
GC-8800 气相色谱仪

使用说明书

上海纳析仪器有限公司

目 录

安全注意事项.....	
仪器的基本操作要求.....	
1、 电源要求.....	
2、 气源要求.....	
概 述.....	1
外型结构图.....	1
一、工作条件.....	2
二、技术性能.....	2
柱温箱.....	2
进样口.....	2
检测指标.....	2
三、安装前的准备工作.....	3
1、 安装前准备.....	3
2、 开箱检查.....	3
第一章 仪器原理结构及安装.....	4
一、仪器工作原理.....	4
二、仪器整机结构.....	4
三、安装准备.....	6
第二章 仪器操作.....	10
一、气源.....	10
二、键盘操作.....	11
第三章热导池检测器（TCD）的安装与使用.....	19
第四章氢焰检测器（FID）的安装和使用.....	22
第五章 毛细管柱安装与使用.....	25
一、概述.....	25
二、毛细管色谱柱使用要求.....	26
三、安装.....	27
第六章 常见故障排除.....	32

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，气化室、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、 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。

仪器的基本操作要求

1、 电源要求： 电压： AC 220±10%

频率： 50±0.5Hz

功率： $\geq 3000W$

接地要求电阻： 小于 0.1 Ω

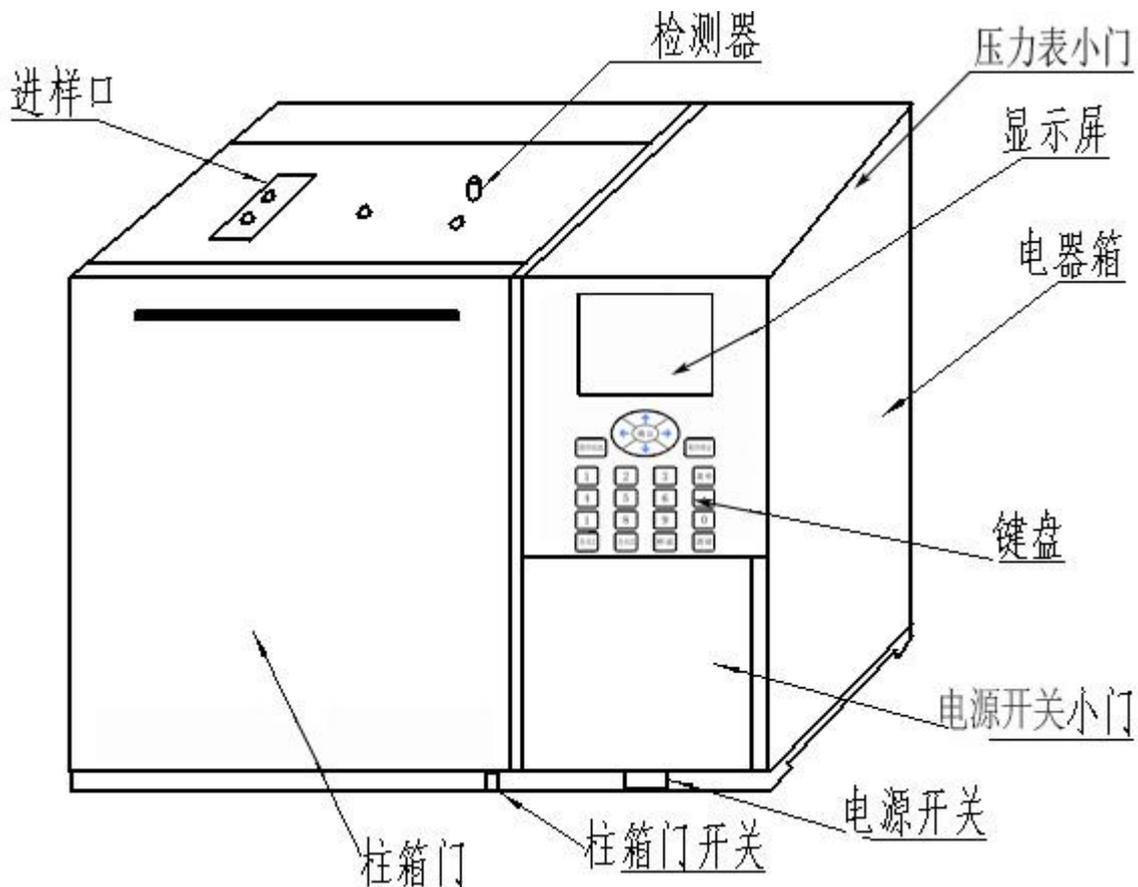
2、 气源要求： 氮气： 99.999%

氢气： 99.999%

空气： 干燥无油

- 本仪器气路结构要求使用热导检测器（TCD）时必须连接色谱柱，并确保有适当载气流通。

概述



图一外型结构图

GC-8800 气相色谱仪是一种高性价比、多功能、经济实用型实验室分析仪器。基本型配制氢火焰离子化检测器（FID）或热导池检测器（TCD）。

电器控制采用微型计算机和集成电路控制，中文界面，大屏幕液晶显示，操作参数全键盘输入设定。仪器具有掉电保护、文件存储及调用功能。检测器及其控制部件采用即插即用扩展控制模式。

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，能实现真正意义上的近室温操作。

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，可配置多种检测器（TCD、FID、ECD、FPD 和 NPD），可根据用户分析需要进行配置选择，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；仪器带有时间控制程序，可选配气体进样器。

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。

仪器具有载气气路低压、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。

一、工作条件

- 1、 电源消耗功率
约 2 千瓦。
- 2、 仪器尺寸与重量。
 - (1) 主机尺寸：560×480×500mm (L×W×H)
 - (2) 重量：约 40kg

二、技术性能

柱温箱

温度范围：室温+5~420℃

温度设定：1℃；程序设定升温速率 0.1℃

最大升温速度：40℃/ min

温度稳定性：当环境温度变化 1℃ 时，为 0.01℃

程序升温：10 阶程序升温 可调节

进样口

多种进样口可配：填充柱进样口、分流/不分流毛细管进样口

检测指标

氢火焰离子化检测器 (FID)

最大操控温度: 400℃

检测限: $\leq 5 \times 10^{-12}$ g/s [n-C₁₆]

漂移: $\leq 5 \times 10^{-13}$ A/30min

噪音: $\leq 2 \times 10^{-13}$ A

动态线性范围: $\geq 10^7$

热导池检测器 (TCD)

最大操控温度: 400℃

灵敏度: ≥ 5000 mv.ml/mg [n-C₁₆]

漂移: ≤ 100 uV/30mi

噪音: ≤ 20 uA

动态线性范围: $\geq 10^5$

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 3~5kw 的调压器及时调压，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来埋设地线，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。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：0.25MPa。

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
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。

