

SP-7850 气相色谱仪

使 用 手 册

上海纳析仪器有限公司

目 录

第一章	概述.....	1
第二章	整机结构及安装.....	5
第三章	微机控制系统及键盘操作.....	8
第四章	热导池检测器的使用及注意事项.....	13
第五章	氢焰检测器的使用及注意事项.....	16
第六章	故障及维修.....	19
附 页	23

第一章 概 述

非常感谢你们选购 SP-7850 气相色谱仪,使用前请认真阅读本技术手册!

SP-7850 采用了中文大屏幕 LCD 显示器的新型气相色谱仪。该仪器吸收了国内外同类产品的先进技术,通过键盘设定各种参数,机内具有掉电保护、超温保护、“0℃”保护、断气保护、电子自动点火等功能。具有稳定可靠的性能、简洁合理的结构、简单方便的操作、扩展能力及强等优点,具有独特的柱室跟踪升温功能。其配置为双氢焰离子化检测器(FID)、热导池(TCD)检测器,及甲烷转化炉。

该产品已广泛应用于石油、电力、煤炭、化工、高等院校、科研等部门。

一、仪器正常工作条件:

- 1、环境温度: 0~30℃。
- 2、相对湿度: 低于 85%。
- 3、周围无强电磁场干扰,无腐蚀性气体。
- 4、安置工作台应稳固,不得有强烈振动。
- 5、供电电源: 交流 220V±10%, 50Hz±0.5Hz。
- 6、电源消耗功率: 约 2KW

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℃~400℃ (设定温度增量 1℃)
- 控温精度: 在 200℃以内 为±0.1℃

- 指示温度与设定温度之间偏差不大于 0.5℃
- 实际温度与指示温度之间偏差不大于 2%
- 最大加热功率 1500W
- 感温元件采用 PT100 刚玉瓷铂电阻

(2) 氢焰检测室温度:

- 控温精度: 在 200℃ 以内为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$

最高使用温度 400℃。

- 采用卧式加热、两只 100W 内热式不锈钢加热棒
- 感温元件采用 PT100 刚玉瓷铂电阻

(3) 热导池检测器温度:

- 控温精度: 在 200℃ 以内 为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$

最高使用温度 400℃。

- 采用立式圆形加热、两只 100W 内热式不锈钢加热棒
- 感温元件采用 PT100 刚玉瓷铂电阻

(4) 转化炉温度:

- 控温精度: 在 200℃ 以内为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$

最高使用温度 400℃。

- 采用卧式加热、两只 100W 内热式不锈钢加热棒
- 感温元件采用 PT100 刚玉瓷铂电阻

2、热导池检测器

(1) 灵敏度: $S \geq 5000 \text{mv} \cdot \text{ml}/\text{mg}$ (苯, H_2)

(2) 噪 音: $\leq 0.02 \text{mv}$

(3) 漂 移: $\leq 0.1 \text{mv}/\text{h}$

(4) 内置前置放大

(5) 半扩散型、 100Ω 四臂钨钨丝

(6) 恒流源供电方式

3、氢火焰离子化检测器

(1) 检测限 $M \leq 2 \times 10^{-12} \text{g}/\text{s}$ (苯/二硫化碳)

(2) 噪 音: $\leq 5 \times 10^{-13} \text{A}$

(3) 漂 移: $\leq 5 \times 10^{-12} \text{A}/30 \text{min}$

(4) 全收集极型、刚玉喷嘴

(5) 铂金点火丝

4、仪器尺寸及重量

(1) 主机尺寸: 610 (宽) \times 460 (高) \times 470 (深)

(2) 重 量: 约 60kg

三、仪器可选外围设备及附件:

1、记录器:

专用色谱数据工作站 (需配微机)

2、气 源:

(1) 氮气钢瓶及减压器 (99.99%以上纯度氮气); 氢气钢瓶及减压器 (99.9%以上纯度氢气), 或氢气发生器; 空气钢瓶及减压器 (干燥无油), 或空气发生器。

四、安装前的准备工作：

1、安装前的准备

(1) 工作室与工作台。工作室周围不应有易燃、易爆的气体以及强大的电磁场和电火花干扰，保持室内空气干燥并通风良好。工作台面应水平、稳固，不得有强烈振动。

(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 2KW，电源电压应稳定，否则应加 3KW 以上的调压器，电源接线盒应接触可靠。

