

SP—6890型
气相色谱仪

技
术
手
册

山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司

二〇〇六年四月

公 司 概 况

山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司前身为山东鲁南化工仪器厂,是色谱仪的专业生产厂家,具有三十多年生产历史,生产设备先进,技术力量雄厚,在国内具有较高声誉。

产品有气相色谱仪、液相色谱仪、油岩热解综合评价仪、分光光度计、氢气发生器等几个系列几十个品种。曾荣获全国科学大会奖、国家科技进步奖、省市及部级科技进步奖,国家级重点新产品奖等荣誉。产品销往全国各地,并有部分出口。

山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司重视产品质量及产品的技术创新。遵循生产一代、储存一代、研制一代的科研方针,不断更新产品设计,提高产品质量。公司已通过 ISO9002 国际质量体系认证。具有完善的质量保证及售后服务体系。多年来,公司以产品质量可靠,售后服务周到,受到用户一致好评。

敬 告

一、新仪器在安装时，必须把后开门中的固定板取出（此板仅在仪器运输中起固定后开门的作用）。

二、仪器载气入口处压力必须大于 0.2Mpa，才可正常工作，否则，仪器无法加热，且炉膛电风扇不转，报警指示。仪器气路稳压系统也无法起稳压作用。

三、为使仪器程序升温正常工作，仪器后开门出口孔距墙距离必须大于 0.8m,否则，仪器降温速度下降。

四、当需用打开前门快速降温时，必须按：“柱室→显示→清除”才可打开前门，否则将报警。当所有加热单元都处于“OFF”状态，柱室温度降至近室温时，炉膛电风扇自动停止运行。

五、做 TCD 时，只要断电后重新开机，必须按一下 TCD 电源开关，使 TCD 控制器电源灯亮，TCD 方可工作。

六、对未购买的加热单元（检测器），不可命令其加热，否则，该检测器单元加热失败，且仪器报警。

目 录

第一章	概述	5
第二章	整机结构及安装	6
第三章	键盘及其操作	7
第四章	氢焰检测器使用及注意事项	15
第五章	热导池检测器的使用及注意事项	17
第六章	氮磷检测器的使用及注意事项	19
第七章	电子捕获检测器	21
第八章	分流 / 不分流毛细管柱进样系统的安装及操作使用 ..	23
第九章	仪器维护保养及常见故障处理	26
附 录	自检手册	29

第一章 概 述

SP—6890 型气相色谱仪是由单片机控制的、有较高性能价格比的色谱仪，可配有热导池（TCD），氢火焰离子化（FID）、电子捕获（ECD）、氮磷（NPD）等四种检测器，可装有填充柱和毛细管柱，可以进行恒温及程序升温操作。整机选用先进的集成电路及元器件，实现了高可靠性和稳定性，操作简单，维修方便，可应用于石油、化工、农药、医药卫生、商品检验等生产及科研部门。

一、 工作条件：

- 1、 环境温度：5℃—30℃
- 2、 相对湿度：低于 85%
- 3、 供电电压：220V±22V
- 4、 供电频率：50HZ±0.5HZ
- 5、 最大消耗功率：2500W
- 6、 周围无强电磁场干扰、无腐蚀性气体，无强烈振动，室内温度无剧烈变化，空气无大的对流存在。

二、 技术性能

1、 温度控制：

（1） 色谱柱室温度：

• 控温范围：室温加 8℃—350℃（以 1℃增量任设）。（指标参数）
（设定参数上限可达 399℃有效，可以使用但不保证指标）。

- 控温精度：不大于±0.1℃。
- 温度梯度：柱有效区域内不大于±1%。
- 程序升温：5 阶。
- 自动后开门降温功能。
- 升温速率：0.1—42℃/min。（以 0.1℃增量任设）。
- 降温速率：柱室温度从 300℃降至 50℃时间不大于 4min。
- 时间设定：9999.9（min）。

（2） 热导检测器温度控制：

- 室温加 20℃—399℃。
- 控温精度：不大于±0.1℃。

（3） 其它加热单元温度控制：

- 室温加 20℃—399℃（指标参数）。
- 控温精度：不大于±0.2℃。

2、 FID 检测器

- （1） 检测限不大于 2×10^{-11} g/s（苯）
- （2） 噪声：不大于 0.015mv
- （3） 漂移：不大于 0.1mv/h。

(4) 启动时间：不大于 1.5 小时。

3、TCD 检测器：

(1) 灵敏度： $S \geq 3000 \text{mv} \cdot \text{ml}/\text{mg}$ 。（苯， H_2 ）

(2) 噪声：不大于 0.035mv

(3) 漂移：不大于 0.15mv/h。

(5) 启动时间：不大于 2.5 小时。

4、仪器尺寸及重量：

(1) 主机尺寸：670×470×470（长×宽×高）

(2) 重量：约 70kg。

三、安装前的准备工作

1、安装前的准备

(1) 工作室与工作台。工作室周围不应有易燃、易爆的气体及强大的电磁场和电火花干扰。

(2) 电源。仪器用 220V、50HZ 交流电源，电源的输入线路的承受功率应大于 2.5KW，电源接地线板应接触可靠，电源应满足仪器使用条件，否则应加调压器。

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

(4) 气源与气路管道。本仪器对三种气源所需压力：

载气 (N_2) 0.4Mpa，氢气 (H_2) 0.25Mpa，空气 0.3Mpa，须使用高纯惰性气体及纯净空气。

2、开箱检查：按装箱清单清点仪器及附件。

（注意：开机前必须把后开门中的固定板取出）

第二章 整机结构及安装

一、整机结构

SP—6890 型气相色谱仪由气路、柱室、检测器及电气四部分组成。

1、气路部分：载气、氢气、空气均由稳流阀调节，压力表显示稳流阀的出口压力，稳流阀前均有稳压阀、稳压阀出厂前已定值，用户无需调节。氢气、空气配流量—压力曲线，载气由转子流量计测量柱前流速。配有专用毛细管柱气路系统。

2、柱室：柱室 (OVE) 由大口径风扇、电炉丝、铂丝电阻、不锈钢室体组成，并配有自动化后开门可迅速降温。汽化室 (INJ1) 和毛细管汽化室 (INJ2) 分别固定在柱室上方的左前方和左后方，柱室上方的