(5) 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）。

2、开箱检查

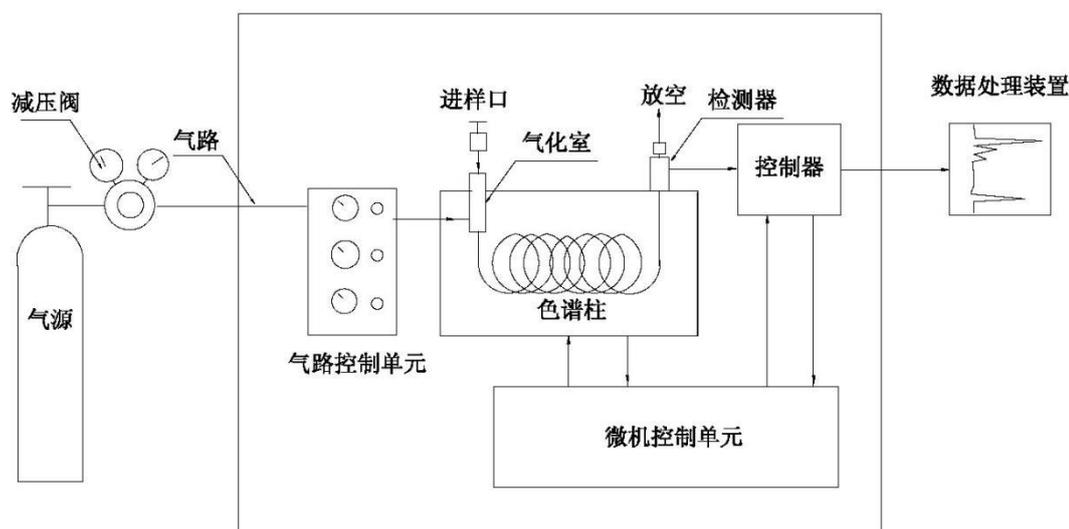
按装箱单清点仪器和附件。

第一章 仪器原理结构及安装

一、仪器工作原理

气相色谱仪是一种多组份混合物的分离、分析工具。它是以气体为流动相，采用冲洗法的色谱技术。从结构上看，又是一个载气连续运行的自动记录仪器。其流程见图二。

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，当气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，经检测后转换为电信号送至记录或积分仪器绘制出色谱图。



图二 气相色谱仪流程示意图

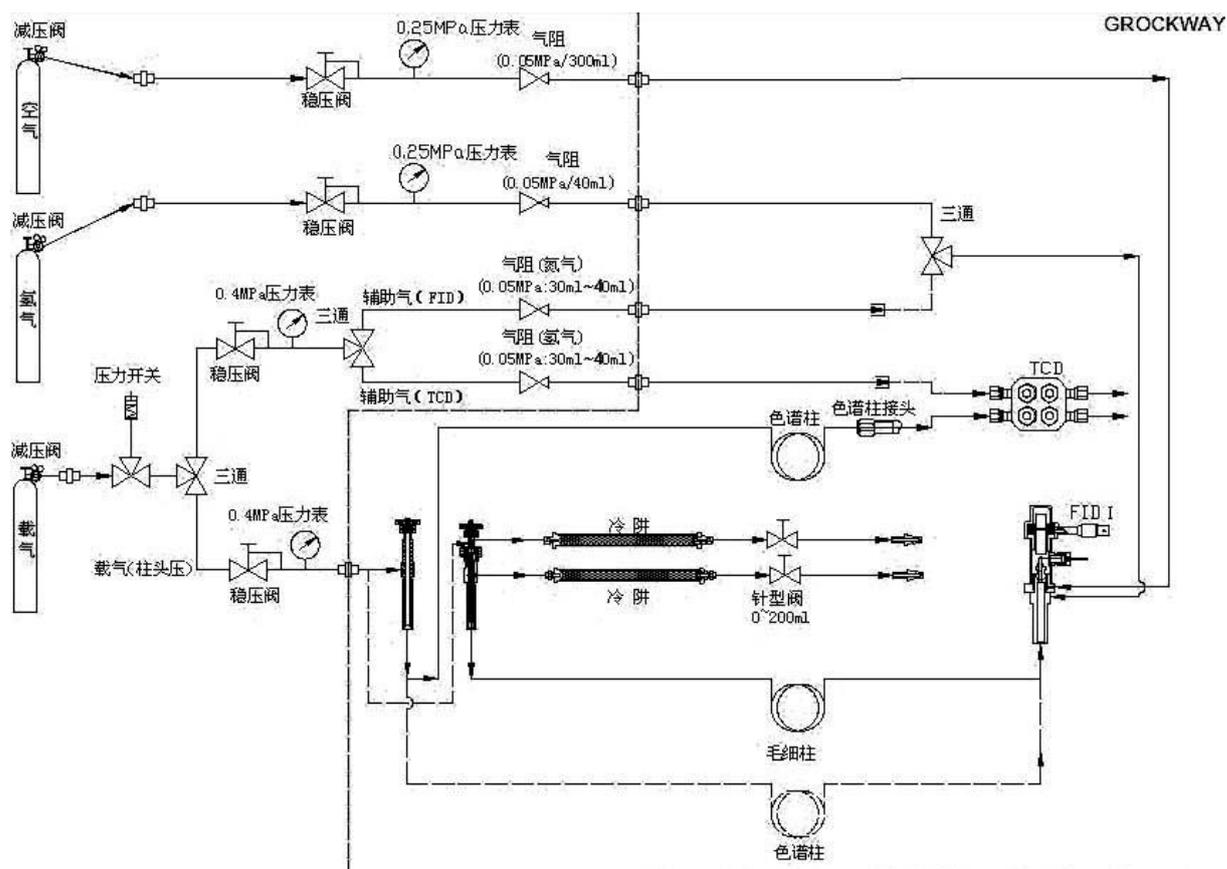
二、仪器整机结构

GC-8800 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)、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

GC-8800 气相色谱仪采用先进的气路结构，双气路操作。气路流程可靠、灵活、易于扩展，基线稳定性好。气路控制面板位于仪器整机右侧下方（图一 仪器外型结构），其流程见图三



图三 气路流程图

使用填充柱操作时：

载气分为载气和辅助气（TCD）、辅助气（FID），经稳压、或稳流阀调节后分别与气化室和相应的检测器连接，并有压力表指示。

辅助气也可用于调节 ECD 尾吹气、毛细柱 FID 操作补充气等。

氢气由稳压阀调节流量，压力表指示，由流量曲线图对应相应的流量，并与检测器连接。

空气由稳压阀调节流量，压力表指示，由流量曲线图对应相应的流量，并与检测器连接。

毛细管柱操作时，由载气控制稳压阀调节柱头压力，并获得相应的载气流量，柱头压力由压力表指示。分流、隔膜清扫气由分流/清洗控制盒上的针型阀调节，其位置见图四进样器、检测器布置图

，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

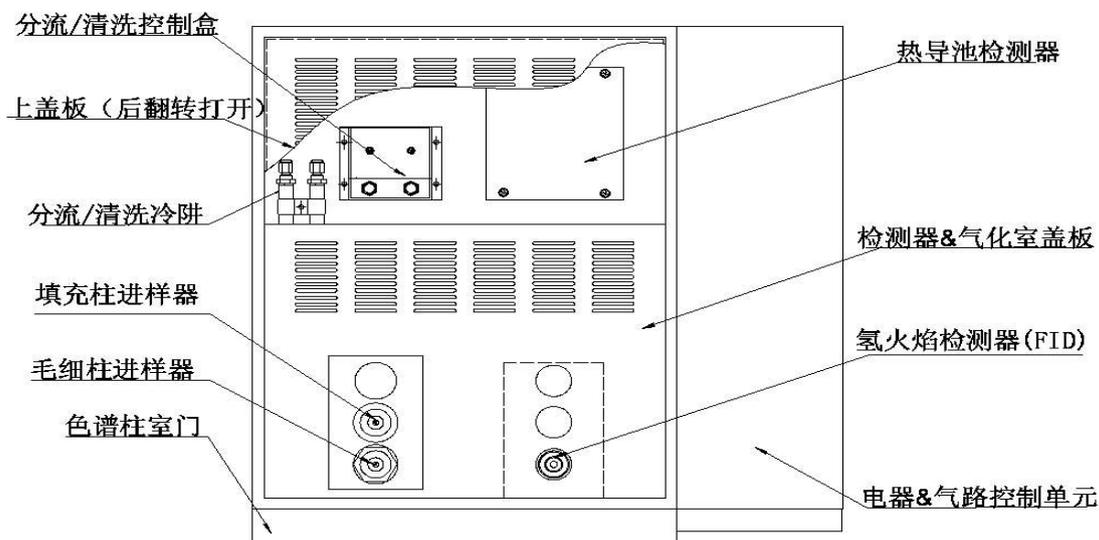
GC-8800 气相色谱仪采用大柱室结构，可同时安装三根色谱柱。柱室炉门由机械结构控制锁定开关，向上按门锁按钮，即可打开柱室门。柱室内有风扇、加热丝、感温元件和不锈钢室体等组成。柱室后安装有微机控制的柔性后开门装置，当柱室降温或近室温操作时，控制系统自动调节控制其开启角度，并相应的控制进、排风量，以达到控温目的。该结构控制精度高，升、降温速度快，能实现真正意义上的近室温操作。