(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。

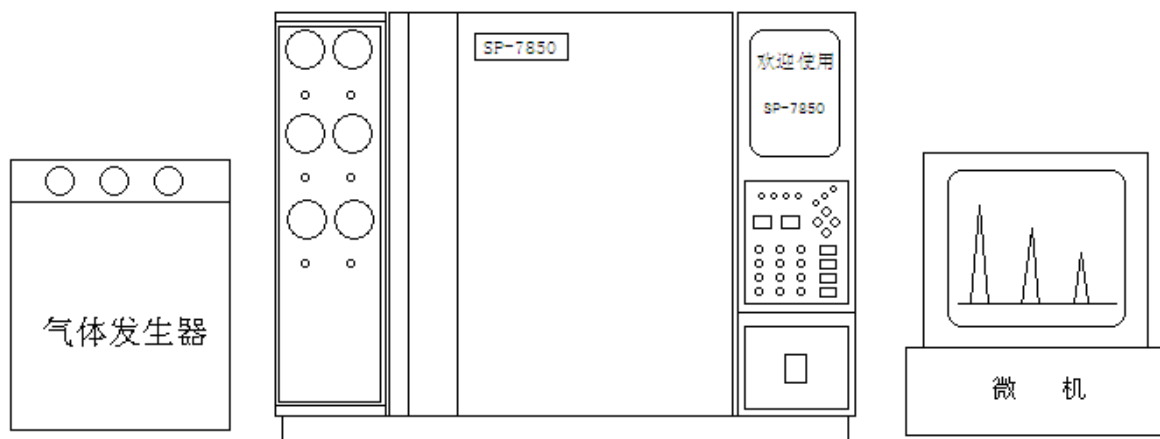
(4) 气源与气路管道：本仪器对三种气源所需压力：氮气 0.4Mpa，氢气 0.25MPa，空气 0.3MPa，须使用高纯惰性气体及纯净空气。使用高压钢瓶，应先熟悉高压钢瓶的资料，再动手操作，气瓶应放置牢靠。

