测 1	240.0	开	240.0	239.8 ✓
检测 2	240.0	开	240.0	240.0 ✓
检测 3	60.0	关	60.0	37.4 X

运行状态: 准备好
运行时间: 101.3
温度设置范围室温加 6度到 400度.

0-关--不加热
1-开--加热

图 21 各加热单元设置的意义

0 ~ 9 数值键，用于设定参数时的数值

声音：正常按键操作时发出短声，按键错误时发出长声，报警时发出连续短声。

按菜单键《菜单/Menu》，则状态栏显示 | 温控 | 检测器 | 事件 | 程序升温 | 辅助功能 |，再按右移光标键《▶》，将光标移到《检测器》栏上，然后按《确认》键，则显示屏显示检测器控制界面（图 22）。

此时光标处于 TCD 极性位置时，下面状态栏显示 0=负，1=正，即按《0》+《确认》键，输入负按《1》+《确认》键，输入正当光标处于 TCD 电流位置时，下面状态栏显示 TCD 热丝电流 0 到 200mA，即 TCD 热丝电流范围 0~200mA。

FID 极性和 TCD 极性显示相同 0=负、1=正，FID 的灵敏度为 0 到 4，0 灵敏度最高、4 最低。

ECD 的灵敏度为 0 和 1，0 高灵敏度、1 低灵敏度，ECD 电流：0=0.5nA、1=1nA、2=2nA。

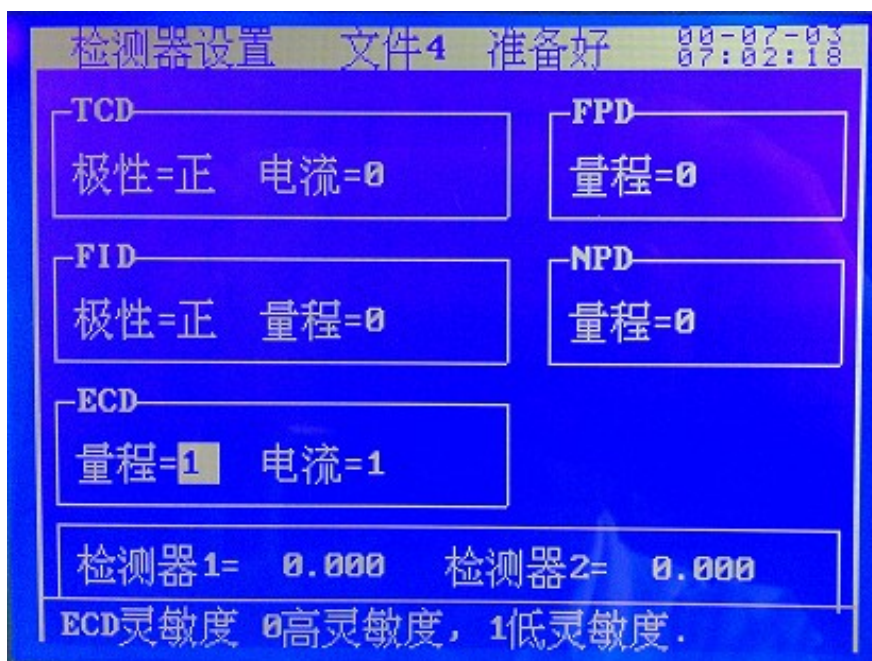


图 22 检测器控制界面

FPD 的灵敏度为 0 到 3, 0 灵敏度最高、3 最低。

NPD 的灵敏度为 0 到 3, 0 灵敏度最高、3 最低。

在运行不同的检测器时, 必须选择相对应的极性、电流、量程的值。

具体的输入方法: 同上述一样, 将光标移至你将要的极性、电流或量程的位置依次按《数字》+《确认》键即可。

在此状态栏 | 温控 | 检测器 | 事件 | 程序升温 | 辅助功能 |, 按右移光标键《▶》, 光标移至《事件》栏上, 然后按《确认》键, 则显示屏变为图[23]界面。

此界面为事件控制设置, 事件分事件 1 和事件 2, 事件 1、事件 2 均设有 6 开 6 关。可进行全部设置, 例如电磁阀的开关来控制六通阀的自动进样、切换等。

控制分流/不分流时, 初始设置 要均设为: “关”。

6 开 6 关, 时间是累加的。如 0.1 分钟时 “开”, 0.2 分钟时 “关”

0.3 分钟时 “开”, 0.4 分钟时 “关”

0.5 分钟时 “开”, 1.0 分钟时 “关”

2.0 分钟时 “开”, 2.5 分钟时 “关”

3.0 分钟时 “开”, 6.0 分钟时 “关”

10.0 分钟时 “开”, 16.0 分钟时 “关”

循环次数及周期, 要配合程序升温设置使用。



图[23] 事件控制设置界面



图 24 程序升温界面

按《菜单/Menu》键后，将光标右移至《程序升温》栏上，再按《确认》，则显示屏显示[图 24]界面。即为程序升温界面。

如图 0 状态为恒温状态（即初温温度恒定状态）。程序升温阶数共 8 阶，恒温温度范围 0~400℃，时间范围 0~6000 分钟，升温速率 0~40℃/min。

在程序升温工作状态下，界面上将显示 数字/数字、数字/数字或 数字/数字符号，其中 \square 表示处于恒温状态， f 表示处于升温状态， \downarrow 表示处于降温状态，数字/数字：上面的数字表示现所处的阶数，下面的数字为程序升温的总阶数。

柱恒温箱程序升温曲线见[图 25]。

T1、T2...Tn 分别为第一阶、第二阶...第 n 阶恒温温度，T0 为初温温度。

t1、t2...tn 分别为第一阶、第二阶...第 n 阶恒温温度恒定时间，t0 为初温温度恒定时间。

V1、V2...Vn 分别为第一阶、第二阶...第 n 阶升温速率。

设置好升温速率、恒温温度、恒温时间后，按《START》键启动程序，或按两次《菜单/Menu》键状态栏显示 | 启动程序 | 停止程序 | 查看/清除报警，再按《确定》键启动程序。

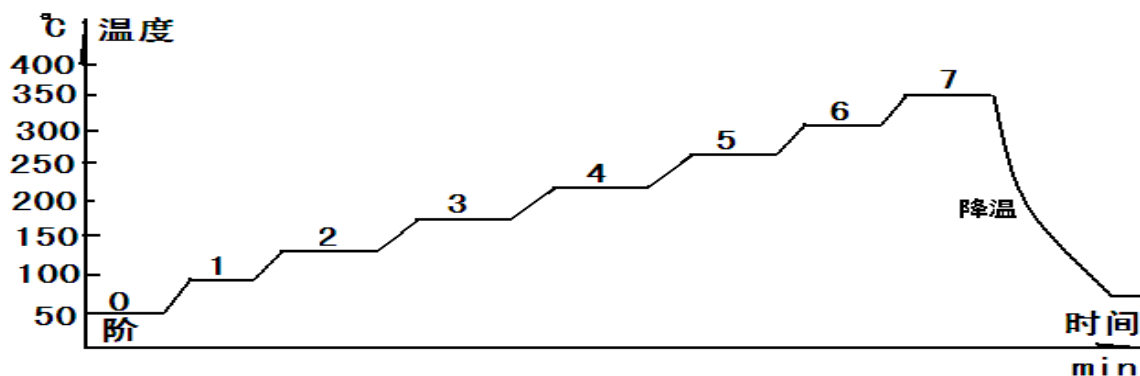


图 25 程序升温曲线

再按《菜单/Menu》键，状态栏显示|温控|检测器|事件|程序升温|辅助功能|，将状态栏的光标，移至《辅助功能》栏，并按确定键《确定》，则状态栏显示|用户配置|仪器参数|保护温度|秒表|，此时光标处于《用户配置》栏，再按确定键《确定》后，则显示[图 26]界面，即辅助功能界面。

在此可重新设置时间和日期。

键盘音的设置：0~99， 0 声音最小、99 声音最大。

设置方法：将光标移至键盘音处，依次按《4》+《5》+《确认》键即可，此时键盘音设置为 45。

报警音的设置：0~99, 0 声音最小、99 声音最大。

设置方法与键盘音设置方法相同。

语言选择有汉语和英语，0=汉语，1=英文，即将光标移至语言处，依次按《0》+《确认》键，此时语言选择的是汉语；将光标移至语言处，依次按《1》+《确认》键，此时语言选择的是英语。

文件号：0~9, 90 为清除当前、99 为清除所有。

文件号的输入即将光标移至文件处依次按《8》+《确认》键即可。此时文件为 8，则仪器内所有设置的参数为 8 号文件内容，若输入其它文件号，则 8 号文件自动储存。若要找回 8 号文件的内容，只需将文件号输入为 8 并按确定键即可。

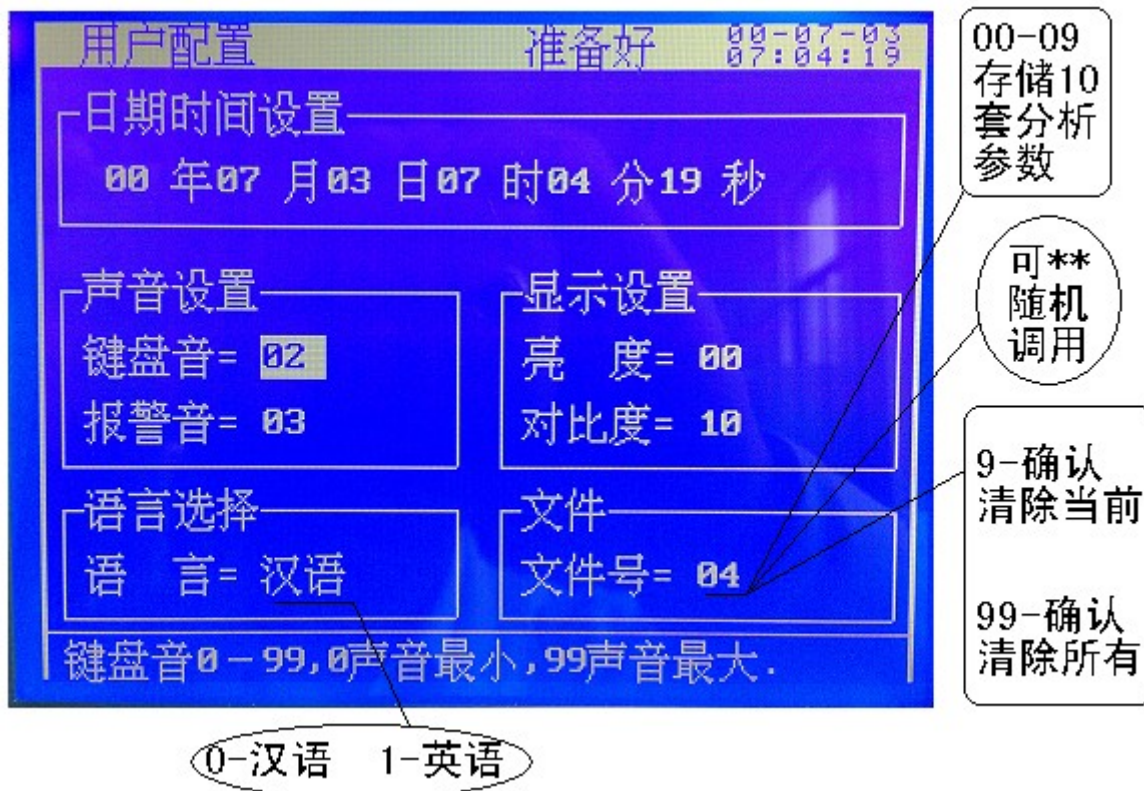


图 26 辅助功能

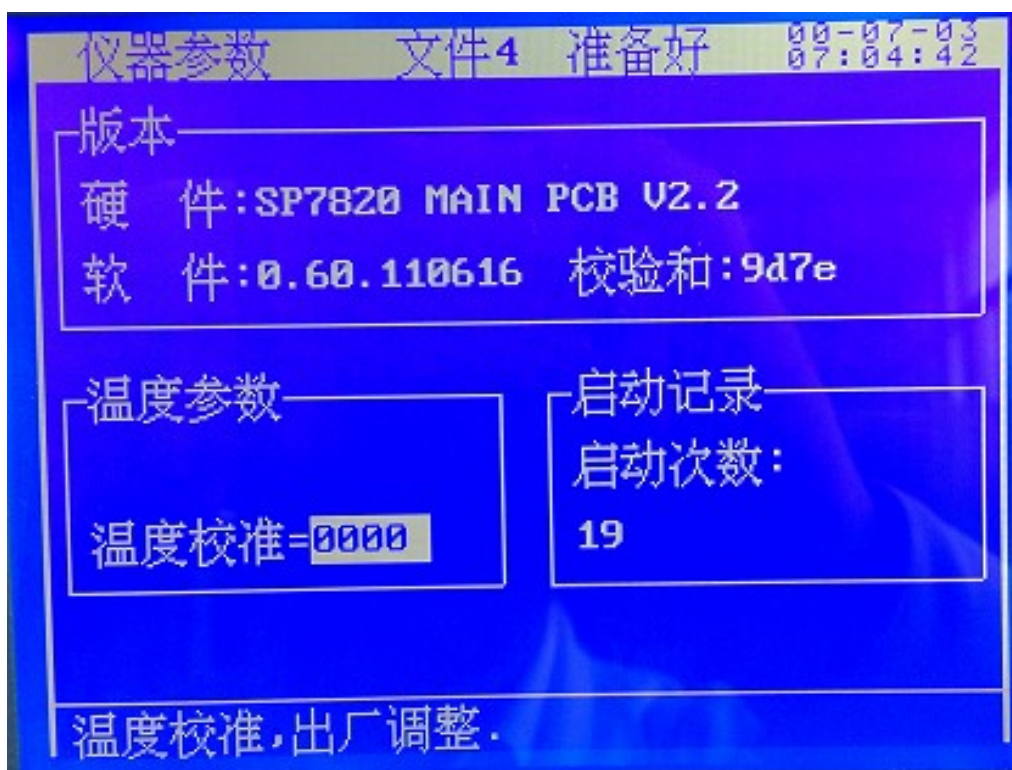


图 27 仪器参数界

按《菜单/Menu》键，则状态栏显示|用户配置|仪器参数|保护温度|秒表，并将光标右移至《仪器参数》栏，再按确定《确认》键，则显示屏变为[图27]界面。

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

按《菜单/Menu》键，则状态栏显示|用户配置|仪器参数|保护温度|秒表，并将光标右移至《保护温度》栏，再按确定《确认》键，则显示屏变为[图28]界面

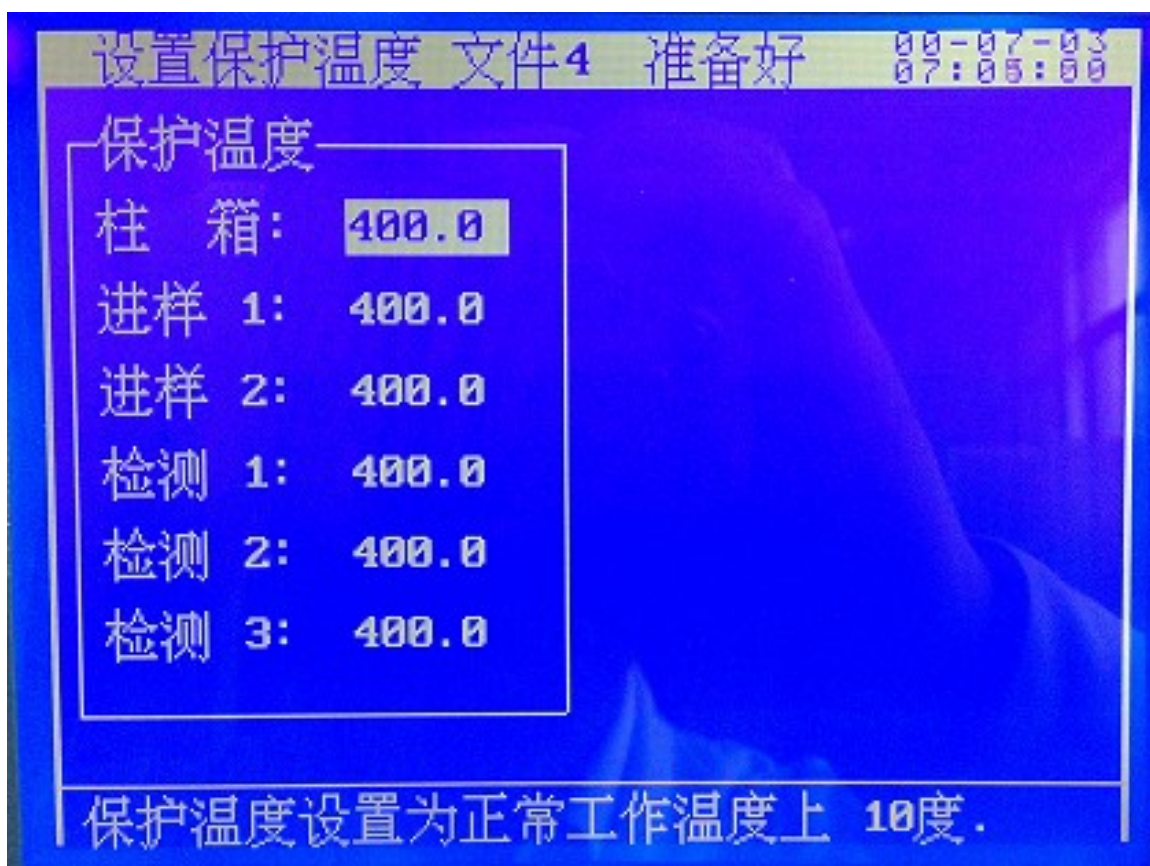


图 28 保护温度界面

保护温度的设置：

在保护温度的界面下设置各加热区的保护温度。

保护温度的设置，要高于最高使用温度的 20℃。

实际温度超过设置的保护温度时，仪器将报警并停止所有的加热。

按《菜单/Menu》键，状态栏显示 用户配置 | 仪器参数 | 保护温度 | 秒表 |，将光标移至《秒表》，按确定《确认》键，则显示屏显示[图 29]界面。

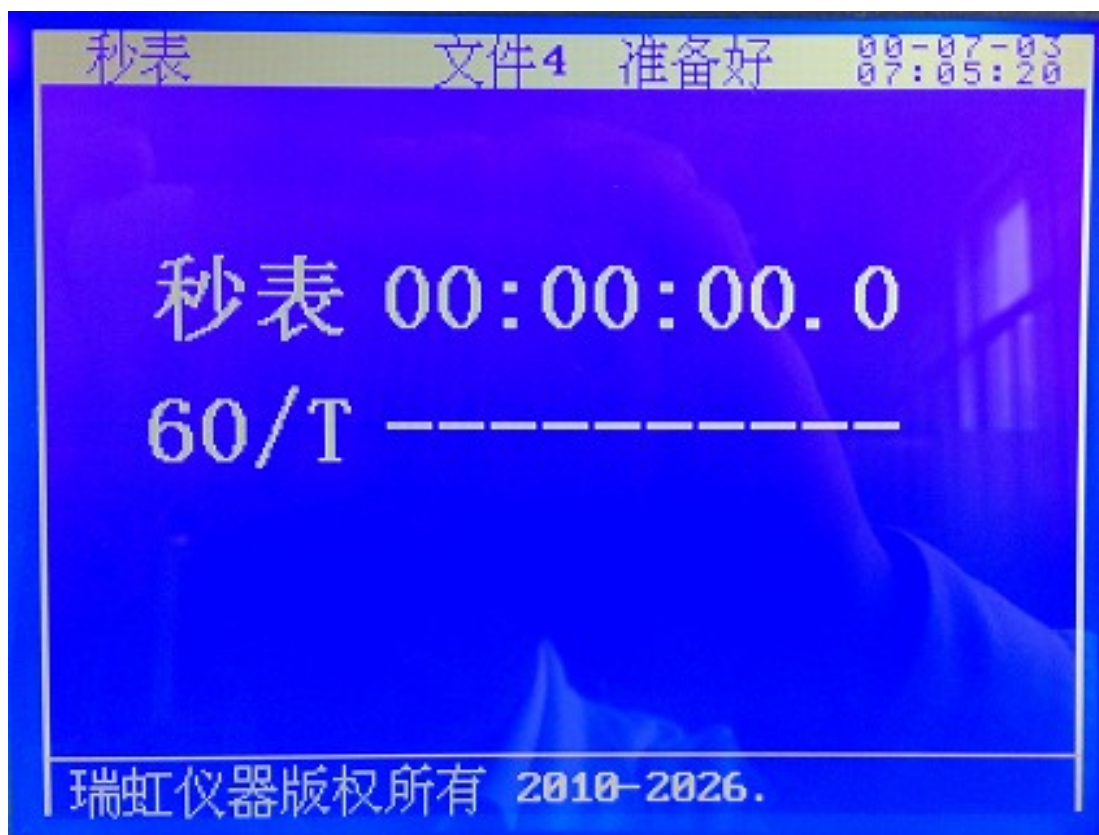


图 29 设置秒表计时界面

此界面为设置秒表计时界面。

第一次按《▲》键或《确认》，开始计时；

第二次按《▼》键或《确认》，停止计时同时显示 60 秒除以即时时间值，方便用户计算分钟流量。

第三次按《确认》键，清除计时时间。

当光标处于后面任一界面最下面的状态标，可按“•”键回到此界面。

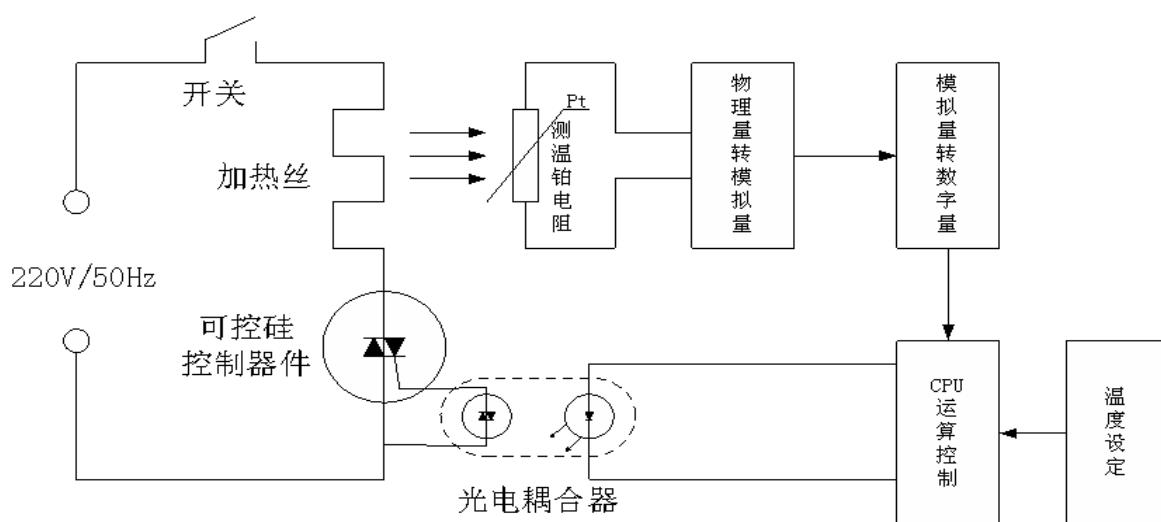
按《菜单/Menu》键，状态栏变为|温控|检测器|事件|程序升温|辅助功能|此时光标处于《辅助功能》栏，移动光标选定菜单，按确定键可进入以上任何一个界面。

键盘上的 **点火** 同 **点火2** 的功能相同，是给氢火焰2的点火。

键盘上的 **进样** 同 **一键启动** 的功能相同。按动一下后，同时启动 程序升温、外部事件1、外部事件2、工作站通道1、工作站通道2、工作站通道3。——此功能，称为“**一键全启动**”。

