

---

4890D 气相色谱仪

安捷伦科技有限公司版权  
©, 2000

版权所有, 未经书面许可,  
不得擅自复制、修改和翻译  
本书均为侵权, 符合著作  
权法者除外。

部件号 G2690-97107

第一版, 2000 年 4 月

代替部件号为 G2690-97107  
的手册

美国印刷

## 安全说明

4890 气相色谱仪符合 IEC  
(国际电子技术委员会) 要  
求, 安全级别一级。本仪器  
的设计、测试均符合认可的  
的安全标准。仪器设计为室内  
操作。如果不是在厂家要求  
的条件下使用, 仪器的安全  
保护系统会减弱。一旦  
Agilent 4890 的安全保护被  
破坏, 应立即切断所有电  
源, 使仪器避免非正常的运  
行。

### 安全标志

在进行仪器操作、维护和修  
理时, 务必注意本手册或仪  
器上的警告标志。

### 警告

提醒使用者注意可能造成人  
身伤害的条件或可能的情  
况。

### 注意

提醒使用者注意可能损坏仪  
器或伤害人身的条件或可能  
情况



注意。详细信息参  
见附加说明。



指表面很热



指危险电压



指接地端



指有辐射危险



指有爆炸危险

4890 与 3395 积分仪配套使用  
时, 在大于 3 V/m 的电场中  
对基线造成的噪声不超过  
1.6 mV。

德意志联邦共和国噪声安全认  
证

如果测试或测量设备使用非  
屏蔽电缆或打开设备测量,  
用户应确保操作条件的无线  
电波干扰低于允许的极限  
值。

完全符合下面 1991 年 2 月  
18 日颁发的德意志联邦共  
和国噪声安全认证。在操作  
者位置处于正常操作时, 声  
压 (Lp) < 70 db (A), 符  
合 ISO 7779 标准 (类型测  
试)。

## 电磁辐射

# 目录

## 第 1 章 键盘的使用

显示参数 .....	4
输入参数 .....	5
保护参数 .....	7
调入缺省参数 .....	8
贮存和调入色谱参数 .....	10
贮存色谱参数 .....	10
调入色谱参数 .....	10

## 第 2 章 色谱柱的安装

熔融硅毛细管柱的准备 .....	13
分流 / 不分流毛细管进样衬管的安装 .....	14
金属填充柱的准备 .....	16
在填充柱进样器上安装 6mm(1/4 英寸) 和 3mm(1/8 英寸) 金属柱 ..	18
在填充柱进样器上安装 6mm( 1/4 英寸 ) 玻璃柱 .....	21
在填充柱进样器上安装毛细管柱 .....	23
在分流 / 不分流毛细管进样器上安装毛细管柱 .....	26
在火焰离子化检测器 ( FID ) 上安装 6mm( 1/4 英寸 ) 金属柱 ..	28
在火焰离子化检测器 ( FID ) 上安装 3mm( 1/8 英寸 ) 金属柱 ..	29
在火焰离子化检测器 ( FID ) 上安装毛细管柱 .....	30
在热导检测器 ( TCD ) 上安装 3mm( 1/8 英寸 ) 金属柱 .....	32
在电子俘获检测器 ( ECD ) 上安装 6mm ( 1/4 英寸 ) 玻璃柱 ...	33
在电子俘获检测器 ( ECD ) 上安装毛细管柱 .....	35

## 第 3 章 加热区域温度的设置

加热区域温度的设置 .....	40
柱温的设置和显示 .....	41
柱温显示 .....	41
实例 .....	42
使用冷冻阀冷却柱箱 .....	43
程序升温的设置 .....	45
实例 .....	46
柱温的校正 .....	50
柱温的校正 .....	50

# 目录

进样器和检测器温度的设置 .....	52
进样器和检测器温度的显示 .....	52
实例 .....	53
辅助温度的设置 .....	54
<b>第 4 章    进样系统流量的设置</b>	
气体流量的测定 .....	56
皂膜流量计的使用 .....	56
用于测量气体流量的附件 .....	58
填充柱进样器流量范围的改变 .....	60
气源压力的改变 .....	60
有隔膜清洗的填充柱进样器流量的设定 .....	61
分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定 .....	62
分流进样方式流量的设定 .....	63
不分流进样方式流量的设定 .....	67
手动清洗切换 .....	69
自动清洗切换 .....	70
内部秒表的使用 .....	73
<b>第 5 章    检测器系统的操作</b>	
检测器状态的显示 .....	77
检测器的开 / 关 .....	78
检测器输出信号的监视 .....	79
毛细管柱补充气流量的设置 .....	80
补充气的例外情况 .....	80
如果电源出故障 .....	82
每天关闭检测器 .....	82
火焰离子化检测器的操作 ( FID ) .....	83
FID 的操作准备 .....	84
调节 FID 流量 ( 填充柱 ) .....	86
调节 FID 流量 ( 毛细管柱 ) .....	87
调节补充气流量 .....	91
FID 的开 / 关 .....	92
FID 点火 .....	92

# 目录

热导检测器的操作 ( TCD )	93
TCD 操作的准备	93
调节 TCD 流量 ( 填充柱 )	94
调节 TCD 流量 ( 毛细管柱 )	95
设置 TCD 载气类型	97
TCD 灵敏度的设置	98
TCD 的开 / 关	98
颠倒 TCD 极性	98
单柱补偿 ( SCC ) 的使用	99
电子俘获检测器系统 ( ECD )	105
Requirements for USA owners	105
介绍	106
General considerations	107
温度影响	107
气体	107
柱和流量	108
检 ECD 的准备测器基线	108
ECD 的准备	108
设置载气 / 补充气选择开关	109
ECD 流量调节 ( 填充柱 )	110
填充柱要求	110
ECD 流量调节 ( 毛细管柱 )	111
ECD Restrictors	112
毛细管柱要求	113
污染测试	114
检测气体泄漏	115
检测射线泄漏	116
<b>第 6 章 控制信号输出</b>	
设置一个信号通道	119
信号显示与监测	121
输出信号置零	122
零位的开 / 关	123
信号衰减的设置	124
衰减的开 / 关	126
转换 TCD 信号极性	127

# 目录

仪器网络 ( INET ) 的使用 .....	128
控制器 .....	128
一台仪器 .....	130
共享工作空间 .....	130
4890 仪器网络状态 .....	131
仪器网络的操作 .....	131
自动仪器网络的再构成 .....	133
仪器网络构成 .....	134
在全球和地区间切换 .....	134
INET/HP - IL 地址 .....	135
HP - IL 环路测试 .....	138
<b>第 7 章    控制阀</b>	
手动开 / 关阀 .....	141
<b>第 8 章    仪器运行过程</b>	
开始 / 终止运行 .....	145
仪器网络 (INET) 启动 / 停止操作 .....	145
指示灯状态 .....	146
The RUN LED .....	147
The NOT READY LED .....	147
时间键的使用 .....	148
单柱补偿的使用 .....	150
柱补偿状态显示 .....	150
开始柱补偿基线存贮运行 .....	151
设定柱补偿参数 .....	153
使用仪器网络 (INET) .....	155
时间事件表的使用 .....	156
运行中阀的开 / 关 .....	158
运行中信号的切换 .....	161
运行中信号的切换 .....	161