2、开箱检查，按装箱单清点仪器及附件。

第二章 整机结构及安装

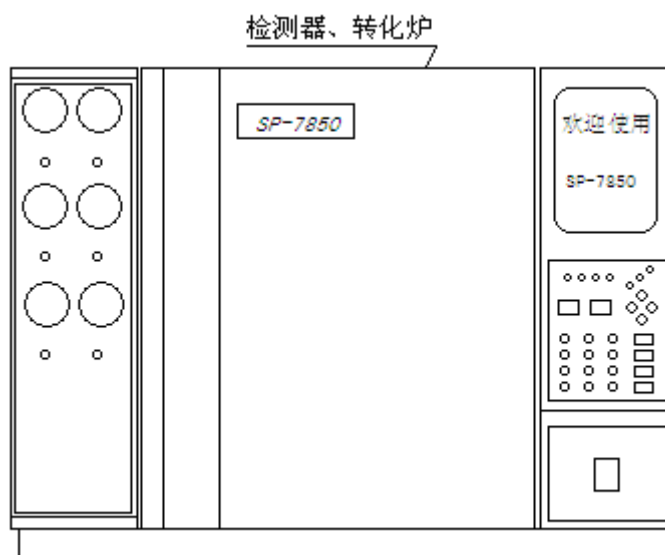
一、 整机结构：

SP-7850 气相色谱仪是由主机、专用色谱数据工作站）、气源（发生器或钢瓶气）组成（附下图）。

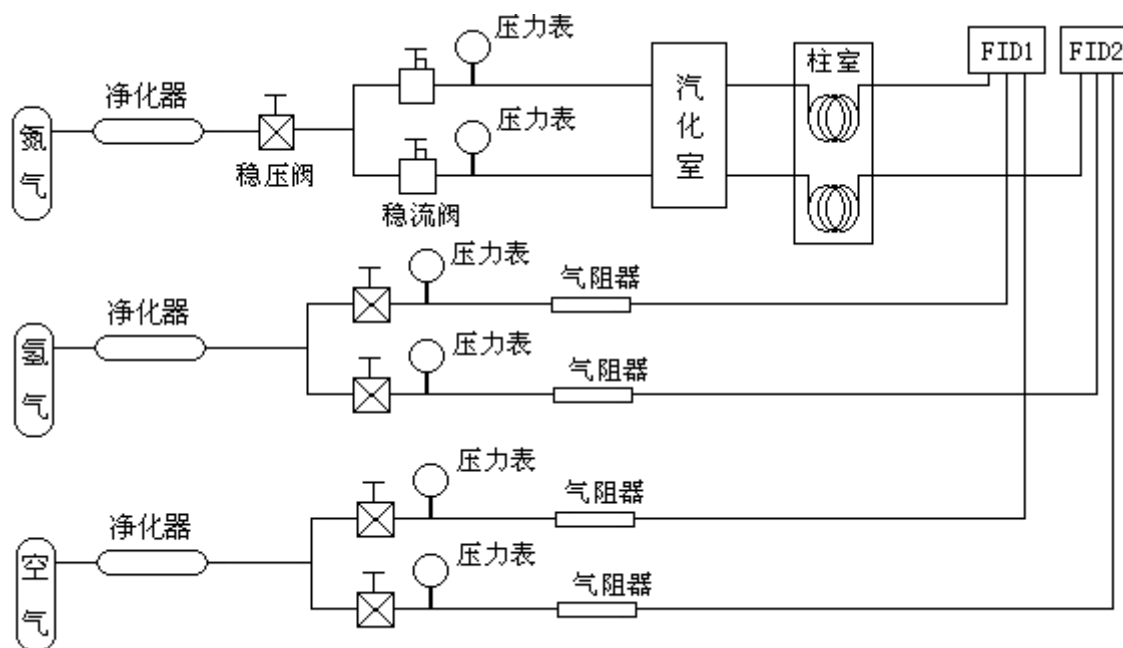


1、主机结构

主机由三部分组成：左边为气路控制单元，中间为主机、柱室、检测器、转化炉部分，右边为微机温控制单元（附下图）。



(1)气路部分：载气由稳流阀调节，压力表显示稳流阀出口压力，稳流阀前均有稳压阀，稳压阀出厂前已定值，用户不用调节。氢气，空气均由稳压阀调节，采用了气阻器及压力表显示方式。（附下图）。



(2)柱室：大容积柱室可方便安装不锈钢填充柱。由大口径扇叶，电炉丝，铂热电阻，不锈钢室体组成。采用了耐高温低噪音电机，运行平稳震动小。

(3)检测器布局：本仪器柱室、氢焰检测器、热导检测器及转化炉均独立控温，柱室正上方为进样口，左边为热导检测器，右边为氢焰检测器，氢焰检测器后面为转化炉。

二、整机安装：

1、用万用表电阻档测量仪器的绝缘，即测量主机电源插头对机壳绝缘都要大于20MΩ。

2、气路安装：将装好减压阀的钢瓶接上净化器，用附件箱的气路管，连接在仪器进气接头上，连接后将接头用肥皂水严格试漏，确保不漏气，再进行下一步操作。使用氢气时一定要杜绝外界火源。（**一定要注意载气、氢气、空气顺序！**）

3、连接地线：主机接地端、电脑主机的金属部分连接在一起，然后与大地线牢固相连，应确保接地良好。

4、需要安装净化器（选购）时，将活化好的 5A 分子筛装入净化器，连接之前应严格试漏。使用时应先通一下气流，将 5A 分子筛的粉末吹出，防止进入气路损坏阀门。若发现两头堵塞不住，应重新堵好。使用一段时间，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，然后冷却到室温时，迅速装入净化器，两头堵好再使用。

第三章 微机控制系统及键盘操作

SP-7850 气相色谱仪的微机控制系统采用高集成电路结构，一块电路主板上集合了精密电阻采样及 A/D 转换、单片机系统。到各执行部件用排线连接，有利于系统的稳定、安装及检修。系统采用了先进的软、硬件技术，因而性能稳定可靠，抗干扰性能极好。