3、 气化室

GC-8800 气相色谱仪配有填充柱进样器和带有隔膜清扫功能的分流/不分流毛细管进样器，可实现柱头进样、玻璃内衬进样和分流/不分流进样操作。进样器位于主机炉体上方左侧。见图四

4、 检测器

GC-8800 气相色谱仪检测器采用单元组合选配设计，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，最多同时安装三个检测器。见图四

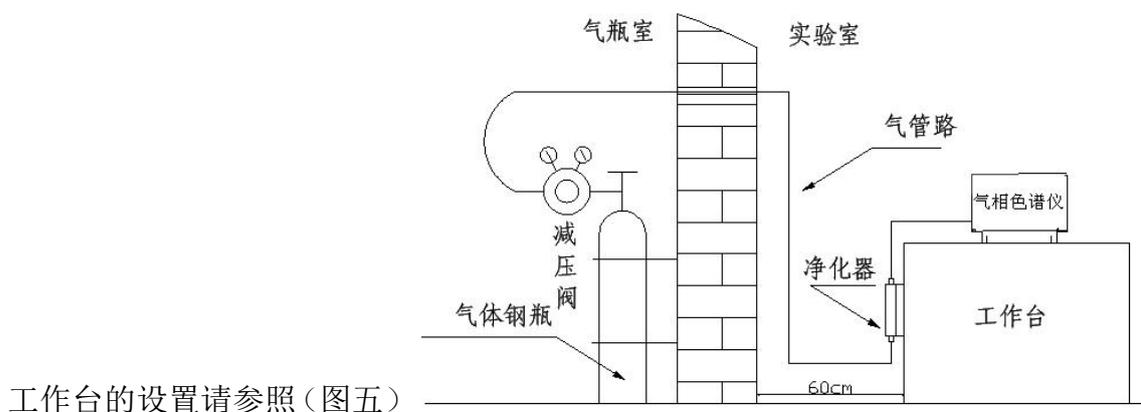


图四 进样器、检测器布置图

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，以便于放置积分仪、色谱数据处理等外围设备，工作台的背后应留有一定的间隙，以备于仪器维护保养。电源应有足够的功率。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。



工作台的设置请参照(图五)

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。气源部分一般不和仪器配套，需要用户自己准备。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，制造厂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）。

仪器允许使用化学、电解等工作原理生产的气体发生器、无油空气压缩泵等装置来提供仪器工作气源。但由于气体发生装置或空气泵产生的气体含水量一般比较高，特别是比较陈旧的气体发生装置使用时一定要格外注意，使用时一定要采取必要的防护措施，为此仪器配套了气体净化装置。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质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，降低仪器的稳定性或污染气路系统使仪器不能正常工作。

检测器	气 源	入口压力	纯 度
TCD	H ₂ 或 He	0.3MPa	99.999%
FID	H ₂	0.3MPa	99.995%
	N ₂ 或 He	0.4~0.5MPa	99.998%
	Air	0.3MPa	无灰尘、油雾、水份等

表一

2、 开箱

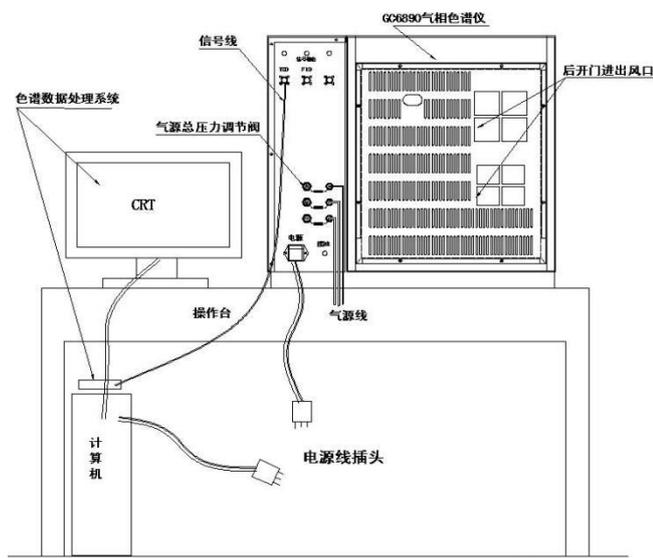
仪器到货以后，请及时检查仪器外包装质量，并对照发货单清点及检查数量的完整性。如发现外包装已破损或有配套部件遗失时，请不要立即拆箱或将仪器发回生产厂，要及时与运输部门取得联系，并通知生产厂的有关部门，以便及时妥善地处理或能够及时的索赔，使用户和生产厂双方的损失减至最小。

拆箱后请检查仪器外观质量，查看在运输中有无破损现象，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，请您及时将信息反馈到制造厂。以便于避免不必要的经济损失或延误您的工作。

3、 气路连接

仪器所有气源均通过Φ3mm的管路与仪器机箱后侧的气路入口相连接。气路箱入口标有气体的标志，其接头用M8×1的螺帽连接。操作TCD、ECD检测器只需准备载气管路，操作其它的检测器还需准备氢气和空气的管路。

仪器与气源相连接时，最好采用紫铜管或不锈钢管，为防止管路上油雾或其它化学残留物污染仪器气路系统，所使用的管路必须按下程序严格清洗之后，方可接入仪器。



仪器外部连接图

清洗方法:

(6) 用亚甲氯化物或丙酮清洁溶剂, 冲洗管路内壁。除去残油, 每米管路约用 150ml 溶剂, 除油后用无水乙醇脱附干净。

(7) 清洗后将管路卷绕, 放入烘箱中升温到 300℃, 同时通入氮气 30ml/min, 连续吹洗一小时, 待管路温度降低后, 封好端头, 装入专用袋中以防再次污染。其它的管路如尼龙管也可以使用, 但这类的管路不容易清洗干净, 易产生挥发物质, 影响仪器的稳定性能。而易老化容易出现漏气现象, 当使用氢气时, 发生漏气现象是十分危险的, 所以这一类的管路在使用中要注意经常性地检查、维护, 以防止泄漏事故的发生。

4、气路系统试漏

仪器出厂前, 所有的气路均进行了严格的严密性能试验, 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, 应及时更换。)等处。

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接触, 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控制阀;

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, 检漏污染气路系统。

系统气密性检查程序:

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。

打开气路箱侧板。

打开仪器后部的稳压阀, 让系统充氮气到 0.35Mpa, 然后关闭阀; 气体平衡 2 分钟后, 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。

5、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，以保护气瓶输出接咀不受碰撞或冲击。

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 20MΩ。

第二章 仪器操作

一、气源

气源是气相色谱仪载气和辅助气的来源。仪器一般使用的载气有氢气、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 检测器常用氮气作载气，在特殊情况下时也可用氢气。ECD 检测器一般用氮气作载气。一般载气选取用原则是：