右前方为氢火焰检测器 (DET1)，柱室上方的右后方可加添其它检测器 (DET2)，仪器的右后方为热导池检测器 (DET3)。

3、电气部分：电气机箱的下部为检测器控制器，可同时装三个控制器，上部为温控部分。

二、 整机安装：在仪器安装前，化验室的条件必须满足工作条件(见第一章概述)

1、万用表电阻档测量仪器的绝缘，即测量主机电源及二次仪表电源插座对机壳绝缘都要大于 20 兆欧。为适应程升降温的需要，仪器后挡板距墙应大于 0.8 米。

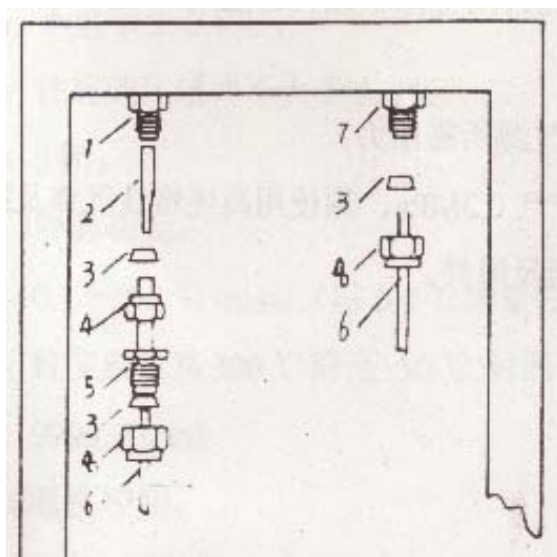
2、气路安装：将装好减压器的钢瓶接上净化器，用仪器带的气路管，连接在仪器上，连接后将接头用肥皂水试漏，保证不漏气，使用氢气时一定要杜绝外界火源。

3、连接地线：把色谱仪及二次仪表的接地端同时与大地线牢固相连。

4、净化器内已装好活化的 5A 分子筛，连接之前，应先通气，将 5A 分子筛的粉末吹出。如果发现失效，应将分子筛倒出，放在干净的马夫炉内，在 420℃ 温度下活化 24 小时，然后冷却到室温，迅速装入净化器，两头堵好再用。

5、填充柱的安装

填充柱的安装见图 2—2—1



- 1、室体
- 2、玻璃内衬管
- 3、石墨垫
- 4、柱螺母
- 5、柱接头
- 6、色谱柱
- 7、检测器
- 8、柱螺母

图 2-2-1

a.将柱螺母 4 石墨垫 3 穿在柱接头 5 上，将玻璃内衬管 2 放入柱接头 5 上，

将玻璃内衬管 2 放入柱接头护套内，并将其插入汽化室体 1 内，然后用扳手紧固柱接头 4。

- b.将柱螺母 8 石墨垫 3 顺序装在色谱柱 6 的两端,并按图示分别插入检测器 7 和柱接头 5 的根部,然后紧固螺母。
c.检查气密性。

第三章 键盘及其操作

温度及检测器参数均由键盘设定。打开电源,仪器自检通过后,便可进行键盘操作。

一、 键盘介绍

1、 功能键

参 数	键用于各检测器参数的设定(包括灵敏度、桥流、极性 等);
柱 室	键用于柱室温度的设定;
检测III	键用于三号检测器位温度的设定(可指 TCD);
检测 I	键用于一号检测器温度的设定(可指 FID 等);
汽化 I	键用于填充柱汽化室温度的设定;
汽化 II	键用于毛细管汽化室温度的设定;
检测 II	键用于二号检测器位温度的设定(一般指 ECD、NPD);
计 时	键秒表功能显示;
清 除	键清除光标处的数据(也可在任一温度显示界面操作 时,关闭该加热区);
启 动	键启动程序升温;
停 止	键停止程序升温;
●	键小数点键盘;
—	键系统参数设定;(包括恢复出厂值、背景光亮度、报 警声音强度)
▲	键显示信息向上翻页;
▼	键显示信息向下翻页;
显 示	键显示某一加热区的温度;
输 入	键移动光标或确定设定的参数(也可在任一温度显示界 面操作时为打开该加热区)。

2、 指示灯:

柱室、检测室III、检测 I、汽化 I、汽化 II、检测 II 灯指示对应加

热区的加热或恒温状态；

准备灯：柱室恒温操作温度稳定，或初始温度稳定仪器进入稳定状态时，灯亮；

升温灯：柱室温度处于升温状态时，灯亮；

终温灯：柱室程序升温处于恒温状态时，灯亮；

降温灯：柱室温度处于降温状态时，灯亮；

停止灯：柱室温度设定被关闭时，灯亮；

二、键盘操作

仪器接通电源后，计算机首先进入仪器自检程序，其状态显示为指示灯瞬间全部打开，屏幕显示如图 3—2—1

```
SelfTest...
SelfTest pass
Starting...
Load Date OK
```

知道屏幕出现“OK”字符后表示仪器自检通过，可一进入正常操作程序，并且显示器自动切换到屏幕显示状态如图 3—2—2

```
CHROMATOGRAPH
SP-6890
SD.Lunan Ruihong
Tel:0632-5581056
```

等待用户输入操作信息。此时若不进行任何信息输入，仪器保持此状态 15 秒后，将执行上一次关机前所有设定的贮存参数。

1、加热区过温保护设定：

加热过温保护温度，仪器设定初始值为 400℃。当仪器某一加热区温度由于某种原因达到保护温度时，仪器将自动关闭全部加热电源、报警，并显示错误信息。此状态一直保持到关闭仪器总电源为止。

在仪器工作过程中应合理地使用过温保护，在温度一旦失控时，可对仪器及外围设备进行有效地保护，以免承受不必要的损失。过温保护温度设定值不能小于使用温度加 20℃。

2、柱室恒温温度及过温保护设定：

若柱室设定为 150℃，极限为 180℃，其操作顺序如下：

（此显示参数为上一次的储存参数）

显示

中文意义

Setup OVE
Temp=50.0-
Maxim=400.0 ↓

设置 柱室
目标温度=50.0-
极限温度=400.0 ↓

按键选择光标到目标温度
依次按下 + + + 键
按键选择光标到极限温度
依次按下 + + + 键

显示

中文意义

图

Setup OVE
Temp=150.0
Maxim=180.0- ↓

设置 柱室
目标温度=150.0
极限温度=180.0- ↓

查看柱室温度状态：按+

显示

中文意义

OVE: ON
Obj=150°C
Actu=150°C
Time=12.5M ↓

柱室: 运行
目标温度=150°C
实测温度=150°C
运行时间=12.5 分 ↓

(在此状态按面板上的箭头键，进行翻页显示，可方便地检查其它加热区的温度状态。)