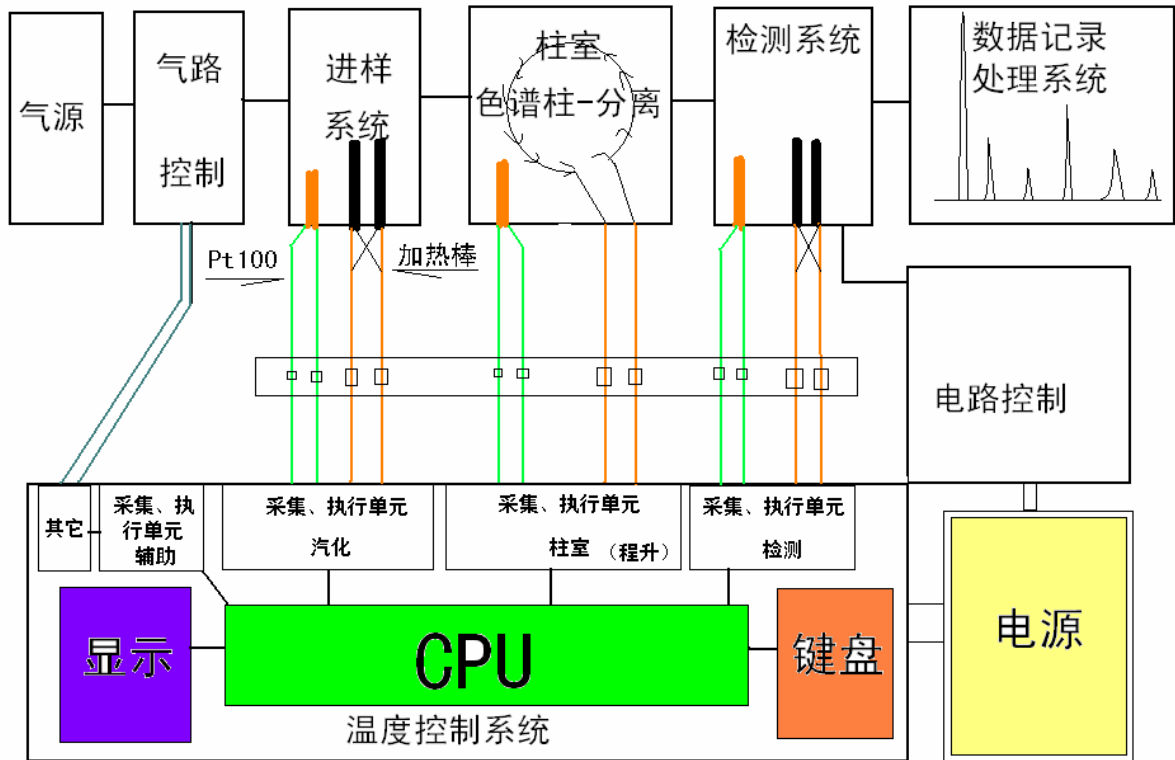
外部事件，可以是自动进样、也可以是反吹切换、亦可以是柱切除等。

SP-7820 气相色谱仪的温控电路主板背挂于控制箱中上部，加热板和点火板在仪器后部。其连线见下图。工作原理图见下图 30 图 31。



SP-7820气相色谱仪温度控制工作原理

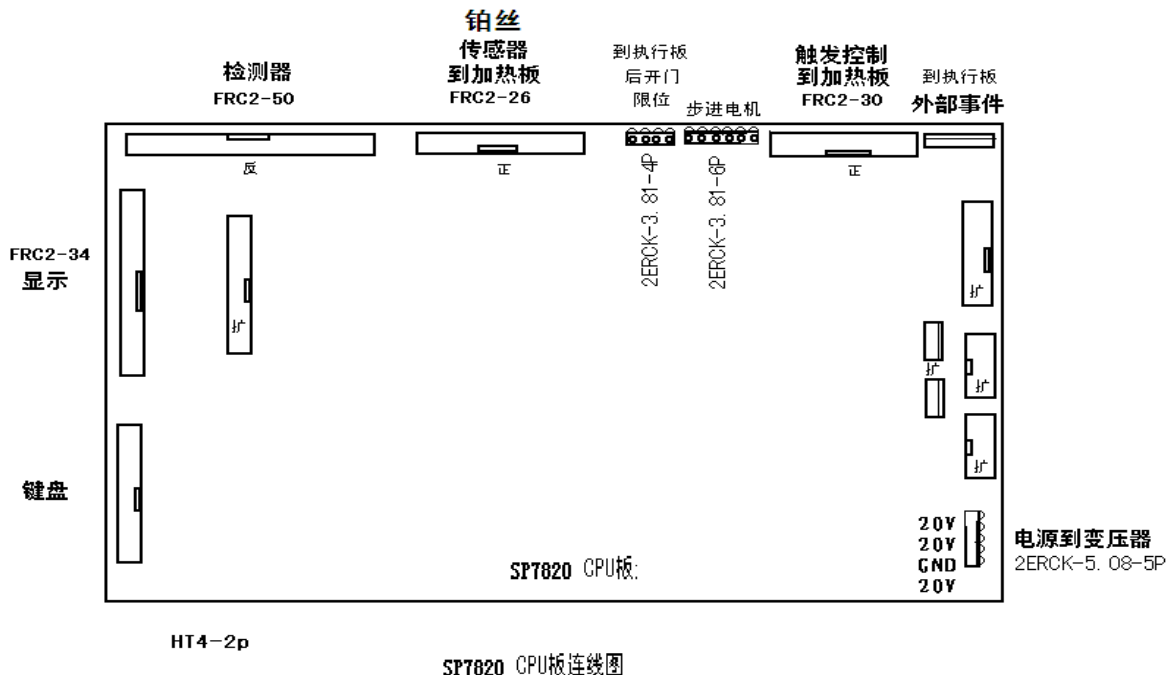
图 30 SP-7820 气相色谱仪的温控电路工作原理图



SP-7820气相色谱仪温度控制加热及采样结构示意图

图 31 图 30 SP-7820 气相色谱仪的温度控制加热及采样示意图

SP-7820 气相色谱仪 CPU 板连线见下图 32



SP7820 CPU板连线图

图 32 SP-7820 气相色谱仪 CPU 板连线图

SP-7820 气相色谱仪点火、事件板连线见下图 33

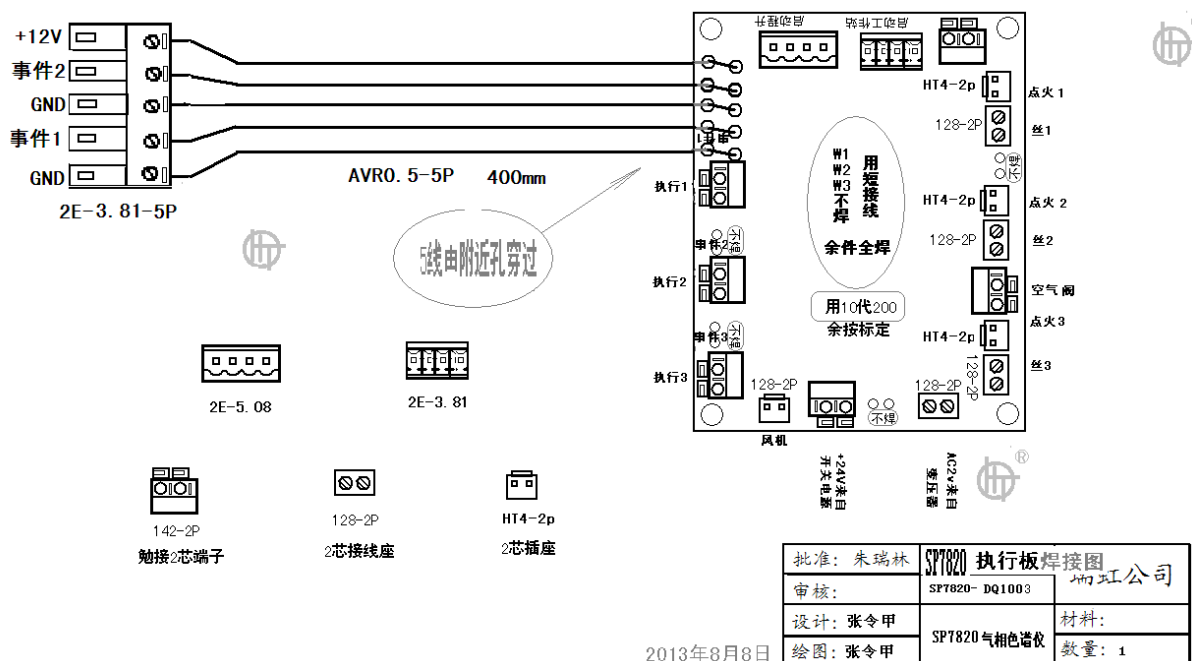


图 33 SP-7820 气相色谱仪点火、事件板连线图

SP-7820 气相色谱仪点火、事件板（图 33）具有：3 路 3 路点火，1/2 路为 FID1/2 的点火，第 3 路为 FPD 的点火；3 路外部事件执行功能，为 DC24V 驱动；还有《一键启动》功能，只按一个键，就能同时启动-程序升温-2 路外部事件-3 路工作站。

第五章 热导池检测器 (TCD) 的安装与使用

工作原理: 在一个处于热平衡的 TCD 中, 组分进入测量臂池腔, 就会由于气体组成的改变, 引起气体热导系数的变化, 气体热导系数的改变, 引起热敏元件温度的变化, 热敏元件的温度变化, 引起热敏元件阻值的变化, 热敏元件阻值的变化使惠斯顿电桥输出信号的变化。所以 TCD 的信号变化是各个变量相继变化的结果。

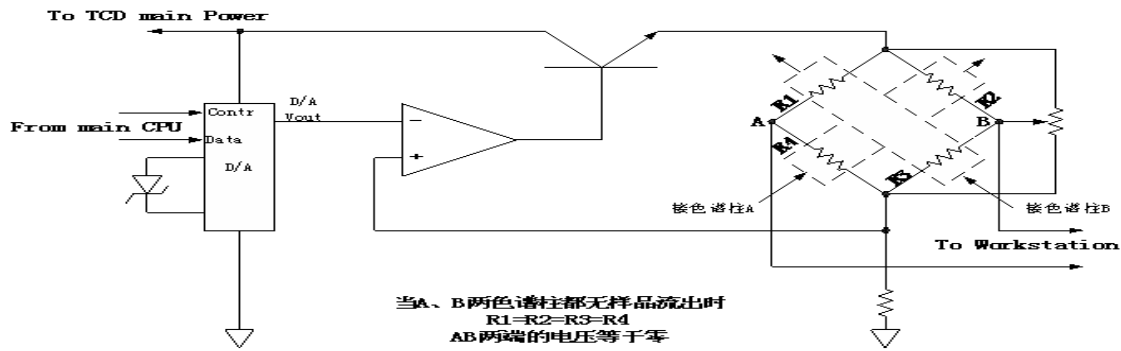


图 34 SP-7820 气相色谱仪 TCD 工作原理图

热导池检测器的结构:

热导池检测器采用半扩散式结构, 经特殊工艺处理的 100Ω 铼钨丝, 恒

流源供电, 具有断流热丝保护功能。配置了 2 路专用补充气, 见下面 TCD 补充气气路流程图, 以使用大孔径毛细管。热导池检测器结构如图 35。

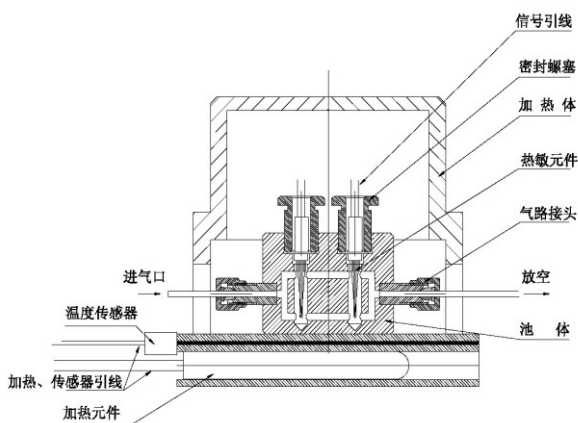


图 35 TCD 结构图

一、使用注意事项:

本仪器为双柱双气路结构即使有一路不使用, 也应接上两根柱子。保证两路平衡, 载气经热导池检测器流出, 每路流量约为 50ml/min。(从热导检测器的放空口测量)

- 1、载气中应无腐蚀性物质, 注意气路净化。
- 2、使用前, 应先通载气 30 分钟, 将管路的残留气体赶出, 以防止铼钨丝氧化。未通载气时, 严禁加桥流, 或有较大的气流冲击。
- 3、不能用气体直接吹热导检测器, 或有较大的气流冲击。
- 4、不允许有强烈机械震动。
- 5、仪器不能放置在风口处; TCD 放空口应用管道接到室外, 出气口还应注意固定以防止风吹摆动, 影响基线。
- 6、停机, 应 关闭加热, 等到热导检测器温度降到 80℃ 以下, 再关电源, 气源; 这有利于延长热导检测器的使用寿命。
- 7、在满足分析灵敏度的的情况下, 尽量设置低桥电流使用, 这样有利于仪器的稳定, 增加热导检测器的使用寿命。
- 8、高温分析后, 需拆下色谱柱时, 一定要等柱室温度降到 60℃ 以下, 热导检测器温度降到 80℃ 以下, 方可拆卸色谱柱, 以防止损坏柱接头及热导检测器。
- 9、使用不同载气, TCD 检测器不同温度时, 桥电流 (mA) 最大允许值如下:

温度 允许桥流 载气	100℃	150℃	200℃	250℃	300℃
	H ₂	160mA	140 mA	120 mA	100 mA
N ₂	120 mA	100 mA	75 mA	50 mA	25 mA

部分气体和有机蒸汽的热导率

化合物	100℃时热导率	化合物	100℃时热导率
空气	0.32	甲醇	0.23
氢	2.24	乙醇	0.22
氦	1.75	丙酮	0.18
氮	0.32	三氯甲烷	0.11
氧	0.32	二氯甲烷	0.11
一氧化碳	0.3	氯甲烷	0.17
二氧化碳	0.22	甲乙醚	0.24
甲烷	0.46	丙醚	0.19
乙烷	0.31	丁醚	0.17
丙烷	0.26	戊烷	0.22
丁烷	0.24	环己烷	0.18
己烷	0.22	氨	0.33
乙烯	0.31	氯乙烷	0.17
苯	0.18	乙酸乙酯	0.17

SP-7820 气相色谱仪 TCD 板连线见下图 36:

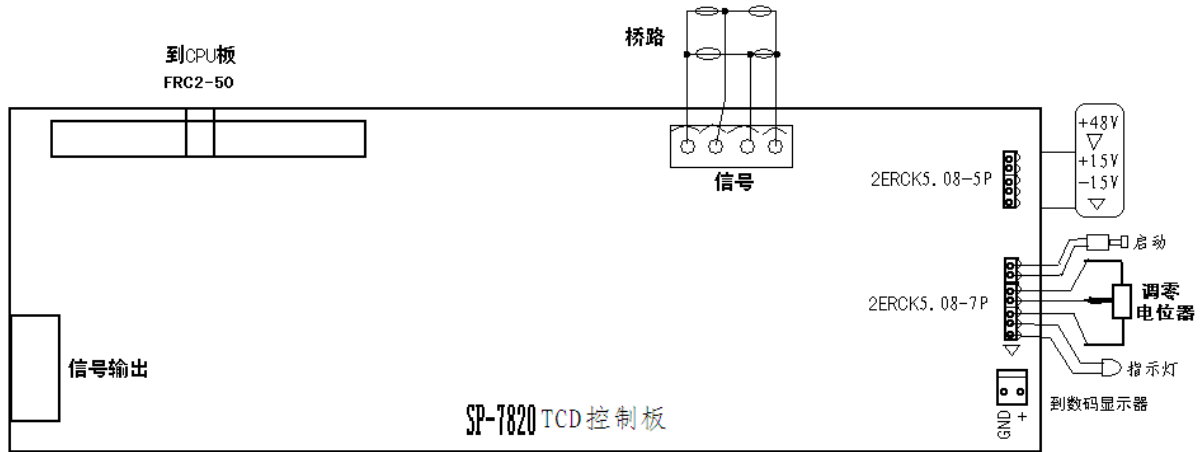


图 36 SP-7820 气相色谱仪 TCD 板连线图

SP-7820 气相色谱仪 TCD 除灵敏度高、稳定性好以外,还有一个特点是:具有双路补充气(尾吹)。见 TCD 补充气气路流程图 37。它的好处很多。如:可以单柱使用,1 路是分析柱,另 1 路用补充气(尾吹)作为平衡气;可以双柱使用,双路补充气(尾吹)作为辅助气,能保持 TCD 的最佳流量;SP-7820 气相色谱仪 TCD 在做毛细管分析时,1 路用于补充气(尾吹),另 1 路作为平衡气。

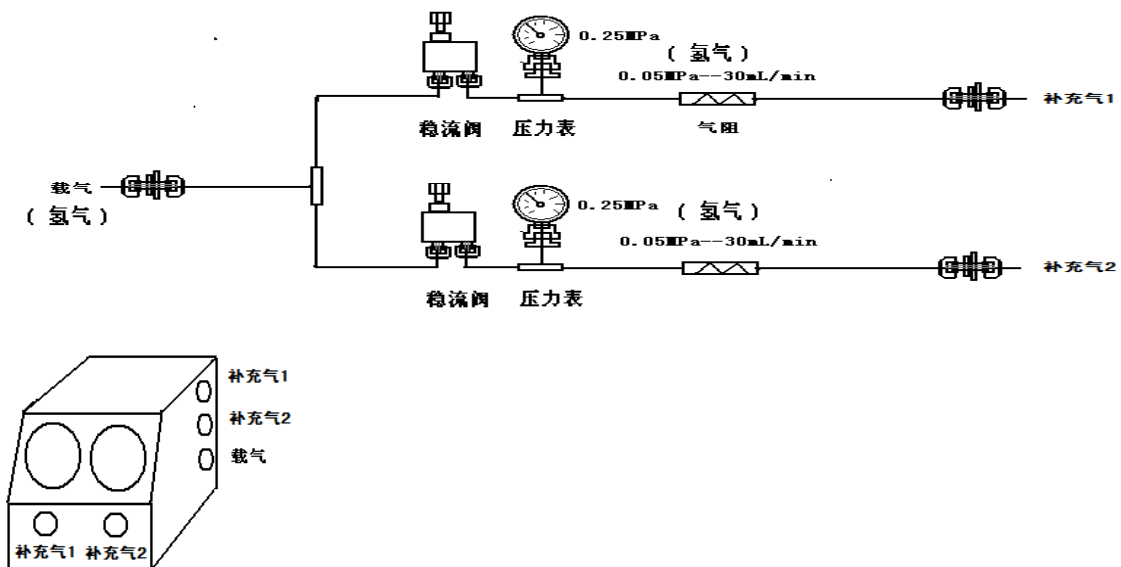


图 37 TCD 补充气气路流程图

二、使用方法:

- 10、 检查热导气路连接是否正确。
- 11、 先通载气，调节载气 1 和载气 2，并在热导放空口用皂泡流量计测量实际测量柱后流速，并使两路载气流量一致，一般气体流量：载气 40+ 补充气 10=50ml/min 为好。
- 12、 SP-7820 热导池带两路 TCD 补充气，以便低柱流量分析。
- 13、 当通气超过 30min 后，打开电源开关，按一下 **温度** 键 设定柱室、汽化室及检测器的使用温度。按 **检测器** 键设定桥电流。按启动按钮桥流才能加上。本仪器带有断流保护功能，在仪器的入气口压力低于 0.1MPa 时，仪器将自动降温，进入停机程序。
- 14、待温度恒定（准备灯打对号）时，打开工作站或数据处理设备，用仪器面板上的**调零**旋钮将基线调至 10mV（有数字时时显示）以内，待基线稳定后即可进行分析。

15、灵敏度及稳定性测试

测试条件：色谱柱：5%SE—30，chromosorbw, AM, DMCS 担体，60-80 目，柱长 2 米，不锈钢柱；柱温 80℃，汽化 120℃，热导检测器 120℃，桥流 130-160mA，先选 150 mA 样品苯，进样量 0.3μ L。

稳定性： 160mA 桥流，基线漂移 ≤ 0.5mV/h。

$$1.065 \cdot h \cdot W_{1/2} \cdot$$

$$\text{灵敏度: } S = \frac{F_c}{W} \quad \text{mv} \cdot \text{ml/mg}$$

$$h \cdot W_{1/2} - \text{峰面积 (mV} \cdot \text{min)}$$

Fc-载气流速 (ml/min)

W-进样量 (mg)

例如: 苯峰面积 2700mV.S 柱后流速 50ml/min, 进样 0.3ul, 苯比重 0.88

$$\begin{aligned} S &= \frac{2700\text{mV} \cdot S \times 50\text{ml}/\text{min}}{0.88\text{mg}/\text{uL} \times 0.3\text{ul}} \\ &= 8522\text{mv} \cdot \text{ml}/\text{mg} \end{aligned}$$

特别说明:

SP-7820 气相色谱仪双 TCD

SP-7820 气相色谱仪 TCD, 能用于双 TCD 分析。双 TCD 分析时, 除柱室是公用的外, 其余皆是独立控制。

SP-7820 气相色谱仪单、双 TCD 的操作步骤是一样的, 同上“使用方法”所述。只是加“桥电流”的方式稍有不同:

SP-7820 气相色谱仪单 TCD 加“桥电流”的方式, 是在大屏幕的“检测器”界面的桥流= ? 处设定的。

SP-7820 气相色谱仪双 TCD 分为 TCD-A 和 TCD-B。其位置见 SP-7820 气相色谱仪双 TCD 上面布置图 38。调零及第 2 桥流位置, 见 SP-7820 气相色谱仪双 TCD 调零处面板布置图 39:

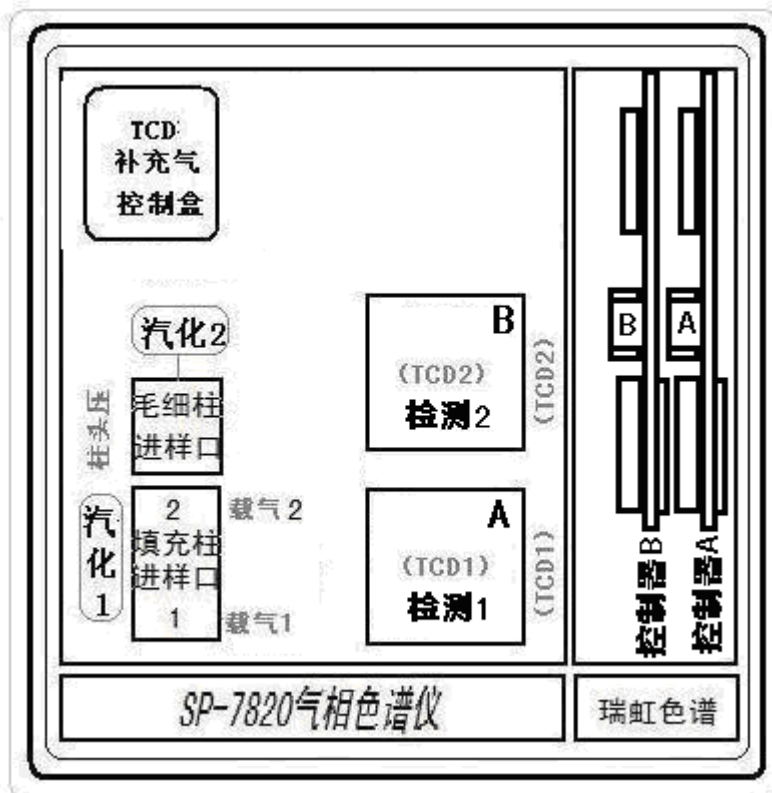


图 38 SP-7820 气相色谱仪双 TCD 上面布置图

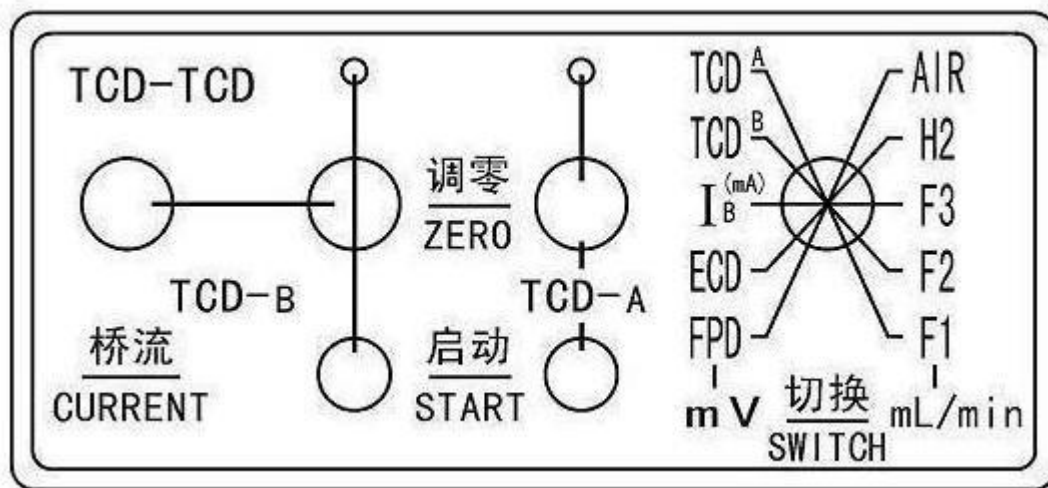


图 39 SP-7820 气相色谱仪双 TCD 调零处面板布置图

SP-7820 气相色谱仪双 TCD, TCD-A 加“桥电流”的方式, 是在大屏幕的“检测器”界面的桥流= ? 处设定的; TCD-B 加“桥电流”的方式, 是在上图 TCD-B 桥流处设定的 (切换--对准 IB), 看小数字表的数字即可。

SP-7820 气相色谱仪 TCD 色谱柱的连接, 见图 40:

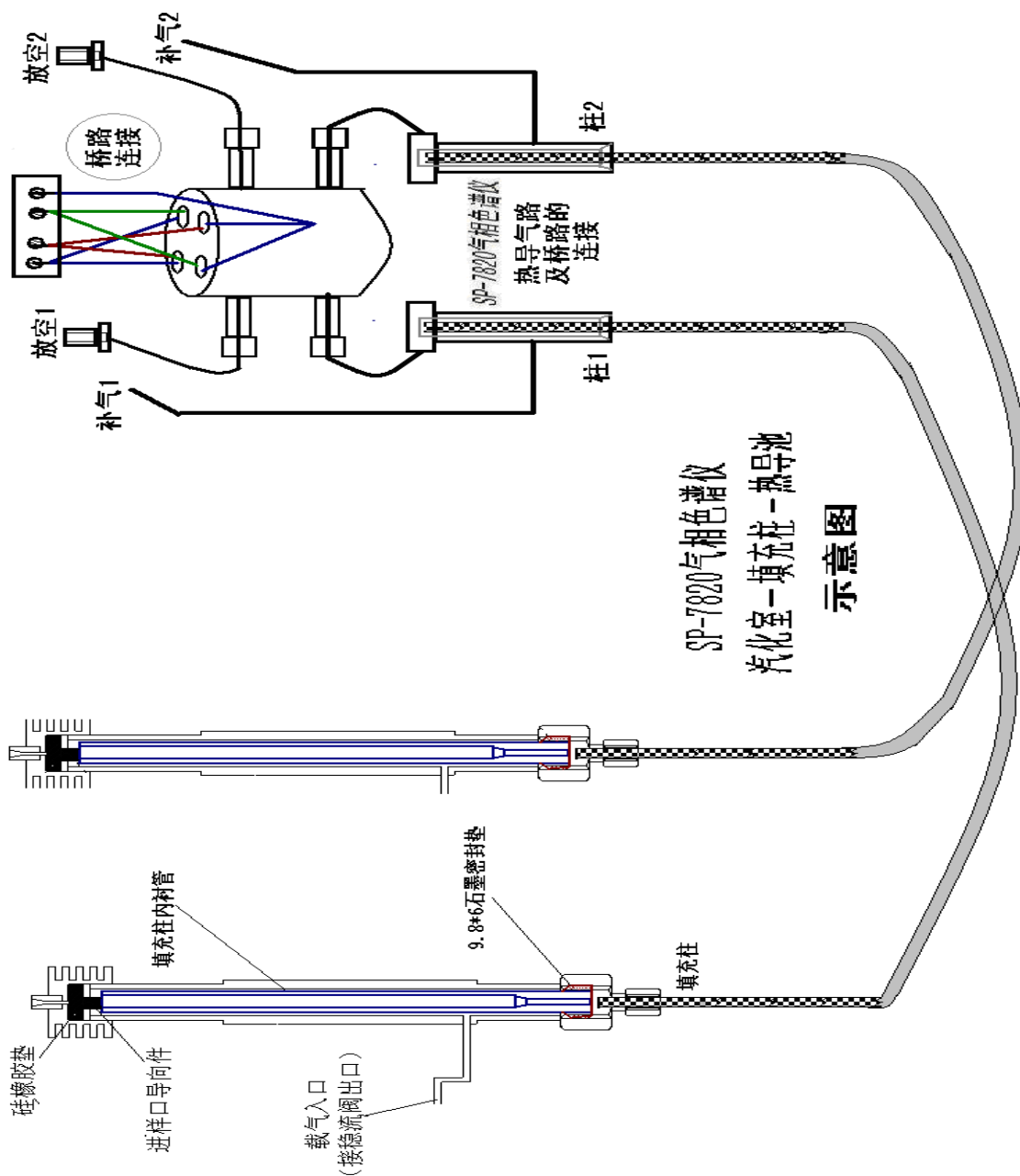


图 40 SP-7820 气相色谱仪 TCD 色谱柱的连接

SP-7820 气相色谱仪 TCD 桥路的连接，见图 41：

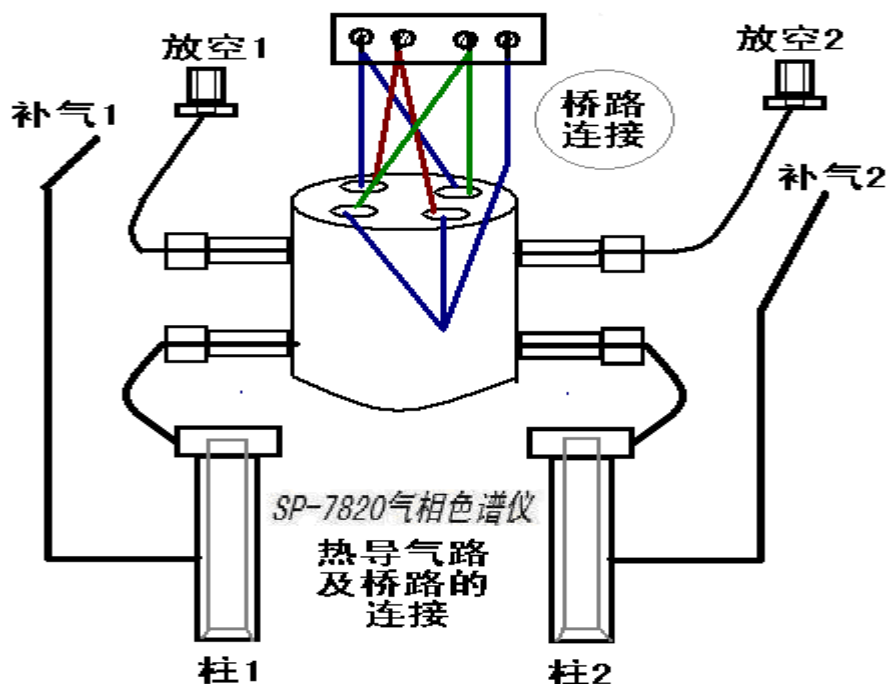


图 41 SP-7820 气相色谱仪 TCD 桥路的连接

热导检测器故障及维修

1、热导信号无法调零。

可能原因：

- (1) 热导控制线路故障，应检查控制线路，最好请生产厂维修。
- (2) 仪器严重漏气，特别是汽化室后漏气，应重新试漏。
- (3) 四臂钨钨丝元件严重不对称，将热导池检测器和电气部分的插头取下后测量四臂阻值，相差应小于 2 欧姆。
- (4) 热导池钨钨丝有一臂与池体短路，可检查钨钨丝元件和地的接触电阻（应拔下桥流线排）。

2、基线稳定，但进样不出峰或灵敏度显著下降。可能原因：

- (1) 热导桥流选择的太小。
- (2) 汽化室进样口密封垫漏气。
- (3) 汽化室与色谱柱后至检测器接头漏气。
- (4) 注射器本身漏气，或汽化室温度太低。
- (5) 铼钨丝元件严重腐蚀。

3、基线稳定性变坏。

可能原因：

- (1) 热导池控制线路故障，最好请生产厂维修。
- (2) 样品或高沸物固定液流失，冷凝在放空口处造成。
- (3) 桥电流过大，铼钨丝呈灼热状态。
- (4) 载气流量过大或不稳。
- (5) 温度控制不稳，应请生产厂维修。
- (6) 热导池沾污应取下清洗，最好请生产厂维修。

说明：

热导池检测器池体内装入的四个铼钨丝，属易耗物品，未被列入一年内免费维修范围。为此，在使用热导池检测器时，请用户一定要小心谨慎，严格按照本说明书之要求规范操作！

第六章 氢焰检测器 (FID) 的安装和使用

工作原理:

在 FID 中分别由收集极与极化极组成一高压静电场, FID 喷嘴喷出的 H₂ 与氧气被点燃后会产生一个高温火焰, 在高温火焰的作用下, 从柱后流出的有机物会被离子化, 由于产生离子化的部位在高压静电场内, 正离子移向收集极 (负极), 负离子和电子移向极化极 (正极), 从而就形成了微电流信号。当然 H₂、N₂ 和 AIR 是无机气体不会被离子化, 所以如果柱后无有机气体流出, FID 就无微电流信号。其工作原理图如下:

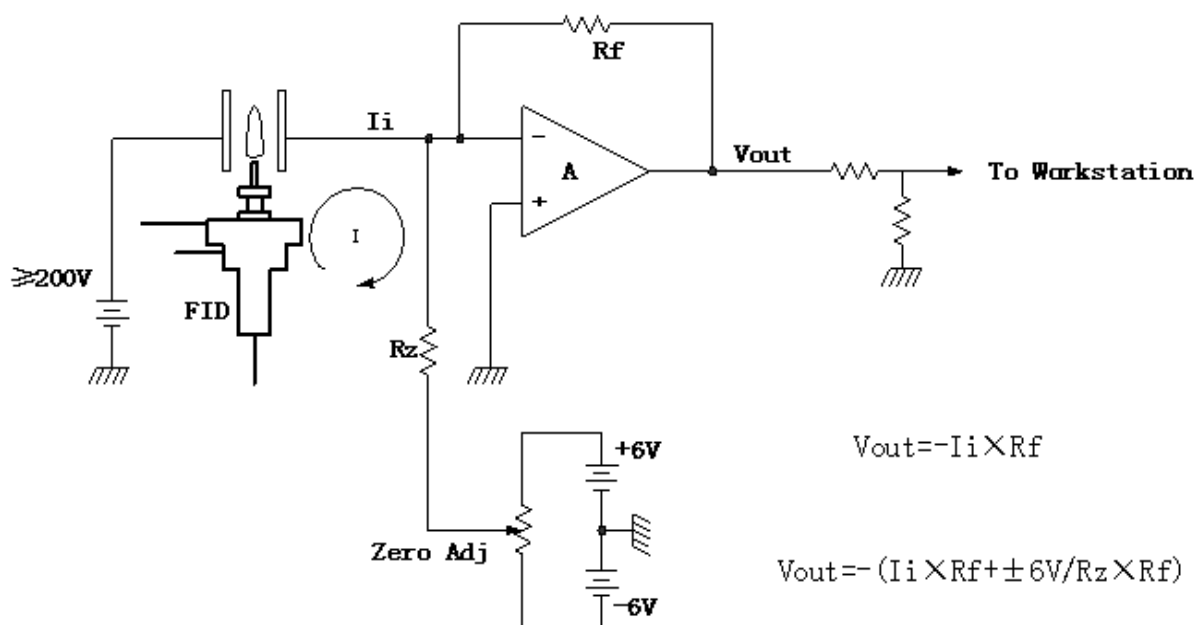


图 42 SP-7820 气相色谱仪 FID 工作原理图

特点: 灵敏度高, 死体积小, 应答时间快, 除载气外还需引入空气和氢气, 对永久性气体和水无信号。

适用范围:

- 1、 FID 是通用型检测器, 应用面十分广泛。分析沸点在 400℃ 的有机化合物。如烃类分析、农药分析、化工分析、食品和环境科学分析等。
- 2、 能直接用于各种口径的毛细管色谱柱分析。

一、氢焰检测器结构 (FID)

SP-7820 氢焰检测器结构如图 43 所示:

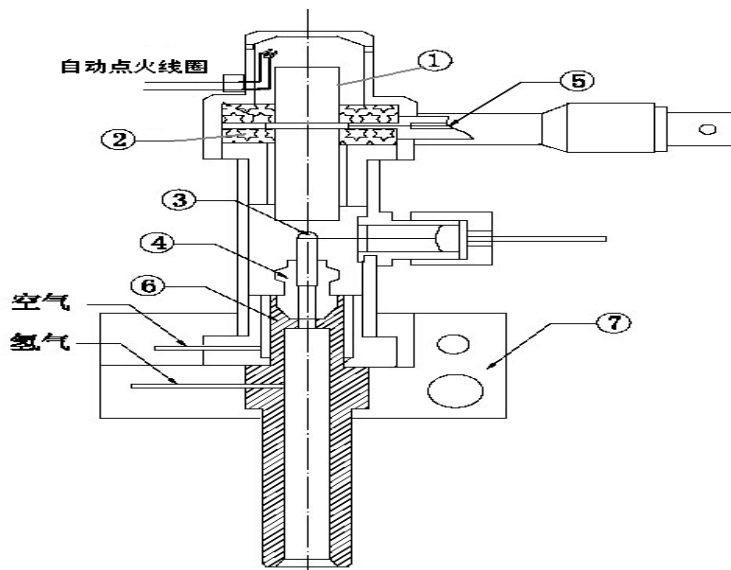


图 43 SP-7820 氢焰检测器结构

- | | |
|------------|--------|
| 1、收集筒 | 2、绝缘瓷环 |
| 3、极化电压环 喷嘴 | 4、信号线 |
| 5、基座 | 6、加热块 |

由于检测器采用根部加热, 一般不会发生冷凝现象, 柱子可直接插到喷嘴根部, 以减小柱后死体积。

FID 微电流放大器电原理方框图 见图 44

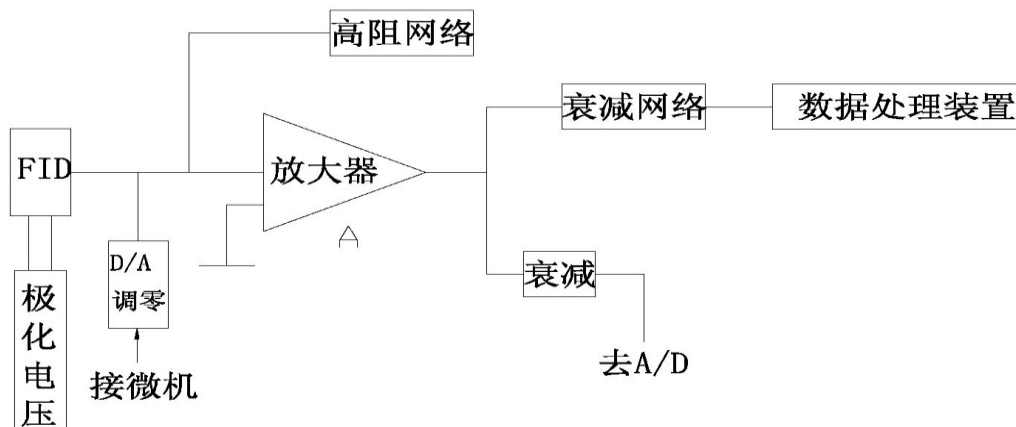


图 44 FID 微电流放大器电原理方框图

SP-7820 气相色谱仪 FID 板连线见下图

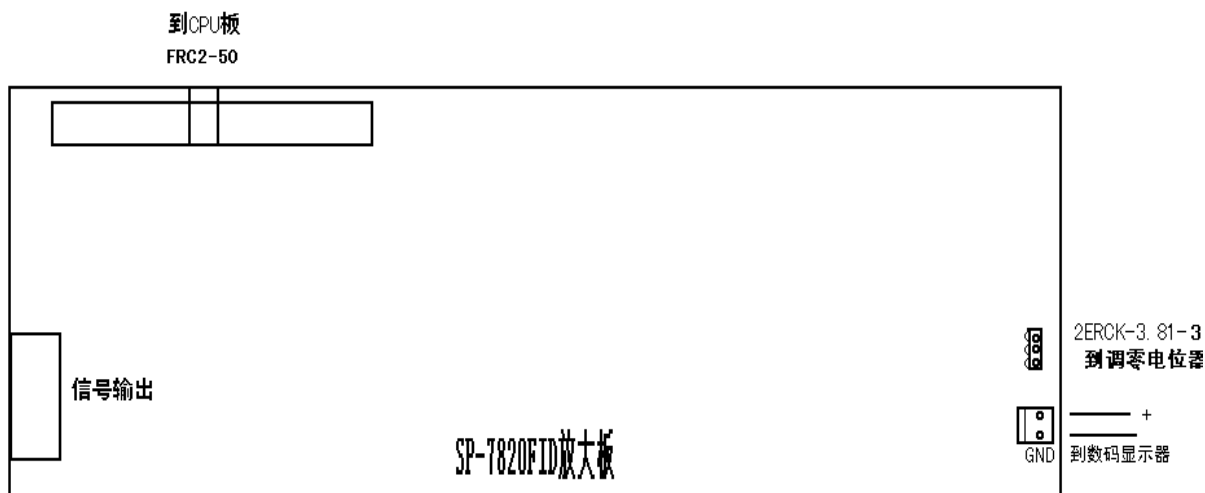


图 45 SP-7820 气相色谱仪 FID 板连线图

二、使用注意事项:

- 1、 应严格注意气路清洁。
- 2、 放大器必须良好接地。
- 3、 载气、氢气、空气气路稳压阀，出厂时都已定值，如要改变，调节方法如下：

调节方法如下：

(1) 载气： N_2 ，减压阀开至 0.4Mpa，把稳流阀全打开，调节稳压阀，使压力表指示在 0.30Mpa，然后根据需要调节各自稳流阀。

(2) H_2 气路：减压阀开至 0.25Mpa，把针形调节阀全打开，调节稳压阀，使压力表指示在 0.20Mpa，然后根据需要调节各自的针形调节阀。

(3) 空气气路：减压阀开至 0.4Mpa，把稳流阀全打开，调节稳压阀，使压力表指示在 0.20Mpa，然后根据需要调节稳中有各自的针形调节。

- 4、 等到柱温和汽化温度基本稳定后，方可通气点火，FID 必须使用

N₂、H₂和空气三种气体，同时调节到适当的流速上。

N₂、H₂、空气流速读取：

N₂流速通过面板压力表显示。

H₂和空气流速可压力表指示从仪器流量曲线图中查得。

N₂流速和 H₂流速比值一般为 1: 0.95，H₂流速和空气流速比值一般为 1:10，灵敏度较佳，基流最小。总之，流过喷嘴的总流速应小于 100ml/min 左右较佳。

5、 要求检测器温度比柱温要 40⁰C，这样氢焰检测室根部与柱室温度相近，防止样品冷凝。

6、 如果以 H₂作载（这样便可兼作燃气）时，应在原氢气气路中通入合适的氮气，防止灵敏度下降，确保定量准确度。

7、 未安装色谱柱前，严禁接通 H₂，否则会造成柱室里充满氢气，开机后会引起爆炸，一定当心！

三、使用方法：

1、 仔细检查气路连接是否正确，使用 FID 时载气气路管连接到载气 1 和载气 2，H₂气路管连接到 H₂1、H₂2，空气气路管连接到空气 1、空气 2。
(仪器已连接好)

2、 通气，利用各自的调节阀，将 N₂、H₂、空气调至适当的流速，氮气一般选用 25-60ml/min，H₂：25-60ml/min，空气：200-550ml/min。

3、 打开“电源”开关，选择合适的灵敏度档，使信号数显在 5mv 左右，等待基线的稳定。

4、 设置检测器、汽化室、柱室三个加热区温度（见第四章）。

5、 温度基本稳定后，点火—按**点火按钮**—听到一叭声后，空气自动降到 0.5Mpa 以下，约 5 秒钟恢复正常，火已经点着。基线偏离时，可用电器控制单元**调零**旋钮将基线调至数据处理设备适当位置处。

6、 当分析条件所需的气体流速、温度、放大器基线稳定后，方可进行分析。

7、 FID 的灵敏度及稳定性测试。

例：分析样品 50ng/u1 (苯/CS₂)。测试重要条件：汽化室温度 120℃，检测温度 130℃，柱温 80℃。载气 (N₂) :30ml/min. H₂:28ml/min。空气 250ml/min。色谱柱同 TCD，放大器灵敏度选 0(10⁴) 档，进样量 0.3u1。

稳定性：

在基线稳定后的情况下，一小时后的基线漂移 ≤150μv/h。

灵敏度 Dt 计算公式：

$$D_t = \frac{2N \cdot W}{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2}} \text{ g/s}$$

式中：N—实测噪音 (mv) W—苯的进样量 (g)

h—峰高值 (mv) W_{1/2}—苯的半峰宽 (S)

如实测：峰面积 1200mv. S, 噪音 0.02mv。

则

$$D_t = \frac{2 \times 2 \times 10^{-2} \times 50 \times 10^{-9} \times 0.3}{1.065 \times 1200} = 5 \times 10^{-12} \text{ g/s}$$

特别说明:**双毛双放**

SP-7820 气相色谱仪 FID, 可做双毛双放: 即双毛细管、双 FID、双放大器使用。双毛细管同时分析, 除柱室公用外, 其余皆能独立控制。

若配第 2 柱箱, 就是完全的 2 台仪器了。1 台仪器完全=2 台仪器。

我们专门为 SP-7820 气相色谱仪研发出了 SP-7820A 型第 2 柱箱和 7820B 型第 2 柱箱。

SP-7820 气相色谱仪 FID 双毛双放布置图 46 如下:

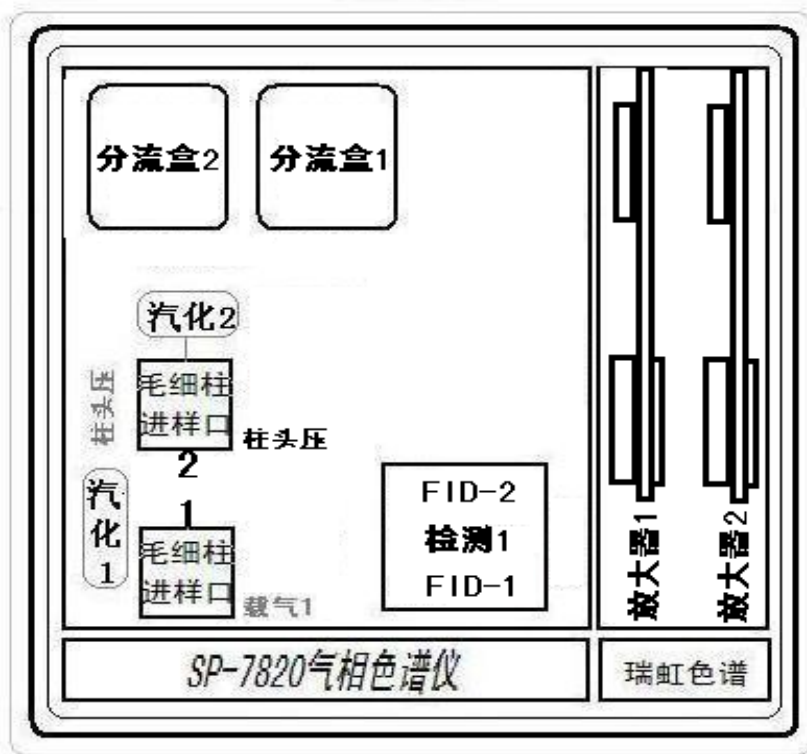


图 46 SP-7820 气相色谱仪 FID 双毛双放布置图

SP-7820 气相色谱仪 FID 双毛双放调零布置图 47 如下:

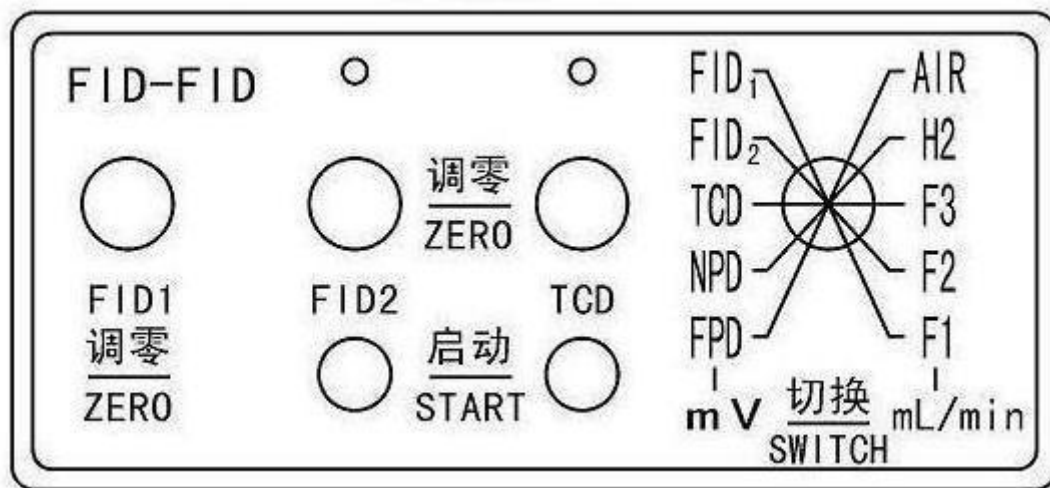


图 47 SP-7820 气相色谱仪 FID 双毛双放调零布置图

SP-7820 气相色谱仪 FID 双毛双放操作除 FID-2 的灵敏度用大屏幕的“检测器”界面的 FPD 灵敏度= ? 处设定外，其余同单放。

四、故障及维修

1、 未点火前，放大器无法调零。

可能原因是：

- (1) 放大器失调，应维修放大器，最好请生产厂维修。
- (2) 放大器输入信号线绝缘不良或短路，可将 FID 检测器右边的高频插头卸下，测量绝缘应大于 $10^6\text{M}\Omega$ 。

2、 点火后，记录仪信号无法调零。

- (1) 空气不纯，可降低流量，是否好转，若有好转，说明空气不纯，应严格纯化空气。
- (2) H_2 和 N_2 不纯。
- (3) 色谱柱没老化好，或色谱柱严重流失。
- (4) 火焰烧到收集极，可降低载气流速。

3、 基线稳定：但进样不出峰，或灵敏度显著下降。

可能原因是：

- (1) 灵敏度选择太低。
- (2) 汽化室进样器密封垫漏气。
- (3) 汽化室与色谱柱或柱后至检测器之间接头漏气。
- (4) 注射针使用过久本身漏气或汽化室温度太低。
- (5) 输入电缆线断路或极化电压没加上。

4、 基线稳定性变坏。

可能原因是：

- (1) 空气不纯，夹杂某些有机物。
- (2) 离子室严重沾污。
- (3) 氢火焰太大。
- (4) 离子室信号线接触不良或极化电压未加上。
- (5) 放大器
- (6)