# 目录

## 第 9 章 仪器的维护保养

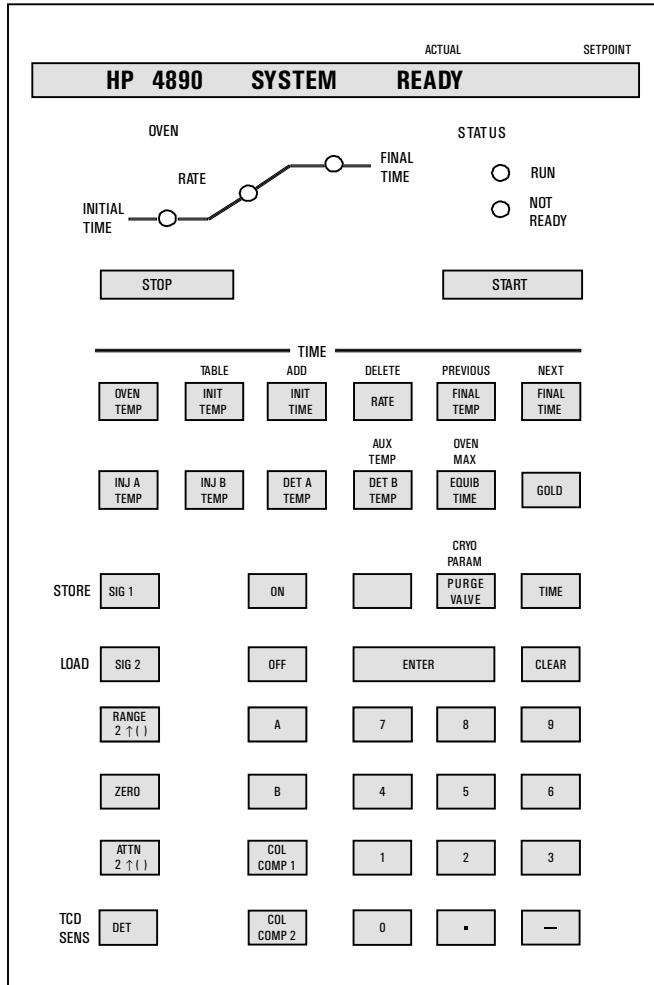
仪器的清洗 .....	164
色谱柱的老化 .....	165
色谱柱的重新装填 .....	167
填充柱进样器 .....	168
更换进样垫 .....	168
衬管保护 .....	169
探漏 .....	169
清洗 .....	170
分流 / 不分流毛细管进样器 .....	172
更换进样垫 .....	172
衬管保护 .....	172
探漏 .....	173
清洗 .....	175
衬管保护 .....	176
玻璃内衬管 .....	176
分流衬套的重新装填 .....	176
金属内衬管 .....	177
火焰离子化检测器 ( FID ) .....	178
更换喷嘴 .....	178
清洗 .....	179
点火问题 .....	182
热导检测器 ( TCD ) .....	183
清洗 .....	183
电子俘获检测器 ( ECD ) .....	184
频率测试 .....	184
载气评估 .....	184
漏气 .....	185
加热清洗 .....	186
填充柱 .....	186
毛细管柱 .....	187
化学净化器的老化 .....	189
索引 .....	191

# 目录

---

## 键盘的使用

# 第 1 章 键盘的使用



4890D 键盘及显示面板

4890 的操作是通过其前部的键盘板字母数字显示和 LED 指示灯来监测和控制的。

某些仪器功能，如信号电平，温度，进样器隔膜清洗阀的状态（如果安装了分流 / 不分流毛细管进样器），可连续不断地监测。

共有两个显示区域：

- 字母数字显示器：按下各种功能键后，HP 4890 会显示该功能下的设定值，连续不断检测到的实际值以及警告，错误自检等信息。
- LED 指示灯：由两部分组成左半部分（OVEN 柱箱）显示运行时的柱箱状态；右半部分（STATUS 状态）显示仪器的状态。

---

## 显示参数

只需按特定的仪器功能键或接着按某些必要的“定义”键（[A]，[B]，[SIG 1] 或 [SIG 2]，[ON] 或 [OFF]，[TIME]）。即可在字母数字显示器上显示相应的仪器当前值和 / 或设定值。例如，按 [GOLD][OVEN MAX] 可显示：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>OVEN</b>	<b>MAXIMUM</b>	<b>400</b>

按键后该功能键的名字，将随着当前参数和 / 或测量值一齐显示出来。

本手册中的相关部分将提供显示实例。

仪器中如果没有安装特定的功能块，则当按下相应的功能键时，将显示 [DET A TEMP] 相应的信息。例如，如果由 [DET A TEMP] 键控制的加热区没有安装，则当按了键后将显示：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>DET A</b>	<b>NOT</b>	<b>INSTALLED</b>

## 输入参数

要输入一特定仪器功能的参数时，首先按相应键以显示该功能。

当选择的 4890 功能显示后，按相应键（[0] 到 [9]，[.]，[-]，[A]，[B]，[ON] 或 [OFF] ），可在任何时候输入一个新的参数。对于输入数字值，可用 [ENTER] 键来结束一次输入。

显示功能及其参数：

例如，要设置检测器 A 的温度为 250 °C，按 以下顺序按键：

[DET A TEMP] [2] [5] [0] [ENTER]

功能键
数字键

按 [DET A TEMP] 键显示检测器 A 的温度后，即可随时输入一新的参数。

**注意：**当一新的参数输入后，显示器上显示一个闪烁的\*（星号），按 [ENTER] 键后会消失。

按 [ENTER] 键后，该参数即被确认，如果合适，将成为该功能的新设定值。如果输入的值不合适，（超出了范围，或与其它相关参数不一致），将 显示相应的信息。这时可立即输入一不同的值，而不用再按该功能键。

在按 [CLEAR] 键前，[ENTER] 键始终有效，并用于取消输入的参数。这时 \* 消失，恢复原值。

以下是键盘使用规则的总结：

- 当按了一仪器功能键后，将显示该功能以及当前的参数、连续监测到的实际值：信号电平，温度，流量。  
只要按相应的键，就能显示输入的新参数。
- 当一新值输入时，显示一闪烁的\*（星号），表示正在进行输入操作。
- [ENTER] 键结束数字值输入的操作。也可适用于指定一个检测器的信号输出到某一输出通道上。  
通常，闪烁的\*必须由 [ENTER] 键来结束。

当按了 [ENTER] 键后，仪器检查输入的参数，以保证参数在该功能允许的范围内，或保证该参数与内部预定义的其它相关参数相一致。

## 键盘的使用 输入参数

- 如果该参数被接受，\* 消失，表示新值已被存贮并执行。对于那些仪器不能监测的功能，实际值将被 \* 代替。
- 如果参数超出了范围，或与其它参数不一致，仪器将显示相应的信息。这时可立即输入另一值而不用再按该功能键。

只有输入了恰当的数值后，原数值才会被取代。

- 在按 [CLEAR] 键前，[ENTER] 键用来取消输入操作。
- 如果在没有参数输入的情况下按 [CLEAR] 键，将显示 4890 准备状态。
- 如果在参数输入状态按运行控制键 [START]，该输入将无效。
- 如果在参数输入状态下按一无效的功能键，它将被忽略。
- 在输入过程中，（其它的仪器功能键无效。）直到当前的输入结束，输入值被存贮（[ENTER]）或被取消（[CLEAR]）后，才可使用其它功能键。

## 保护参数

4890 提供了一个键盘锁定功能以减小贮存的参数被无意中改变的可能性。当 4890 键盘被锁后，参数（数值，A，B，OFF 和 ON）只能显示，而不能改变。键 [START] 和 [STOP] 仍然有效，这样可以启动和结束运行。

要锁定仪器的参数，按以下顺序：

[CLEAR] [.] [-] [ENTER]

然后按 [ON] 锁定键盘，或按 [OFF] 键打开键盘锁。下图为该过程中的显示。

键盘锁定显示

			ACTUAL	SETPOINT
CALIB	AND	TEST	[0-0]	
			ACTUAL	SETPOINT
KEYBOARD	LOCK	ON		
			ACTUAL	SETPOINT
KEYBOARD	LOCK	OFF		

当键盘锁定后，若想输入参数时，仪器将显示

		ACTUAL	SETPOINT
KEYBOARD	LOCKED		

如果 4890 键盘在仪器网络（INET）控制下被锁定，参数文件可能被控制器调入 4890 内存，但只有当键盘锁被打开后，调入内存的文件方能通过 4890 键盘进行更改。

在键盘被锁定或打开后，按任何功能键（如 [OVEN TEMP]）均可返回操作状态。

## 调入缺省参数

该功能允许将 4890 操作参数重新设置成标准的操作值。只有下列信息仍将保存：

- 柱温控制校正常数
- 柱补偿数据，包括检测器的信息通道分配

**注意：**该操作过程中用户规定的参数将会丢失，因此任何关键的参数必须在执行该操作前记录下来以备后用。

通过键盘，选择“校正和测试”模式的功能 6，按下列键：

[CLEAR] [.] [6]

按 [ENTER] 键后，缺省参数被调入内存，原先的参数丢失。表 1-1 列出了 4890 的缺省参数。

表 1-1. 4890 的缺省参数

功能	缺省参数
进样器 A 温度:	50 °C, OFF
进样器 B 温度:	50 °C, OFF
检测器 A 温度:	50 °C, OFF
检测器 B 温度:	50 °C, OFF
柱箱温度:	50 °C, OFF
柱箱温度最大值:	400 °C
平衡时间:	3 min
初始温度:	50 °C
初始时间:	650 min
柱箱升温速率:	0 °C /min
结束温度:	0 °C
结束时间:	0 min
进样器清洗:	ON
清洗时间:	0 min
检测器 (A 和 B)	OFF
信号 1 检测器:	检测器 A
范围 (1 和 2):	0
衰减 (1 和 2):	0, ON
零点 (1 和 2):	0, ON
键盘锁定:	OFF
时间表:	空
TCD 灵敏度:	高