3、柱室程序升温温度设定：

若需按图 3-2-3 设定程序升温，其操作方法如下：

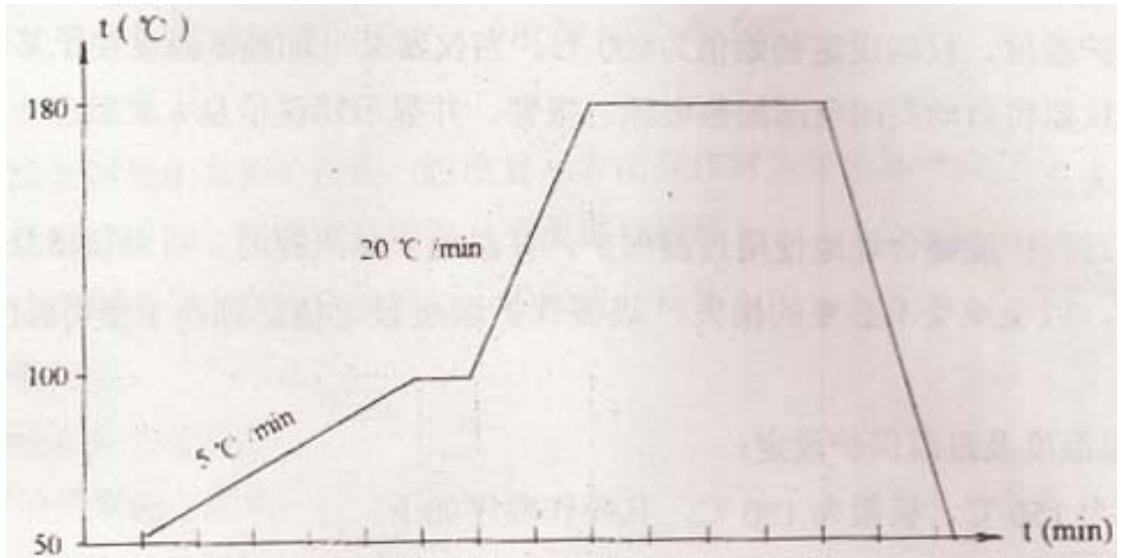


图 3-2-3

首先按下 **柱室**+**↓** 键进入程序升温设定窗口：

显示

中文意义

Setup OVE
Step0:
Temp=150
Time=1.0 ↓

设置 柱温
程升 0 阶
目标温度=150
保留时间=1.0 ↓

（其中 Temp=150 为恒温时原设定的温度。此参数与恒温设定窗口参数保持一致，若此处为 50°C，则柱室恒温窗口温度设定也将改为 50°C。）

按 **输入** 键将光标移动到初始温度设定行，输入 **5**+**0**+**输入**（设定初始温度 50°C）更改保留时间，输入 **2**+**输入**（设定初始温度恒温时间：2min）

显示

中文意义

Setup OVE
Step0:
Temp=50
Time=2.0M ↓

设置 柱温
程升 0 阶
目标温度=50
保留时间=2.0 ↓

按下 屏幕将切换到下一页:

显示	中文意义
Step 1 Rate=0.0 Temp=0.0 Time=0.0M ↓	程升 1 阶 升温度速率=0.0 目标温度=0.0 保留时间=0.0 ↓

按下 键移动光标到升温速率一行输入 + (设定第一阶升温速率为每分钟 5℃);

按下 + + + (设定第一阶目标温度: 100℃);

按下 + (设定第一阶温度保留时间: 2 分钟);

第一阶温度设定结束, 屏幕显示如下:

显示	中文意义
Step 1 Rate=5.0 Temp=100.0 Time=2.0M ↓	程升 1 阶 ↑ 升温度速率=5.0 目标温度=100.0 保留时间=2.0 ↓

按下 屏幕将切换到下一页设定第二阶参数:

按下 键移动光标到升温速率一行输入 + +

按下 + + +

按下 +

显示	中文意义
Step 2 ↑ Rate=20.0 Temp=180.0 Time=8.0M ↓	程升 2 阶 ↑ 升温度速率=20.0 目标温度=180.0 保留时间=8.0 ↓

程序设定过程中若发现某个参数输入有误, 可按 或 键显示翻页查找, 在有问题的页面中用 键将光标调整到有错误的行

信息处，用清除键删除原有数据，重新输入正确数据。不用的阶必须将全部参数置零，否则可能影响柱室温度的控制。

程升设定后，待准备灯亮，即可注样，并同时按下启动键开始程序升温。若需中途终止程升，可按停止键。

4、汽化室温度设定

若需设定汽化室温度为 250℃，且设极限为 280℃，其操作方法如下：首先按下汽化 I 键：

显示	中文意义
Setup INJ1 Temp=50.0 Maxim=400.0 ↓	设置 汽化室 I 目标温度=50.0 极限温度=400.0 ↓

按输入键选择光标到目标温度：

依次按下 2 + 5 + 0 + 输入 键；

再依次按下 2 + 8 + 0 + 输入 键；

显示	中文意义
Setup INJ1 Temp=250.0- Maxim=280.0 ↓	设置 汽化室 I 目标温度=250.0- 极限温度=280.0 ↓

查看汽化室温度状态：按下汽化 I + 显示

显示	中文意义
INJ1: ON Obj=250.0- Actu=250.0 Time=6.0	汽化室 I: 运行 目标温度=250.0- 实测温度=250.0 运行时间=6.0

如果需要关闭该加热区温度，应在该温度显示界面状态下清除键，其屏幕上行显示“OFF”，即该加热区被关闭。打开该加热区，应在该温度显示界面状态下输入键，其屏幕上行显示“ON”，即该加热区被打开。若某一加热区没有加热装置，则该加热区必须关闭。

5、其它个加热区温度的设定方法同上。

6、各检测器的参数设定：

按下 **参数** + **↓** + **↑** 翻页到响应的检测器。若想改变其参数，按 **输入** 键将光标移动到该参数处，按下 **清除** 键清除原有参数，重新输入新的参数。