警告：

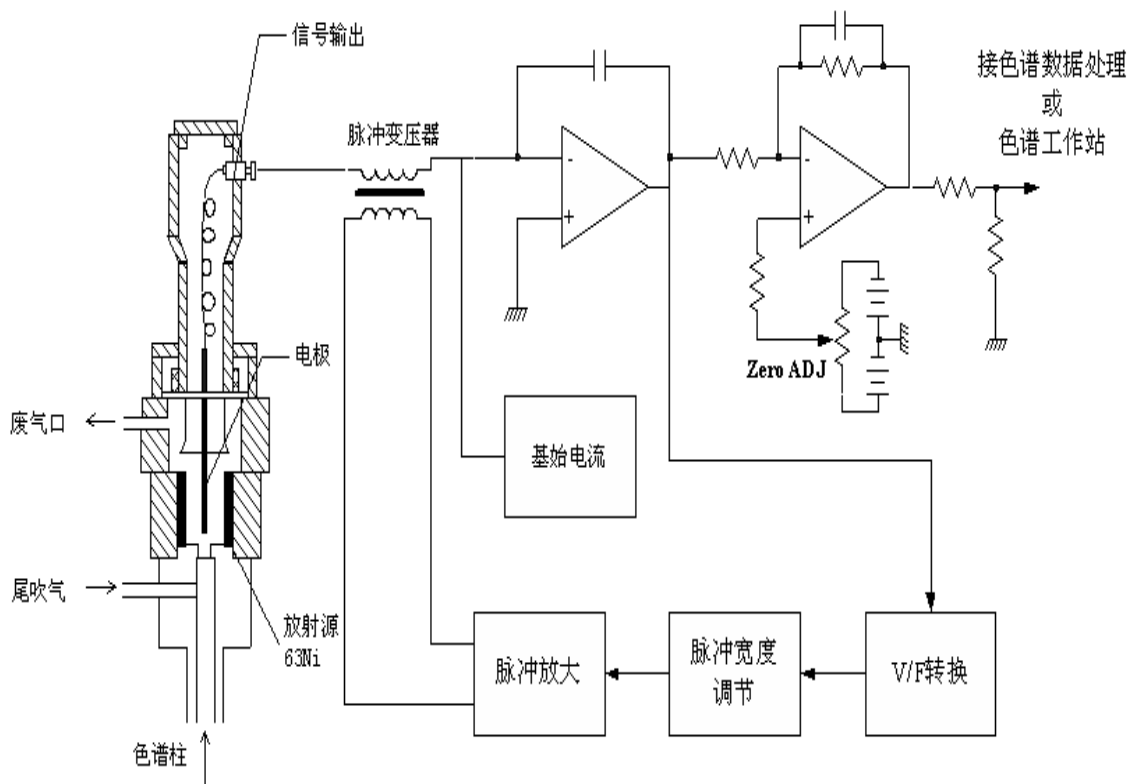
氢火焰离子化检测器 (FID) 用 H₂ 做燃料，如果没有把色谱柱接到氢火焰离子化检测器入口就通 H₂，H₂ 就会流入柱室，当柱室加热时将会引起爆炸事故。因此，只有当把色谱柱接到氢火焰离子化检测器入口上，或用配置的专用堵头，将氢火焰离子化检测器入口密封上，才能通 H₂。

第七章 电子捕获检测器 (ECD) 的安装与使用

工作原理： 见图 48，由柱流出的载气及检测器的清扫气进入 ECD 池，在放射源放出的 β 射线的轰击下被电离，产生大量的电子。在电源、阴极和阳极电场的作用下，该电子流向阳极，得到 $10^{-8} \sim 10^{-9}$ 的基始电流。当电负性的物质进入 ECD 池后，即捕获电子使基始电流下降，产生负峰，其变化与电负性物质的浓度成正比。

特点： 只对具有亲电基团的样品分子才有应答对水敏感，载气必须充分干燥，脱氧，易受污染。

适用范围： 对卤素（六六六、DDT）、硝基化合物等选择性极好。



SP-7820气相色谱仪ECD工作原理

图 48 SP-7820 气相色谱仪 ECD 工作原理图

一、ECD 的结构

ECD 的结构：采用单电极为圆筒式结构，如图 49 所示，它由 1、信号线，2、电极，3、放空压垫，4、放射源 Ni^{63} ，5、腔体，6、加热块等组成，并带有尾吹装置，色谱柱可直接插到放射源腔体根部，减小了死体积，有利于样品分析。

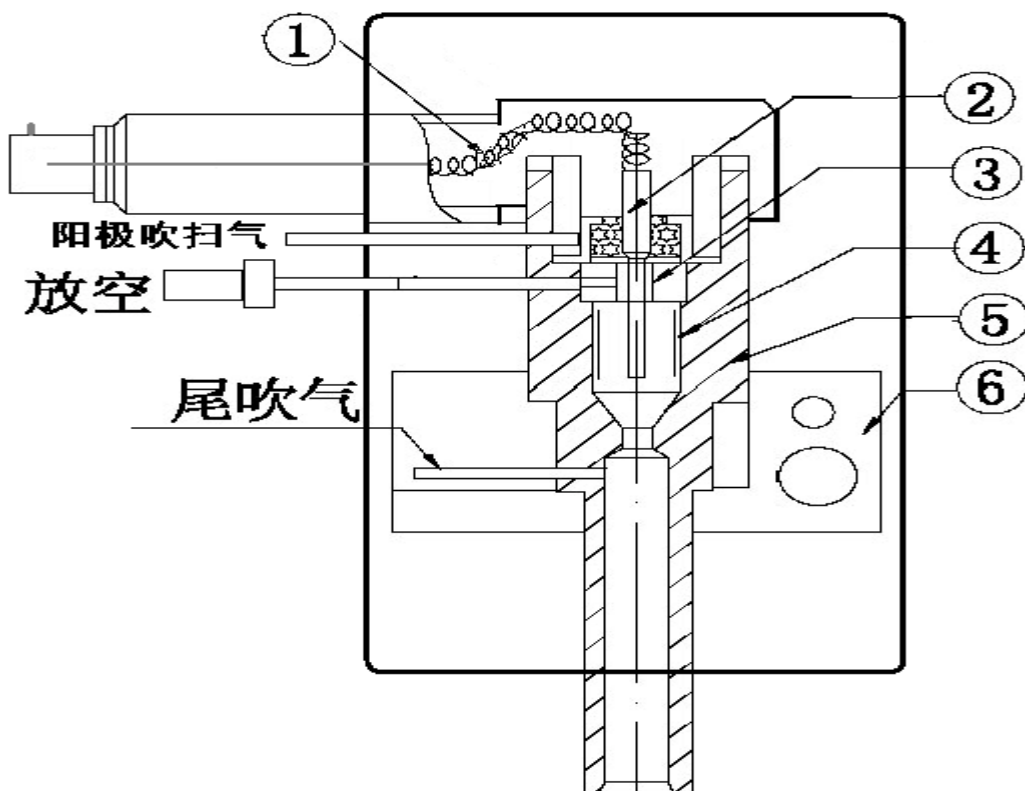


图 49 电子捕获检测器

ECD 控制器采用脉冲调制线路，可由键盘设定 ECD 基流参数。

主要技术指标：

- (1) 检测限：不大于 $1 \times 10^{-13} \text{g/ml}$ ($\gamma - 666$)；
- (2) 噪音：不大于 $50 \mu\text{v}$ ；

(3) 漂移：不大于 $150\mu\text{v} / \text{h}$ 。

二、使用注意事项

- 2、 必须使用纯度为 99.999%以上的高纯氮气。
- 3、 使用前应首先通氮气 4 小时以上才允许升温分析。
- 4、 进样浓度不宜过大，防止放射源污染，特别是对于电负性物质，进样时的浓度一定要控制在 1ppm—0.1ppb 范围内。
- 5、 利用氮气老化色谱柱时，一定要堵死 ECD 进气口，将柱出口的 N_2 直接放空在柱室中，升温老化即可。
- 6、 长期连续使用，一旦需要中途短时停机，不要停气可将流速减小。长时间不用时应将检测器尾吹气接头连接到阳极吹扫气体接头上，保持 1-5 ml/min 的载气流速。
- 7、 检测器长期不使用时，应从仪器上取下，并将其入气口、出气口用螺帽密封，放置包装盒内，保持周围干燥。
- 8、 为防止色谱柱流出物沾污管路及放射源，操作时先升检测室、汽化室温度，待检测温度达到设定值时，再升柱室温度。
- 9、 若放射源污染，则基流大幅度下降，应清洗放射源。方法如下：通 H_2 ，流速 50ml/min, ECD 检测室升高温至 300°C ，12 小时后可清洗干净。此时，基流大大增加。
- 10、 放空必须引出室外，防止 Ni^{63} 放射源到室内污染。

SP-7820 气相色谱仪 ECD 板连线见下图 50:

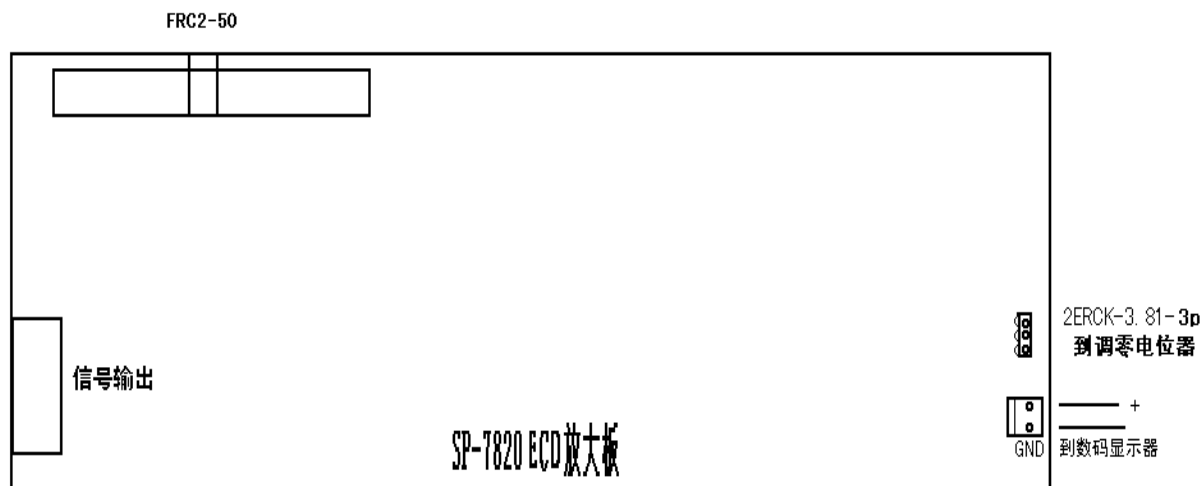


图 50 SP-7820 气相色谱仪 ECD 板连线图

三、使用方法

11、将 ECD 检测器安装在上部加热块的加热口上，并固定。将 ECD 尾吹气接口连接到辅助气接口上（辅助气也可用于毛细柱尾吹），安装好以后试漏：堵死 ECD 放空口，载气及尾吹气路分别通入高纯 N_2 ，然后关闭气源，观察柱前压力表，检验气路密封性。

12、将 ECD 信号线电缆插头插在对应 ECD 信号插座上，将 ECD 信号线另一头连到 ECD 检测器上。

13、通高纯 N_2 ，先将仪器外部连接气路管中的空气吹出。使管路在充满 N_2 气流的情况下，再接入仪器载气入口，载气流速一般 $40\sim 100\text{ml}/\text{分}$ 。尾吹气 (N_2) 流速为 $20\sim 50\text{ml}/\text{min}$ ，可以实测，尾气 (N_2) 使用辅助气路提供。通常载气+尾吹气= $80\text{ ml}/\text{分}$ 较佳。

14、当温度稳定 1 小时后，按 **检测器** 键设置基流，检测器灵敏度可对应设为 0、1、2，分别对应 0.5nA、1nA、2nA，用调零旋钮将输出调整到仪器零点附近。基线稳定后，即可进行分析。0.5nA、1nA、2nA 的选择应保证

能顺利调零。

15、ECD 信号插头在仪器内部上前侧。

16、电器后面板上有 ECD 信号输出插头，用于数据处理设备输出 ECD 信号。

17、敏感度及稳定性测试

色谱柱：玻璃柱，柱长 1.5 米，4mm 内径，5%OV—101，chromosorb、AW、Dmcs 担体 80~100 目。柱温 190℃、汽化 210℃，检测 210℃。载气 N₂ 50ml/分，尾吹气 N₂ 30ml/min，预置电流 1nA，纸速 8mm/分。样品：0.1ng/μl，γ—666/正乙烷。进样量 1μl，噪音 0.02mv，峰高 7.2mv，峰宽 0.22 分。

敏感度：

$$D_F = \frac{2N \cdot W}{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2} \cdot K \cdot Fc} \quad \text{g/ml}$$

$$= \frac{2 \times 2 \times 10^{-2} \times 10^{-10}}{1.065 \times 0.22 \times 7.2 \times 80}$$

$$= 3 \times 10^{-14} \text{g/ml}$$

式中：N—实测噪音 (mv)

W—进样量 (g)

h—峰高值 (mv)，W_{1/2} 半峰宽 (分)

K—走基线时为 1 到记录色谱峰时的输出衰减倍数

Fc—检测器流速 (柱后流速+尾吹流速)

第八章 火焰光度检测器的安装及使用

一、概述

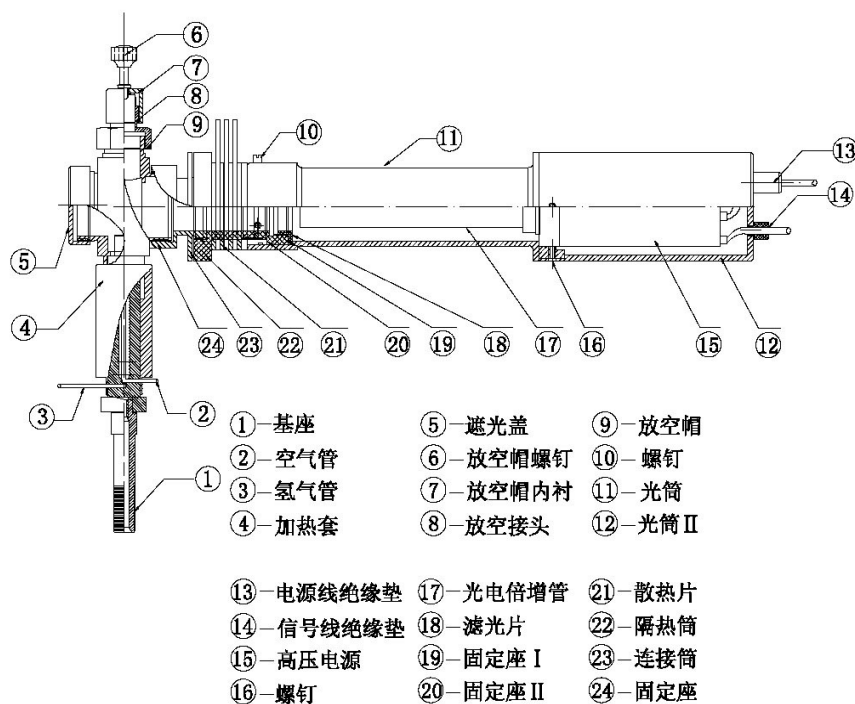
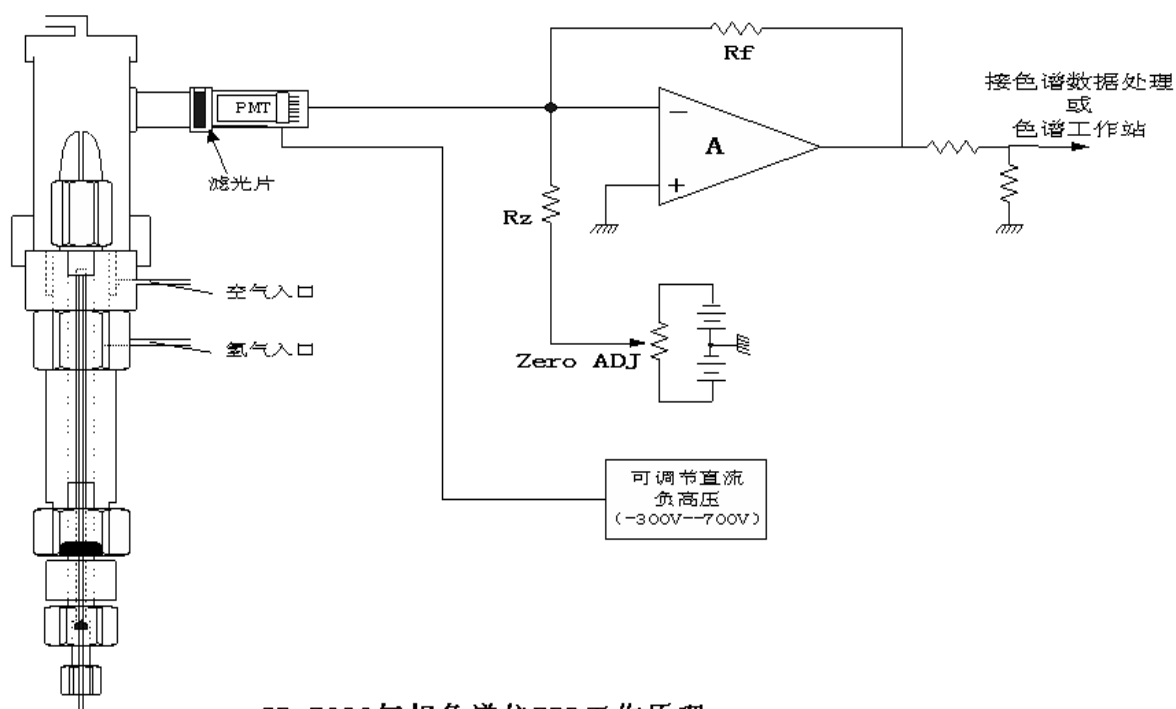


图 51 FPD 结构图

火焰光度检测器 (FPD) 是利用富氢火焰能使含硫、磷杂原子的有机物分解, 形成激发态分子, 当它们回到基态时, 发射出一定波长的光, 这些特征光分别用不同的滤光片过滤 (对硫用 399nm, 磷用 526nm 滤光片), 然后经光电倍增管把光强变为电信号进行测量。该检测器主要用于含硫、磷化合物, 见图 51 FPD 检测器结构图。

特别是硫化物的痕量检测。

值得注意的是: 测硫时为非线性响应, 约为平方关系, 而测磷可认为是线性检测器, 可参阅有关检测机理说明。



SP-7820气相色谱仪FPD工作原理

图 52 SP-7820 气相色谱仪 FPD 工作原理图

二、火焰光度检测器的安装

1、 火焰光度检测安装在柱室上方右边检测器加热块上。连接气路管至右边的氢 2 及空 2 接口上。

2、 将检测器光电管后的电源拾音插头插在主机内部右侧电源插孔上，将检测器高频输出信号插头，插在仪器主机内部 FID 信号高频插座上。

三、滤光片的更换

根据样品性质，测硫、测磷应分别安装相应的滤光片（硫用 399nm，磷用 526nm）。方法步骤为：

3、 松开光筒 11 上的三个螺钉，将光筒取下。

4、 取出滤光片及其固定座 18、19、20，旋开固定座 I、II，放入所选用的滤光片。并重新将滤光片及其固定座旋入，装上光筒。

SP-7820 气相色谱仪 FPD 板连线见下图

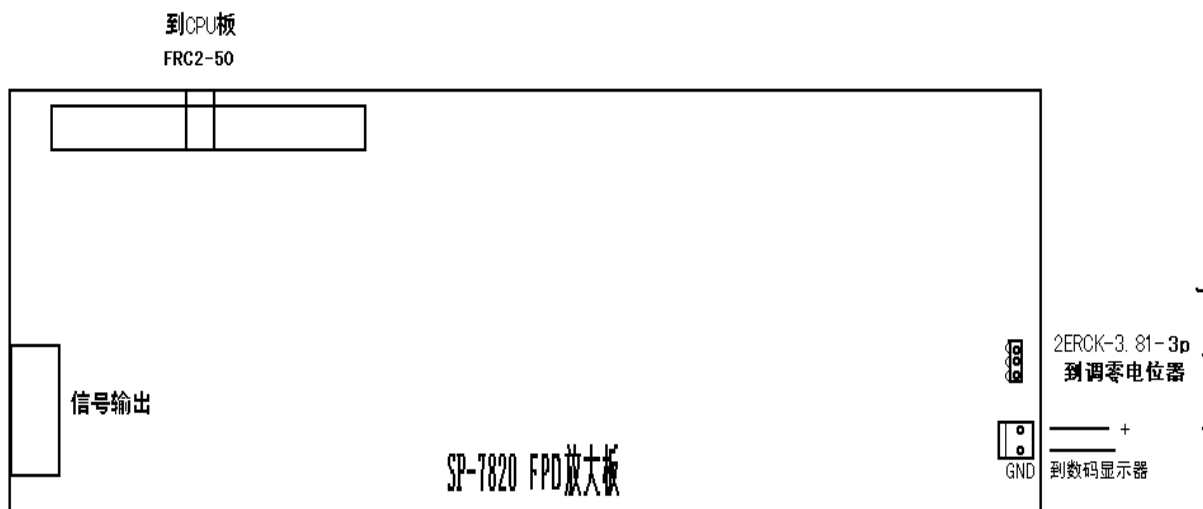


图 53 SP-7820 气相色谱仪 FPD 板连线图

四、火焰光度检测器的使用

5、 操作要求

测硫：

柱室：60℃

检测室：150℃

汽化室：150℃

N₂：40~80ml/分

H₂：0.13MPa （约 100 ml/分）

AIR：0.05MPa （约 150 ml/分）

样品：10ng/μl 噻吩/正己烷 测硫

测磷：柱室：210℃

检测室：230℃

汽化室：230℃

N₂：40~80ml/分

H₂：0.13Mpa（约 100 ml/分）

AIR：0.06MPa（约 150 ml/分）

样品：10ng/μ l 1605/正己烷 测磷

6、火焰光度检测器稳定性及敏感度测试：

控制器灵敏度档：设为 1

调试柱：0.53×30m 毛细管柱

进样量：1μ l

(1) 测硫：进样量 1ul，w=1ul=10 ng，A=560mv.s，实测噪音 N=0.06mv

$$D_t (s) = \frac{2N \cdot W \cdot nS}{S} \quad g(s)/s$$

$$= \frac{2 \times 0.06 \times 10 \times 10^{-9} \times 0.38}{560}$$

$$= 8 \times 10^{-13} g(s)/s$$

式中：nS—硫原子在样品中所占百分数 nS=38%

稳定性：漂移小于 0.5mv/h

(2) 测磷：进样量 1 μ l, w=1 μ l=10 ng, A=160mv. s , 实测噪音 N=0.06mv

$$\begin{aligned}D_t(P) &= \frac{2N \cdot W \cdot nP}{S} \text{ g(P) / s} \\&= \frac{2 \times 0.06 \times 10 \times 10^{-9} \times 0.1}{160} \\&= 7.5 \times 10^{-13} \text{ g(p) / s}\end{aligned}$$

式中：nP—磷原子在样品中所占百分比 nP=10%

稳定性：漂移小于 0.5mv/h。

警告：

当点火或其它原因需打开放空帽时，光电倍增管高压电源必须断开，否则会将检测器光电倍增管烧坏。

第九章 氮磷检测器的安装及使用

一、概述

氮磷检测器 (NPD) 为电离型检测器之一, 检测低基流背景下电流的增加, NPD 对氮磷化合物灵敏度高, 专一性好, 专用于痕量氮、磷化合物的检测。

NPD 按加热方式, 氢气流量和喷嘴极性不同可分为三种操作模式: 火焰电离型、磷型和氮磷型, 以氮磷型应用最多。SP-7820 气相色谱仪采用氮磷型。见下图 53。其对 N、P 均有极高的灵敏度和专一性, 这时, 电离源和喷嘴均为负电位, 收集极为正电位, 调节氢气流量 8ml/min 左右, 如此小的氢气流量在喷嘴处还不足以形成正常燃烧的氢火焰。低浓度的氢气只能在电离源表面附近形成一层化学活性很高的“氢焰”, 电离源表面温度 600~800 度。当氮、磷化合物进入“冷氢焰”区发生热化学分解, 产生 CN 和 PO、PO₂ 等电负性基团。这些基团从电离源表面或其周围的气相中得到电子、变成负离子, 在高压电场作用下, 产生信号。烃类在“冷氢焰”中不发生电离, 因而产生对氮、磷化合物的专一性检测。关于电离机理, 主要有气相电离和表面电离理论, 具体可参见有关专著。

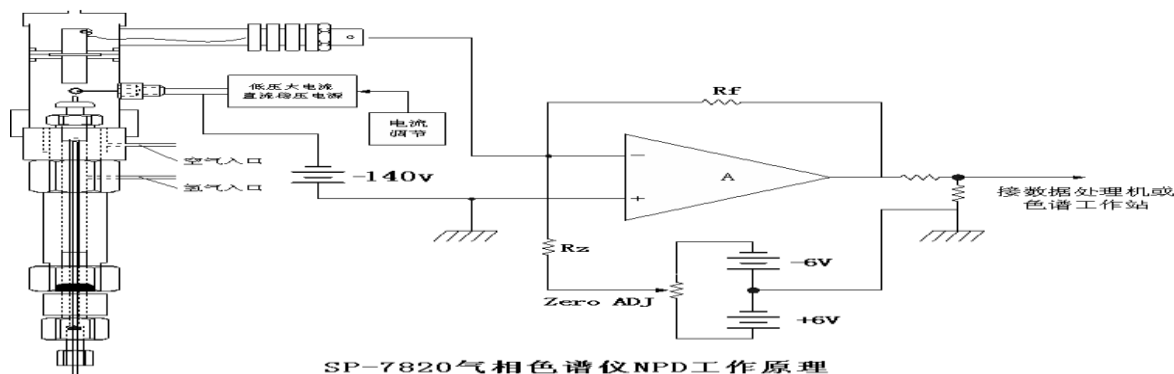


图 53 SP-7820 气相色谱仪 NPD 工作原理图

二、氮磷检测器的安装

1、 将 FID 检测器保温盒上盖取下，依次取下 FID 的收集极及 FID 固定极化环的腔体。 将固定铷珠和金属环的腔体装在喷嘴的基座上，极化环喷嘴在一个平面上，铷珠在喷嘴上方约 1~1.5mm 左右。

2、 装上信号收集线。

3、 用信号线将收集系统和控制器相连（和 FID 共用一个控制器）。

4、 铷珠的加热连线与铷珠加热器连接。

三、氮磷检测器的使用

5、 氮磷型检测器的使用

（1）原理：

氮磷型操作是氮磷检测器的主要操作方式，它对氮磷化合物都有响应，此操作铷珠中白金丝加负电压，由于氢气和空气的流量较小，火焰不足以把铷珠加热发红，氢气围绕铷珠形成冷焰，氮磷化合物在此发生裂解和激发响应，形成对氮磷的选择性检测。