注意: 当主机电源关断时, 保护内存的电池也失效了, 那么更换电池后, 缺省  
的参数被重新调入内存。同时, 柱箱温度控制校正常数也被设置成缺省值。

---

## 贮存和调入参数

4890 最多能贮存二组色谱参数，这些参数包括任何通过 4890 键盘 输入的参数。这些参数保存在寄存器 1 或 2 中。

### 贮存色谱参数

将当前 4890 的参数存入寄存器，按照下列顺序按键：

[STORE] [1] [ENTER]  
|  
寄存器 1 或 2

---

### 调入色谱参数

#### 警告

从寄存器中调入参数时要小心。储存的参数可能会打开检测器，或设置较高的柱箱温度，若没有正确的气体流量，这将损坏检测器或色谱柱。

从一组寄存器中调入已经贮存的一系列参数，按照下列的顺序按键：

[LOAD] [1] or [2] [ENTER]

调入的参数将替代所有 4890 当前的参数。

---

## 色谱柱的安装

## 第 2 章 色谱柱的安装

4890 GC 通过使用套管和连接器可灵活地与进样器、色谱柱和检测器相连接而不会降低任何标准色谱柱的功效。另外，大容量的柱箱及进样器和检测器之间的相关位置也增加了使用的灵活性。

注意：4890 提供的 530  $\mu$  系列柱使用前一定要老化。在载气流量为 30-60 ml/min，柱温为 250  $^{\circ}$ C 的条件下，至少老化 4 小时。

新柱要老化，因为柱上常吸附空气中的易挥发杂质。用过的柱子放置了一段时间而没有将柱端加帽或塞好与空气隔绝，也应老化。

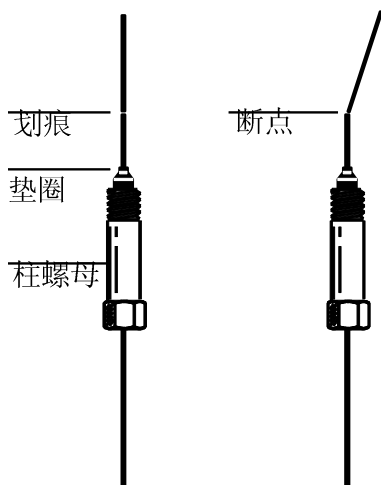
本节为正确安装柱提供以下资料：

- 套管和衬管
- 填充柱的准备
- 填充柱的安装
- 毛细管柱的准备
- 毛细管柱的安装

---

## 熔融石英毛细管柱的准备

熔融石英毛细管柱很规整，不需加以整理。但重要的是柱端应新切，无毛口，边缘齐整，并应除掉来自柱、固定相、密封垫圈或 O 型圈的微粒物质。



因此，当柱端新切时，用一适宜的切割玻璃工具（柱割刀，部件号 5181-8836），在欲切断部位划痕。通常先装上柱、柱螺母和垫圈（或 O 型圈）以后再进行切割。

---

### 警告

戴上防护眼镜以防在处理，切割或安装玻璃或熔融石英毛细管柱时，产生的飞扬的颗粒物质对眼睛的可能伤害。在处理毛细管柱时也应小心防止皮肤被扎伤。

由于柱子具有相当的刚性，因此在处理 530  $\mu$  系列毛细管柱时，更应注意。

---

## 分流 / 不分流毛细管进样衬管的安装

根据具体的进样方式选择进样衬管。进样方式包括：

- 分流，适用于主成份含量较大的分析。
  - 隔膜清洗不分流，适用于痕量组份的分析。
- 小心！柱箱、进样器或检测器口可能很热，足以引起烫伤。

---

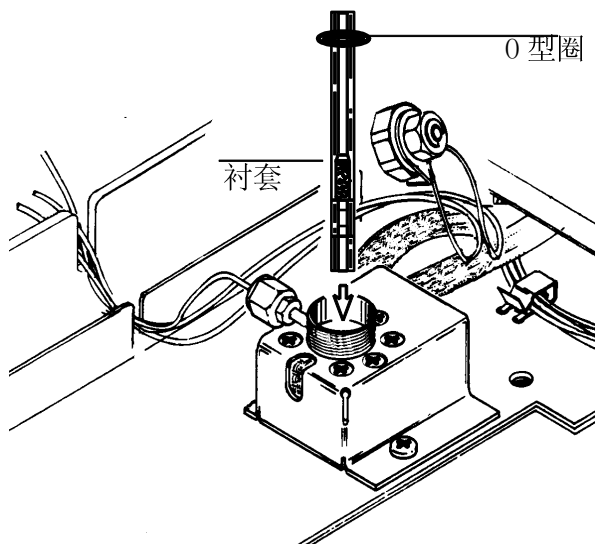
### 警告

如果用分流方式进样，在打开进样器前必须降低载气压力，否则会将衬管内填充物吹出进样器而改变其特性。可以通过柱头压力调节阀降低进样器压力。

---

### 注意

1. 拿衬管时，避免污染其表面（尤其是内表面）。



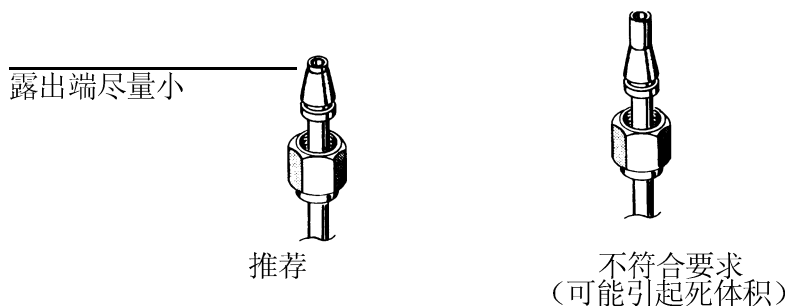
2. 移开固定衬管螺母，固定隔膜的螺母不必从固定衬管的螺母上移去。
3. 用镊子或类似工具移去原有衬管。
4. 检查装入的新衬管：对于分流衬管，有混合腔和填料的一端先插入进样器。
5. 在顶端约 2~3 mm 的衬管上套上一个石墨或硅酮 O 型圈。

6. 用镊子从进样器的顶端将带有 O 型圈的衬管装入。
7. 重新装上固定衬管螺母，用手拧紧使其不漏气，但不要过紧。

---

## 金属填充柱的准备

金属填充柱在进样器和检测器两处的安装是类似的。为减小进样器或检测器内柱的死体积，建议先将柱管密封圈预置并且固定在柱子上，使柱子的柱端与密封圈的端头基本相齐。

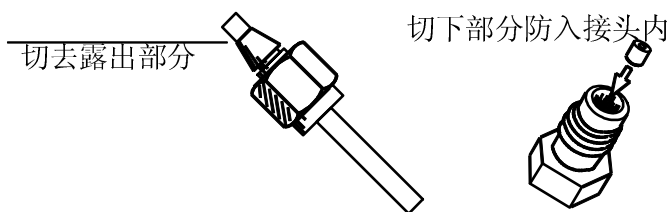


如果事先未安装螺母和密封圈，请按以下程序安装新的凸型螺帽和密封圈。如金属柱事先已安装有密封圈，则按本节有关安装金属柱的说明进行。

为确保柱位置合适，可用聚四氟乙烯管制作一个衬垫：

1. 根据所要安装的柱（3 mm 或 6 mm）选择适合的新凸型接头固定在台钳上。
2. 在聚四氟乙烯管（3 mm 或 6 mm）上按顺序套上铜质螺母，后密封圈和前密封圈，必要时，用剃刀或锋利的刀子切去聚四氟乙烯管末端，使管口平滑。
3. 将聚四氟乙烯管，密封圈及螺母全部插入上述台钳的凸型接头。将螺母用手拧紧后再旋 3/4 圈，使密封圈固定在管上，然后从凸型接头上取下这套组件。