按下 **参数** 键：

显示

Detector TCD Polarity=1(+)- Current=1 ↓

中文意义

参数设置 热导 极性=1 (+) - 桥流=1 ↓

参数范围：

极性：0 (-)、1 (+)

桥流：0~200mA（桥流设定不可大于 200mA）

按下 **↓** 显示下一页：

显示

Detector FID Polarity=1(+)- Rang=1 ↓
--

中文意义

参数设置 氢焰 极性=1 (+) - 量程=1 ↓

参数范围：

极性：0 (-)、1 (+)

量程：0、1、10、100、1000

按下 **↓** 显示下一页：

显示

Detector ECD Current=1- Rang=1 ↓
--


中文意义

参数设置 电俘 电流=1- 量程=1 ↓

参数范围：

电流：0、1、10、100（预置电流）

量程：0~1（相当于输入衰减）

按下  显示下一页

显示

Detector NPD
Rang=1- ↓


中文意义

参数设置 氮磷
量程=1- ↓

参数范围:

量程: 0、1、10、100

7、秒表功能的使用





按下  键:

显示

Watch
00:00:00.0
60/T

中文意义

秒表
00: 00: 00.0
60 除以停表时间

按下  或  开始走表; 再按一次  或  停表, 停表后显示如下: (例)


显示

Watch
00:00:15.0
60/T
4.00


中文意义

秒表
00: 00: 15.0
60 除以停表时间
 $60 \div 15 = 4$

此功能将方便用户使用皂膜流量计测量时换算每分钟流量。如: 10mL 刻度流量从计时至停表为 15 秒, 则每分钟流量为: $60 \div 15 \times 10 = 40 \text{ml/min}$ 。

按下  清除显示时间。

8、系统设置的使用

按下  键进入系统设置:

显示

System Setup
Sound Volume=3-
LED Brigh=3
Default Data=**

中文意义

系统设置
报警音量=3-
背景亮度=3
默认数据=**

报警音量设置范围 0~3，其中“0”为关闭报警音量，“3”为最大音量；背景亮度设置范围为 0~3，其中“0”为关背景亮度，“3”为最大亮度。在“**”位置输入+，仪器重新热启动，自检后仪器设置参数恢复到初始状态。

第四章 氢焰检测器使用及注意事项

一、使用注意事项：

- 1、填充柱操作时将毛细柱分析时的柱头压调节阀关闭；
- 2、严格注意气路的清洁；
- 3、仪器必须良好接地；
- 4、等到所需温度到达时，方可点火，FID 必须使用 N₂、H₂、空气三种气体，同时调节到需要的流速上，点火时，将 H₂ 流量调大，点火后，再缓慢调至所需值上；

5、H₂、空气流速从仪器所带的压力—流量曲线图上查出。载气流速从仪器左侧面的转子流量计上读取，用仪器带的转子流量计高度—流量曲线查得载气柱前流量。柱后流量=柱前流量×(1+10P)。P—柱头压(MPa)

N₂ 流速和 H₂ 流速比值一般为 1: 0.9，H₂ 流速和空气流速比值一般为 1: 10，灵敏读较佳，基流最小。

6、氢焰检测器的温度要大于 100℃，以防止样品在检测器中冷凝。

7、使用氢焰时，严防色谱柱未接到 FID 的柱接头上，而盲目通 H₂，这样会造成柱室充满氢气，一旦开机就会引起爆炸。

二、使用方法：

1、通气：利用各自的调节阀，将 N₂、H₂ 空气调至所需流速，N₂ 一般选用 25~60ml/min，H₂ 25~50ml/min，空气：450~550ml/min。

2、打开电源开关，选择合适的量程，用面板下方的 FID 调零电位器调至所需位置。

3、设置汽化室、氢焰检测器（检测 I）及柱室温度，并启动加热。

4、加大 H₂ 流速，在氢焰出口处，用电子打火枪点火，点火后仍将 H₂ 恢复原值。

5、在分析条件下，放大器基线稳定后方可进行分析。

6、FID 的参数设定方法：按参数+或键找到显示

Defecter FID
Polarity=1(+)-
Ramg=1 ↓

根据出峰的正负选择极性 + 或 +
 量程的输入方法：按 键使光标移到量程位置按 (或
 0.10.100.1000) + ，“0”为最高灵敏度，“1000”为最低灵敏度。

三、最小检测量的测试方法

色谱柱：5%SE-30 chromsorbw Aw Dmcs 担体 60-80 目 Φ 3mm \times 1.5 米，
 不锈钢柱

温度：柱室：80℃ 汽化 I：120℃ 检测 I：120℃。

流速：N₂：30ml/min H₂：30ml/min Air：300~400ml/min

样品：0.05%苯/二硫化碳

2Rn·w

公式：Dt=————— (g/s)

1.065 · h · W1/2

Rn—实测噪音 (mv)

W—苯的进样量 (g)

H—峰高值 (mv)

W1/2—以时间表示的苯的半峰宽 (S)

1.065—用记录仪测量三角形面积的修正系数

第五章 热导检测器的使用及注意事项

热导池检测器采用半扩散式结构，100 欧姆铼钨丝，恒流源供电。

一、使用注意事项：

- 1、载气中应无腐蚀性物质，注意气路净化。
- 2、使用前，应先通载气 10-30 分钟，将管路的气体赶走，防止铼钨丝氧化。未通载气时，严禁打开桥流，否则会烧坏铼钨丝。
- 3、不能用气体直接吹热导检测器，或有较大的气体流冲击。
- 4、不允许有强烈机械震动。
- 5、不能将 TCD 处于风口处，TCD 放空口应用管道接到室外，出气管应注意固定，防止风吹摆动，影响基线。
- 6、若需停机，应先关电源，等到热导检测温度降至 100℃ 以下时，再关气源，这有利于铼钨丝使用寿命。
- 7、在灵敏度足够情况下，应降低桥电流使用，这样可提高仪器稳定性，增加 TCD 使用寿命。

8、做完高温分析后，需拆卸柱子时，一定要等柱温降到室温，方可卸下色谱柱，以防止损坏柱接头丝扣。

9、TCD 的气体流量应在检测器的放空处用皂泡流量计测量。一般氢气流速在 50ml/min 时，灵敏度较佳。

10、使用不同载气时，不同桥电流允许最大值如下：

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

二、使用方法

1、先通载气：调节两个载气支路上稳流阀，使热导放空处流速一致。

2、打开电源总开关，设定柱室、汽化室 I 及热导（检测 III）的温度，启动加热。

3、按下热导控制器电源，电源指示灯亮后，设置桥电流。（热导控制器电源不管关机前处于什么状态，只要断电后重新开机，都必须按一下电流开关，热导电源才打开）；在无载气压力条件下，TCD 电源开关不起作用。