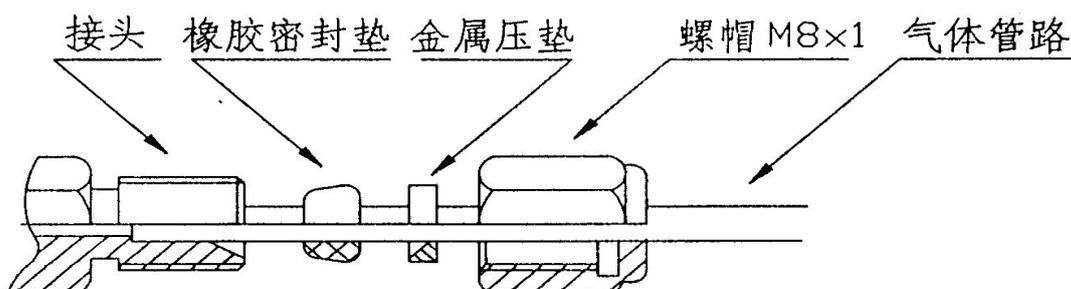
惰性气体（分析中不与样品或固定相发生化学反应），无腐蚀性、在 200~400℃ 范围内不分解：

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 $\Phi 3\text{mm}$ 管路接在仪器气路箱后面板的接头上，其接头螺纹采用 M8×1 公制螺纹，密封结构见图。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。



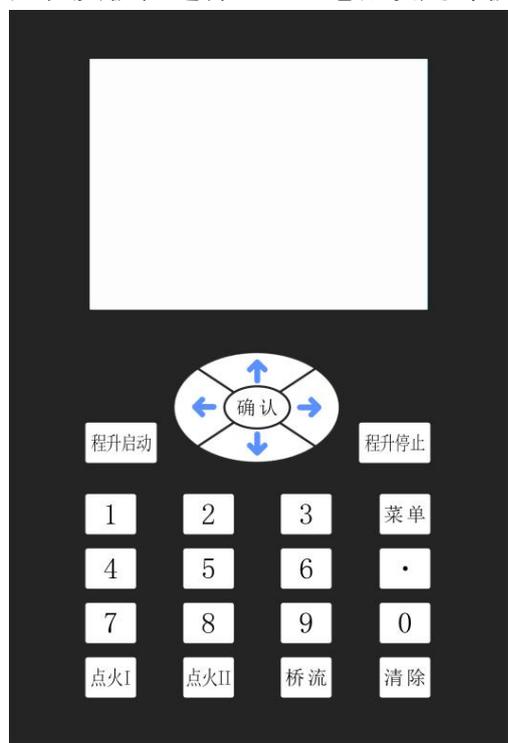
气路密封结构示意图

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。

二、键盘操作

微机温度控温、参数设置

温度是气相色谱分析的重要操作变数之一。它直接影响到色谱柱的选择性、分离及检测器的噪声水平和基线漂移。温度控制的基本原理就是使恒温箱散失的热量能及时地由适量的热源来补充，以保持设定温度的恒定。GC-8800 型气相色谱仪的微机温度控制器可对色谱柱箱、进样器、检测器等六路被控制对象进行设定温度范围、高精度的温度控制。由于本控制系统采用了先进的软、硬件技术和结构，故而性能可靠稳定，抗干扰性好及温度过冲小。除完成温控和程升外，还具有温度极限设置、温度保持实际温度、降温时自动打开柱箱后开门、断电数据保护等功能。该温度控制器还可对 FID 放大器的量程及极性选择、TCD 电流设定与极性选择显示实现微机化。



- 【启动】—程序运行启动键。
- 【停止】—程序运行停止键。
- 【菜单】—各种功能选择键。
- 【清除】—清除光标处的数字。
- 【▲】—向上移动光标。
- 【▼】—向下移动光标。
- 【▶】—向右移动光标。
- 【◀】—向左移动光标。
- 【0~9】—数字键。
- 【·】—小数点键。

打开电源开关，显示屏亮，仪器通过自检，数秒钟后显示图（1-1），当光标处于后面任一状态最下面时，按“0”可返回此界面。

●温度控制 文件0 准备中 15-01-01
00:00:00

柱箱	: 100	开	100	100	√
进样1	: 100	开	100	99.5	↑
进样2	: 100	关	100	50	X
检测器	: 100	开	100	105.8	↓
热导池	: 100	关	100	50	X
辅助炉	: 100	关	100	50	X

运行状态： 准备中
运行时间： 2.5
温度设置范围室温加 6度到400度

时间栏：时间显示
√表示处于恒温状态
↑表示升温状态
↓表示降温状态
X表示终止状态
实际温度
加热开关状态栏
目标温度
设定温度

此界面为温度控制界面，此时光标位于温度设定栏，如果将柱箱温度升温至 150 度，只需将光标移至柱箱的温度设定处，依次按下键盘上的《1》《5》《0》，然后按《OK》键，此时柱箱温度设定为 150 度，柱箱的目标温度变为 150 度，如果输入错误，将光标移到错误的温度处，重新输入即可。用同样的方法可以给进样器、检测器等设定温度。运行时间是从此次开机开始时到关机前的时间，下次开机，重新计时。

在设定温度时不要超过保护温度，温度超过保护温度，蜂鸣器报警。

●设置保护温度 文件0 准备中 15-01-01
00:00:00

柱箱:	400.0
进样1:	400.0
进样2:	400.0
检测器:	400.0
热导池:	400.0
辅助炉:	400.0

保护温度设置为正常工作温度上 10度

按《菜单》键后，光标移至程序升温栏，按《OK》，则如（图 1-6）0 状态为恒温状态（初温温度恒定状态）。程序升温阶数工 7 阶，恒温温度范围 0~400 度，时间范围 0~6000 分钟。