微机控制器对色谱柱室、氢焰检测器、热导检测器及转化炉的温度进行高精度控制。实现了断气、超温、“0℃”保护并显示故障原因；实现了氢焰放大器的灵敏度和热导控制器的桥电流设定；实现了所有参数的断电记忆；实现了柱室跟踪升温功能，真正实现了微机智能化。

一、面板与键盘



二、键盘显示介绍

1、功能键：

运 行	键，用于启动加热，当检测到载气压力太低或其它故障时，切断加热继电器，关闭热导桥电流，报警灯亮，蜂鸣器报警提示。当故障原因排除后加热继电器自动恢复接通。
停 止	键，用于停止加热，同时关闭热导桥电流及程序升温程序停止。
参 数	键，用于设定各温度参数、检测参数、程升参数。
高 压	键，用于火焰光度检测器的高压电源通断。
点 火	键，用于氢焰检测器点火。
桥 流	键，用于开启或关闭热导桥电流。
程 升	键，用于启动或停止分析时间程序。
调 零	键，配合左右方向键同于放大器的零点调整。

上下方向键，用于设定参数时的换位。

2、数字键：

“0~9”共十个数字键，用于设置温度、检测、参数等参数。

3、仪器面板上共有 7 个指示灯，各指示灯意义：

加热灯：此灯亮表示处于加热运行状态。

恒温灯：当已设定每路实时温度，均处于相应设定温度的 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 以内时，恒灯亮。（当某一路设定温度为 0°C 时，认为该路已恒温）。

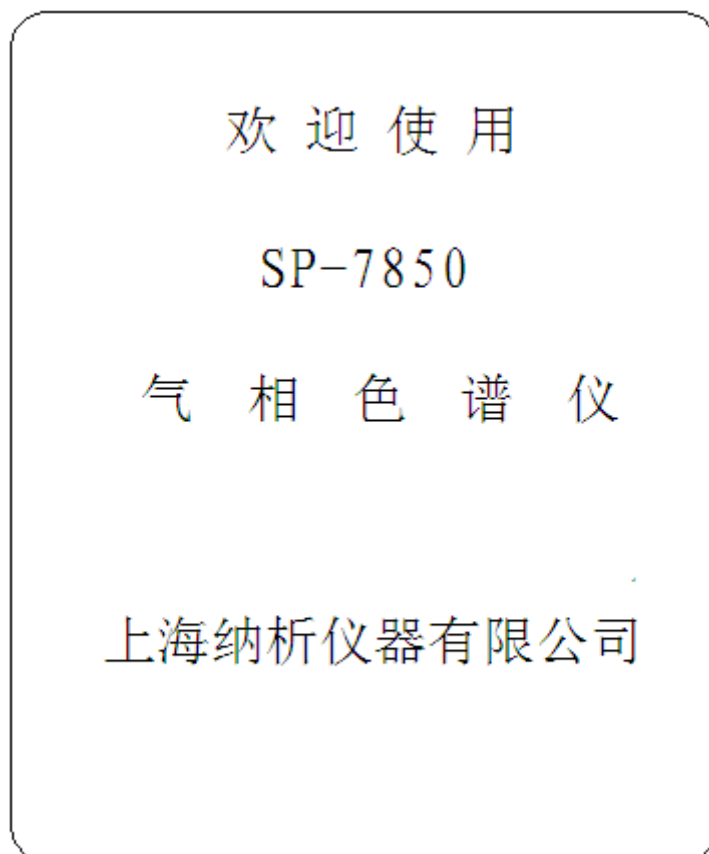
报警灯：当任一路实际温度超过相应设定温度（设定不为 0°C ） 15°C 以上或载气压力太低等故障时切断加热电源停止加热，报警灯亮并蜂鸣器报警示。

桥流灯：此灯亮表示热导检测器桥流已打开。

初温灯、升温灯、终温等：此灯亮表示仪器处于程序升温不同状态。

三、开机

SP-7850 气相色谱仪各室温度参数、时间参数、检测器参数均由键盘设定，汉字和数字显示，各参数具有记忆功能。打开电源总开关，仪器显示器显示：



表示自检完成，微机工作正常，可以进行键盘操作。

四、键盘操作：

1、参数设置：

按 参 数 显示：

温 度 参 数	
设定 (°C)	实时 (°C)
柱室=XXX	[XXX. X]
氢焰=XXX	[XXX. X]
热导=XXX	[XXX. X]
转化=XXX	[XXX. X]
运行状态：正常	