4、待恒温后，观察基线稳定后进行分析。

5、TCD 的参数设定方法：

按 + 或 找到显示：

DetectorTCD Polarity(+)- Current=1 ↓

根据出峰的正负选择极性，极性的设定方法：按输入将光标“—”移到极性行，再按 （或 ）+ ，桥电流的设定方法：将光标移到桥电流行按所需“桥流数”+ 。（如 + + + ，则设置的桥电流为 120mA。）

三、灵敏度的测试方法

色谱柱：5%SE-30Chromsorbw Aw Dmcs 担体 60~80 目

Φ 3mm×1.5 米不锈钢柱

温度：柱室：80℃ 汽化 I：120℃ 检测 III：120℃。

流速：(H₂): 50ml/min

减小电流值和 H₂II 压力，调整 N₂、H₂、空气的流量配比，使铷珠以暗红色为佳。

一般：N₂: 20~50ml/min H₂: 5~15ml/min(0.015~0.03Mpa)

Air:80~150ml/min(0.03~0.05Mpa)

进标样一般为 0.3~1μl

在 R_N、R_d 符合条件下测试 D_N 和 D_P

$$D_N = \frac{2R_N \cdot V \cdot C \cdot n_N}{1.065 \cdot S_N} \qquad D_P = \frac{2R_N \cdot V \cdot C \cdot n_P}{1.065 \cdot S_P}$$

V 为进样量：(0.3~1μl)

S_N—偶氮苯的峰面积 (mv·s)

SP—乙基 1605 的峰面积 (mv·s)

$$n_N = \frac{\text{氮原子数} \times \text{氮原子量}}{\text{样品分子量}} \quad (\text{偶氮苯为 } 0.15)$$

$$n_P = \frac{\text{磷原子数} \times \text{磷原子量}}{\text{样品分子量}} \quad (\text{乙基—1605 为 } 0.1)$$

当使用工作站或处理机时，1.605 不应使用。

四、注意事项：

- 1、测 P 与 N 在 N₂、H₂、Air 流量配比和柱温都不一样；测 P 时，H₂II 流量略大；测 N 时，H₂II 流量略小。
- 2、新铷珠应老化后才可用，老化时间以基线的 R_N、R_d 符合要求为准。
- 3、铷珠与喷嘴的距离在长时间工作时，可能变化，必须常修正其距离，才可使 D 不变。
- 4、铷珠在长期工作时，有半衰现象。当加大电流，基流都较小，证明铷珠活性已变小，须更换铷珠。铷珠工作时，必须首先把铷珠激发为暗红色。
- 5、NP 检测器为质量型检测器，可使用小口径毛细管柱。
- 7、铷珠易吸潮，存放期间应干燥，应避免用卤素有机物为溶剂，以保证其寿命。

第七章 电子捕获检测器 (ECD)

SP—6890ECD 检测器为目前 GC 中常见的一种高选择性和高灵敏度的离子化检测器，它对电负性物质有较强的信号，检测限量理论值可达 10^{-14} 克，它正日益广泛地在各领域得到应用。

一、ECD 技术指标：

$$D_t \leq 1 \times 10^{-13} \text{ g/ml(r-666)}$$

$$R_n \leq 0.02 \text{ mv}$$

$$R_d \leq 0.15 \text{ mv/h}$$

二、6890ECD 特点：

1、6890ECD 为同轴电极板式结构；放射源为 10 毫居里的 ^{63}Ni 射线为 β 射线，最高使用温度 350°C ，标准状态下射程 10cm；腔体内径为 0.8cm，高为 1cm；在出厂时严格检漏 β 射线不会漏出。

2、带有可调节的尾吹气和固定流量的阳极吹扫气，这样不仅可用于填充柱，而且可用毛细管柱 (0.53)，最大限度地减小了样品对电极的污染，解决了使用其它检测器时，对 ECD 检测器的 ^{63}Ni 的保护的难题。

3、ECD 控制器中有固定的高阻，且在控制器后方有连续接口，可在有故障时，极易判定问题的方位（检测器或控制器），在 ECD 控制器面板上有专用的电源开关，在不同 ECD 时，请关闭其电源，这样可延长电极的使用时间。

三、使用 ECD 时的关注点：

1、必须使用无水份和氧份的高纯度的 N_2 气，纯度必须大于 99.99% 以上，否则 GC 无法工作。

2、使用前首先通气 1 小时以上，才能加温。

3、样品浓度一般为 10ppm-1ppb，不宜过大。

4、不能分析与 ^{63}Ni 反应或使 ^{63}Ni 形成挥发的化合物如氧气性化合物，酸、潮湿的卤素，潮湿的硝酸，氢氧化铵、PCB、HS、CO 等。

5、放空气体必须通过专用管道排出室外。

6、ECD 的灵敏度取决于许多因素，如：样品分子组成和浓度，池体和电极的清洁度，色谱柱、温度和流量等。做所有样品的标准校正曲线时，需经常校准。

7、ECD 的响应因子和浓度的曲线为非线性的，其形状随样品不同而不同，使用时要用多点校正法。

8、为避免拖尾和提高灵敏度， DT_2 的温度必须高于 OVE 的温度（一般高 25°C ）。

9、ECD 控制器的输入衰减一般要在 1 上（相当于 X10），在“参数”栏的 ECD 参数页面中，Current 代表预置电流，0 档相当于 2nA；1 档相当

于 1nA；10 档相当于 0.5mA。Rang 为输入量程，相当于输入衰减，0 档相当于 X1；1 档相当于 X10。

10、不使用 ECD 时，在通 N₂ 的状态下，把 ECD 出入口密封，这样在使用其它检测器，ECD 检测器内自动填充 N₂ 气。

四、ECD 的调试操作：

1、通符合要求的高纯 N₂，GC 入口压力为 0.4MPa，将切换开关打到 DT₂ 上，用填充柱时，柱流量为 35~50ml/分。尾吹流量为 20~30ml/min，阳极吹扫气流量一般固定为 2~3ml/min，在用毛细管时，流量取决于柱直径的大小。