（2）操作要求：

色谱柱：5% OV—101 玻璃柱 1.5 米

温度：柱室：200℃

检测室：210℃

汽化室：210℃

流量：载气 N₂：30—80ml/min

燃气 H₂：5—20ml/min

助燃气 AIR：80—200ml/min

控制器档位：FID 量程 设为 1（与 FID 共用一个放大器）。

供电电流：3—3.5A

样品：10ng/ μ l 偶氮苯，10ng/ μ l 乙基 1605

进样量：1 μ l

(3) 氮磷检测器敏感度与稳定性测试：

稳定性：待基线稳定后，基线漂移不大于记录仪量程的 3%/h
(5mv)

敏感度计算：

$$D_t(N) = \frac{2N \cdot W \cdot n}{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2} \cdot K} \quad g(N)/s$$

$$= \frac{2 \times 0.02 \times 10^{-8} \times 0.15}{1.065 \times 2 \times 8 \times 1}$$

$$= 3.5 \times 10^{-12} g(N)/s$$

其
$$N = \frac{\text{氮原子数} \times \text{氮原子量}}{\text{分子量}}$$
 中：

对偶氮苯 $n=0.15$

$$\begin{aligned}
 D_t (P) &= \frac{2N \cdot W \cdot NP}{1.065 \cdot h \cdot W_{1/2} \cdot K} \text{ g(P) / s} \\
 &= \frac{2 \times 0.02 \times 10^{-9} \times 0.115}{1.065 \times 1 \times 15 \times 1} \\
 &= 3 \times 10^{-13} \text{ g(p) / s}
 \end{aligned}$$

其中：

$$P = \frac{\text{磷原子数} \times \text{磷原子量}}{\text{分子量}}$$

对马拉硫磷 P=0.15

6、磷型测磷操作（仅供参考，非常规配备）

（4）原理：

喷嘴金属环接地，氢气和空气流量相当于氢焰检测器，喷嘴火焰所产生的热量足以把铷珠加热至发红状态，烃类化合物所产生的信号被传到大池，而有机磷被铷珠激发，形成对磷的选择性检测。

（5）操作要求：

将金属环的连线接到铷珠加热器的插口内，倒向开关置于磷一端，铷珠加热器不加热。

流速：N₂：30—80ml/min； H₂：30—80ml/min； AIR：400—600ml/min

温度：柱温 200℃ 检测 210℃ 汽化 210℃

其它同上。

(6) 敏感度及稳定性检测同氮磷型操作要求。

二、 氮磷检测器使用注意事项

- 1、 铷珠易反潮，储存须放在干燥器中。
- 2、 在安装操作中，不得用手触摸铷珠，以防污染。
- 3、 调整铷珠位置时，不得从根部扩张，弯曲铂金丝，以防破碎。
- 4、 新铷珠应先老化后使用，老化时间一般在 4~8 小时。
- 5、 铷珠供电电流应缓缓供电，当听到爆鸣声后再将电流略为降低，铷珠以暗红色为佳。在达到灵敏度条件下，尽量使用小电流，以延长铷珠寿命。
- 6、 应避免使用卤素有机物作为溶剂，以保证铷珠寿命和重复性。
- 7、 铷珠连线要与外壳绝缘，以免短路损坏仪器。
- 8、 流速配比直接影响灵敏度，要细心选配。NPD 为质量型检测器，基流和响应值随载气流速增加而增大，但载气还起着冷却电离源表面温度的作用。因此，流速越大，降温越大，基流和响应值降低，因此应选择最佳值。氢气，空气流速对电离源周围气体成分影响极大，特别是氢气，一般 N_2 作载气时， H_2 流速从 3~10ml/min，NPD 表现出高度和专一性响应，当 H_2 流速大于着火点以后，氮磷化合物灵敏度和专一性消失，NPD 成了 FID。空气流速影响有两方面：一是维持氢的“冷氢焰”具有一定活性；二是降低电离源表面温度。总的影响结果与载气相似。随空气流速增加，基流明显下降，故通常选择在 60~200ml/min。

第十章 毛细管柱安装与使用

一、概述

本毛细管进样系统，适用于在 SP-7820 气相色谱仪器上安装使用，可安装大、小口径石英弹性毛细管色谱柱。本进样系统可用于毛细管柱的分流或不分流进样操作，该系统在检测器、进样器内部分别配置不同的玻璃内衬管。本进样系统具有样品吸附系数小、安装方便、操作简单等优点。

分流/不分流毛细管进样系统是毛细管色谱法的关键部件，其进样器的设计特点是尽量少地使用聚合物。为避免进样垫高温挥发出来的杂质对痕量分析产生的干扰，系统增加了隔垫清洗功能，用玻璃系统替换与样品相接触的金属零件，并采用高可靠性的内部密封系统，以减少或降低样品吸附及外来干扰的可能性。分流和隔膜清洗气路配置有系统自动控制的电磁开关阀，可实现真正意义上的分流/不分流进样操作。进样器结构见图二十五。

● 分流进样方式

分流方式是对样品的主要组分进行色谱定性定量分析的优选方法。分流进样是在进样器出口分流点处，将载气和经汽化后的样品分成两路，将大部分的气体经分流阀放空，只保留一小部分气进入毛细管柱进行分离。进入色谱柱内的混合气体，其分流比是由经过色谱柱的流量对总的载气流量（流过柱的流量+流过分流阀的流量）之比来计算。这一分流比在 10~1000ml/min 流量范围内是线性的。

● 不分流进样方式：不分流进样方式适用于样品的痕量分析。其优点是：

- 可分析稀释度低于 100: 1 的样品；

- 靠近溶剂峰的组分；
- 适用于大的样品体积（到 10 μ l）；
- 低的进样器温度可减少样品的分解。

不分流进样特别适用于高纯物质或稀溶液中痕量组分的分析，但对于一般浓度的样品需要溶剂稀释。

● 流量控制系统

SP-7820 气相色谱仪全套毛细管进样器流量控制系统包括：稳压阀、压力表、分流气调节阀、隔垫清洗气调节阀、冷阱和电磁开关阀等部分组成。形成一个独立的压力流量控制系统。见图 54。

其中稳压阀的作用是：调节总流量，压力表指示色谱柱的柱前压力，分流气调节阀用来调节柱分流流量，针形阀调节隔垫清洗气，两只冷阱用来吸附分流和清洗出来的气体样品组成，以免样品组分在针形阀内部产生冷凝，改变针形阀输出气体流量（冷阱内部装有活性炭和分子筛过滤器）。检测器补充气体由仪器尾吹气气路提供。

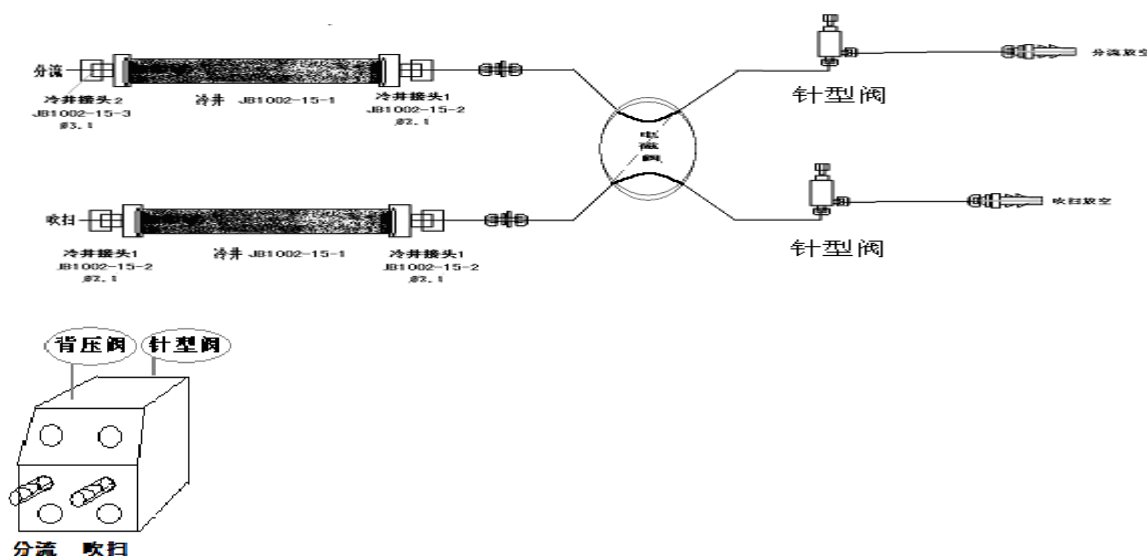


图 54 SP-7820 气相色谱仪分流盒气路流程图

● 技术参数

进样器：材料：不锈钢

进样方式：分流或不分流

色谱柱密封：石墨压环

进样器隔垫：硅橡胶

● 分流范围：10：1~1000：1

玻璃内衬管：硼硅酸（耐高温玻璃）

规格：外径 ϕ 6 进样器最高使用温度：399℃（以 1℃增量任设）

二、毛细管色谱柱使用要求

毛细管柱可选用任何厂家的为毛细管气相色谱仪所设计的任何毛细管气相色谱柱。本说明书主要介绍毛细管气相色谱柱在本产品上的安装方法、注意事项及一般使用的原则。对于毛细管气相色谱柱的技术参数、使用范围及注意事项等，请查阅有关的气相色谱分析手册或参考色谱柱生产厂家的技术资料。

1、 安装前的准备

为防止色谱柱污染，生产厂家在运输过程中一般均将柱子密封。在安装前，用玻璃刀或锋利的刀片在距柱端 1~2 厘米处划一下，然后折断密封头。技巧是：**断头平整且光滑**。

2、 色谱柱支撑固定

色谱柱应安装在固定支架上，以免色谱柱在柱箱内受碰撞、挤压而折断。固定以前要注意柱端头能否插入进样器和检测器，并符合插入深度尺寸，按规定连接色谱柱。

3、 检漏

毛细管柱的漏气检验方法：比较简单的检漏方法是，在检测器、进样器的柱接头连接处，用甲烷或丙烷气流吹洗，然后观察检测器的响应。也可以在柱接头连接处涂异丙醇液体，然后观察有无气泡产生。

4、 色谱柱活化处理

一般毛细管气相色谱柱，生产厂家都按照测试报告所列出的测试温度进行了活化处理。安装以后，应按毛细管气相色谱柱所规定的温度或生产厂家给出的活化条件，进行老化。

如果出现下列情况，柱子应按活化条件所给出的温度进行老化

- 安装柱子以后；
- 更换隔垫或接头等部件；
- 常规分析复杂的混合样品一天以后；
- 注入几次高极性 or 高沸点化合物以后；
- 基线不稳或色谱图上出现怪峰等现象时，应对柱子进行老化处理。

色谱柱活化好以后，柱子稳定的最好标志是程序升温过程中，检测器的基线漂移小，或随着进一步的活化，这种轻微的漂移变的越来越小。

5、 色谱柱维护

柱箱经过加热以后，要检查色谱柱的连接情况或支架的固定是否牢固。以免由于温度震动等原因使色谱柱折断。柱子折断以后，请不要仍掉。若折断的是两端，长的一部分在一定范围仍然可以得到很好的分离效果。如果折断的是中间，经过一定程序地修复以后，仍然可以恢复使用功能。

色谱柱的使用应遵守生产厂推荐的使用条件，下列不正常的操作将降

低色谱柱使用寿命。

- 频繁地注射易污染样品，如含有高浓度的颗粒、酯类等难以挥发的样品组分；

- 色谱柱持久地在高温下工作；
- 超过最高温度工作范围下使用；
- 长期暴露在空气或含氧高的环境下；
- 经常注射含高浓度水分的样品等。

6、 载气流量

色谱柱安装以后，载气流量应进行调节，以符合色谱柱的操作条件。其线速度应符合下面推荐的范围。

- 以氮气 (N₂) 或氦气 (He) 作载气：15~25cm/s (对于内径为 0.25 毫米的色谱柱，相当于 0.9~1.8ml/min)。

7、 进样：对于大多数的样品分析，样品应在 1 秒钟内进去。

8、 注意事项

- 为了避免毛细管在安装过程中损坏，安装色谱柱时，必须保证各加热区温度处于常温状态。

- 不能用皂液检查毛细管系统，因为要恢复由此类污染达到基线稳定和低的噪声，仪器系统要烘烤许多小时。

- 色谱柱使用温度不应超过调试报告上标明的最高使用温度，色谱柱活化可用不大于 5°C/min 程序升温烘烤，直到柱子稳定。

- 当色谱柱没有使用到 8 小时以上时，柱温应保持在低于调试报告上说明的工作温度以下 40°C。

三、安装

(一) 玻璃衬管的安装与更换

毛细管进样器各零部件在出厂前已经经过严格地清洗、装配，并进行了严格的系统检漏测试。其进样器结构见图 55。当进样器出现非正常现象，或需清洗玻璃衬管及

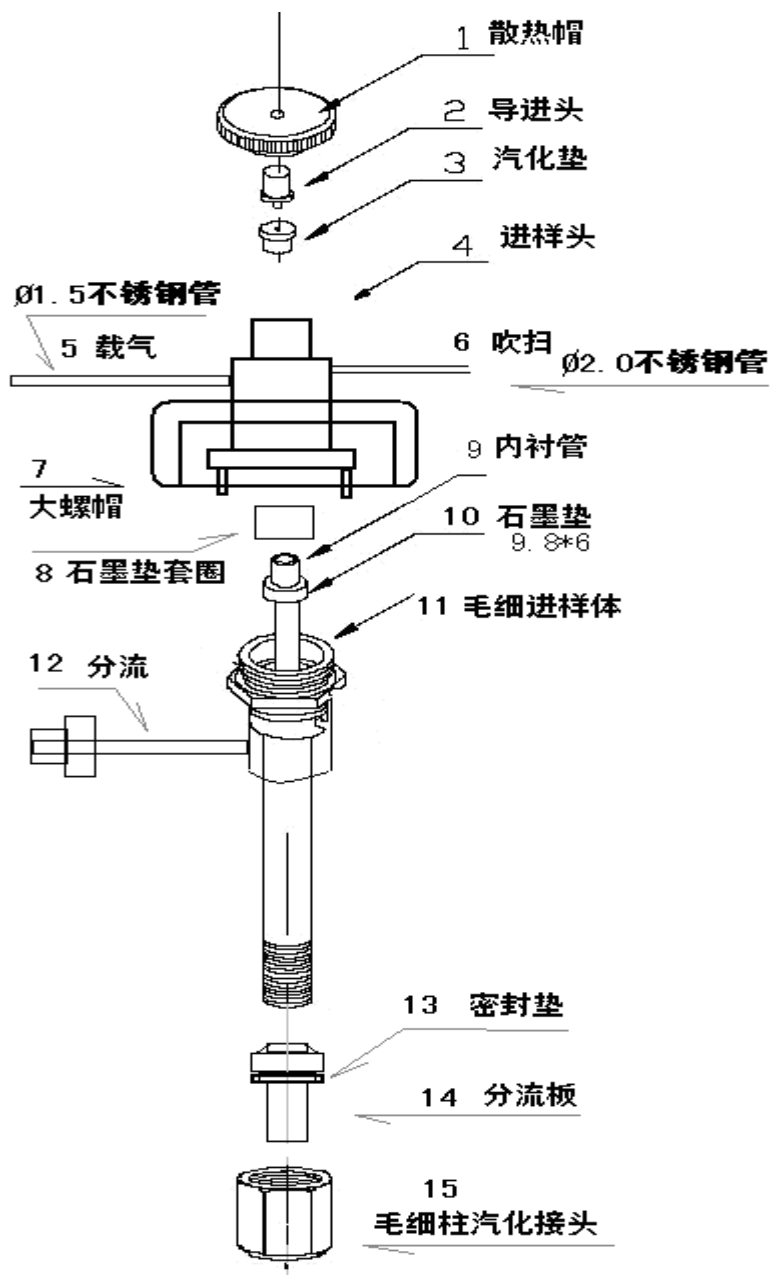


图 55 毛细管进样器结构图

其它零部件，必须拆卸进样器时，其操作顺序如下：

1、拆卸

- a、旋松并取下进样器散热帽(1)，用镊子取出进样导向器(2)、硅胶汽化隔垫(3)；
- b、用扳手取下螺母 7，拉出进样头 4，检查密封石墨垫圈 10 的外观质量，若发现已破损，应及时更换，以免产生进样器漏气；

用小螺丝刀沿进样器体 11 的底孔向上轻轻推动玻璃衬管 9，并取出玻璃衬管(8)、石墨垫护套(9)、石墨垫(11)。内衬管脏请清洗。

2、安装

- c、更换密封垫圈，安装柱接头，并拧紧，以免漏气；
- d、检查玻璃衬管的外观质量，若有裂纹，应及时更换。更换时，将石墨压环、护套、垫圈按原顺序套入玻璃衬管上，与内衬管一起装入进样器体。参照图二十七沿箭头方向压到底，使玻璃衬管与柱接头相接触。以保证进样器分流点正常工作；
- e、安装紧固螺母；
- f、按原顺序装回进样硅胶汽化隔垫、导向器、旋紧进样器散热帽。进样器安装以后，应封闭各出气口，通入氮气进行检漏试验，只有确定系统无漏气现象，方可投入使用。

进样器安装不正确或装配过程中，造成零部件污染，可能会出现仪器稳定性能下降，出现不应有的鬼怪峰，或根本不能正常工作。为防止以上现象的产生，进样器的拆装过程中，一定要仔细，防止零部件受到污染。装配后，要在通入氮气并升温烘烤老化进样器数小时后，方可接入色谱柱。

3、注意事项

- 为了防止污染毛细管系统，当安装或拆卸进样器、检测器内部零部件时，一定要戴细纱手套或指套。
- 要装配的零部件应严格清洗并经烘烤老化后，方可使用，拆卸下的零件要放在干净没有污染过的容器内。
- 为防止烫伤，更换进样器内部零件一定要等进样器内部温度降低以后进行。

(二) 玻璃内衬管填充

玻璃衬管中，适当的填入石英棉或 20~40 目的玻璃珠，可使载气和样品蒸汽充分混合。若填充涂有固定液的担体，除具有以上作用外，还可作为预处理柱使用。分析过程中，为了获得好的分流重现性，这种预处理是十分有效的方法。

(三) 检测器尾吹气的安装

检测器尾吹气由仪器气路系统中的尾吹气路提供，气路连接方式请照毛细管进样器气路流程图。毛细管色谱柱其内径只有 0.1~0.53mm，载气流量只有 0.2~2ml/min。由于载气流量太小，所以不能够满足检测敏感度的要求。为此在检测器的进口必须提供一路补充气进行尾吹处理，以满足检测器的需要。FID 已连接好。

(四) 毛细管柱固定架的使用

毛细管色谱柱一般使用的长度比较长，一般均缠绕在圆形的弓架上。安装或使用过程中稍不注意，就会产生折断。为了便于安装和在柱箱内合理固定毛细管色谱柱，仪器设计了毛细管色谱柱专架。参见图二十一，毛细管柱支架安装示意图。

(五) 柱安装

操作过程中，石英毛细管色谱柱应悬挂安装在柱箱内部的固定支架上，柱端要留出合适的长度。为防止色谱柱从弓架上松开，可将端头在弓架上穿绕几圈。参见图 57。

1、接进样器

- a、按顺序在柱端头上套入柱接头螺母、压垫、护套、石墨垫；参见图二十。
- b、测量柱端头长度：进样口 $27 \pm 2\text{mm}$ ，插入进样器；
- c、将紧柱螺母，并拧紧到不漏气；
- d、通入载气，将柱尾放进有机溶剂里（无水乙醇、丙酮等），应有连续的气泡。且忌放入水或肥皂水里。并从到检测器的柱头测量载气流量。

2、接检测器

- a、将毛细柱转换接头安装在检测器底部，按顺序在柱端头上套柱接头螺母、压垫、护套、石墨垫；
- b、测量柱端头插入深度 $70 \pm 2\text{mm}$ ，插入检测器；图 56。
- c、安装螺母，并用手拧紧至不漏气；

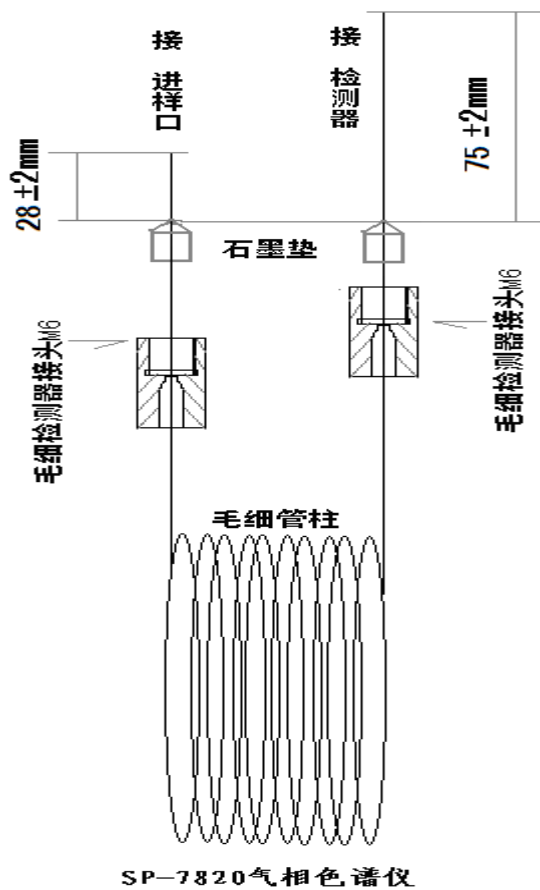


图 56 毛细管柱安装图

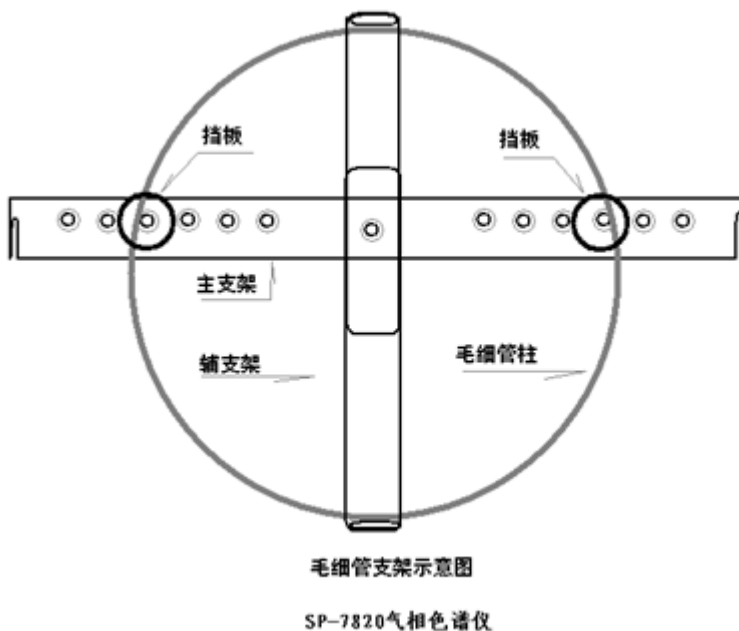


图 57 毛细管柱支架示意图

(六) 气路系统

1、气路控制

毛细管气路控制系统在仪器上采用独立气路控制单元，这样的设计便于仪器操作及维护。

2、流量测量及调节

为确保检测器、进样器系统的正常工作，柱流速、分流比和检测器气体流量应按下列程序测量和精确调节。

a、从已知柱长计算柱流速

毛细管柱的流速一般可通过测定柱的无保留气体的线速度来测量。FID 检测器一般使用甲烷气体进行测定，为计算线速度，首先必须知道柱子的长度。如果柱长已知，可以用下式通过无保留峰的保留时间 T_m 计算：

$$F_c = \frac{\pi d^2}{4T_m \times 60} \quad \text{式 3-1} \quad \left| \quad \mu = \frac{I}{T_m} \quad \text{式 3-2} \right.$$

其中：

F_c -----平均流速 (ml/min) ；

T_m -----无保留峰的保留时间 (sec) ；

d -----色谱柱内径 (cm) ；

I -----柱长 (cm) ；

μ -----载气的平均线速度 (cm/sec)。

色谱柱安装以后，稳压阀一般调节到 0.1MPa 的压力范围，当色谱柱的长度越长、内径越小，则需要的压力就越大。

调解分流阀，注射几微升无保留气体，以时间 (sec) 为单位，测量无

保留气体的保留时间，从上述公式计算线速度。一般来讲，用氮气作载气，其线速度为 20cm/sec 左右比较合适。

b、对未知柱长的柱流速测量

如果一时不知道色谱的长度或直径时，也可采用在接入检测器柱端直接测量色谱柱的流速进行换算。此方法有可能由于检测器连接以后有少量的微漏将引起流速测量的误差。

在柱口测量柱流速 (F_c) 时，应使用柱接头，并参照色谱柱安装方法用石墨压环进行连接，柱接头的另一端接入皂沫流量计，测量气体流量 (F_c)。对于内径 0.2~0.5mm 的色谱柱，调节稳流阀及背压阀使柱前压力在 0.1MPa 左右（柱越细所需要的压力越大）。在柱出口测量流速，改变背压阀的柱前压力使之达到合适的流量范围。

- 一般 0.2~0.3mm 口径色谱柱流量在 0.5~1.5ml/min;
- 对于 0.3~0.5mm 口径色谱柱流量在 1~3ml/min;

对已知内径但不知长度的色谱柱，可用下式换算载气的线速度；

$$\mu = \frac{F_c * 4}{\pi Id^2} \quad \text{式 3-3}$$

3、分流比

分流比是通过毛细管色谱柱的气体流量与载气放空流量之比，分流比的选择是根据样品浓度和色谱柱负荷来合理地进行选择，一般分流比在 20:1~200:1 范围内。分流气可以直接从出口测得。

$$\text{分流比} = \frac{F_c + F_c'}{F_c} \quad \text{-----} \quad \langle\langle \text{式 3-4} \rangle\rangle$$