4. 用剃刀切下伸出密封圈前沿的管子，将这段管子放入台钳固定的凸型接头中。



现在这段管子可用来作为隔垫，当新密封圈安装到柱上时，它能确保柱端与密封圈前沿相齐，留着凸型接头和聚四氟乙烯隔垫以便于在色谱柱和密封圈安装时使用。

5. 将一个新的螺母和密封圈装到柱上。
6. 将柱连同其螺母和密封圈插入到固定在台钳上的接头中。
7. 先用手拧紧螺母，再用扳手拧紧，6 mm（1/4 英寸）柱需紧一圈半，3 mm（1/8 英寸）柱需紧 3/4 圈。
8. 从台钳固定的接头上卸下柱螺母，撤出柱，此时密封圈应处于柱端应有位置。

## 色谱柱的安装

在填充柱进样器上安装 6 mm（1/4 英寸）和 3 mm（1/8 英寸）金属柱

---

### 在填充柱进样器上安装 6 mm（1/4 英寸）和 3 mm（1/8 英寸）金属柱

按下页图示：

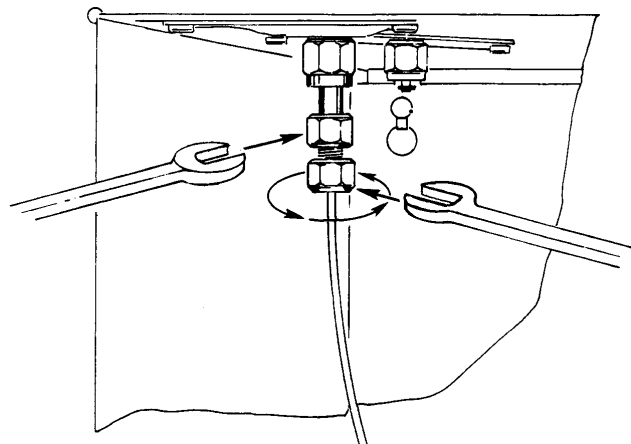
1. 将铜螺母和石墨垫圈装到衬管 / 连接器上。
2. 将连接器尽可能深地插入进样器底部。
3. 保持住这个位置用手拧紧螺母。
4. 用扳手再旋 1/4 圈。

要将新的螺帽和密封圈安装到色谱柱上，按前节的“金属填充柱的准备”过程操作。对于已装有密封垫圈的金属柱，则从步骤 5 继续操作。

5. 假设密封圈已固定到柱上，参看前一节“金属填充柱的准备”旋紧柱螺帽使柱装到进样器上并用手旋紧，对 3mm（1/8 英寸）柱只要再旋 1/4 圈，对 6mm（1/4 英寸）柱则要再旋 3/4 圈即可。

色谱柱的安装  
在填充柱进样器上安装 6 mm (1/4 英寸) 和 3 mm (1/8 英寸) 金属柱

用两个扳手，一个夹在色谱柱螺母上，防止衬管转动。另一个夹在衬管上，反向拧紧。



### 色谱柱的安装

在填充柱进样器上安装 6 mm (1/4 英寸) 和 3 mm (1/8 英寸) 金属柱

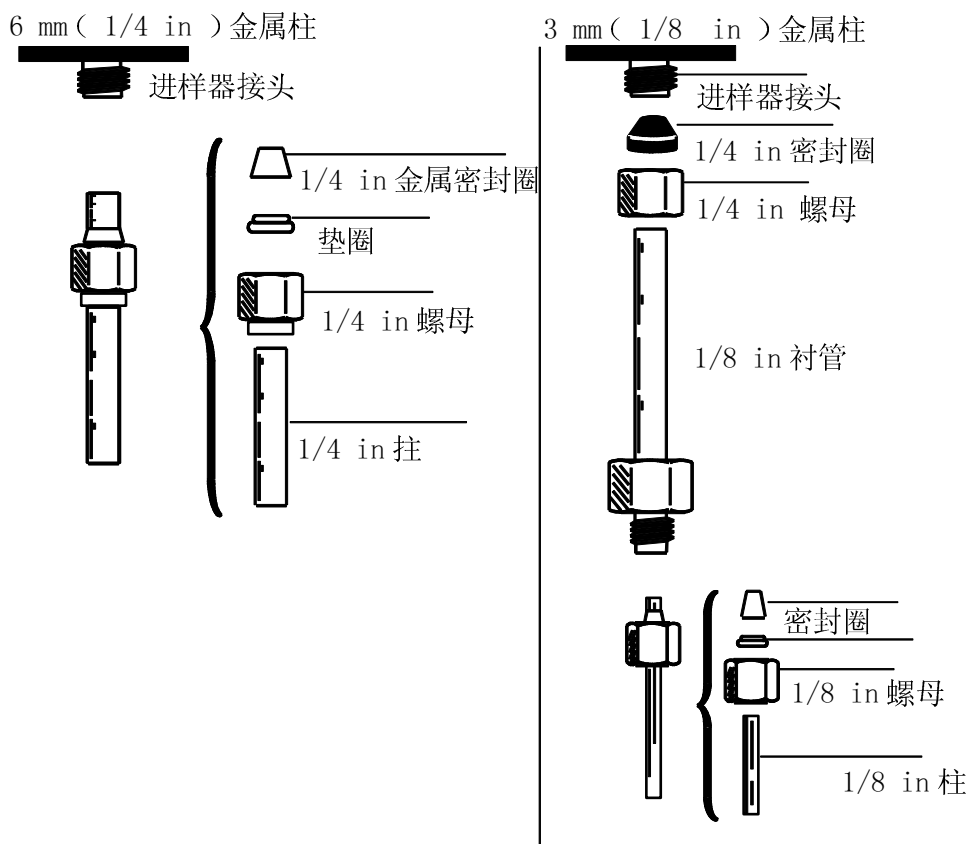


图 2-1 在填充柱进样器上安装金属柱

---

## 在填充柱进样器上安装 6 mm ( 1/4 英寸 ) 玻璃柱

在进样器底端，应留出足够的一段空柱，以防插入的注射器针头触及填充柱口的玻璃纤维或柱填充物（至少 50 mm）。

在检测器底端，至少应留出 40 mm 长的空柱，以防喷嘴底端触及柱填充物或玻璃纤维。

由于柱的刚性，6 mm ( 1/4 英寸 ) 填充玻璃柱必须在进样器和检测器上同时安装，每端安装程序一样。在检测器上安装色谱柱的有关说明，根据所用检测器的不同参见相应章节。

安装玻璃柱可用 O 型圈或非金属垫圈。用 O 型圈安装时，建议使用一个在其前面装有倒置的金属垫圈的 O 型圈，这样可为 O 型圈密封提供一个平整面。

按下页图示：

1. 在柱两端各装上铜质螺母，倒置的金属垫圈和 O 型圈。

可在螺母前多加一个 O 型圈，以防螺母滑入柱的弯曲部位，起到保护柱的作用。

2. 尽可能深地将柱插到进样器和检测器。为不触及柱箱底部，可将柱较长一端以稍倾斜的角度先插入进样器。
3. 将柱退出大约 1~2 mm，用手拧紧柱两端的螺母，进一步拧紧的程度需取决于所用垫圈的情况：
  - 对于 O 型圈，用手拧紧即可。
  - 对于锥形或石墨垫圈，将进样器、检测器和柱箱温度升高至操作时的温度，然后用扳手再旋半圈，必要时可进一步拧紧以防漏气。