●用户配置 准备中 15-01-01
00:00:00

日期时间设置

05 年 01 月 01 日 00 时 00 分 00 秒

声音设置

键盘音= 10
报警音= 99

显示设置

亮度 = 10
对比度 = 99

语言选择

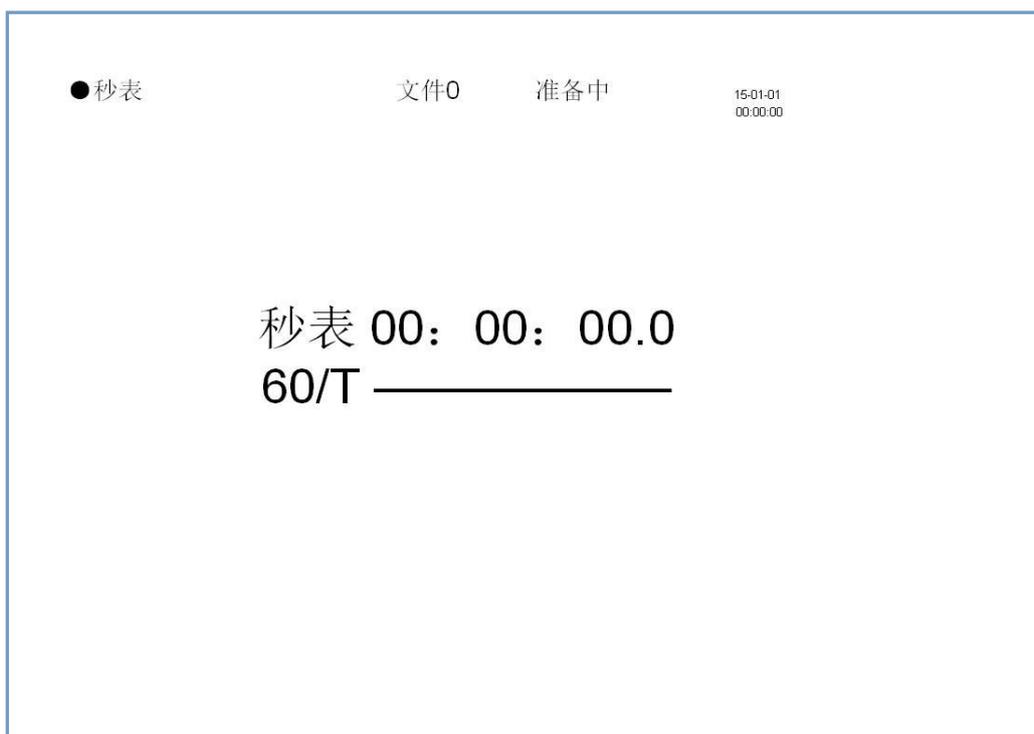
语言= 汉语

文件

文件号= 00

键盘音 0——99，0 声音最小，99 声音最大。

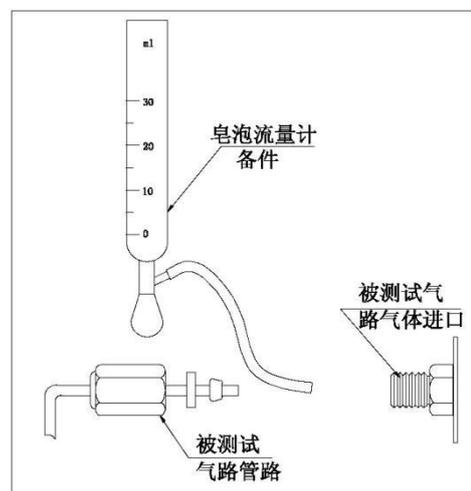
用户配置里设置日期时间、声音、亮度、语言、文件号，
键盘音的设置：0~99, 0 声音最小，99 声音最大 亮度设置：0~99, 0 最暗，99 最亮 对比度设置：对比度范围 0~99, 0 最小，99 最大，语言选择 0=汉语，1=英语，此时语言选择的是汉语。



此状态为秒表计时界面，第一次按《OK》开始计时，第二次按《OK》键停止计时，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《OK》键，清除计时时间。或者按《▲》开始计时，按《▼》停止计时，按方向键，清除计时时间。

三、流量测量

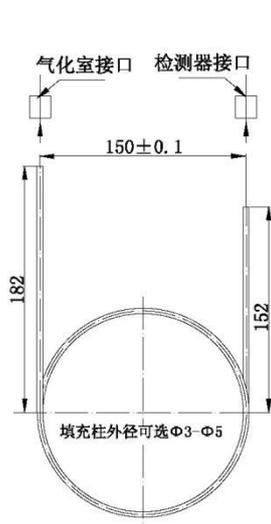
当对仪器气路控制系统有特殊要求时，可以用皂沫流量计重新校准气体流速。其测量连接方法图十。将皂膜流量计内装入发泡剂（发泡剂的配制可以用白猫洗涤剂配制，方法同检漏液），并接到所需测量的检测器接头上。为了减小测量误差，测量空气路的气体流量时，应选用较大的皂膜流量计通入气体后，用秒表测量皂膜由 0 点到 10 所经过的时间，以 ml/min 计算气体流量。为了避免污染气路，一定要注意流量计内部皂液的使用高度，以防止皂膜溶液从流量计流入气路。



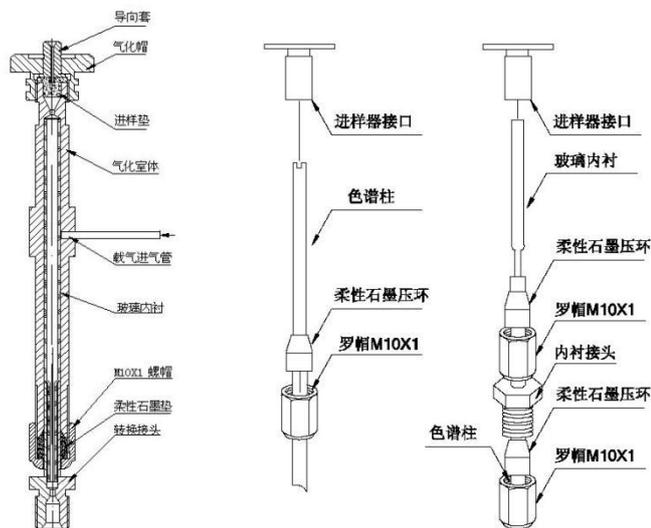
图十 流量测量示意图

四、填充柱的安装

仪器所配置的进样器、检测器接口（色谱柱的入口和出口）位于柱恒温箱的顶部，装有双气路系统或使用 TCD 检测器时，仪器最少要装配两根色谱柱。色谱柱的外观及柱开口尺寸见图十一。色谱柱的密封结构及安装方法见图十二。连接检测器、色谱柱、进样器的接头为 M10×1 公制螺纹。



图十一 填充柱外型尺寸图



图十二 填充柱安装图

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：

关闭仪器板右侧《电源》开关。

打开柱箱门（若已经加热，应让柱箱内部自然冷却至室温，以免发生烫伤事故。），新的仪器要先取下进样器、检测器密封螺帽。

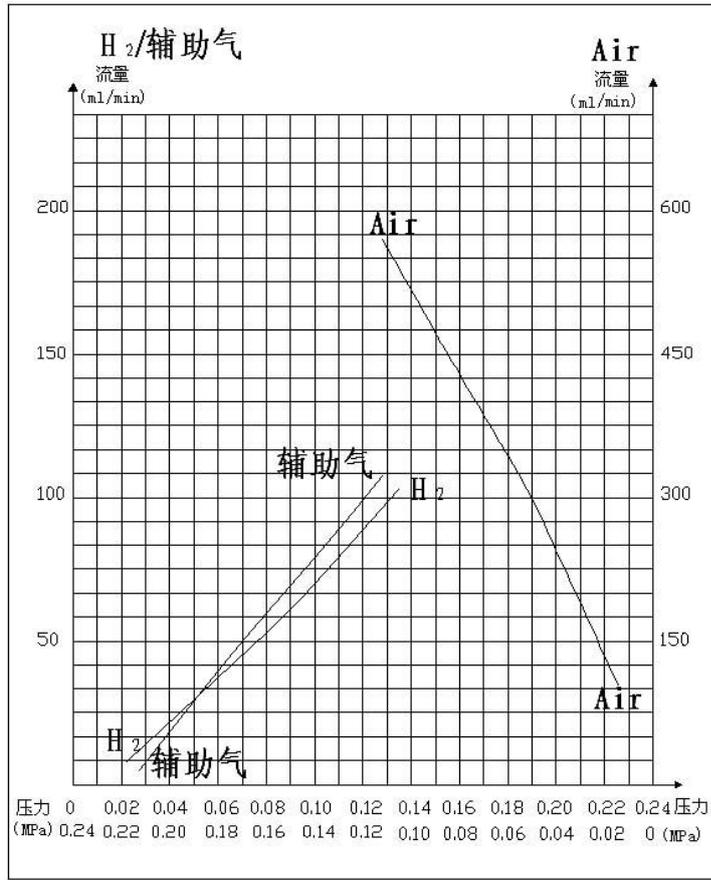
将活化好的色谱柱或测试柱装上螺帽及密封垫圈后，沿进样器和检测器的内孔一直插到底，其顶部尽量不留有间隙，并旋密封螺帽。