检 测 参 数	
灵敏度 I =X	点火时间=X
灵敏度 II =X	热导桥流=XXX
桥流状态：关闭	

此后配合方向键、数字键设置各参数。

温度最大设置 400 度。灵敏度 1、灵敏度 2 为氢焰灵敏度档，仅可设置为 3 或 4。

点火时间最大设置 9 秒，1 秒为增量。热导桥流最大设置为 200mA，1mA 为增量。时间参数不能设置为零！

点火时间设置用于控制氢焰点火丝加电流的时间，利于氢焰检测器点火。在点火可靠的前提下，尽量设置短，这样有利于延长点火丝寿命。

2、恒温操作：

设置好各参数后，按运行键即可。

注意：

- 当载气没有打开或载气压力太低时，或者仪器运行期间出现断气时，或者四室（柱室、氢焰检测室、热导检测室、转化炉室）温度同时出现相同故障和不同故障时，此时报警灯闪烁，蜂鸣器断续蜂鸣提示，并切断加热电源，关闭热导桥电流。

- 在升温过程中，有可能造成恒温灯短时点亮，只有各室温度稳定后，恒温灯才一直亮着，才可以进行分析。

3、停止加热：

按停止键，停止加热，所有指示灯熄灭，切断热导桥流，但保留设定参数。

4、桥流操作：

在正常状态下按此键打开热导桥电流。指示灯即可点亮，。当检测到载气压力太低或其它故障时不能接通热导桥电流，蜂鸣器报警提示。

5、程升操作：

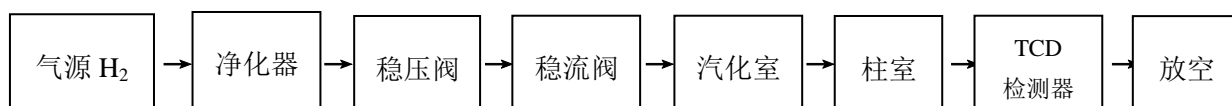
在程升参数设置好后，当加热到恒温状态，按程升键即可进行程序升温操作。

SP-7850 气相色谱仪具有掉电参数保护功能，温度参数、检测器参数一旦确认后，不受关机掉电影响，下次开机后，只须按运行键即可。

第四章 热导池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，四臂 100 欧姆铼钨丝，恒流源供电，内置前置放大。

一、热导检测器的气路流程：



二、使用注意事项：

- 1、该仪器采用了不通气和断气保护功能，既在不通气的前提下各室温度无法升温，热导桥流也无法打开，即保护了色谱柱也保护了 TCD 的铼钨丝不被烧坏（国内首创）。
- 2、载气中应无腐蚀性物质，注意气路净化。
- 3、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。
- 4、不能用气体直接吹热导检测器，或有较大的气体流冲击。
- 5、不允许有强烈机械震动。
- 6、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。
- 7、如果停机，应先关电源，等到热导检测器温度降至 80℃ 以下时，再关气源，这有利于铼钨丝使用寿命。
- 8、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。

9、做完高温分析后，需拆柱时，一定要等柱室温度和热导检测器温度降到 80℃ 以下，方可卸下色谱柱，以防止损坏柱接头丝扣及钨钼丝氧化。

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

11、使用不同载气时，不同温度下，桥电流允许值如下：

桥流载气 \ 温度	100℃	150℃	200℃	250℃	300℃
氢气	200mA	175mA	150mA	100mA	75mA
氮气	125mA	100mA	75mA	50mA	25mA

三、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、打开电源开关，选择合适的桥流(见第三章)。
- 3、设定柱室，汽化室及热导温度(见第三章)，启动加热。
- 4、待恒温后(恒温灯亮)，打开记录仪（色谱工作站），将基线调至 0.5mV 处，待基线稳定后进行分析。

5、灵敏度及稳定性测试

测试条件：色谱柱：5%SE-30, chromosorbw, Aw, 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 175mA，样品苯，进样量 0.3ul。