2、打开 GC 电源，在通气 1~2 小时后，先设定 DT₂ 温度，再设定 IJ₁ 或 IJ₂ 温度，最后设定 OVE 温度。

3、打开 ECD 控制器面板上的电源开关（电源灯应亮），从“参数”栏中，找到 ECD 参数，输入衰减设为 1（相应于 X10），预置电流为 1（相应于 1nA）。

4、在断气停机后第一次开机，基线达到要求的指标所需时间长一些；在不断气情况下，稳定时间不大于 4 小时。

5、用浓度为 0.1ng/u1 的 r-666/丙酮样品时，进样量为 1u1，得出 r-666 的峰面积，用皂泡流量计在放空处测出 FC 的流量（ml/min），可计算出 ECD 的 Dt。

$$6、Dt = \frac{2Rnvf}{1.065Emat \times 2 \Delta t/1/2FC} \quad (\text{g/ml})$$

单位：Dt: g/ml; v: ml; f: g/ml

Rn: mv; FC: ml/min;

Emat × 2Δt/1/2; mv·min;

1.065: 当用三角形法的校正因子

7、在使用完 ECD 时，首先关闭 ECD 控制器电源开关；再关闭各路温度；待 DT₂ 实际温度小于 100℃ 后才可关机（在连续使用 ECD 时，一般调小流量即可）。

第八章 分流/不分流毛细管注样系统的安装及操作使用

一、简述

本分流/不分流系统，适用于 SP—6890 型气相色谱仪上安装，本系统为全玻璃系统，具有样品吸附性小，安装清洗方便，操作简单的特点。有效的隔热垫清洗功能，不仅减小了溶剂的拖尾，而且避免了注样垫对样品的干扰。

分流注样方式是对样品的主要组分进行定量分析的优选方法。这一分流比在 10~100ml/min 流量范围内是线性的，它适用于大多数样品。但对特别宽沸点样品，易产生非线性分流，使样品失真。

不分流注样方式适用于样品痕量组分分析，特别适用于高纯物质或稀释溶液中痕量组分分析。它适用于靠近溶剂峰的组分，但对于一般浓度样品，需要稀释。主要用于大口径毛细管分析（建议在使用不分流进样方式时，分流量在几毫升/分之内）。

SP—6890 型气相色谱仪为适应毛细管的应用，特地增加了前炉门开门报警系统和程升降温智能化功能。这两大功能有效地延长了毛细管的使用寿命。

二、系统构成

此系统由流量控制系统和汽化室系统组成。

1、流量控制系统（见 6-2-1）

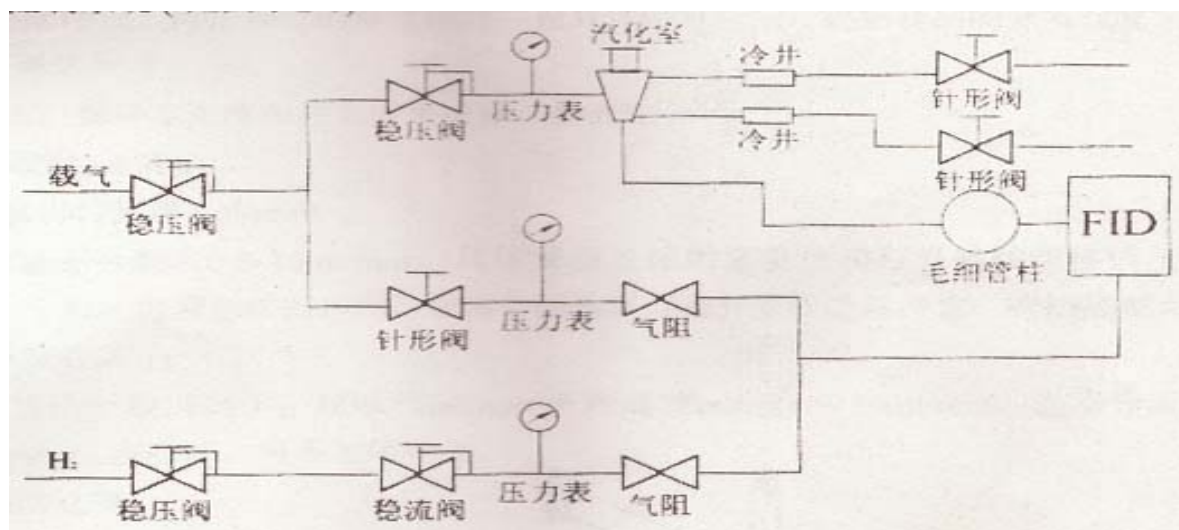


图 6-2-1（以 FID 为例）流量控制系统

由双级精密稳压阀、尾吹阀、分流阀和吹扫阀以及冷井组成。

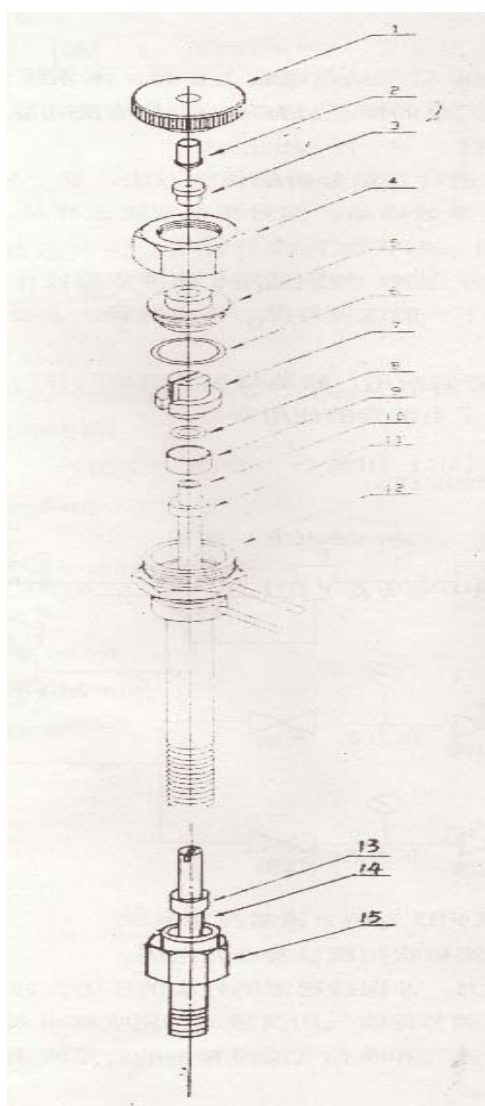
经过调节精密稳压阀来调节柱头压力，并保持稳定的柱头的压力，柱头压力通过压力表指示。尾吹气，通过调节尾吹压力来调节尾吹气的