其中： F_c ——柱出口流量 (ml/min)；

F_c' ——分流器出口流量 (ml/min)；

如：柱出口流量 1ml/min, 分流器出口 99ml/min, 则分流比为 100: 1。

(1) 隔垫清洗气选择

隔垫清洗气气体流量一般在 2~10ml/min, 隔垫清洗气可从出口直接测量。隔垫清洗气的气体流量选择的太小, 将降低隔垫的清洗的作用, 隔垫易受样品污染。选择的太大, 又将降低进样的重复性。

(2) 检测器流速

FID 检测器的气体流量的调节和测量与填充柱没有区别, 只是载气气路由两路气体组成, 一路来自毛细管的载气, 另一路来自尾吹气 (辅助气提供)。一般操作条件如下:

- a、氢气 (H_2) 30ml/min;
- b、空气 (air) 300ml/min;
- c、尾吹气 (同毛细管载气) 25ml/min;
- d、载气 (N_2 、He) 0.5~2ml/min。

(3) 注意事项

- 气体流量调节好以后, 若改变柱前压力, 则分流流量、隔垫清洗气流量、尾吹气流量将会有所改变。

- 气体流量调节好以后，若改变柱前压力，则分流流量、隔垫清洗气流量、尾吹气流量将会有所改变。

- 在柱前压一定的条件下，单独改变分流流量、隔垫清洗气流量、尾吹气流量对毛细管载气流量影响很小。

- 当针形阀顺时针方向调节时，流过的气体流量减小。

(七) 检漏

对于接头处及连接处检漏，方便的方法是在检漏的部位直接喷射气体，然后在最大检测器灵敏度检测进入系统的泄漏气体。检漏气体可以用丙烷或丁烷进行检漏。另一种简单的办法是在接头处及连接处点滴一点异丙醇，可以快速进行检漏，有气泡就表示有泄漏。

但皂液不能用在毛细管系统的任何检漏点上，因为如果出现泄漏，皂液将渗入并污染系统。使柱性能降低且需要长时间来清洗系统。

四、操作

1、进样器老化

分流/不分流毛细管进样，若是初次使用或从新装配，在操作以前，进样器本身需要烘烤老化，老化以前，进样器要按说明书安装好。老化条件如下：

- 取下色谱柱：
- 在进样器柱接头用无孔压环封闭，即密封进样器柱接头；
- 打开隔垫清洗气；
- 进样器温度设定 320℃，2~3 小时。

2、检测器老化

彻底清洗检测器系统有时也是必要的，特别是检测器从填充柱分析更
换到毛细管系统分析。这个程序可以同进样器老化同时进行或分别进行，
方法如下：

- 取下色谱柱；
- 在检测器柱接头用无孔压环封闭，即密封检测器柱接头；
- 打开尾吹气；
- 检测器温度设定 320℃，老化 2~3 小时。

3、色谱老化

a、新柱

为了使检测器的化学污染降至最小，所以新柱必须先进行老化以后，
方可接到检测器上。新柱一般最少老化 4 小时。

b、已经用过的柱

定期（特别是长期恒温操作时）老化色谱柱以去除累积污染物。当出现下
列情况时，

有必要活化色谱柱；

- 柱效下降、分辨下降、峰型拖尾；
- 基线漂移严重、出现多余怪峰等。

4、工作方式

毛细管进样器系统使用电磁阀有两种工作方式：分流(见图 58)和不分
流方式(见图 59)。两种工作方式推荐样品如下：

- 分流方式：一般 0.1~1.0 μ l；
- 不分流方式：一般 0.5~3 μ l 。

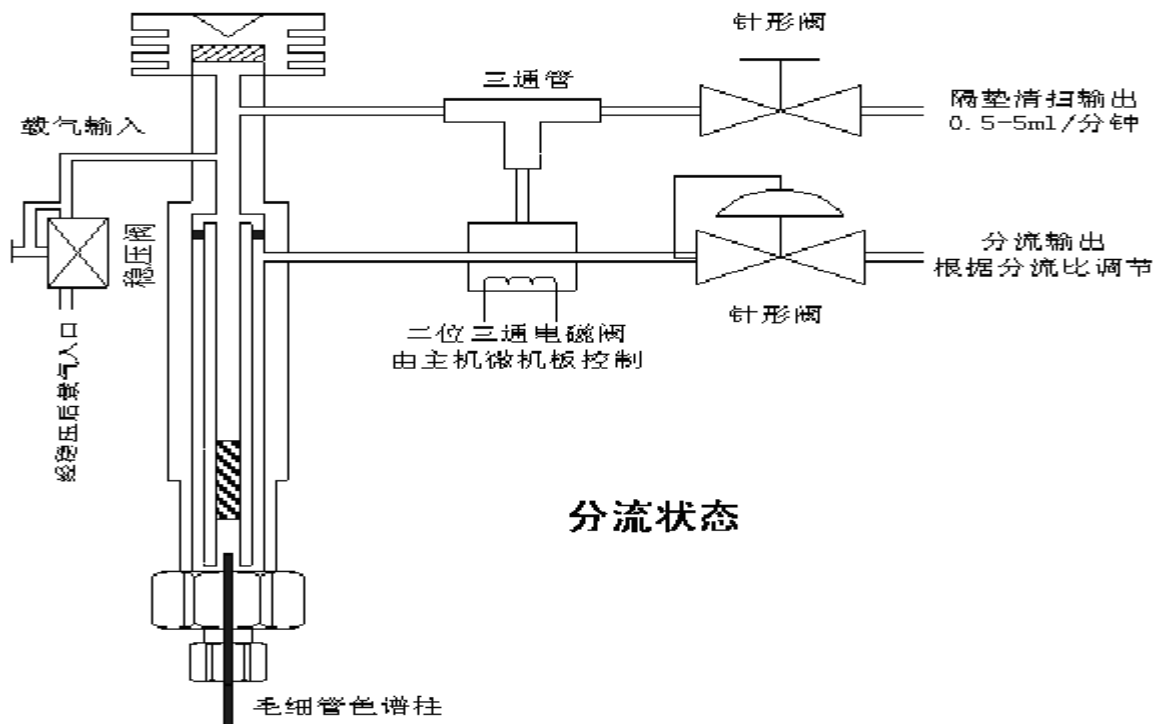


图 58 SP-7820 气相色谱仪毛细管进样器分流状态示意图

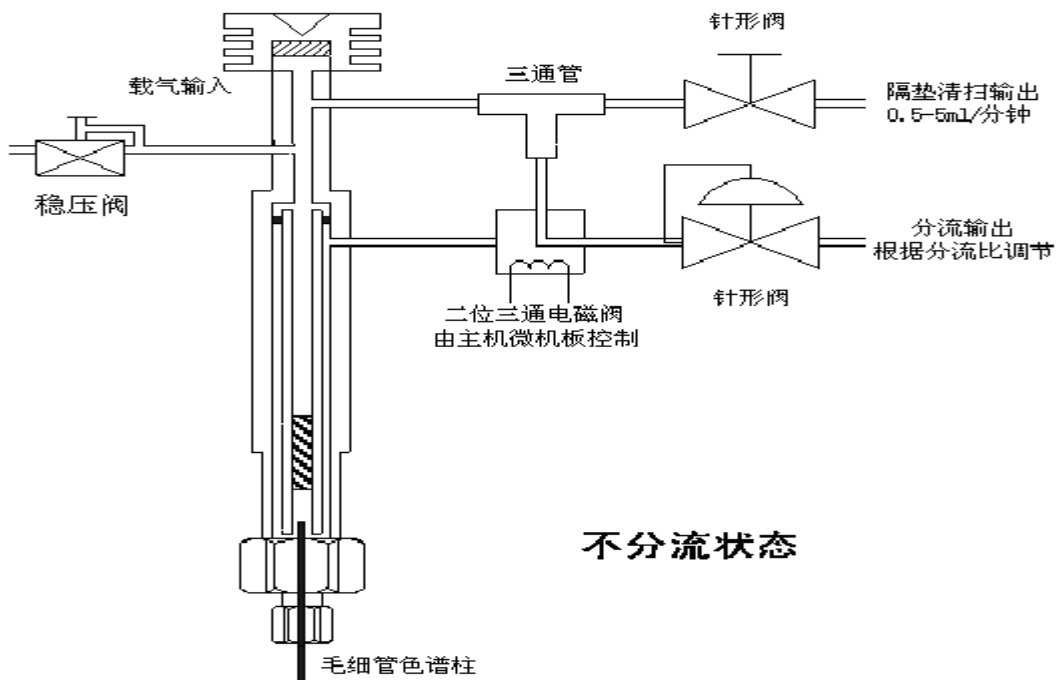


图 59 SP-7820 气相色谱仪毛细管进样器不分流状态示意图

5、一般操作程序

毛细管分流/不分流进样器与填充柱进样器操作上，有着一定的区别，为确保系统长期处于最佳状态，其操作应按一定的程序进行。

a、进样技术

分流和不分流方式的进样技术是不一样的，操作是务必使用恰当的进样技术（有关毛细管进样技术请参照有关的色谱专著）。

b、隔垫清洗

在进样器，通过限流排出倒流蒸汽及隔垫进行清洗。这样可以消除在隔垫上的吸附物和隔垫流失物进入色谱柱，为进一步减少隔垫流失物污染正常的操作条件，至少一周要更换一次隔垫。

c、清洗玻璃内衬管

玻璃内衬管用了一定的时间必须进行清洗，以去除样品残留物及进样时头带入的隔垫微粒。其操作程序请参照进样器安装一节。

玻璃内衬管清洗方法取决于注入样品的组分，常用方法如下：

- 根据样品的组分溶剂清洗；
- 加热清洗，在玻璃退火炉里加热到 500℃ 或用灯火焰去除残留组分；
- 在 1:1:1 的甲醇、亚甲基氯（一氯甲烷）和己烷的超声波清洁器中清洗。

6、常见故障排除

症状	原因	排除方法
不规则地出现尖细毛刺	检测器脏 检测器火焰喷嘴脏； 高频信号线问题； 柱与检测器衬管密封处漏气； 柱插入深度不合适； 电源电压波动。	清洗检测器 清洗检测器喷嘴； 处理高频信号线 重装柱； 重装柱； 检查电源电压。
程序升温时基线漂移	柱活化不够； 超过柱温极限； 隔垫清洗气流量太小； 系统漏气。	活化柱子； 降低使用温度； 增加隔垫清洗气流量； 重新检漏。
低沸点组分峰型展宽	柱温太高； 溶剂沸点低； 柱子选型错误。	降低柱子起始温度； 改用高沸点溶剂； 更换柱子。
高沸点组分峰型变小	等待时间短 进样口温度低； 载气流速低； 柱子安装位置不合适。	延长等待时间； 提高进样口温度； 提高载气流速； 重新装柱。
溶剂峰严重拖尾	分流流速低； 隔垫清洗气流速低； 进样速度不合适。 内衬管密封不严	提高分流气流速； 增加隔垫清洗气流速； 摸索合适的进样速度； 压进内衬管
出现严重的鬼峰	色谱柱残流的高沸物 系统污染； 玻璃内衬管污染； 载气气路污染。	高温老化色谱柱 老化系统； 清洗玻璃内衬管； 在载气路增加过滤器

第十一章 仪器维护保养及常见故障处理

使用与维护：

- 1、 每次开机以前，需要检查气路系统的密封性能，以防止漏气事故发生；
- 2、 仪器点火前应将放大器稳定半小时，并调整好工作站的零点；
- 3、 点火时要将放大器的灵敏度调得低一点，放在“3”位置比较合适；
- 4、 仪器工作时应将检测器机箱盖板盖好，防止温度波动，降低仪器稳定性；
- 5、 仪器检测器输出信号端不准接地；
- 6、 仪器电源要有良好的接地线，禁止将地线接在自来水管上；
- 7、 仪器长期放置不用时要保持仪器定期给通电；
- 8、 没有必要的情况下请不要打开仪器侧盖板、后盖板等以防止触电。

故障处理：

序号	现象	可能原因	故障排除
1	仪器不能启动	a、没通载气或载气输入压力低于 0.2MPa b、供电电源不通； c、仪器保险丝烧断。	a 通载气或调节载气输入压力高于 0.2MPa b. 检查电源故障原因； c. 更换新的保险丝。
2	仪器不能升温且报警	a、没通载气或载气输入压力低于 0.2MPa b、加热保险丝烧断。	a、通载气或调节载气输入压力高于 0.2MPa b、更换新的保险丝。
3	仪器个别加热区不能升温且报警	a、加热丝（棒）断路； b、测温铂电阻断路； c、控温电路故障。	a、检查、更换； b、检查、更换； c、检修或更换控温线路板。
4	检测器高温灵敏操作噪声大	a、使用的气体纯度低； b、检测器零件被污染。	a、更换纯度高的气体； b、清洗检测器。
5	检测器基线不稳定。	a、柱流失； b、柱连接漏气； c、检测器系统有冷凝物污染。	a、重新活化或更换色谱柱； b、重新检漏； c、适当提高检测器、注样器温度，提高载气流量吹洗仪器 2 小时。

6	检测器响应小 或没有响应。	a、检测器灭火； b、气体配比不当； c、色谱柱阻力太大，载气不通。 d、火焰喷嘴有异物堵住。 e. 注射器堵 f. 汽化垫漏气	a、重新点火； b、重新调整气体比例； c、更换色谱柱。 d、疏通或更换喷嘴。 e、通或换注射器 f、压紧汽化垫或更换
7	检测器不能点火	a、空气流量太大； b、氢气流量太小 c、点火枪电源不足无放电现象； d、气路不通。	a、适当降低空气流量； b、适当加大氢气流量； c、更换点火枪电池； d、疏通气路。
8	峰形变宽	a、载气流量小； b、柱温低； c、注样器、检测器温度低； d、系统死体积大。	a、适当增加载气流量； b、适当提高柱温； c、适当提高温度； d、检查色谱柱安装。
9	出现反常峰形	a、隔垫污染或漏气； b、样品分解； c、检测器有污染物质； d、柱污染。	a、更换或活化隔垫； b、适当改变分析条件； c、清洗检测器； d、更换或活化色谱柱。

《附录 1》

报警代码

- | | | |
|----------|--------------------|--------------------------------|
| 1、代码：00 | 显示：无 | 处理：加热区系统正常工作 |
| 2、代码：11 | 显示：柱箱：铂电阻短路 | 处理：请查柱箱铂电阻引线 |
| 3、代码：21 | 显示：热导池：铂电阻短路 | 处理：请查 TCD 检测器铂电阻引线 |
| 4、代码：31 | 显示：检测器：铂电阻短路 | 处理：请查检测器铂电阻引线 |
| 5、代码：41 | 显示：进样器 1：铂电阻短路 | 处理：请查进样器 1 铂电阻引线 |
| 6、代码：51 | 显示：进样器 2：铂电阻短路 | 处理：请查进样器 2 铂电阻引线 |
| 7、代码：61 | 显示：辅助炉：铂电阻短路 | 处理：请查检测 3 铂电阻引线 |
| 8、代码：12 | 显示：柱箱：铂电阻开路 | 处理：请查柱箱铂电阻 |
| 9、代码：22 | 显示：热导池：铂电阻开路 | 处理：请查 TCD 检测器铂电阻 |
| 10、代码：32 | 显示：检测器：铂电阻开路 | 处理：请查检测器铂电阻 |
| 11、代码：42 | 显示：进样器 1：铂电阻开路 | 处理：请查进样器 1 铂电阻 |
| 12、代码：52 | 显示：进样器 2：铂电阻开路 | 处理：请进样器 2 铂电阻 |
| 13、代码：62 | 显示：辅助炉：铂电阻开路 | 处理：请查检测 3 铂电阻 |
| 14、代码：13 | 显示：柱箱：超过设定的最高温度 | 处理：请检查柱箱温度设置是否正确及加热区是否失控 |
| 15、代码：23 | 显示：热导池：超过设定的最高温度 | 处理：请检查 TCD 检测器温度设置是否正确及加热区是否失控 |
| 16、代码：33 | 显示：检测器：超过设定的最高温度 | 处理：请检查检测器温度设置是否正确及加热区是否失控 |
| 17、代码：43 | 显示：进样器 1：超过设定的最高温度 | 处理：请检查进样器 1 温度设置是否正确及加热区是否失控 |
| 18、代码：53 | 显示：进样器 2：超过设定的最高温度 | 处理：请检查进样器 2 温度设置是否正确及加热区是否失控 |
| 19、代码：63 | 显示：辅助炉：超过设定的最高温度 | 处理：请检查检测 3 温度设置是否正确及加热区是否失控 |
| 20、代码：14 | 显示：柱箱：加热失败 | 处理：请检查柱箱电热丝和铂电阻引线 |
| 21、代码：24 | 显示：热导池：加热失败 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 22、代码：34 | 显示：检测器：加热失败 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 23、代码：44 | 显示：进样器 1：加热失败 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 24、代码：54 | 显示：进样器 2：加热失败 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 25、代码：64 | 显示：辅助炉：加热失败 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 26、代码：15 | 显示：柱箱：温度异常 | 处理：请检查柱箱电热丝和铂电阻引线 |
| 27、代码：25 | 显示：热导池：温度异常 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 28、代码：35 | 显示：检测器：加热区温度异常 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 29、代码：45 | 显示：进样器 1：加热区温度异常 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 30、代码：55 | 显示：进样器 2：加热区温度异常 | 处理：请检查炉子加热器和铂电阻引线 |
| 31、代码：65 | 显示：辅助炉：加热区 | 处理：请检查检测 3 加热器和铂电阻引线 |
| 32、代码：17 | 显示：后开门：定位失败 | 处理：请检查后开门及连线。 |

说明：故障排除后，要用清除键关闭报警。如不关闭，此后将每隔 1

分钟报警 3 声。多个报警，将显示 N/N,可以用上下键查看。

《附录 2》

电器条件细则

一个合格的电器技术员应当能给该系统送上合适的电源。无论是改造现存的电器设备，还是安装全新的设备时都要求如此。

- * 估计一下该地区的电力总需要量。
- * 制订电器安全方面的计划。
- * 装上比较方便的输出线。
- * 要保证所有的配线都符合当地的规范。

确定电源功率的需求量

算出你地区所需的电量。

注意：总电量该包括原订的设备再加上以后计划扩建时要增加的设备。

电压极限

在任何安装仪器的地点，当系统已送电的时候相线—中线电压，都应保持在额定电压的 +10% ~ -10% 范围内，电压应从系统的电源输入一侧进行测量。

频率极限

允许线路频率极限取决于系统内极限范围最窄的设备（在仪器的电源线输入处测量）。Sp-7820 气相色谱仪的极限很宽可在 50Hz 至 60Hz 的范围内操作。

谐波数量

仪器馈线的谐波最高总量不得超过 5%（仪器送上电后在仪器的电源输入处测量）。

电源的意外情况

在某些地区，仪器系统所用的电源线可能会出现过份的电压下降现象，或出现冲击电压，瞬变电压，断电或其它意外情况，这样，仪器系统的操作就不可靠了。因此，必须对供电的质量进行检查。如果在检查中发现有某些项目不符合系统的要求，即应纠正。

电源噪声

Sp-7820 气相色谱仪的结构设计是能耐受合理的输入线噪声的。但是从其它用电的公用工程来的许多噪声，sp-7820 气相色谱仪是无法控制的。这种电噪声的主要来源是来自仪器附近的其它电器设备，例如，电机、电磁阀，可控硅整流器和 X 光机等。

此外，还可能有由于中线的接触不良而引起的“中线——接地噪声”和由于楼层接地不良所引起的“接地——接地”噪声。最大的电线允许噪声为 3V (rms)，从 30Hz 到 50Hz。

可用一台示波器来测量小的“地——中线”电压，因为，如果电压有畸变偏差，模拟表头上的读数就会失真。一般来说，如果电压低于测量结果就有问题。

噪声的消除

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

如果在装上合格的馈线之后，仍有不良的瞬变现象，那就要装一台能降低输入电噪声的设备了。

电源干扰

对电源输出产生干扰的输入电源噪声，或干扰系统中的信号线的输入电源噪声都会使仪器系统的功能失常。这些输入干扰可归纳为冲击，压降和瞬变，现分述于下：“冲击”和“下跌”是输入电压的正、负值的突然变化，其延续时间在 5 毫秒之间。一般来说“冲击”和“下跌”都不应超过正常额定线电压的 ±15% 左右，而且在 17 毫秒（60Hz）和 20 毫秒（50Hz）之内恢复到稳定态。

“电源电压瞬变”是输入电压的正负值发生突然变化，其延续时间在 1 毫秒和 5 毫秒之间。如果这种瞬变时间大于额定电压的 20%（取决它的能量）就会使仪器的功能失常。

在监测输入电质量的好坏和评价干扰的特性时，有一台电源输入干扰监测仪是很有用的。因

为电源线的干扰可能会每小时，每天和每星期都发生，所以该监测器应至少接上一个星期。也不要吧所测得的结果当成绝对值，因为季节的变化，其干扰值也会不同。

试验方法是，使用 0.5 微秒上升时间，10 微秒脉冲持续时间的尖峰信号，其幅度为电源电压的两倍。

电源处理设备

如果在装上专用的馈线和接地后，仍有瞬变现象，那么就应安装能降低输入电源线干扰的设备了。能完成这一任务的装置基本上有四种：

1. 隔离变压器
2. 电源电压调节器
3. 电动机—发电机设备
4. 不受干扰的供电系统

线路调节设备的功率必须满足现在和将来的需要。我厂建议的每台色谱仪最低额定值为 5KVA，最好为 10KVA 这即可满足现在的要求，也可满足将来扩建的要求。

《附录 3》 接 地

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

安全接地

各种标准一般都要求给电器设备安装安全导体。标准中一般都有这样的要求：每根火线回线（中线）都要伴随一个安全导体。安全导体的大小必须与火线的大小一样。

一般来说，安全标准都要求把安全导体接到操作人员可能会碰到的电器设备的导电表面上，或由于电器事故可能激励起来的导电表面。在正常操作情况下，这根线不应带返回的交流电。如果仪器的框架没接地，或者火线偶然碰到框架上，该框架上的电压很可能会达到一定的危害程度。

把安全地线接到仪器的底盘上即可避免触电的危险，因为这样就形成一个极低阻抗回路，会使电路的闸刀跳闸或保险丝烧断。每台仪器产品中都有安全接地装置，只要把仪器接到有地线的接头上，或将仪器中的接地环按用户所提出的规格接到地线上，这个回路就算完成了。

如下所述，仪器中的安全地线通常是通过绝缘的接地装置接在建筑物的专用地线上，这样，反过来又使分电路的配电接地。在任何情况下都必须符合当地的和国家的规范。

安全地线必须正确接在总配电接地母线的端子上。一般都应当懂得，从任何负载返回总接地母线的地线阻抗必须小于 11 欧姆。

无噪声接地

为了使 SP-7820 气相色谱仪运行情况良好，我们坚持建议采用无噪声接地装置。这种接地也称作“绝缘接地”因为它是与建筑物中的其它电器接地装置分开的。当把 SP-7820 气相色谱仪和其它仪器连接起来时，使用“绝缘接地”将有助于保持系统的可靠性。

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

典型的容易产生噪声的接地情况如下：

- 1、导管
- 2、房顶和建筑物的横梁
- 3、洒水管（把地线接到这些管子是大多数消防规范所不容许的）。
- 4、提升地板的支撑结构。

5、煤气管

把地线接到这些管子上很容易受到由于接地不良所产生的建筑物噪声的影响，同时，由于天线的影响，它们还会接收到电频的干扰。

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

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

绝缘的地线必须牢固地接在装置上。不要用夹子把地线夹在管子或接地柱上。也不要使用其它会使接头松动的方法来连接。接头必须用铜焊或锡焊，尽可能减小接地接头处接触电阻。如果按装得不合适，在接头处就可以量到电阻，再加上地线上的电阻就会使绝缘的接地装置上产生我们所不希望的电势。在安装地线的时候要预防它偶然和其它地线接触这会给绝缘带来不良的影响。绝缘线必须接在配电盘的绝缘母线上，再从配电盘上通过接头和电源地线分别接到仪器系统的各个单元上。绝缘母线可由配电盘上的接地板构成。

所用的电线尺寸应使最远一点到主配电盘接地处的接地电阻最低。请与当地的电器检查部门商量所用的电线规格。

当多层建筑物中安装了电网处理装置时，应把电网处理装置的外壳与建筑物结构中的钢筋接起来，这样才能减少接地噪声。地线的一端应接到线路处理装置的外壳上，另一端应焊接在最近的楼房竖梁钢筋上。把地线接到建筑物的钢筋上比把地线接到地下室单独的接地柱上要好。

中线—地线连接质量的测定

市场上可以买到几种专门用于测定接地系统质量的设备。这些设备包括接地检测仪，用来引导地线中的电流，然后进行测试，并能指示接地的质量（显示灯或以欧姆表示的刻度）。还有一种是地线测试仪，用来测定接地系统的电阻。

如果接地阻抗太高，因对几个项目进行检查。如果没有装电网处理设备，也没有指定的接地装置就因检查一下建筑物总配电盘上中线—地线（N—G）的连接是否良好，如果已装了线路处理设备，也应再一次检查线路处理装置上的 N—G 接点。如果当时的 N—G 接头装的地方不合适应移装到合适的位置上，因为装的位置不合适，接地导线上就可能产生不希望有的电流。

应检查一下接地导线的连接是否良好。如果接地导线的尺寸小于电路上的导线，或者，如果接地导线没有绝缘，我们建议换成一根尺寸与电路中导线相同的绝缘导线。

电负荷的平衡

使用三相和分流相系统的电负荷平衡是很重要的。因为：

- 能减少外部电压降和电压改动对单独变压器带动的设备所产生的不利影响。
- 能提高绝缘变压器的性能。
- 延长变压器的使用寿命。

不平衡的负荷会在中线和地线之间产生电压差。测量这个电压就可知道负荷是否平衡。在平衡负荷时，要使用一只夹式安倍计。首先应量一下每相的电流，然后从仪器系统配电盘上拆下动力线，再重新安排负荷，然后再测量一次。要反复这个程序，直至中线电流降至最低值为止。