①稳定性：

色谱工作站置于适当量程，175mA 桥流时，基线漂移 $\leq 0.15\text{mv/h}$

②灵敏度:

$$S = \frac{1.065 \times H \cdot W_{1/2} \cdot FC}{W} \text{ mv} \cdot \text{ml/mg}$$

H·W_{1/2}: 实测峰面积(mv · s)

FC: 载气流速(ml/min)

W: 进样量(mg)

例如: 色谱工作站测量面积为 920mv · s, 柱后流速 50ml/min, 进样 0.3ul, 苯比重 0.88。

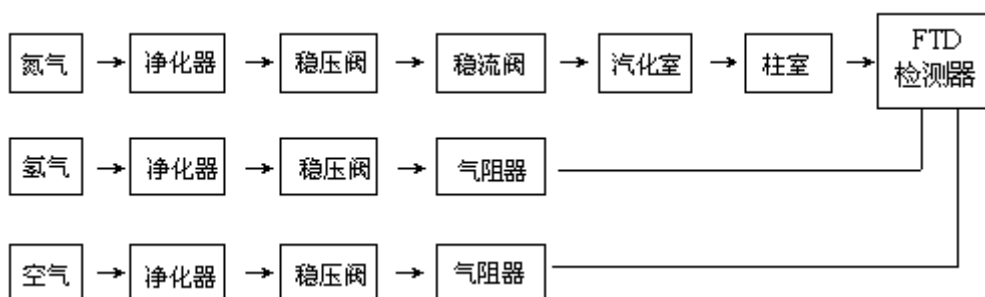
$$S = \frac{1.065 \times 920 \times 50}{0.88 \times 0.3 \times 60} = 3092 \text{ mv} \cdot \text{ml/mg}$$

第五章 氢焰检测器的使用及注意事项

一、氢焰检测器：

有机物在氢火焰中燃烧产生离子，用直流高压的电极将离子捕获形成微电流，通过微电流放大器放大，即可得到相应物质的色谱图。

二、氢焰检测器的气路流程：



三、使用注意事项：

1、填充柱操作时，应将毛细柱的柱头压调节阀关闭。

2、严格注意气路的清洁。必须使用高纯度的载气 N_2 (99.99%以上)

3、仪器必须良好接地。

4、三种气体流量需要定值，方法如下：

(1) 载气：氮气减压阀开至 0.35MPa，把稳流阀全打开，调节稳压阀看压力表指示应在 0.25MPa， 然后根据需要调节稳流阀。

(2) 氢气气路：减压阀开至 0.25MPa，调节稳压阀看压力表指示应在 0~0.2MPa 之间变化，然后根据需要调节稳压阀。

(3) 空气气路：减压阀开至 0.35MPa，调节稳压阀看压力表指示应在 0~0.2MPa 之间变化，然后根据需要调节稳压阀。

(4) 载气气路在出厂时已调好，用户一般不用动。

5、FID 必须使用 N_2 、 H_2 、空气三种气体，同时调节到需要的流速上。 H_2 、空气流速从仪器所带的压力~流量曲线图上查出。 N_2 流速和 H_2 流速比值一般为 1:0.9， H_2 流速和空气流速比值一般为 1:10，灵敏度较佳，基流最少。流过喷嘴的总流速不应超过 100ml/min。

6、氢焰检测器的温度一般情况下要比柱室温度高 $20^{\circ}C \sim 40^{\circ}C$ ，以防止样品在检测器中冷凝。

7、使用氢焰时，严禁色谱柱未接到 FID 的柱接头上，而盲目打开氢气，这样会造成炉堂充满氢气，一旦开机升温就会引起爆炸！

四、使用方法：

1、利用各自的稳流阀或稳压阀，将 N_2 、 H_2 、空气调至所需流速。

一般选用 N_2 25~60ml/min， H_2 ：25~50ml/min，空气：300~400ml/min。

2、打开电源开关，选择合适灵敏度档位，设置柱室，汽化室及氢焰检测室温度，启动加热。（见第三章）。

3、待氢焰检测器温度达到其设定温度并一段时间后自动启动点火，也可任意时间手动点火，听到轻轻的“啪”点火声说明点着了。点火后，基线偏离，用仪器面板上的电位器将基线调至 0.5mV 处，待基线稳定后进行分析。在氢焰检测器实际温度较低时尽量不要点火，以免氢焰检测器积水而产生噪音。