流量，因尾吹阀串入恒定的气阻器，所以调节后的尾吹气流量是不变化的。分流气和吹扫气能过精密的针形阀来调节各自的流量，在柱头压不变时，分流气和吹扫气不变。

为防止样品对针形阀气阻的影响，在分流和吹扫阀之前分别增加了吸收样品的冷阱。

2、汽化室系统组成

见图 6-2-2 由 15 个部件组成



- 1——散热器
- 2——导向器
- 3——硅胶隔垫(T型)
- 4——螺母(M22)
- 5——密封压板
- 6——耐温密封圈
- 7——隔件清洗器体
- 8——垫圈
- 9——护套
- 10——耐温石英衬管
- 11——石墨垫(Φ4.8)
- 12——汽化器体
- 13——石墨垫(Φ4)
- 14——支柱
- 15——毛细管接头

图 6-2-2

三、毛细管的安装

1、首先把毛细管的圆形弓架固定在仪器的固定架上，柱两端套入石墨垫和护套及推垫，在放大镜下检查柱子入口处情况，若有变形或入口处有异物，用玻璃刀在距柱口 2~3mm 处划一下，然后折断，断口应平整光滑。

2、将毛细柱长度 45mm~50mm 插入汽化室内，然后安装开口螺母，从柱子侧面沿开口槽套入，并拧紧。至不漏气。

3、通载气，把柱出口处放入乙醇液体中，测量有无载气输出。

4、将柱出口端插入 FID 入口处，插入到喷嘴上部后倒退 1~2mm，从柱子侧面沿开口槽套入 FID 入口转换接头，并拧紧至不漏气。

5、通载气，并调节一定柱头压，在柱接头连接处涂异丙醇液体，检查有无气泡产生，在无气泡产生时，还应注意毛细管柱是否有载气至检测器，方法是在有载气压力、检测器点火的情况下，柱温为 70℃~80℃，辅助温度和检测器温度为 120℃，注入 1μL 的乙醇，应有信号输出。

四、气流的控制

毛细管柱流速：一般通过测定柱的无保留气体的线速度测量，FID 用甲烷气(或丁烷气)测定通过无保留峰的保留时间 T_m ，则线速度

$$U = \frac{L}{T_m}$$

L —柱长(cm)， T_m 为 sec，
柱流速

$$F_c \text{ (ml/min)} = \frac{\pi d^2 U}{4}$$

d —内径 (cm)

柱流速要据柱长、内径和膜的厚度而定；在具体的分析中，还据样品的分离程度来定柱流速。

2、分流比：据样品浓度和柱负荷来选择：分流比 = $\frac{F_c + F_c'}{F_c}$

FC—柱流速 (ml/min)

Fc'—分流出口流速 (l/min)

3、吹扫气：一般为 0.5~10ml/min，具体要根据定量的重复性和程升基线漂移情况来规定。吹扫气太小时，将降低吹扫作用，使溶剂峰拖尾或程升基线漂移严重；吹扫气太大，将影响定量的重复性。

4、尾吹气：一般情况下，尾吹气 ml/min+柱流速 ml/min \approx 30ml/min，当不分流时或柱流速为 30ml/min 左右时，可不加尾吹气。

五、样品量的选择：

对分流方式的进样体积一般为 0.1~1 μ l；

对不分流方式的进样体积一般为 0.5~3 μ l；

样品应含 1~10ng 的主要组分；对 50ng 以上的样品组分一般不适用石英毛细管柱分析。

六、毛细管系统的日常维护

在用毛细管分析时，首先应用 99.99%以上的 N₂ 为载气，对使用时间长的毛细管系统，除了定期对柱子老化之外，还需对玻璃内衬管（10）定期清洗：

汽化室系统的清洗：（参见图 2-2）步骤：

1、把散热帽（1）取下，且取下导向器（2）和 T 型硅胶垫（3）；

2、用 2 个 M22 的扳手取下螺母（4），拉出密封板（5），并检查耐温密封圈（6）的外观，若已损坏应更换。

3、取出隔热清洗器体（7），并取下毛细管柱的入口螺母。

4、用镊子取出玻璃衬管（10），在衬管（10）上带有压垫（8）护套（9）和 Φ 4.8 的石墨垫（11），将它们与衬管分离。

5、用可溶解样品的溶剂，清洗衬管。重点清洗衬管内壁和内径中的微粒。

6、清洗后按卸下的相反顺序安装好汽化室系统。注意要用 2 个 M22 的扳手用力压紧螺母（4），整个汽化室系统要检漏，完全正常后，重复安装上毛细管的柱入口。

第九章 仪器维护保养及常见故障处理

一、氢火焰离子化检测器(FID):

1、使用与维护：

（1）仪器工作时，应尽量将检测器的防尘帽盖上，以防基线波动；

（2）仪器长期放置不用时，要保持仪器定期通电；

（3）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。

2、常见故障及处理：

(1) 未点火前，放大器无法调零。(可能原因)

①放大器失调，应维修放大器；

②放大器输入信号线绝缘不良或短路，可将 FID 检测器接放大器的高频插头卸下，测量绝缘应大于 $10^6 \Omega$ 。

(2) 点火后，二次仪表的信号无法调零。

①空气不纯，可降低流量，是否有效，若有效，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火焰接触到收集极，可降低载气流通。

(3) 基线稳定，但进样不出峰，或灵敏度显著下降。

①检测器灭火；

②气体配比不当；

③火焰喷嘴有异物堵塞；

④汽化室进样口密封垫漏气或汽化室与色谱柱或柱后与检测器之间接头漏气；

⑤输入信号线断路或短路，或极化电压没加到检测器处。

(4) 基线稳定性变坏。

①气体不纯，夹杂某些有机物；

②离子室严重沾污；

③离子室信号线接触不良或极化电压未加上；

④放大器故障；

⑤火焰太强或太弱。

二、热导检测器 (TCD)：

1、使用与维护

(1) 在使用 TCD 检测器时，必须先通载气，后加桥电流，在使用结束后，先关电源，后关载气。(检测器温度必须降至 100°C 以内，才能关机)