测量中线与地线之间的电压差也可用来证明负荷是否平衡。给仪器送上电后，用一台示波器来测量仪器电源输入端子上中线和地线之间的电压差。地线夹子探针的连接越短越好。把电源线从系统配电盘上拿下来，重新安排负荷，然后再反复测量。反复进行这个程序，直至中线—地线的电压降至最低值为止。

在平衡其它馈线的负荷时，中线—地线电压可能会进一步降下来，或者在加大馈线的尺寸时，它也会降下来。如果系统配电盘上的中线—地线电压太高，就从总配电盘中挂出一条专用馈线。

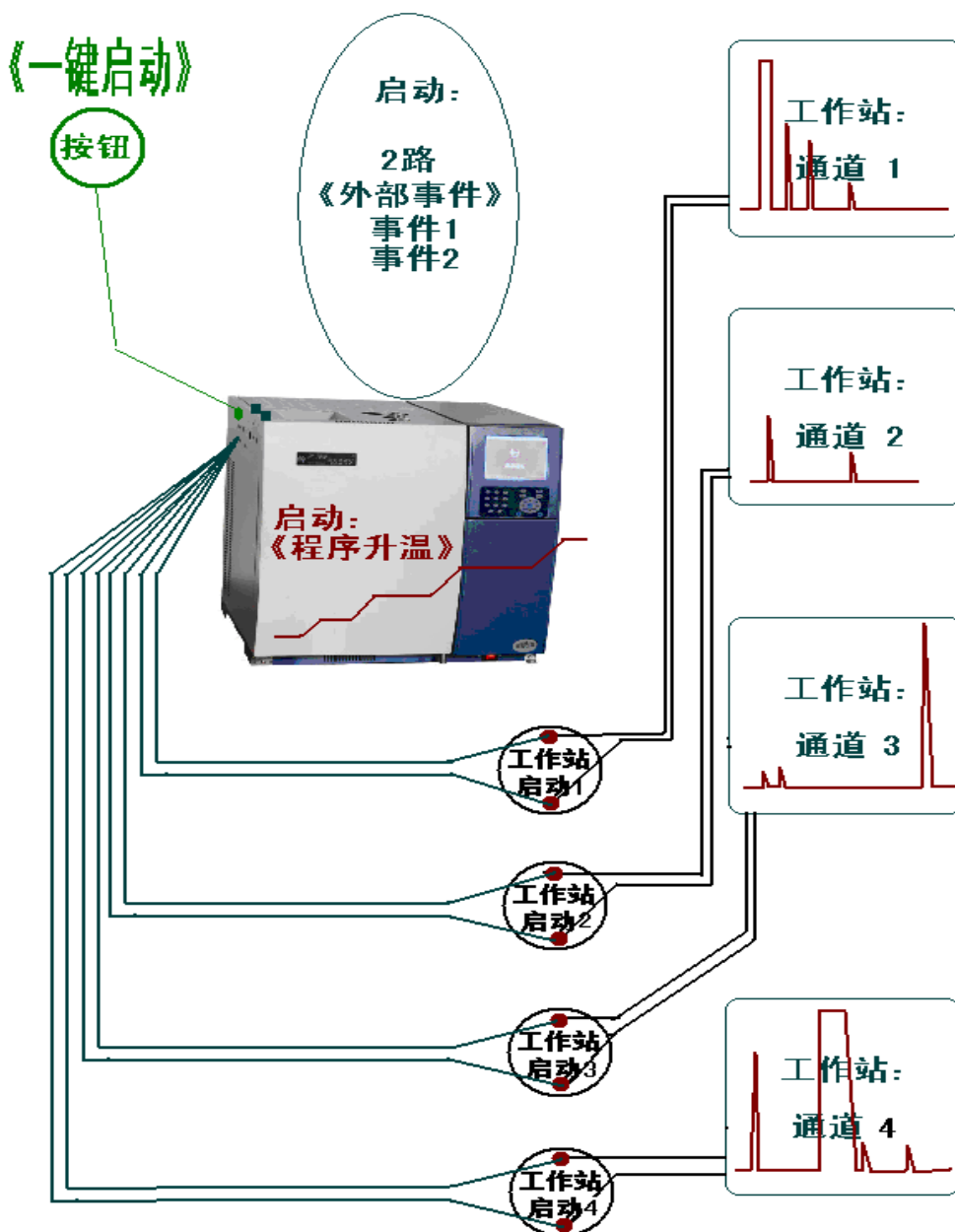
《附录 4》 SP-7820 气相色谱仪-关于《一键启动》

同时启动《程序升温》《外部事件》《多路工作站》。

也可以分别启动，互不影响。

说明：1、键盘上的 **点火**——指点 FID2

2、键盘上的 **进样**——同 《一键启动》



《附录 5》 SP-7820 气相色谱仪-关于全尾吹系统

强大的气路控制系统，可扩展到 21 路。全稳压稳流模式。

全尾吹系统是指：所有的检测器都带有尾吹！

双氢焰：氢焰 1；氢焰 2 分别对应**尾吹 1**；**尾吹 2**。

热导：双路都带有尾吹！

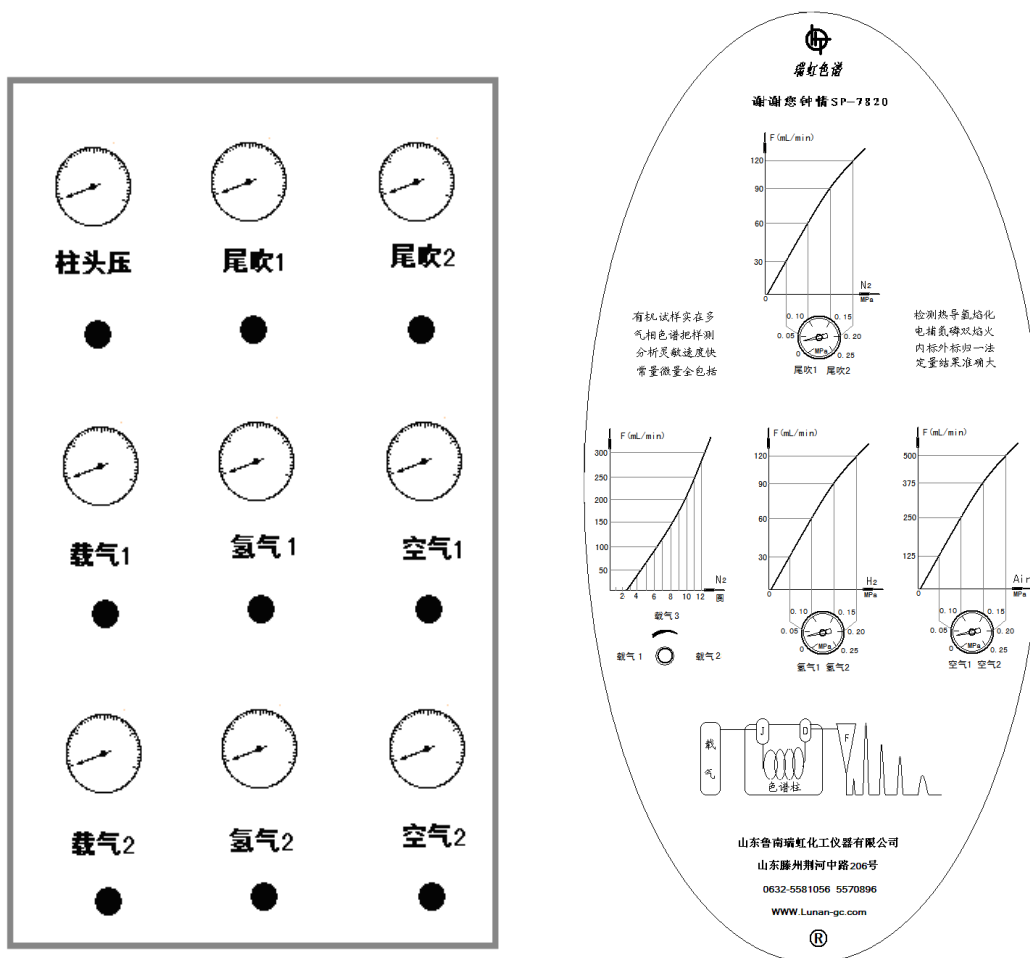
F.T 型的分别对应**补气 1**；**补气 2**。

单热导型的：分别对应**尾吹 1**；**尾吹 2**。

电子捕获：专有自己的**尾吹**及**电极吹扫**。

氮磷检测器：专有自己的**尾吹**

火焰光度检测器：专有自己的**尾吹**



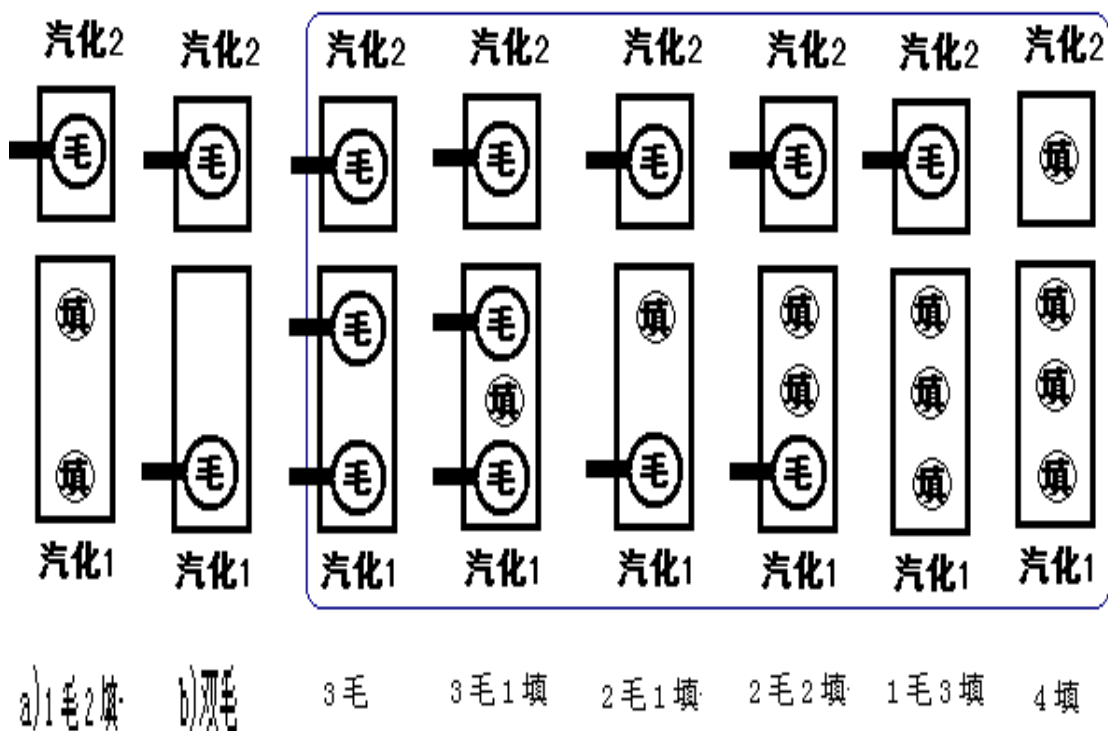
《附录 6》 SP-7820 气相色谱仪-关于进样口相关说明

通常是：a) 1 毛 2 填---1 个毛细管进样口； 2 个填充柱进样口；

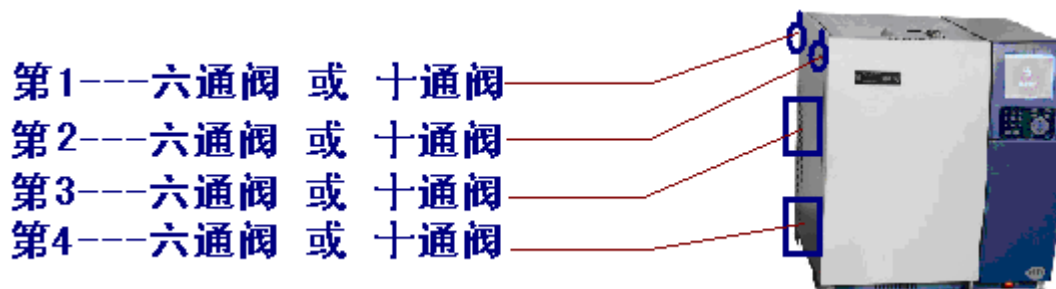
b) 双毛-----2 个毛细管进样口。

SP-7820 气相色谱仪进样口与众不同的：

- 1、 3 毛----3 个毛细管进样口；
- 2、 3 毛 1 填---3 个毛细管进样口； 1 个填充柱进样口；
- 3、 2 毛 1 填---2 个毛细管进样口； 1 个填充柱进样口；
- 4、 2 毛 2 填---2 个毛细管进样口； 2 个填充柱进样口；
- 5、 1 毛 3 填---1 个毛细管进样口； 3 个填充柱进样口；
- 6、 4 填---4 个填充柱进样口；



7、具有同时安装 4 个六通进样阀的位置。



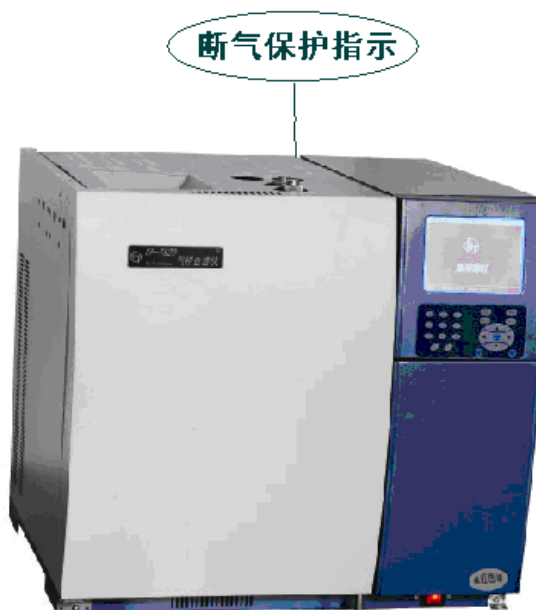
8、具有同时安装 3 个加热六（十）通进样阀的位置；同时还
可装 2 个切换阀。

《附录 7》

SP-7820 气相色谱仪-关于断气保护-----断气保护指示

SP-7820 气相色谱仪设有断气保护功能，只有通载气时，断气保护指示
载气灯亮，仪器正常加热。

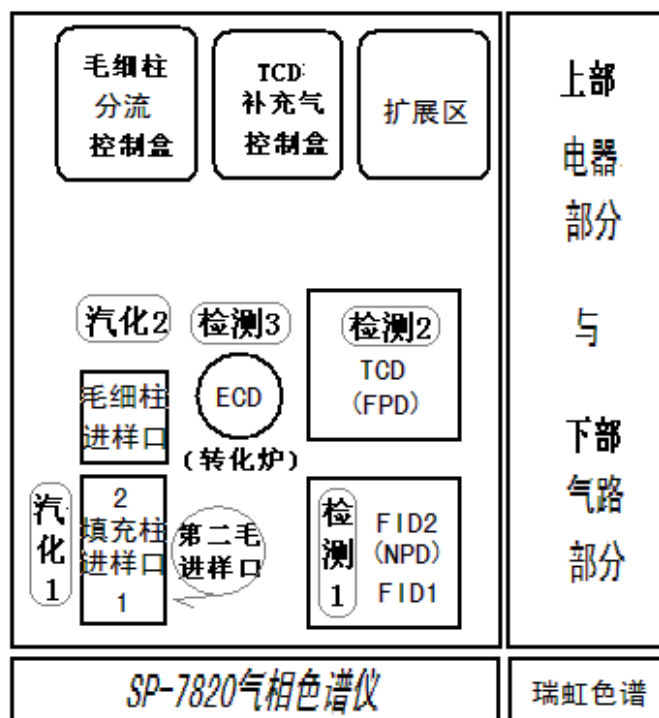
不通载气时，或载气用完时，断气保护指示-载气灯不亮，仪器就不加
热并报警—温度加热失败。从而避免了色谱柱和检测器因无载气被烧坏，
有效的保护了色谱柱和检测器。



《附录 8》 SP-7820 气相色谱仪-关于检测器相关说明

SP-7820 气相色谱仪具有 5 种检测器：TCD、FID、ECD、FPD、NPD
 特点：三个检测器能同时工作，互不影响（共用柱室）。工作模式如下：

- 1、TCD、FID、ECD；
- 2、TCD、FID、NPD；
- 3、FID、ECD、NPD；
- 4、FID、FPD、NPD；
- 5、FID、ECD、FPD；
- 6、FID、ECD、FPD、NPD
- 7、双 TCD:同时工作，互不影响，可用不同载气；
- 8、双 FID 工作模式；3FID 工作模式；
- 9、无 ECD 时，均可加甲烷转化炉；
- 10、均可加 4 个气体进样阀，或 3 个加热气体进样阀；
- 11、可选用 1-2 个第 2 柱箱，使柱室温度互相独立。



《附录 9》 三氢焰检测器型气相色谱仪

高通量 高效率 ---SP-7820 气相色谱仪

打造出了极适用中国国情的高通量标准的实验室 3 氢焰型气相色谱仪。在 1 台标准的实验室气相色谱仪上。

SP-7820 气相色谱仪具有：

标准的三 FID： 3 套氢焰检测器；

3 套标准毛细管进样口加 1 个填充柱进样口；

3 套毛细管支架系统；

3 路自动点火；

3 套加热气体进样阀；

18 路气流控制系统；（6 个 3 路）

（3 路氢气、3 路空气、3 路载气、3 路尾吹气、3 路分流气、3 路吹扫气）

3 套标准的 FID 放大器；

（灵敏度挡各自独立控制）

3 套氢焰检测器同时工作（共用柱室）；

（可以加第 2 和第 3 柱箱，形成各自的独立柱室）

6 路加热系统（可扩展到 N 路）；

1 台电脑，四通道工作站同时工作。

还可以加 1 套甲烷转化炉

* 推广之：氢焰、氮磷、火焰光度各自独立，同时工作。

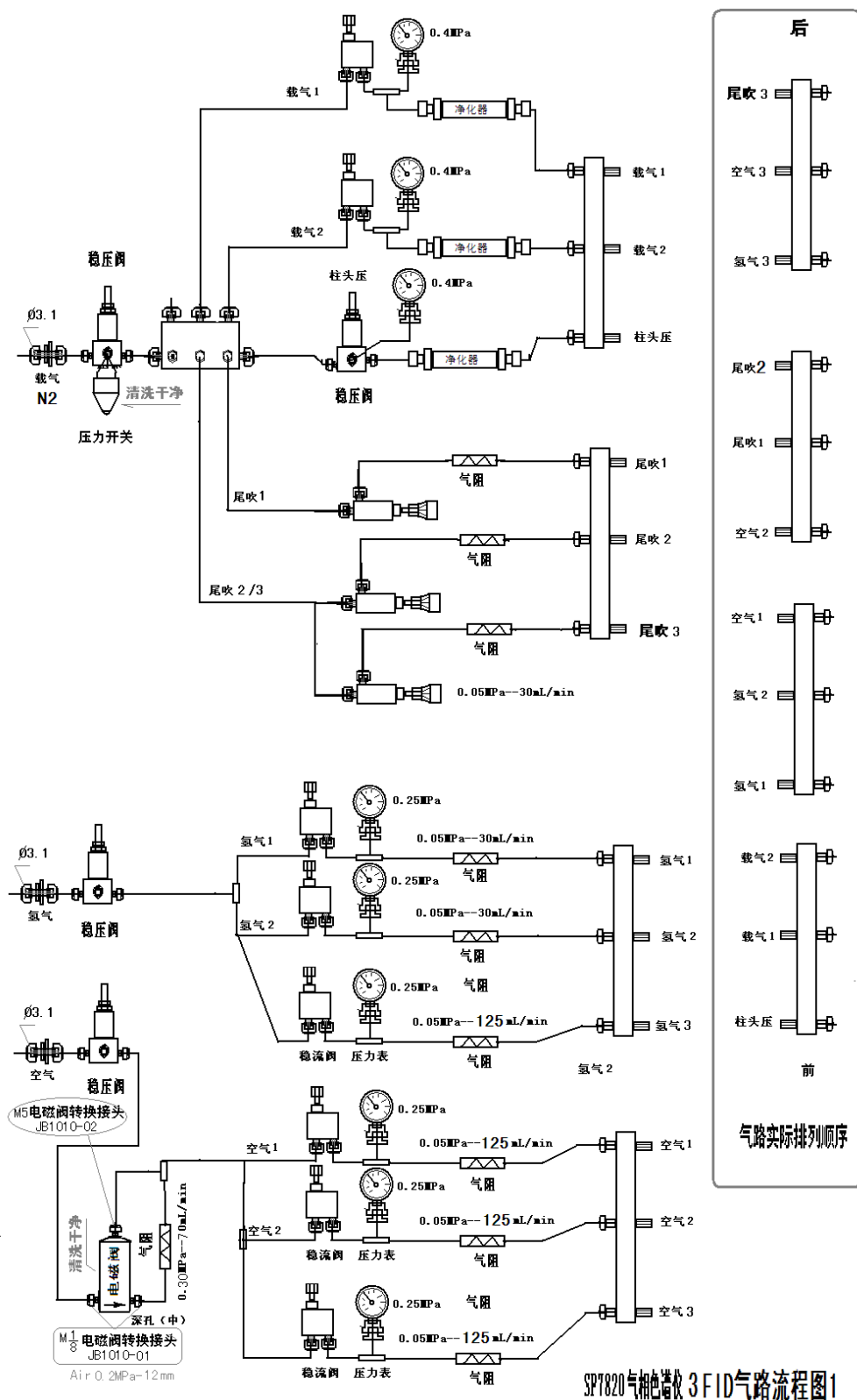
（因 需 3 路氢气、3 路空气、3 路载气、3 路尾吹气、3 路分流气、3 路吹扫气、3 套独立放大器、3 套标准毛细管进样口、3 套毛细管支架系统）