重新旋下进样器散热帽，更换进样隔垫。

色谱柱接头处检漏试验。

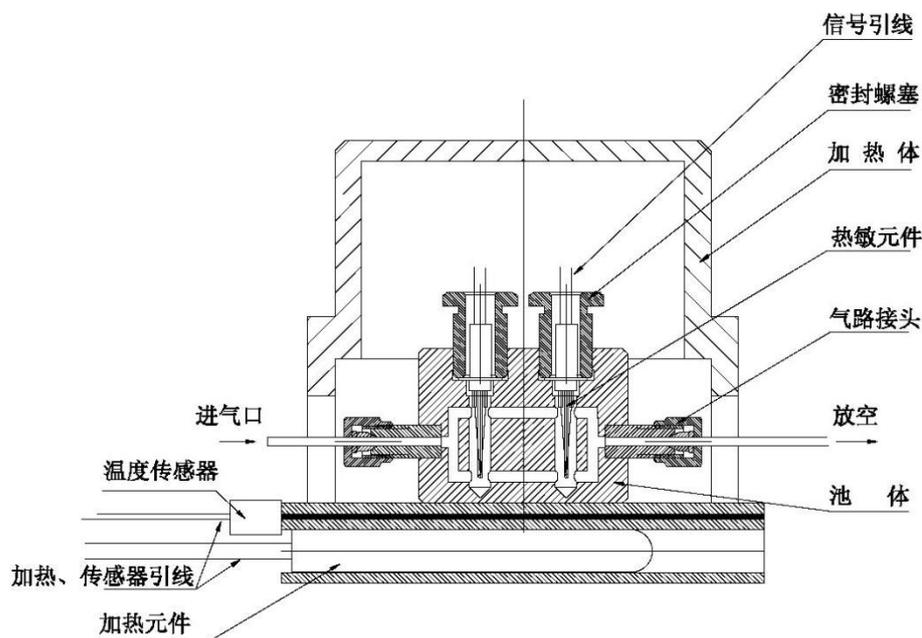
金属柱一般配用不锈钢螺帽、黄铜或石墨密封垫。金属密封垫密封性能比较好，且使用的寿命比较长，石墨压环使用比较方便密封，但在装柱时，压紧帽不可旋的过紧，以免压环失去密封作用。

玻璃柱一般使用的柱温比较低，配用黄铜的螺帽就可以了。密封压环常采用硅橡胶或石墨材料。装柱时不可用力过猛，若柱的开口误差太大，应更换。如果差的不太多，装配时可以轻轻地松开一点检测器或进样器恒温箱的固定螺钉，待色谱柱装好以后，再重新将上述螺钉固定好。装配玻璃拧紧密封螺帽要格外小心，不要用扳手拧的大紧，只要能保证密封性就可以了。以免升温或柱管应力变化发生断裂。



图十三 气体压力流量曲线图

第三章热导池检测器 (TCD) 的安装与使用



热导检测器

热导池检测器采用半扩散式结构, $100\ \Omega$ 钨钨丝, 恒流源供电, 具有断流热丝保护功能。热导池检测器结构如图十五。

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, 将管路的残留气体赶出, 以防止钨钨丝氧化。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、仪器不能放置在出风口处; 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, 应先关电源, 等到热导检测器温度降至 100°C 以下进, 再关气源, 这有利于钨钨丝使用寿命。
- 7、在灵敏度足够的情况下, 应尽可能降低桥电流使用, 这样可提高仪器稳定性, 增加 TCD 使用寿命。
- 8、高温分析后, 需拆下色谱柱时, 一定要等柱温降到 80°C 以下, 方可拆卸下色谱柱, 以防止损坏柱接头。
- 9、使用不同载气, TCD 检测器不同温度时, 桥电流 (mA) 允许值如下:

	100°C	150°C	200°C	250°C	300°C
H_2	200	175	150	100	75
N_2	125	100	75	50	25

二、使用方法:

- 1、检查热导气路连接是否正确。
- 2、先通载气: 调节载气稳流阀, 并在热导放空口实际测量柱后流速, 两出口的流

速应保持平衡。

3、选择设定柱室、汽化室及热导池检测器加热温度，启动加热。

4、待恒温后（准备灯亮），用**检测器键**设置桥流，加桥电流时，应在检测器参数一屏中，在桥电流开关处按**0**键，方可加上。另外，GC-8800 气相色谱仪带有断流保护功能，即在载气入口压力小于 0.15mPa 时，自动断开桥流，停止加热。防止烧坏铼钨丝。

5、打开数据处理设备，用仪器右后面板上的**调零**旋钮将基线调至 3mV 以内，待基线稳定后即可进行分析。

6、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 100℃，汽化 100℃，热导检测器 100℃，桥流 165mA，样品苯，进样量 0.3 μL。

稳定性：，165mA 桥流，基线漂移 ≤ 0.2mV。

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

A- 峰面积 (mV·min)

F_c-载气流速 (ml/min)

W-进样量 (mg)

例如：苯峰面积 1080mvs(=18mv min),柱后流速 50ml/min,进样 0.3ul, 苯比重 0.88。

$$S = \frac{18 \times 50}{0.88 \times 0.3} = 3409 \text{mv} \cdot \text{ml/mg}$$

三、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) 四臂铼钨丝元件严重不对称，将热导池检测器和电气部分的焊片压线取下后测量四下臂阻值，相差应小于 0.5 欧姆。
- (4) 热导池铼钨丝有一臂与池体短路，可检查铼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。

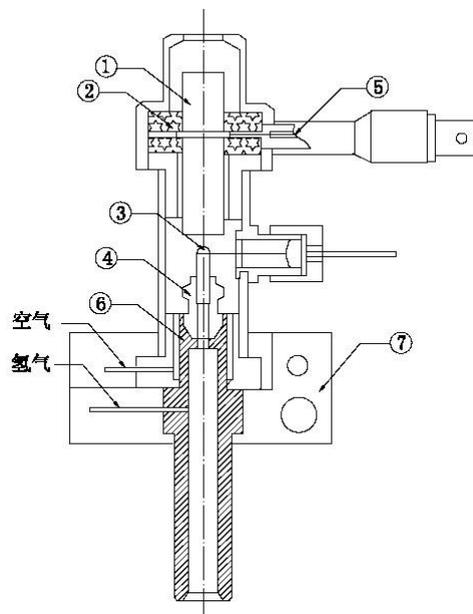
第四章氢焰检测器 (FID) 的安装和使用

一、氢焰检测器 (FID)

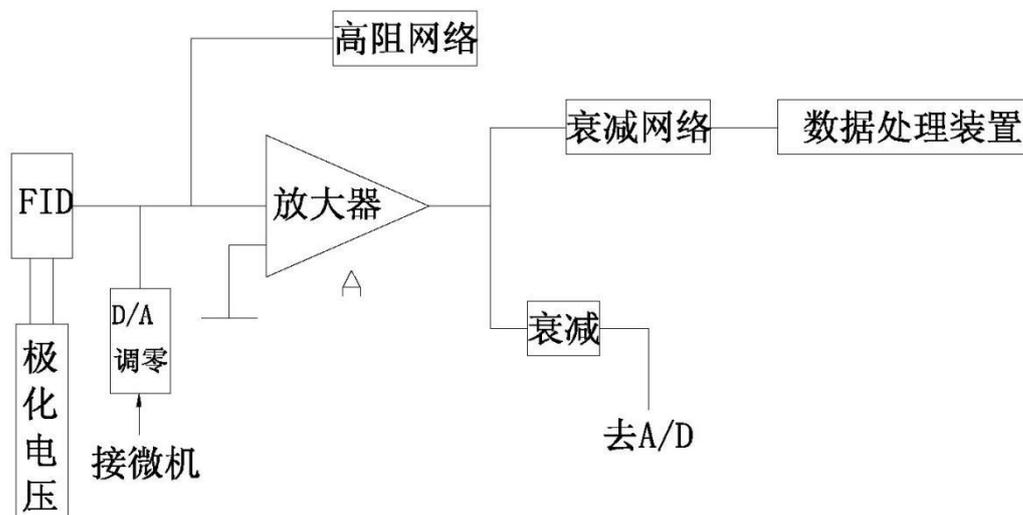
GC-8800 氢焰检测器结构如图十六所示:

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

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



二、FID 微电流放大器电原理方框图



三、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:

(1) 载气: N_2 , 减压阀开至 0.35Mpa, 把稳流阀全打开, 调节稳压阀, 使压力表指示在 0.25Mpa, 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 0.35Mpa, 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 N_2 、 H_2 和空气三种气体, 同时调节到适当的流速上。注意: 点火前首先把 H_2 流速调至压力表指示为 0.15Mpa 左右, 点火后再缓慢调至所选定值上。

N_2 、 H_2 、空气流速读取:

N_2 流速通过面板压力表显示。

H_2 和空气流速可从仪器流量曲线图中查得。

N_2 流速和 H_2 流速比值一般为 1: 0.95, H_2 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 $40^{\circ}C$, 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 H_2 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 H_2 , 否则会造成柱室里充满氢气, 开机后会引起爆炸, 一定当心!

四、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气化室载气端口, H_2 气路管连接到检测器 H_2 端口, 空气气路管连接到检测器空气端口。

2、 通气, 利用各自的调节阀, 将 N_2 、 H_2 、空气调至适当的流速, 氮气一般选用 25-60ml/min, H_2 : 25-60ml/min, 空气: 350-550ml/min。

3、 打开“电源”开关, 选择合适的灵敏度档, 使数据处理设备选择合适的量程, 等待基线稳定。

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, 可加大 H_2 流速, 在氢焰出口处, 利用电子打火手枪点火, 点火后将 H_2 流速恢复原值。基线偏离时, 再用仪器右后面板上的“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 的敏感度及稳定性测试。

例: 分析样品万分之五(苯/ CS_2)。测试条件: 汽化室温度 $120^{\circ}C$, 检测温度 $100^{\circ}C$ 。柱温 $80^{\circ}C$ 。载气 (N_2): 30ml/min, H_2 : 28ml/min。空气 550ml/min。色谱柱同 TCD, 放大器灵敏度选 10^3 档, 进样量 0.3 μ l。

稳定性:

在基线稳定后的情况下, 一小时后的基线漂移 $\leq 0.2mV$ 。

敏感度 D_t

计算公式:

$$D_t = \frac{2N \cdot W}{A} \quad g/s$$

式中：N—实测噪音 (mv)
W—苯的进样量 (g)
A—峰面积 (mV.S)

如实测：峰面积 600mV.S, 噪音 0.02mv。

则

$$D_t = \frac{2 \times 2 \times 10^{-2} \times 5 \times 10^{-4} \times 0.88 \times 0.3 \times 10^{-3}}{600} = 0.8 \times 10^{-11} \text{g/s}$$

五、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，记录设备信号无法调零。

(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) 放大器故障

第五章 毛细管柱安装与使用

一、概述

本毛细管进样系统，适用于在 GC-8800 气相色谱仪器上安装使用，可安装大、小口径玻璃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，系统在检测器、进样器内部分别配置不同的玻璃内衬管或专用接头。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，系统增加了隔膜清洗功能，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。进样器结构见图十八。

8、 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，将载气和经气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。进入色谱术内的混合气体，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。

9、 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。

10、 流量控制系统

GC-8800 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、柱前载气压力调节阀、分流气调节阀、隔膜清洗气调节阀、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。其安装方法见气路安装部分。

其中稳压阀的作用是：调节经过毛细管的载气流量。压力表指示色谱柱的柱前压力，针形阀用来调节各自的气体流量，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（冷阱内部装有高分子多孔小球和分子筛过滤器）。检测器补充气体由仪器辅助气气路提供。

11、 技术参数

进样器：

材料：不锈钢

进样方式：分流或不分流

进样器：不锈钢

色谱柱密封：石墨压环

进样器隔膜：硅橡胶

12、分流范围：10：1~1000：1

玻璃内衬管：硼硅酸（耐热玻璃）

规格：外径 $\phi 5$ 进样器最高使用温度：400℃(以 0.1℃增量任设)

二. 毛细管色谱柱使用要求

玻璃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多种规格型号毛细管气相色谱柱。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商的技术资料。

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，用玻璃刀在距柱端 2~3 厘米处划一下，然后折断密封头。此方法断头平整且光滑。

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，应对柱子进行烘烤老化处理。

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，这种轻微的漂移并不再有改进。

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秒钟内进行。对于最佳的操作样品应含1~10ng的主要组分，含50ng以上的样品组分不适用玻璃毛细管柱分析。

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。

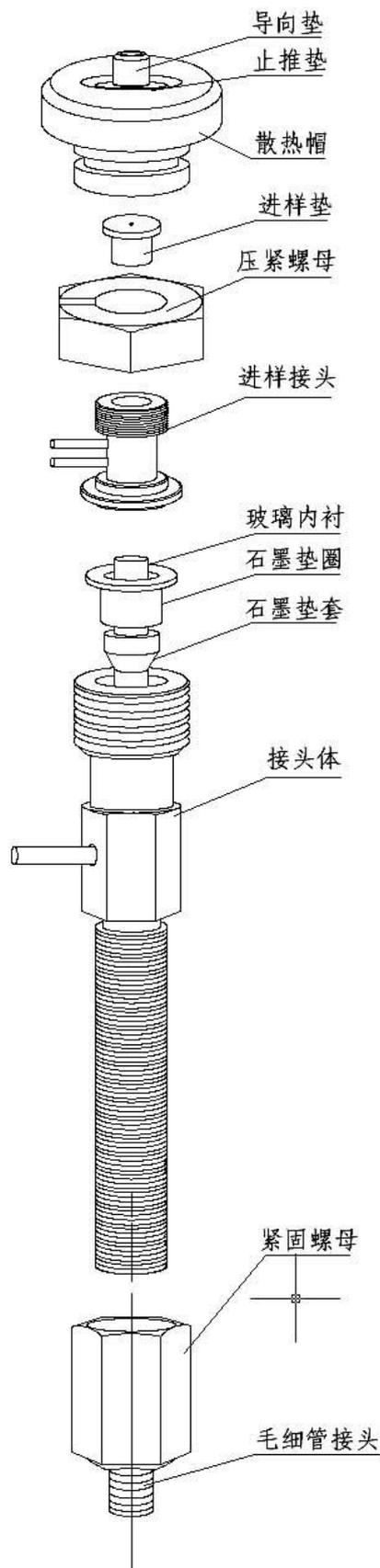
三、安装

(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。其进样器结构见图二十。当进样器出现非正常现象，或需清洗玻璃衬管及其它零部件，必须拆卸进样器时，其操作顺序如下：

1、拆卸

- a、用扳手旋松并上提压紧螺母；
- b、当压紧螺母完全脱离后，与散热帽、进样接头等一同上移，并就近放置在气化室保温盒上部；
- c、用镊子将玻璃内衬、石墨垫圈和石墨垫套一并取出接头体；
- d、将玻璃内衬从石墨垫圈和石墨垫套中取出；



毛细管进样器结构图

2、安装

- a、安装毛细管柱接头，并拧紧，以免漏气；

b、检查玻璃衬管的外观质量，若有裂纹，应及时更换。更换时，将石墨垫圈、石墨垫套按原顺序套入玻璃衬管上，与玻璃内衬管一起装入进样接头体。参照图二十一沿箭头方向压到底，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；