色谱柱的安装  
在填充柱进样器上安装 6 mm ( 1/4 英寸 ) 玻璃柱

注意 拧得过紧可能使柱破碎。

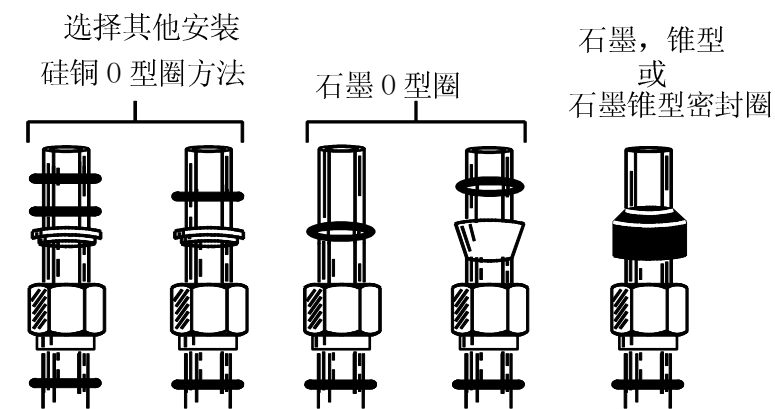
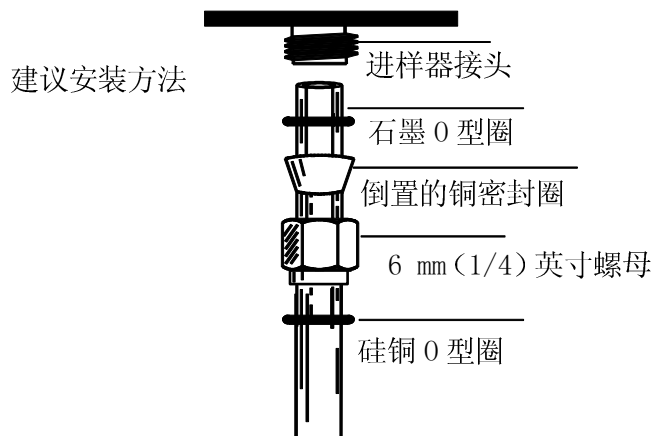
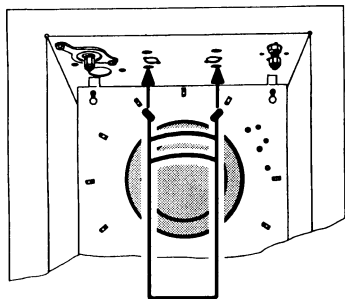


图 2-2 在填充柱进样器上安装 6 mm ( 1/4 英寸 ) 玻璃柱

---

## 在填充柱进样器上安装毛细管柱

1. 在将玻璃衬管插入衬管 / 连接器中。衬管 / 连接器上装上铜制螺母和垫圈。
2. 尽可能深地将衬管 / 连接器插入进样器底部。
3. 尽可能深地将衬管 / 连接器插入进样器底部。
4. 保持住这个位置，用手拧紧螺母。
5. 用扳手再拧 1/4 圈。
6. 的毛细管柱绕在金属框上，此框又悬挂在柱箱内的架子上。架子的两端插在柱箱上方内部的两个孔洞中后，被固定在柱箱内。架上有两个位置可



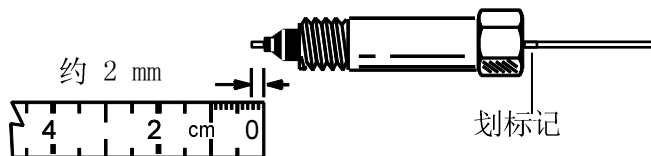
供悬挂缠绕毛细管柱的金属框，悬挂位置取决于 绕有毛细管柱的金属框的直径，最好使毛细管柱位于柱箱中央。柱的两 端由框底部伸出，平顺弯曲地连接到进样器和检测器，不要让柱的任何 部分碰到柱箱内壁。

7. 在柱上套一柱螺母和垫圈，根据柱外径的不同选用 1.0 mm 或 0.5 mm 内径的石墨垫圈。

柱在穿过螺母和垫圈时可能污染柱端，可按本章 *熔融石英毛细管柱的准备* 中的说明切割柱端。

## 色谱柱的安装 在填充柱进样器上安装毛细管柱

8. 使穿过垫圈及柱螺母的柱露出约 2.0 mm（穿过的那端），在柱与螺母底端齐平的位置处，作个标记（六边形那端）。打字改正液是很好的标记材料。



9. 将柱、垫圈、螺母垂直插入进样器底部，同时保持标记点与柱螺母底端齐平。用手拧紧螺母，然后用扳手再拧 1/4 圈。
10. 将毛细柱套管的隔热杯上的弹簧拨向右边，将隔热杯罩住毛细柱螺母。隔热杯的上端一定要顶紧柱箱顶部。
11. 将弹簧放回进样器套管的凹槽内。

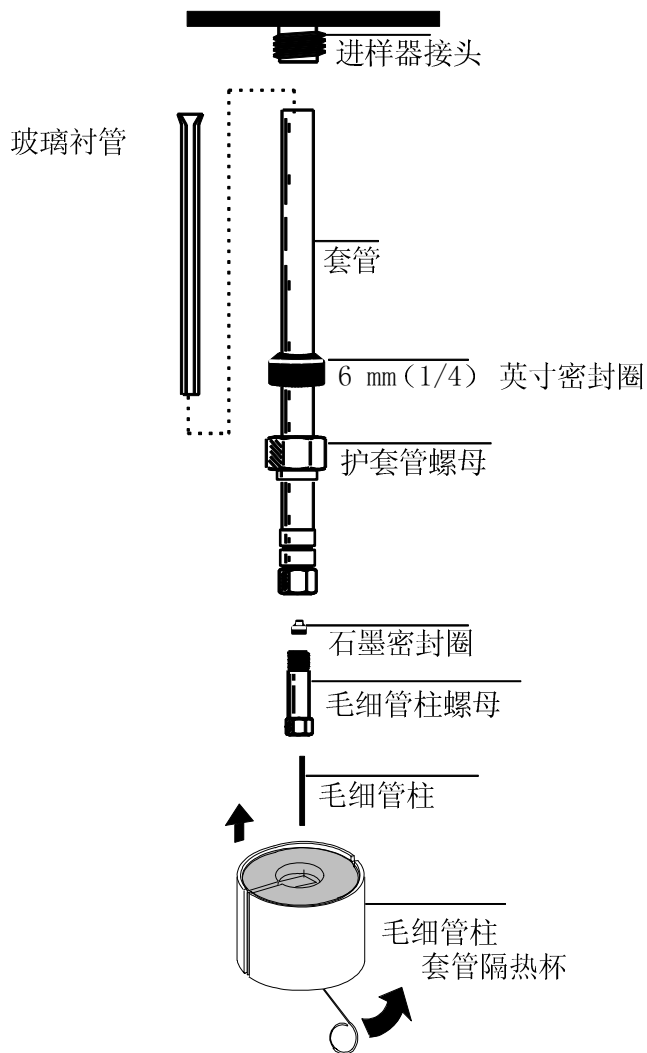


图 2-3 在填充柱进样器上安装毛细管柱

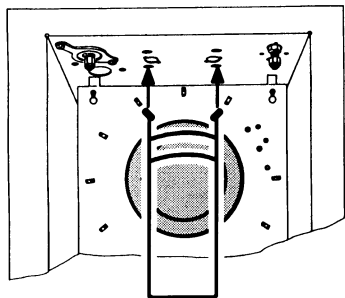
---

## 在分流 / 不分流毛细管进样器上安装毛细管柱

如果尚未装有衬管，那么根据具体的进样方式，分流或者不分流，选择特定的进样衬管。请参阅本章*分流 / 不分流毛细管进样衬管的安装*。

假设进样器已准备好了安装毛细管柱（即已装有合适的衬管），按下述步骤安装。

毛细管柱绕在金属框上，此框又悬挂在柱箱内的架子上，架子是将其两端插挂在柱箱内部的两个孔洞内后，被固定在柱箱内的。



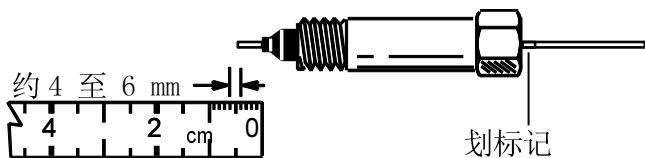
架上有两个位置可供悬挂缠绕的毛细管柱金属框，悬挂位置取决于绕有毛细管柱的金属框的直径，最好使毛细管柱位于柱箱中央。柱的两端由框底部伸出，平顺弯曲地连接到进样器和检测器，不要让柱的任何部分碰到柱箱内壁。

1. 在柱上套一柱螺母和垫圈，根据柱外径的不同，选用 1.0 mm 或 0.5 mm 内径的垫圈。

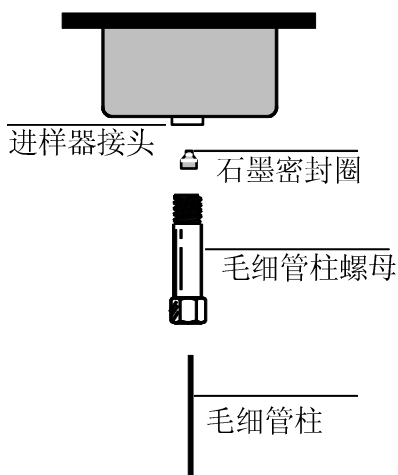
柱在穿过螺母和垫圈时可能污染柱端，可按本章*熔融石英毛细管柱的准备*中的说明切割柱端。