4、FID 的敏感度及稳定性测试。

例：色谱柱：5%SE-30，chromosorbw，Aw，DMCS 担体，60-80 目，柱长 2 米，不锈钢柱；样品 0.05%，苯/二硫化碳；柱温 $80^{\circ}C$ ，汽化室 $120^{\circ}C$ ，FID 检测室 $120^{\circ}C$ ；载气 (N_2)：30ml/min； H_2 ：28ml/min，空气：350ml/min；放大器灵敏度为 3；进样量 0.3ul。

①稳定性:

在基线稳定情况下, 基线漂移 $\leq 5 \times 10^{-12}$ A/h 基线噪音: $\leq 5 \times 10^{-13}$ A

②敏感度计算公式:

$$Dt = \frac{2N \cdot W}{1.065 \times H \cdot W_{1/2}} \quad \text{g/s}$$

实测噪音: N (mv), 苯的进样量: W (g)

实测峰面积: $H \cdot W_{1/2}$ 峰高 (mv) * 苯的半峰宽 (S)

若实测峰面积: $H \cdot W_{1/2} = 280.89 \text{mv} \cdot \text{s}$, 噪音: $N = 0.02 \text{mv}$ 。

则:

$$\begin{aligned} Dt &= \frac{2 \times 2 \times 10^{-2} \times 5 \times 10^{-4} \times 0.3 \times 0.88 \times 10^{-3}}{1.065 \times 280.89} \\ &= 1.765 \times 10^{-11} \quad \text{g/s} \end{aligned}$$

第六章 故障及维修

一、氢火焰离子化检测器故障及维修

1、正常现象：

在未点火之前，放大器在最高灵敏度档基线稳定，可以用 FID 调零键将记录仪指针调至零处，点火后，若两支气路流速一致，柱老化一致，装填一致，记录仪指针有偏离，偏离小于 1mV，可用 FID 调零键调回，基线稳定。进样后出峰。