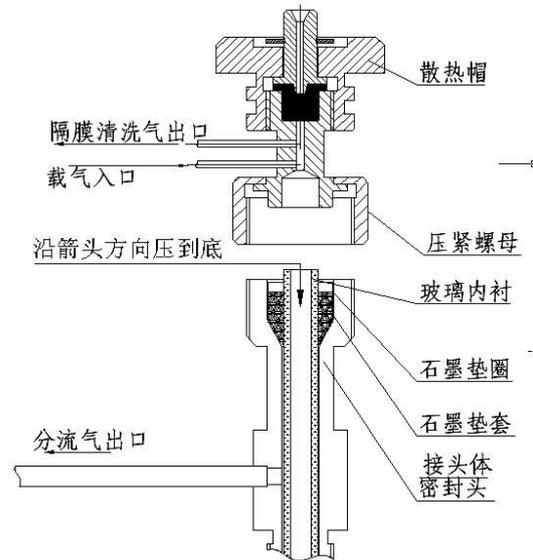
c、安装隔膜清洗器体即进样接头，参照图十九，将带有载气气路管和隔膜清洗气路管的散热帽、进样接头等，下端对照下接头体圆孔，气路管方向保持与进样器垂直；

d、安装并旋转压紧螺母。安装以前要检查石墨垫圈的质量，以免进样器装配以后有漏气现象产生；

e、用扳手拧紧压紧螺母；

f、进样器安装以后，应封闭各出气口，能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。



玻璃内衬与隔膜清洗器安装图

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。

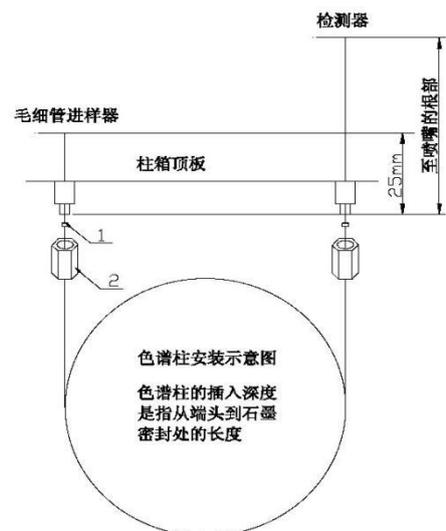
- 为防止烫伤，更换进样器内部零件一定要等进样器内部温度降低以后进行。

(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单位，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辅助气提供，气路连接方式请照气路流程图。毛细管色谱柱其内径只有 0.1~0.5mm，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。



毛细管柱安装图

(四)毛细管柱固定架的使用

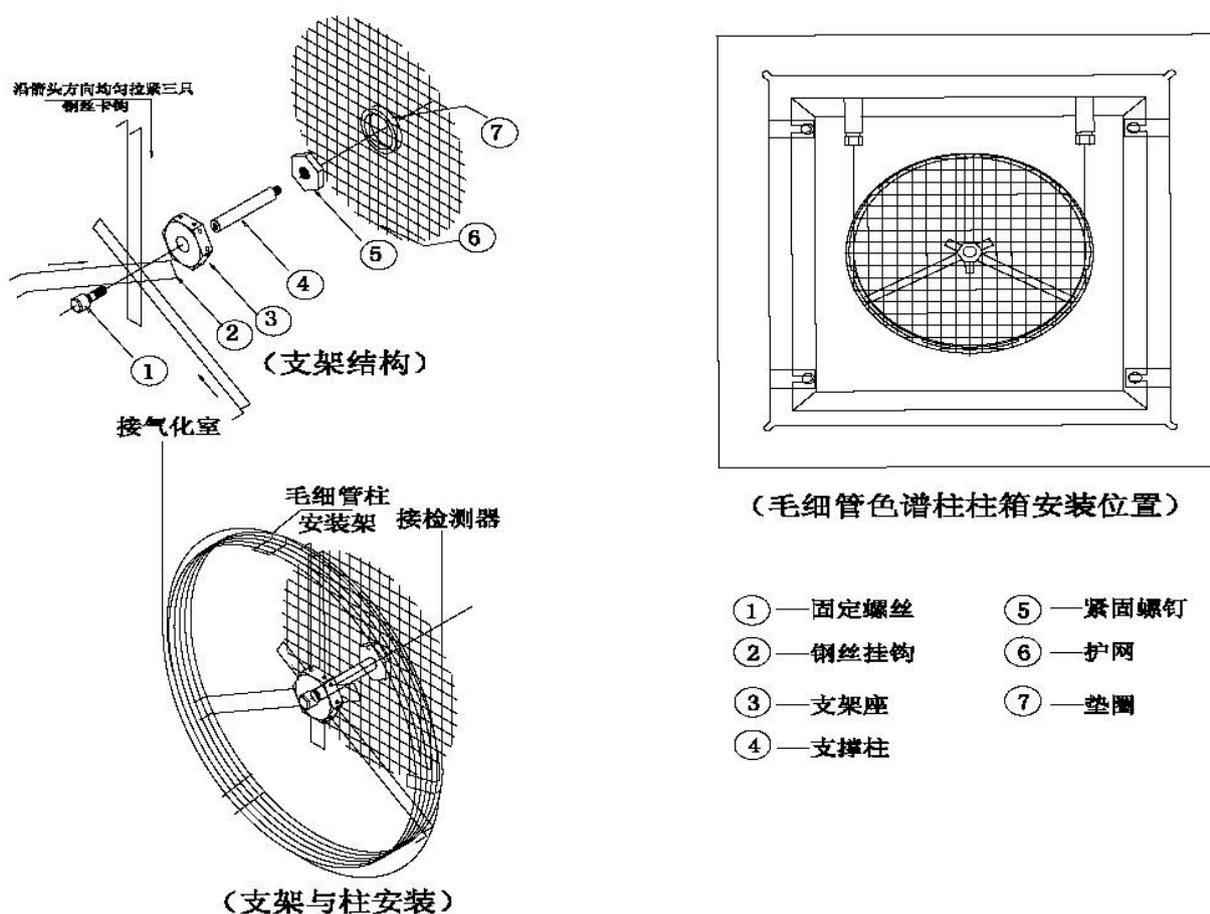
毛细管色谱柱一般使用的长度比较长，一般均缠绕在圆形的弓架上。安装或使用过程中稍不注意，就会产生折断。为了便于安装和在柱箱内合理固定毛细管色谱柱，仪器设计了毛细管色谱柱专架。毛细管柱支架安装示意图。

(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。参见图二十二。

1、接进样器

- a、按顺序在柱端头上套入柱接头螺母、石墨垫套、石墨垫；
- b、测量柱端头入深度 25mm，插入进样器；
- c、将紧柱螺母，并拧紧到不漏气；
- d、通入载气，从到检测器的柱头测量载气流量。



毛细管柱支架安装示意图

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入柱接头螺母、石墨垫套、石墨垫；
- b、检测器毛细柱端头插入深度 75mm，插入检测器，小口径毛细管柱可插入喷嘴内部，即插到喷嘴前端平头后，向下回抽 2mm 左右；
- c、安装并旋转禁固螺母，用手拧紧至不漏气；

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；
- 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；
- 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 3 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

毛细管进样器系统有两种工作方式：分流和不分流方式。

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。

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。

第六章 常见故障排除

症状	原因	排除方法
不规则地出现尖细毛刺	柱与检测器衬管密封处漏气； 柱插插入深度不合适； 检测器火焰喷咀脏； 电源电压波动。	重装柱； 重装柱； 清洗检测器喷咀； 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。	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；
出现严重的鬼峰	系统污染； 玻璃内衬管污染； 载气气路污染。	老化系统； 清洗玻璃内衬管； 在载气路增加过滤器