色谱柱的安装  
在分流 / 不分流毛细管进样器上安装毛细管柱

2. 使穿过垫圈及柱螺母的柱露出约 4~6 mm ( 穿过的那端 )。在柱与螺母底端 齐平的位置处, 作个标记 ( 六边形那端 )。打字改正液是很好的标记材料。



3. 使穿过垫圈及柱螺母的柱露出约 4~6 mm ( 穿过的那端 )。在柱与螺母底端 齐平的位置处, 作个标记 ( 六边形那端 )。打字改正液是很好的标记材料。



## 色谱柱的安装

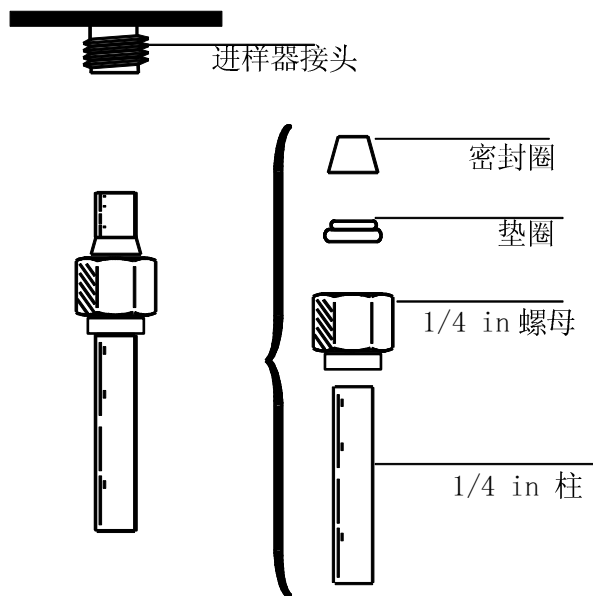
在火焰离子化检测器（FID）上安装 6 mm（1/4 英寸）金属柱

---

### 在火焰离子化检测器（FID）上安装 6 mm（1/4 英寸）金属柱

若在柱上安装新的凹型螺帽和垫圈，可按照前一节*金属填充柱的准备*中的说明进行，对已装有垫圈的金属柱，继续下一步骤。

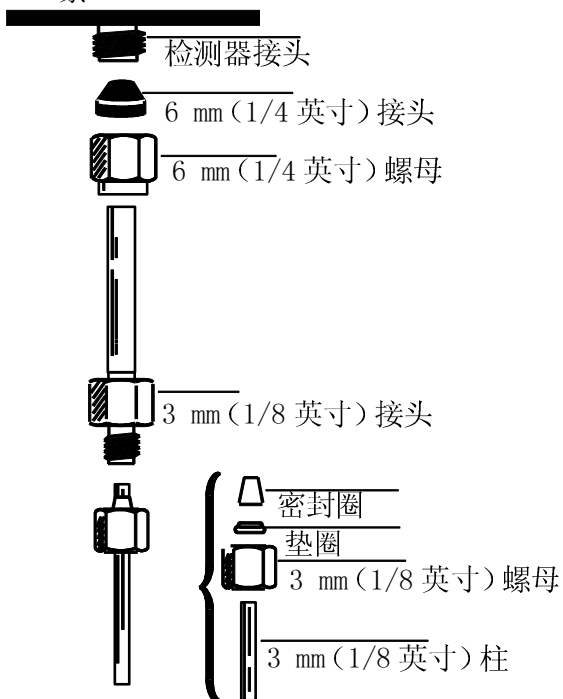
假设密封圈已固定在柱上（参看前一节*金属填充柱的准备*），拧紧螺母，将柱连到检测器上，一般再拧 3/4 圈即可。



## 在火焰离子化检测器 ( FID ) 上安装 3mm ( 1/8 英寸 ) 金属柱

1. 将铜螺母和石墨垫圈装到衬管 / 连接器上。
2. 将连接器尽可能深地插入检测器底部。
3. 保持住这个位置用手拧紧螺母。
4. 用扳手再旋 1/4 圈。
5. 假设垫圈已固定在柱上 ( 参看 *金属填充柱的准备一节* ), 拧紧螺母将柱装到进样器, 一般再拧 1/4 圈即可。

用两个扳手, 一个夹住衬管, 另一个夹住柱螺母, 防止套管转动, 反向拧紧。

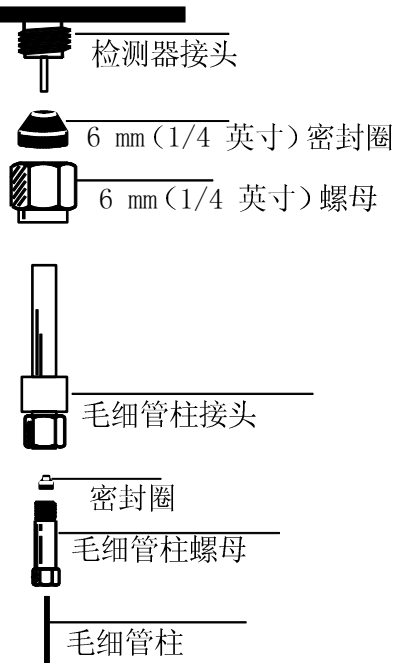


---

## 在火焰离子化检测器（FID）上安装毛细管柱

假定 0.03 mm（0.011 英寸）毛细管喷嘴已装上（部件号：19244-80560），按下列步骤安装：

1. 将铜制螺母和石墨垫圈装到套管 / 连接器上。
2. 将连接器尽可能深地插入检测器底部。
3. 保持住这个位置用手拧紧螺母。
4. 用扳手再旋 1/4 圈。



5. 在毛细管上，只装有一个垫圈和一个螺母，根据柱外径的不同选用 1.0 mm 或 0.5 mm 内径的垫圈。柱在穿过螺母和垫圈时可能污染柱端，可按本章**熔融石英毛细管柱的准备**中的说明切割柱端。
6. 轻轻地将柱尽可能深地插到检测器底部（约 40 mm），到底后，不要再强行插入，随后将垫圈和柱螺母拧上去。

色谱柱的安装  
在火焰离子化检测器（FID）上安装毛细管柱

7. 用手拧紧螺母，将柱撤出约 1 mm，然后用扳手再拧 1/4 圈。
8. 在室温下将柱箱、进样器、检测器升温到操作温度下检漏。必要时再拧紧接口直至不漏为止。

---

注意

---

检漏液常留有污染物。每次检漏后，检漏部位应用  $\text{CH}_3\text{OH}$ （甲醇）冲洗，并使其干燥。

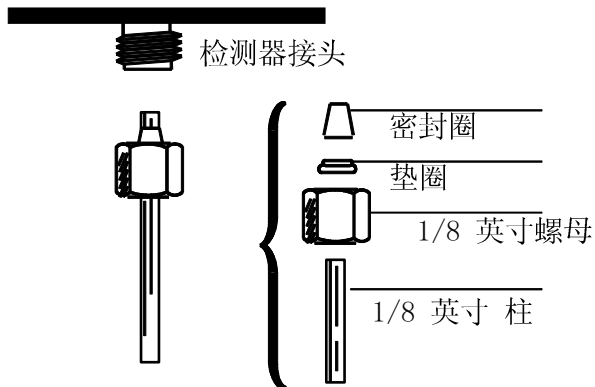
色谱柱的安装  
在热导检测器（TCD）上安装 3 mm（1/8 英寸）金属柱

---

## 在热导检测器（TCD）上安装 3 mm（1/8 英寸）金属柱

若在柱上安装新的凹型螺帽和垫圈，可按照前一节*金属填充柱的准备*中的说明进行，对已装有垫圈的金属柱，继续下一步骤。

假设密封圈已安装到柱上，将柱装到检测器上，拧紧柱螺母，一般再拧 1/4 圈即可。



---

## 在电子俘获检测器（ECD）上安装 6 mm（1/4 英寸）玻璃柱

由于柱的刚性，6 mm（1/4 英寸）填充玻璃柱必须同时在进样器和检测器两端安装，两端安装程序一样，安装进样器柱的有关信息，根据所用进样器参照相应章节。

安装玻璃柱，可用 O 型圈或非金属垫圈。用 O 型圈安装时，建议使用一个在其前部装有一个倒置金属垫圈的 O 型圈，这样可为 O 型圈密封提供一个平整表。

根据下页图示：

1. 在柱两端装上铜质螺母，倒置的金属垫圈和 O 型圈。  
可在螺母前多加一个 O 型圈，以防螺母滑入柱的弯曲部位，起到保护柱的作用。
2. 尽可能深地将柱插入到进样器和检测器两端。为不触到柱箱底部，可将柱较长一端以小的角度先插入进样器。
3. 将柱退出大约 1~2 mm，用手拧紧两端柱螺母，进一步拧紧的程度需取决于所用垫圈的情况。
  - 对于 O 型圈，用手拧紧即可。
  - 对于石墨垫圈，升高进样器、检测器和柱箱至操作温度，然后用扳手再拧 1/2 圈。进一步拧紧，以防漏气。