2、故障现象：

A、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，最好和生产厂家联系。

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

B、点火后，记录仪信号无法调零，可能原因：

(1) 空气不纯，可降低流量，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。

(5) 收集极和点火丝是否短路。

C、基线稳定，但进样不出峰，或灵敏度显著下降，可能原因：

(1) 灵敏度选择太低。

(2) 进样器密封垫漏气。

(3) 进样器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，或进样器温度太低。

(5) 输入信号线断路或短路，或极化电压没加上。

D、基线不稳定，可能原因：

(1) 气体不纯，夹杂某些有机物。

(2) 离子室严重污染。

(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。

(6) 有严重漏气的地方。

(7) 色谱柱被污染。

(8) 收集极和点火丝是否短路。

E、拖尾峰现象：

(1) 玻璃内衬管损坏。

(2) 进样量过大。

(3) 汽化温度太低。

二、热导检测器故障及维修

1、热导信号无法调零，可能原因：

(1) 热导桥电流没有打开。

(2) 热导控制器故障，应检查控制线路，最好请生产厂维修。

(3) 仪器严重漏气，特别是汽化室后漏气，应试漏。

(4) 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接插件拔下后

测量四个臂阻值，相差应小于 0.5Ω 。

(5) 热导池铼钨丝一臂与池体短路，可检查铼钨丝元件和地的接触电阻。

(6) 热导四臂铼钨丝烧断。

2、基线稳定，但进样不出峰或灵敏度显著下降，可能原因：

(1) 热导桥流选择太小。

(2) 进样器密封垫漏气。

(3) 进样器与色谱柱或柱后至检测器接头漏气。

(4) 注射器本身漏气，或进样器温度太低。

(5) 铼钨丝元件严重腐蚀。

(6) 数据处理器参数设置不合理。

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) 温度控制不稳，应请生产厂维修

(3) 热导池沾污应取下清洗，最好请生产厂维修。

(4) 信号线接头接触不良。

(5) 漏气

(6) 气体不稳定或气体不纯。

(7) 铼钨丝元件严重腐蚀或氧化。

(8) 样品或高沸物固定液流失，冷凝在放空口处造成堵塞。

(9) 桥电流过大，铼钨丝呈灼热状态。

(10) 载气流量过大或不稳。

4、峰型变宽：

(1) 载气流速太低。

(2) 柱温太低。

(3) 汽化和检测器温度太低。

(4) 色谱柱固定相流失。

5、拖尾峰现象：

(1) 玻璃衬管损坏。

(2) 进样量过大。

(3) 汽化室被污染。

(4) 柱选择错误。

6、热导桥电流加不上，桥流灯不亮，蜂鸣器断续蜂鸣提示。

(1) 载气没有打开或运行期间突然断气。

(2) 其中一室有铂丝断路超温现象。

(3) 其中一室有铂丝短路实时显示 0℃现象。

三、进样不启动分析

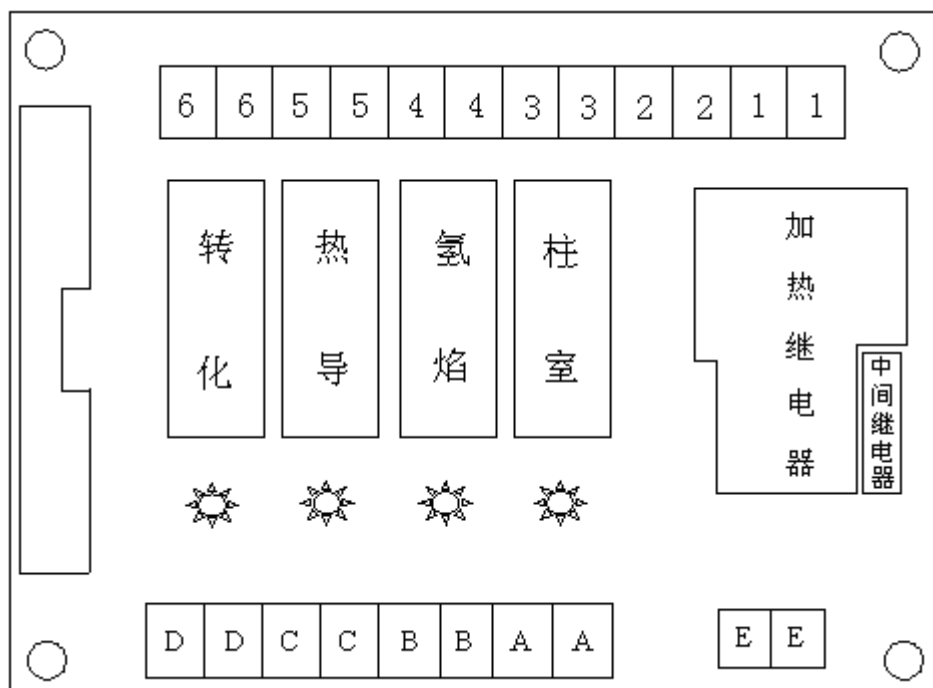
1、检查仪器载气正常否。

2、检查仪器加热并恒温否。

3、检查仪器在点火“状态”否。

4、检查时间参数设置正常否。

5、检查仪器在分析状态否。



- 1、1: 交流输入 (220V)
- 2、2: 电 机 (220V)
- 3、3: 柱室加热 (关掉电源测量约 28 Ω)
- 4、4: 氢焰加热 (关掉电源测量约 210 Ω)
- 5、5: 热导加热 (关掉电源测量约 200 Ω)
- 6、6: 转换加热 (关掉电源测量约 200 Ω)
- A、A: 柱室铂丝 (关掉电源测量, 室温下约 108 Ω)
- B、B: 氢焰铂丝 (关掉电源测量, 室温下约 108 Ω)
- C、C: 热导铂丝 (关掉电源测量, 室温下约 108 Ω)
- D、D: 转化铂丝 (关掉电源测量, 室温下约 108 Ω)
- E、E: 压力开关插座

特别注意本执行板上是交流 220V 强电，不是专业人员切勿乱动！

上海纳析仪器有限公司

服务专线：15921705880

网 址：www.shnxyq.com