（仅柱室共用。若加第 2 和第 3 柱箱，即可形成各自的独立柱室）

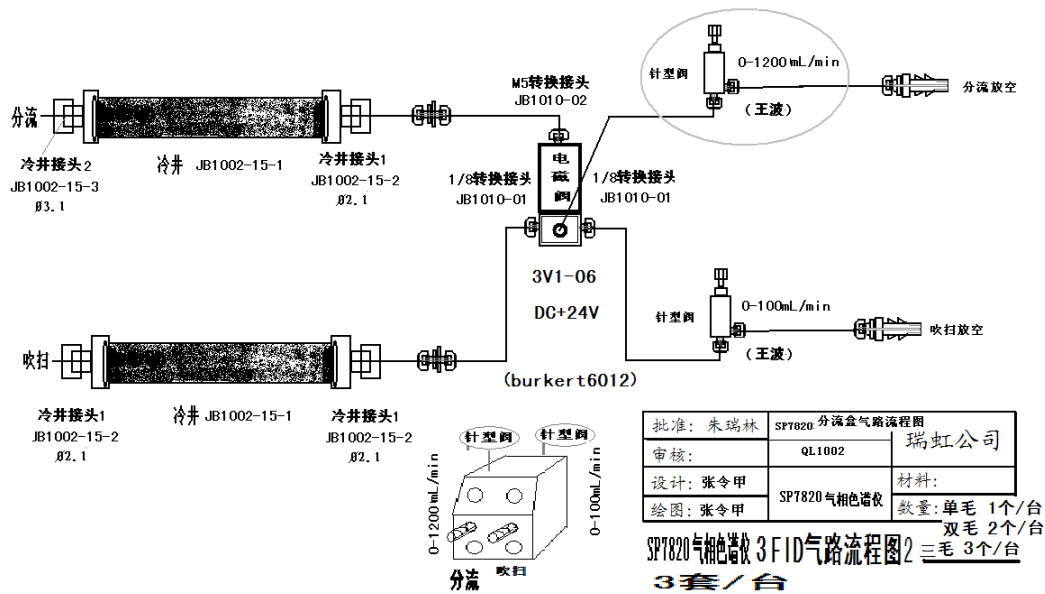
** 热导、氢焰、转化炉、3 加热六通阀（1 毛双填进样口）也是 1 绝。

SP-7820 气相色谱仪 18 路气流控制系统如下：

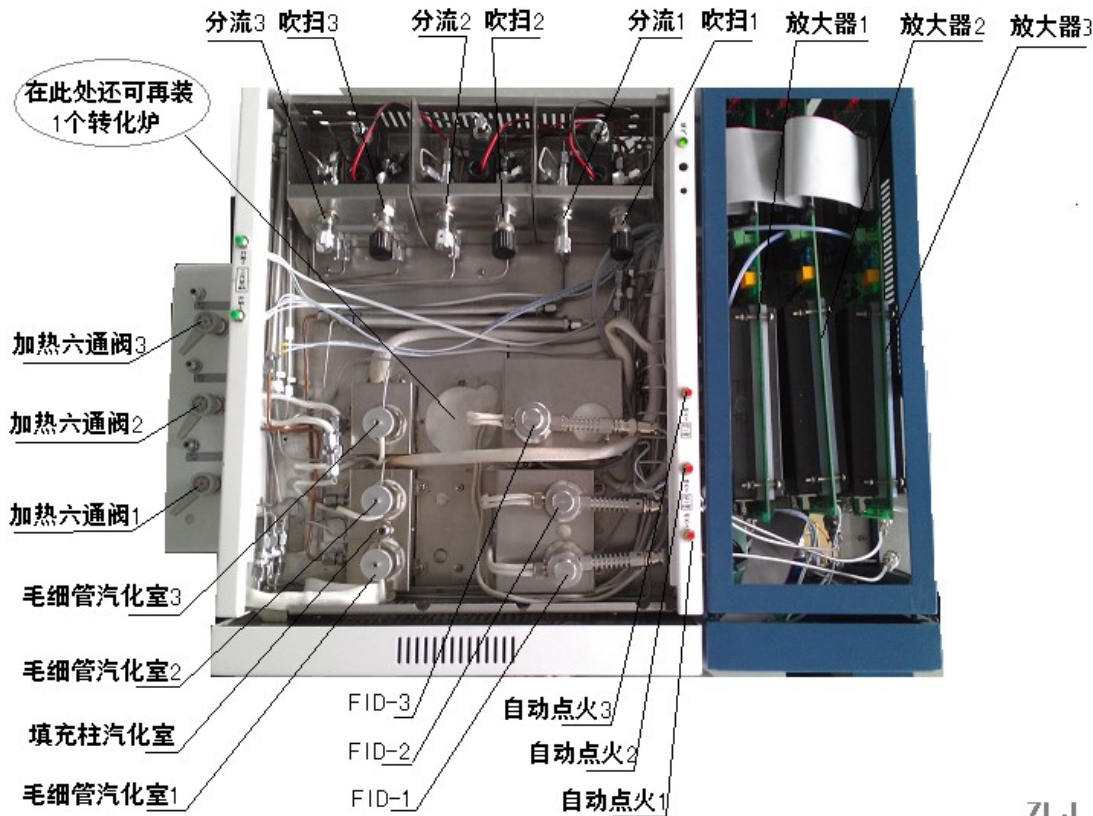
1) 载气、氢气、空气、尾吹气各 3 路，共 12 路，流程如下：



2) 分流气、隔膜吹扫气各 3 路，共 6 路，流程如下：

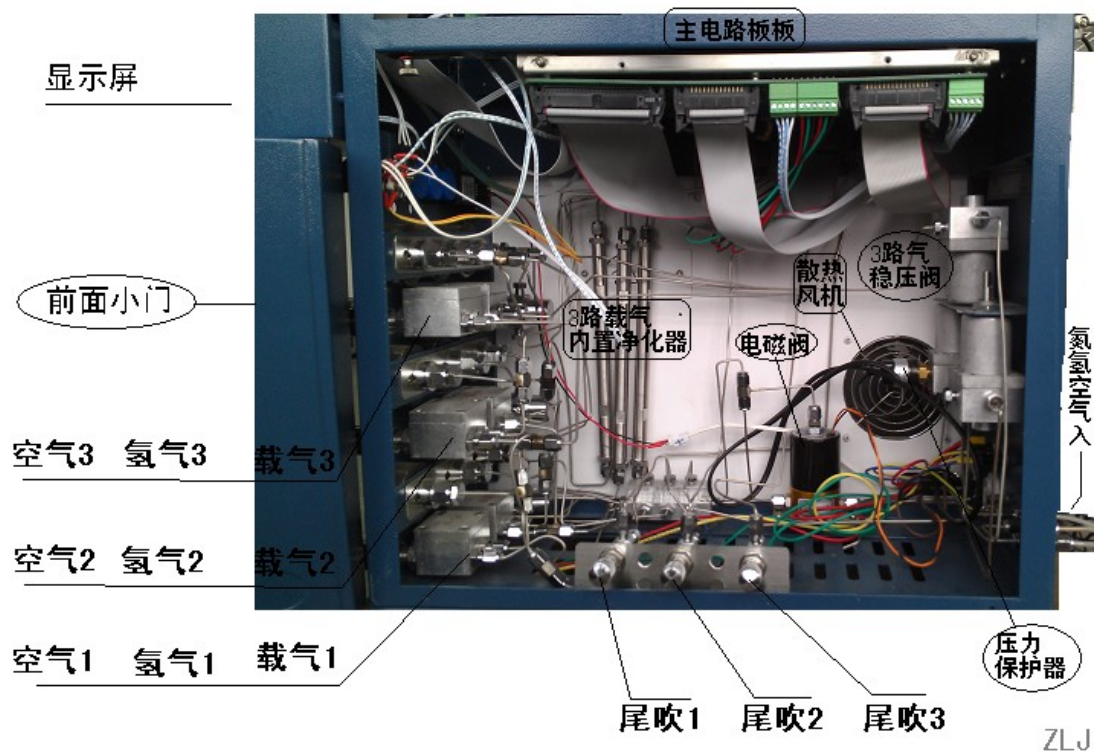


SP-7820型气相色谱仪-三FID俯视图



ZLJ

SP-7820型气相色谱仪-3FID右面图



SP-7820型气相色谱仪-3FID主视图



《附录 10》 SP-7820 气相色谱仪系列变压器油分析系统

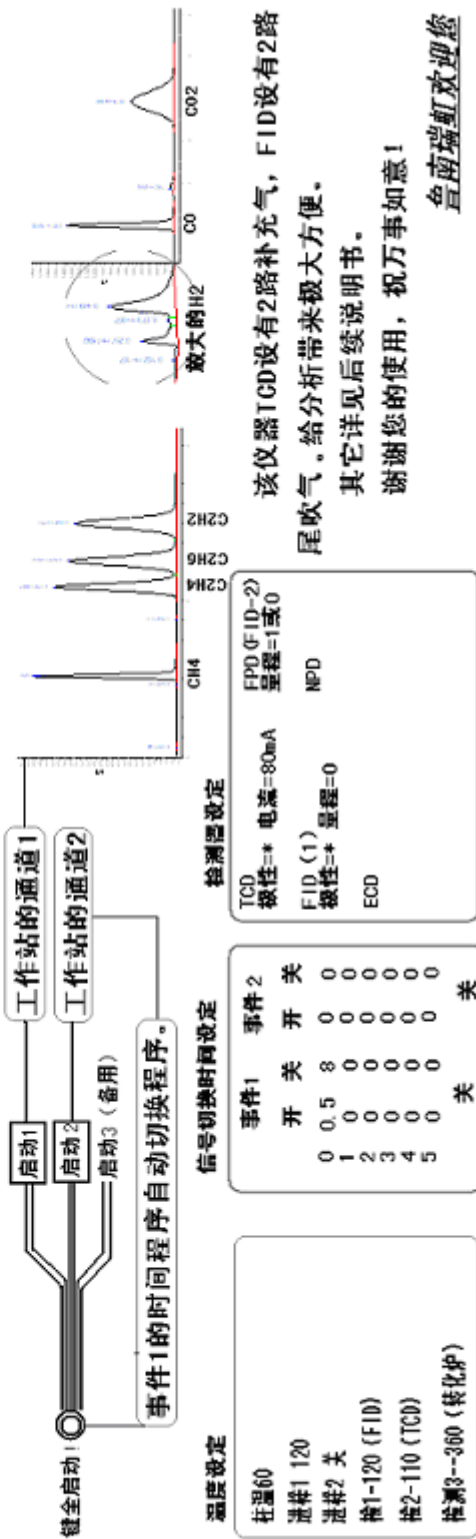
SP-7820型气相色谱仪-变压器油分析系统说明

SP-7820型气相色谱仪变压器油分析系统，是依据GB/T17623-1998《绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法》研制出来的。该仪器用于测定充油电气设备内绝缘油中溶解气体组分，一次进样，测定出CH4、C2H4、C2H6、H2、CO、CO2。最小检测浓度H2-2PPm、CO-1PPm、CO2-2PPm、烃类0.1PPm。分析流程图见下页。

采用双柱并联、热导池检测器+转化炉+双氢焰检测器、双放大器的精典型式。一次进样后，分别进入4m*φ3mm的GDX-502色谱柱和1m*φ3mm的TDX-01色谱柱。由GDX-502色谱柱分离出的CH4、C2H4、C2H6、C2H2进入FID-1被检测，FID放大器1放大后，由色谱数据工作站的通道1记录并计算。由TDX-01色谱柱分离出的H2、CO、CO2进入热导检测器，检测出H2，由色谱数据工作站的通道2记录并计算。CO、CO2进入转化炉被转化为CH4进入FID-2被检测，FID放大器2放大后，由色谱数据工作站的通道2记录并计算。

色谱数据工作站的通道2开始记录的是热导信号，H2出完后（约0.5分钟），通过事件1的时间程序自动切换到FID-2的信号上，记录并计算CO、CO2的色谱峰。

本机设置了独特的1键启动：进样的同时按1键启动按钮，即可同时启动工作站的通道1、通道2和时间切换程序。



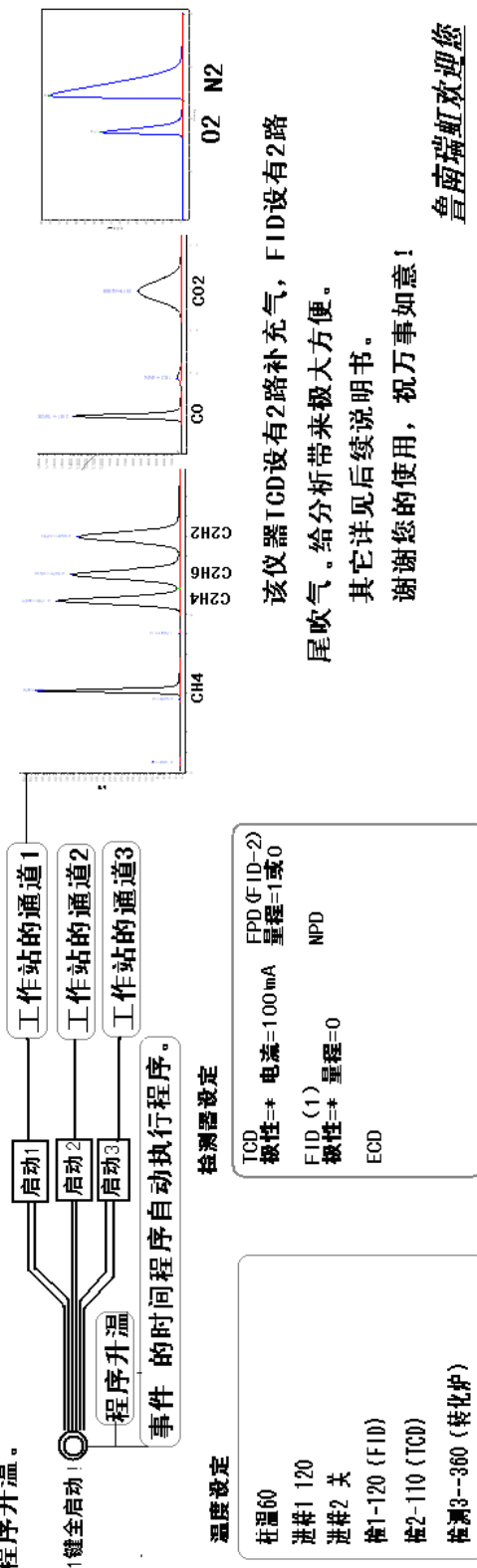
《附录 11》 SP-7820 气相色谱仪系列矿井气分析系统

SP-7820型气相色谱仪- 矿井气实验室分析系统说明

SP-7820型气相色谱仪矿井气实验室分析系统,是依据GB/T17623-1998《矿井气中易爆气体组分含量的气相色谱测定法》研制出来的。该仪器用于测定煤矿井下空气内瓦斯气即矿井气组分,一次进样,测定出CH4、C2H4、C2H6、C2H2、O2、N2、CO、CO2。最小检测浓度O2、N2为0.1%、CO-1PPm、CO2-2PPm、烃类0.1PPm。分析流程图见下页。

采用3根色谱柱3个检测器并联,3个控制器3信号3通道工作站同时工作模式。一次进样后,分别进入4m*φ3mm的GDX-502 色谱柱和1m*φ3mm的TDX-01色谱柱及2m*φ4mm的5A色谱柱。由GDX-502 色谱柱分离出的CH4、C2H4、C2H6、C2H2进入FID-1被检测, FID放大器1放大后,由色谱数据工作站的通道1记录并计算。由TDX-01色谱柱分离出的CO、CO2进入甲烷转化炉被转化为CH4 进入FID-2被检测, FID放大器2放大后,由色谱数据工作站的通道2记录并计算。由5A色谱柱分离出的O2、N2进入热导池检测器检测,由色谱数据工作站的通道3记录并计算。

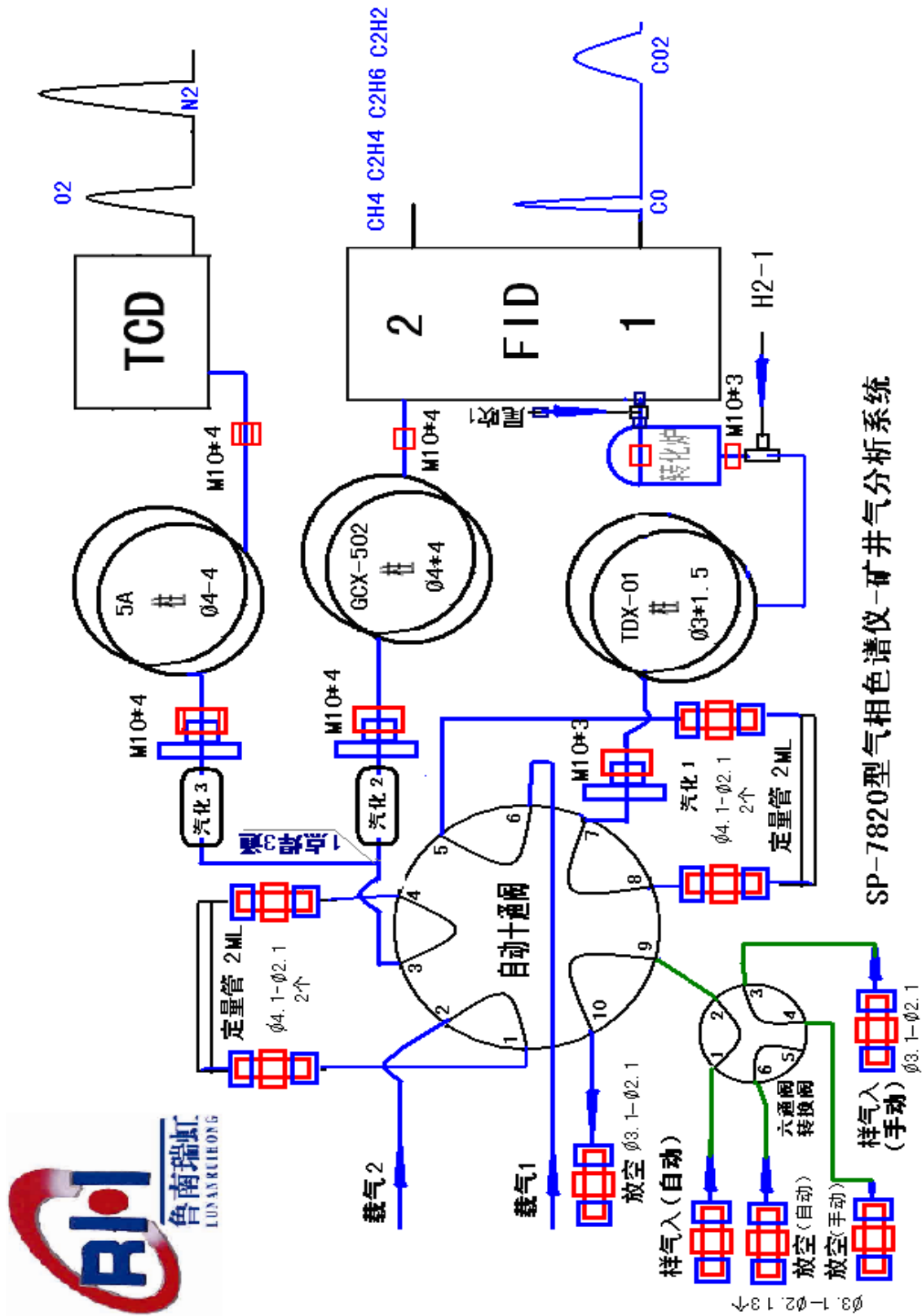
本机设置了独特的1键启动: 进样的同时按1键启动按钮,即可同时启动工作站的通道1、通道2和通道3。还可同时启动外部事件和程序升温。



该仪器TCD设有2路补充气, FID设有2路尾吹气。给分析带来极大方便。其它详见后续说明书。谢谢您的使用, 祝万事如意!

鲁南瑞虹欢迎您

SP-7820 气相色谱仪矿井气分析流程图



15318096819
载气H2 或 Ar 2014年8月7日

SP-7820型气相色谱仪-矿井气分析系统



《附录 12》 SP-7820 气相色谱仪关于《外部事件》

SP-7820 气相色谱仪《外部事件》有 2 路独立的：事件 1 ：事件 2 。分别对应 6 开和 6 关。有初始状态设定。通常初始状态设为：关可控制自动进样、自动反吹、自动切割等。

一般使用气动阀；可以使用 D C 2 4 V 的电动阀。

6 开和 6 关控制时间是累加的，如：事件 1：3 分钟开始切割；7 切割分切割钟结束；1 6 分钟再开始切割；3 0 分钟结束。事件 2：5 分钟开始反吹；1 2 分钟反吹结束；

设定如下：

循环次数 100			循环周期 120		
事件 1			事件 2		
	开	关		开	关
0	3	7	0	5	12
1	16	30	1	0	0
2	0	0	2	0	0
3	0	0	3	0	0
4	0	0	4	0	0
5	0	0	5	0	0
初始状态 关			初始状态 关		

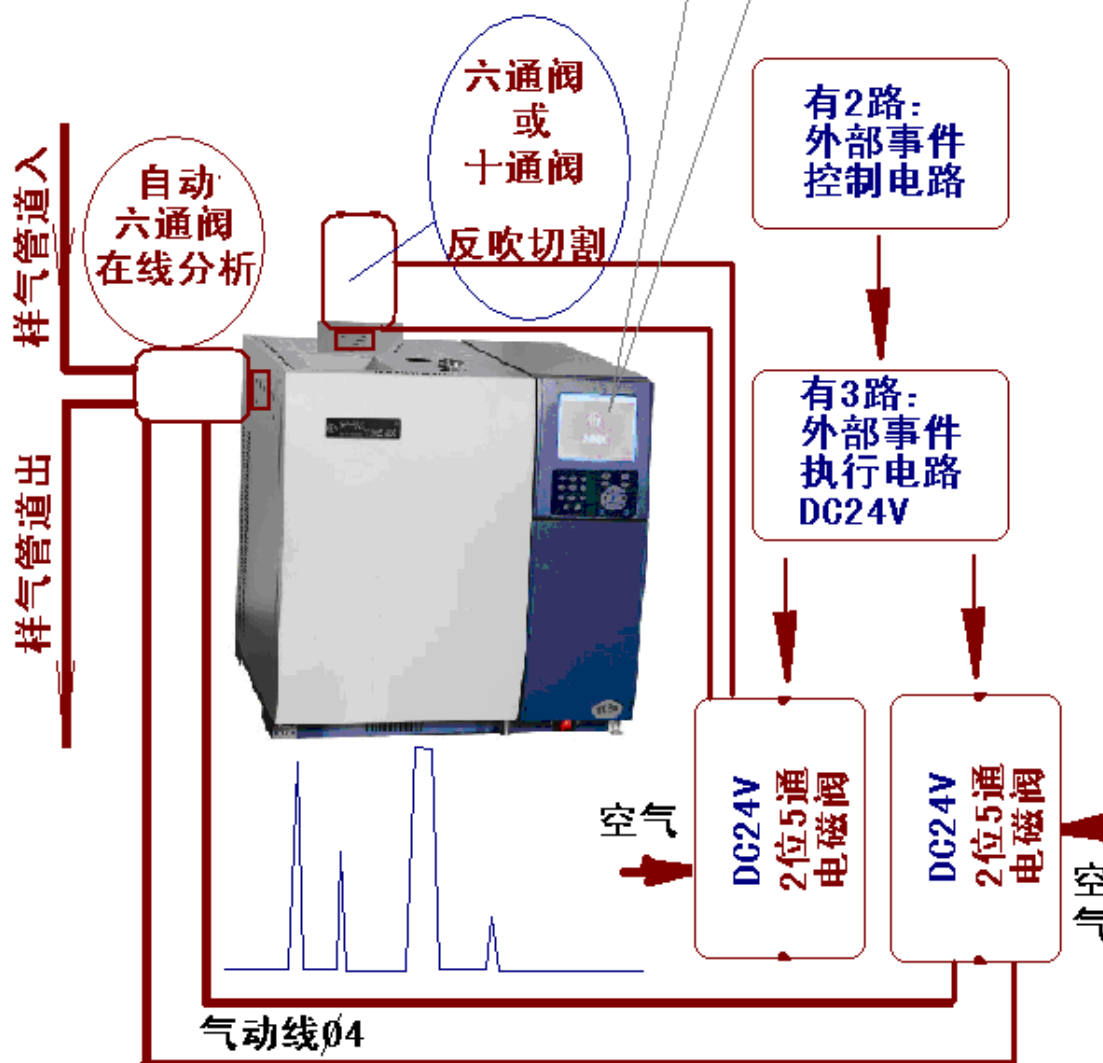
循环次数：指分析多少次。 循环周期：多长时间分析 1 次

如：分析 1 0 0 次

2 个小时分析 1 次的设定如下

2 个小时 = 1 2 0 分钟

循环次数 100			循环周期 120		
事件 1			事件 2		
	开	关		开	关
0	3	7	0	5	12
1	16	30	1	0	0
2	0	0	2	0	0
3	0	0	3	0	0
4	0	0	4	0	0
5	0	0	5	0	0
初始状态 关			初始状态 关		



《附录 13》

SP-7820 气相色谱仪关于热导、氢焰、转化炉+加热六通阀

SP-7820 气相色谱仪关于热导、氢焰、转化炉+加热六通阀，需要 7 路加热！通常色谱仪最多有 6 路加热。因此，需外加 1 路高精度的温度控制器，本机设计了高精度微电脑温度控制器（见下图）。可以加 1 到 3 个气体进样阀（见下图）。

SP-7820型气相色谱仪-氢焰、热导、转化炉+加热六通阀



SP-7820型气相色谱仪-氢焰、热导、转化炉+加热六通阀
俯视图



SP-7820型气相色谱仪-氢焰、热导、转化炉+加热六通阀特写



《附录 14》 SP-7820 气相色谱仪装箱及备件清单

序号	品 名	规格/备注	单位	数量
1	主机	SP-7820	台	1
2	FID TCD ECD FPD NPD	SP-7820	个	选购
3	使用说明书	SP-7820	本	1
4	信号线	SP-7820	根	1/D
5	组合接地线	SP-7820	根	1
6	乙烯管	Φ 3*30m	把	1
7	微量注射器	10μ 1	只	2
8	微量注射器	1μ 1	只	1
9	皂泡流量计		个	1
10	不锈钢管	Φ 2、Φ 1.5	米	各 0.5
11	电子打火枪 (FID/FPD 有其它无)		支	1
12	螺丝钉	M3×6	个	20
13	平垫	Φ 3	个	20
14	保险管	2A	只	5
15	保险管	20A	只	5
16	石墨垫 (柱头进样时用)	9.8*Φ 4	个	6
17	石墨垫	9.8*Φ 6	个	10
18	玻璃棉		包	1
19	进样器密封垫 T 型	7×5	个	30
20	气路密封垫	6*2	个	20
21	气路螺帽 (O10.4)	M8×1 (大孔)	个	12
22	不锈钢管	Φ 2×0.04M	根	12
23	减压阀接头	Q/04LHY010.37	只	3
24	三通接头	Q/04LHY010.38	个	3
25	石墨垫 (图号: Q/04LHY010.31)	Φ 3	个	10
26	石墨垫 (图号: Q/04LHY010.31)	Φ 4	个	10
27	毛细管石墨垫	Φ 0.8	个	20
28	石墨垫 (图号: SP6890.1.8-11)	Φ 3.4	个	6

29	毛细柱进样器玻璃内衬管	SP7820	根	2
30	填充柱进样器玻璃内衬管	SP7820	根	4
31	尾吹内衬（不锈钢）	JB1002-12	个	1
32	毛细柱检测器转换接头	JB1002-07	个	1
33	7820 毛细柱接头螺帽	JB1002-10	个	4
34	毛细内衬护套	JB1002-05-1	个	2
35	呆口扳手	12×14	把	1
36	呆口扳手	14×17	把	1
37	呆口扳手	8×10	把	1
38	填充柱螺帽 ϕ 4.2	010.11	个	4
39	填充柱 ϕ 3.2 不锈钢衬管 (柱头进样时用)	JB1001-05-1	个	2
40	填充柱 ϕ 4.2 不锈钢衬管 (柱头进样时用)	JB1001-05-2	个	2
41	填充柱螺帽 M12 (柱头进样时用)	JB1017	个	2
42	螺丝刀 (平口)	50	把	1
43	螺丝刀 (十字花)	75	把	1
44	尖嘴钳		把	1
45	7820 专用扳手	8*28	把	1
46	校验用标准样品	1mL	瓶	1/检测器
47	氢气减压阀	选购		
48	色谱数据工作站	选购		
49	熔断片		个	1
50				
51				
52				

说明：此《装箱及备件清单》，仅供阅读使用说明书对照参考之用，若发现与附件箱中所给的《装箱及备件清单》有差异，请以附件箱中所给的《装箱及备件清单》为准。

总之：

SP-7820 气相色谱仪，具有用户意想不到的强大功能，以上仅供朋友们参考。

欢迎大家能提出新的要求，让我们来一起努力。

再一次感谢您选用 SP-7820 气相色谱仪！

祝您工作顺利、心情愉快、身体健康、阖家幸福！