---

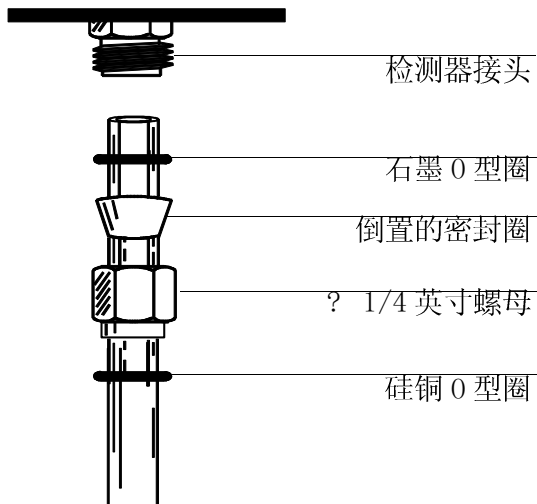
注意

拧得过紧可能使柱破碎。

色谱柱的安装  
在电子俘获检测器 ( ECD ) 上安装 6 mm ( 1/4 英寸 ) 玻璃柱

? 1/4 英寸填充玻璃柱，ECD

建议安装方法



选择其他安装方法

1/4 英寸玻璃柱

石英铜 O 型圈

石墨 O 型圈

石墨，锥型，  
或  
石墨锥型  
密封圈

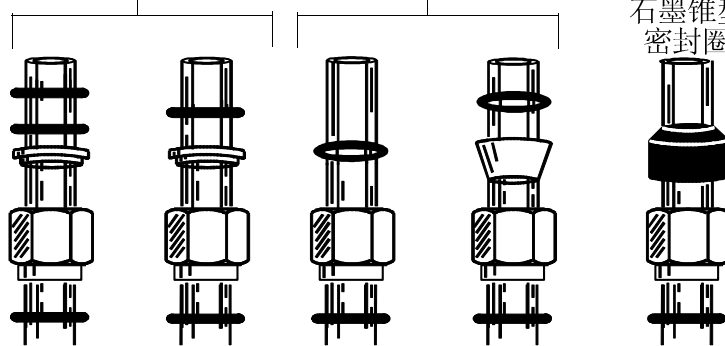


图 2-4 安装 1/4 英寸玻璃柱到电子俘获检测器

---

## 在电子俘获检测器（ECD）上安装毛细管柱

根据下页图示：

1. 移去补充气气帽。
2. 将熔融石英衬管装入连接管中。
3. 用手拧上补充气气帽。
4. 将ECD连接管笔直地尽可能深地插入检测器，用手拧紧螺母。
5. 用扳手再拧1/4圈。
6. 将柱螺母和垫圈装到柱上，根据柱外径选用1.0或0.5 mm内径的石墨垫圈。

螺母和垫圈穿过柱时可能会污染柱端。可按本章*准备熔融石英毛细管柱*中的说明切割柱端。

7. 自柱端量出75 mm，并在柱上标记。打字改正液是很好的标记材料。将柱垫圈和柱螺母轻轻插入检测器。用手拧紧螺母，使75 mm处标记点与柱螺母底部边端齐平。用扳手再拧1/4圈。