(2) 长期停机后重新启动，应先通载气 15 分钟后，再使检测器通电，以确保铼钨丝不被氧化和破坏；

(3) TCD 长期不使用时，须将进气口、出气口堵死，以确保铼钨丝不被氧化；

(4) 由于 TCD 一般采用氢气做载气，使用时务必注意安全；

(5) 在灵敏度能满足分析要求的情况下，应尽量使用低桥流，延长铼钨丝使用寿命。

2、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;
- ②仪器严重漏气, 特别是汽化室之后漏气;
- ③四臂铼钨丝元件严重不对称, 将热导池检测器和电气部分的连接插头座分开后, 测量四个臂阻值, 在常温下相差应小于 0.5Ω 。

(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汽化室密封垫漏气或柱连接处漏气;
- ③注射器本身漏气, 或汽化室温度太低;
- ④铼钨丝元件严重腐蚀。

(3) 基线稳定性变坏 (可能原因)

- ①热导池恒流源电路故障;
- ②桥电流过大, 铼钨丝呈灼热状态;
- ③载气流量过大或不稳;
- ④热导温度控制不稳;
- ⑤热导池沾污, 应取下清洗。

附录：自检手册

一、主板自检错误信息代码

1.代码：0000

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=0000

System=OK!

原因：无

处理：系统正常工作。

2.代码：1000

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1000

Main Control

Battery Low!

原因：备用电池电压低

处理：请更换备用电池。

3.代码：1001

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1001

Main Control

EPROM fail

原因：EPROM 损坏

处理：请更换 EPROM 芯片。

4.代码：1002

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1002

Main Control

RAM fail

原因：RAM 损坏

处理：请更换 RAM 芯片。

5.代码：1003

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1003

Main Control

I/O Port1 fail

原因：集成电路 U₁₆ 损坏

处理：请更换集成电路 U₁₆ 芯片

6.代码：1004

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1004

Main Control

I/O Port2 fail

原因：集成电路 U₁₇ 损坏

处理：请更换集成电路 U₁₇ 芯片。

7.代码：1005

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1005

I/O Port3 fail

原因：集成电路 U₁₀ 损坏

处理：请更换集成电路 U₁₀ 芯片。

8.代码：1011

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1011

OVE Heat fail

原因：柱室加热区不能加热

处理：请检查柱室加热丝和铂电阻
(当电机也不转时，应是载气
压力不足)。

9.代码：1012

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1012

DET3 Heat fail

原因：DET3 加热区不能加热

10.代码：1013

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1013

DET1 Heat fail

原因：DET1 加热区不能加热。

11.代码：1014

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1014

INJ1 Heat fail

原因：INJ1 加热区不能加热。

12.代码：1015

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1015

AUX Heat fail

原因：IJ2 加热区不能加热。

13.代码：1016

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1016

DET2 Heat fail

原因：DET2 加热区不能加热。

14.代码 1021

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1021

OVE Temp Abnomail!

原因：柱室加热区温度异常。

处理：请检查柱室加热丝和铂电阻。

15.代码：1022

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1022

DET3 Temp Abnomail!

原因：DET3 加热区温度异常。

16.代码：1023

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1023

DET1 Temp Abnomail!

原因：DET1 加热区温度异常。

17.代码：1024

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1024

INJ 1 Temp Abnomail!

原因：INJ1 加热区温度异常。

18.代码：1025

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1025

AUX Temp Abnomail!

原因：IJ2 加热区温度异常。

19.代码：1026

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1026

DET2 Temp Abnomail!

原因：DET2 加热区温度异常。

20.代码: 1031

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1031

OVE over maximum Temp!

原因: 柱室加热温度超过极限温度或柱室温度为零度。

处理: 请检查柱室温度设定是否正确或铂电阻是否短路。

21.代码: 1032

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1032

DET3 over maximum Temp!

原因: DET3 加热区温度超过极限温度或 DET3 温度为零度。

22.代码: 1033

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1033

DET1 over maximum Temp!

原因: DET1 加热区温度超过极限温度或 DET1 温度为零度。

23.代码: 1034

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1034

INJ1 over maximum Temp!

原因: INJ1 加热区温度超过极限温度或 INJ1 温度为零度。

24.代码: 1035

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1035

AUX over maximum Temp!

原因: IJ2 加热区温度超过极限温度

或 IJ2 温度为零度。

25.代码: 1036

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1036

DET2 over maximum Temp!

原因: DET2 加热区温度超过极限温度或 DET2 温度为零度。

26.代码: 1041

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1041

Back Door open fail

原因: 后开门打开失败。

处理: 请检查后开门系统。

27.代码: 1042

显示: SYSTEM ALARM!

ODE=1042

Back Door close fail

原因: 后开门关闭失败。

处理: 请检查后开门系统。

28.代码: 1043

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1043

Ove's door open!

原因: 柱室门被打开。

处理: 请关闭柱室门。

29.代码: 1044

显示: SYSTEM ALARM!

CODE=1044

A/D convert fail

原因: A/D 转换失败

处理: 请更换 U₁₉ 芯片。

30.代码：1060

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1060

Connect time out

原因：连接超时。

处理：请检查显示器与主板连线
或重新开机。

31.代码：1061

显示：SYSTEM ALARM!

CODE=1061

Load Date fail

原因：数据设定失败。

处理：请检查显示器与主板连线。

二、显示器自检错误信息代码

1.代码：00000

显示：SelfTest Result

SelfTest Pass

Error code:00000

原因：无

2.代码：00001

显示：SelfTest Result

SelfTest Pass

Error code:00001

原因：电池电压不足。

处理：重新启动仪器。

3.代码：00012

显示：SelfTest fail

RAM Test fail

System Halt

原因：RAM 芯片测试失败。

处理：请更换 RAM 芯片。

4.代码：00013

显示：SelfTest fail

Error code:00013

Key Control fail

System Halt

原因：8279 芯片测试失败。

处理：请更换 8279 芯片。

5.代码：00014

显示：蜂鸣器声响一长四短。

原因：显示器有故障。

处理：请更换显示器。

山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司
(原山东鲁南化工仪器厂)

公司地址：山东省滕州市荆河中路 206 号

电 话：0632—5581054 5581056

5550762 5570896

服务投诉：0632—5577768

传 真：0632—5570896

网 址：<http://www.lunan-gc.com>

E—m a i l: lnrhhgiq@163169.net

邮 编： 277500