色谱柱的安装  
在电子俘获检测器 ( ECD ) 上安装毛细管柱

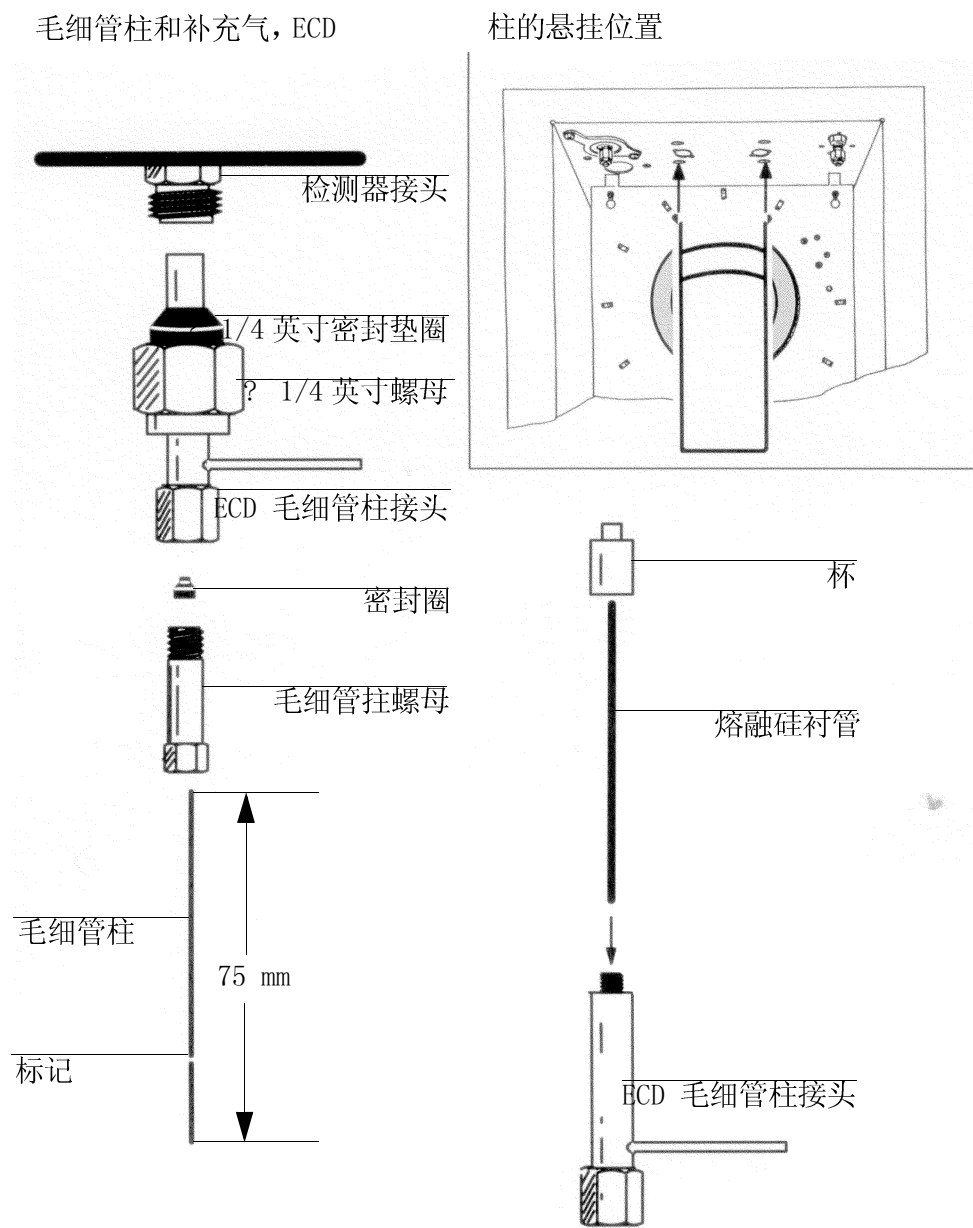


图 2-5 在电子俘获检测器上安装毛细管柱

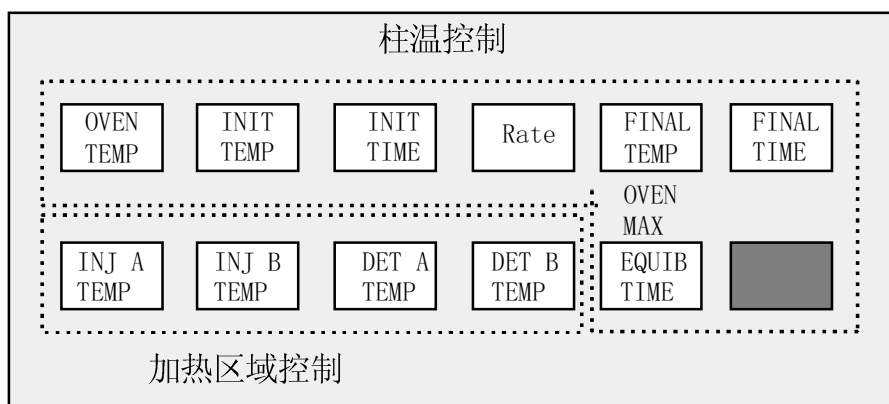
---

## 加热区域温度的设置

# 第 3 章

## 加热区域温度的设置

柱箱温度及其它三个加热区域的温度（检测器，进样器，加热阀）都是通过下图显示的键来控制。



因此，只要按适当的温度控制键，相对应的当前温度设定值和当前监测到的温度值就会被显示出来。

	ACTUAL	SETPOINT
<b>OVEN TEMP</b>	<b>279</b>	<b>350</b>

注意：“设定值”由使用者设定，而实际值是指测得的值。在这个例子中，柱温的设定值可能刚刚被改变（从 250 °C 到 350 °C），并且柱箱正在加热到新的设置温度，等待足够的平衡时间，实际值将会与设定值相等。

除 [0] 到 [9] 键外，[-]，[.]，[CLEAR]，和 [ENTER] 也可用于设定设置，[ON]，[OFF]，[A]，和 [B] 用于某种特殊的键序：

- t 键 [ON] 和 [OFF] 能方便地打开或关闭柱温及各加热段，同时仍保持它们原有的设定值。
- t 键 [A] 和 [B] 用于设定多阶程序升温。[A] 用于第二阶程序升温参数的设定，[B] 用于第三阶程序升温参数的设定。

---

## 加热区域的操作范围

表 3-2 温度控制键的有效设置范围

键	有效设置范围	增量	功能
[OVEN TEMP]	-80 至 450	1 °C	柱箱控制
[INIT TEMP]	-80 至 450	1 °C	柱箱控制
[INIT TIME]	0 至 650.00	0.01 min	柱箱控制
[RATE]	0 至 70	0.1 °C /min	柱箱控制
[FINAL TEMP]	0 至 450	1 °C	柱箱控制
[FINAL TIME]	0 至 650.00	0.01 min	柱箱控制
[OVEN MAX]	70 至 450	1 °C	柱箱控制
[EQUIB TIME]	0 至 200.00	0.01 min	柱箱控制
[INJ A TEMP]	0 至 400	1 °C	区域控制
[INJ B TEMP]	0 至 400	1 °C	区域控制
[DET A TEMP]	0 至 400*	1 °C	区域控制
[DET B TEMP]	0 至 400	1 °C	区域控制
[AUX TEMP]	0 至 400	1 °C	区域控制

注意：不论 [INIT TIME]，[RATE] 和 [FINAL TIME]。输入什么数值，总的运行时间将不超过 650 min。

\* 火焰离子检测器的有效设置范围是 0 至 450 °C。

---

## 柱温的设置和显示

柱箱温度在任何时候都控制在 450 °C 之内，增量为 1 °C。

柱箱控制键包括：

[OVEN TEMP]	为柱箱输入一个恒定的温度。
[EQUIB TIME]	用来输入柱温被修改时达到平衡所需的时间。（平衡时间以实际柱温与柱温设置值相差不到 1 °C 时开始计时）。
[OVEN MAX]	给出柱箱温度的最大值。

### 柱温显示

按 [OVEN TEMP] 显示当前柱温。

**OVEN TEMP 50 50 (or OFF)**

用下列键序开启柱温：[OVEN TEMP] [ON] [ENTER]

也可通过输入新的设定值来开启柱温。新值将替代“OFF”或原先的设定值。

## 加热区域温度的设置 柱温的设置和显示

实例：

设置柱温到 200 °C

当前柱温为 100 °C

显示：

<b>OVEN TEMP</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
------------------	------------	------------

按：[OVEN TEMP] [2] [0] [0] [ENTER]

柱温将从 100 °C 变化到 200 °C 并且稳定在 200 °C。

设置平衡时间 1 min

设置 350 °C 柱温最大值：[GOLD] [EQUIB TIME] [1] [酸] [0] [0] [ENTER]

柱温平衡时间将是 1 分钟。

设置 350 °C 柱温最大值

设置 350 °C 柱温最大值

按：[GOLD][OVEN MAX][3] [5] [0] [ENTER]

柱箱最大温度可以设到 350 °C。

4890 鉴别所输入的温度设定值；当输入的设定值与原先定义的设定值不一致时，显示一个相应的信息。

显示

<b>OVEN MAXIMUM = 350</b>
---------------------------

此情况是当最高柱温限制为 350 °C，而又设高于此值的柱温时，显示上面的信息。

---

## 使用冷冻阀冷却柱箱

当冷冻阀被打开时，柱箱温度可以控制在室温以下：

冷冻阀控制的设定值为：

冷冻阀 ON	开启冷冻
冷冻阀 OFF	关闭冷冻，冷冻阀的缺省状态为 OFF。
快速冷却 ON	每个运行后，使柱箱快速冷却。
快速冷却 OFF	不能使柱箱快速冷却。
环境温度	设置最理想的温度控制，以有效的利用冷冻剂（缺省温度为 25 °C）。
冷却出错 ON/OFF	当冷却操作持续 17 分钟后，柱箱温度仍未达到设定值，即为出错，柱箱将关闭并显示：警告：柱温关闭。将“冷却出错”功能关闭 (OFF)，则该功能无效。
冷却超时 XXX MIN	当柱箱温度达到平衡后，运行未能在规定的时间 (10~120min) 启动，即为冷却超时。将冷却超时关闭 (OFF)，则该功能无效。缺省值为在 30 分钟内启动。

冷冻开启后，如向柱箱供应冷却剂，冷冻阀（若安装了）将自动开启以获得所需柱箱温度。

当不需要冷却时，冷冻阀操作必须为关。否则，将不能进行正常的柱箱温度控制，特别是在接近常温时。

快速冷却功能可与冷冻阀 ON/OFF 一起操作，也可独立使用。在一个运行后，快速冷却功能冷却柱箱的速度比普通冷却操作要快。因此，使用快速冷却功可使 4890 更快达到就绪状态。当样品量很大时，该功能更有用。

## 加热区域温度的设置 使用冷冻阀冷却柱箱

连续按动 [CRYO PARAM] 键，将滚动出现相应的冷却操作功能，根据下列顺序按键，来打开或关闭冷却操作和快速冷却操作。

[GOLD] [CRYO PARAM] [ON] 或 [OFF]

打开或关闭快速冷却，按下列顺序按键：

[GOLD] [CRYO PARAM] 滚动至“快速冷却”按：[ON] 或 [OFF]

例：将环境温度设为 23 °C，按下列顺序按键：

[GOLD] [CRYO PARAM] 滚动至“环境温度”按：[2] [3] [ENTER]

为进行最佳的冷却操作，环境温度可以设置。环境温度的缺省值是 25 °C，在绝大多数应用中均使用缺省值。

下图说明启动 / 不启动冷冻阀自动操作的显示情况。

	ACTUAL	SETPOINT
<b>CRYO ON</b>		
	ACTUAL	SETPOINT
<b>CRYO OFF</b>		
	ACTUAL	SETPOINT
<b>CRYO FAULT ON</b>		
	ACTUAL	SETPOINT
<b>CRYO TIMEOUT 20 MIN</b>		

显示，冷冻阀操作

---

## 程序升温的设置

从初始温度到结束温度（多梯度升温或冷却），柱温可进行程序化控制，一次运行可使用最多为三阶的温度梯度。

柱温程序键包括：

[INIT TEMP]	程序升温的初始温度，这也是程序运行到最终时，温度返回的值。
[INIT TIME]	在程序升温开始运行后，初始温度保持时间的长短。
[RATE]	控制柱箱加热或冷却的速率，以 °C /min 计。温度程序零中的速率定为 0 会停止下一阶程序升温。
[FINAL TEMP]	在加热或冷却的程序升温中，柱温将达到的终温。
[FINAL TIME]	程序升温运行到终温时，此温度保持的时间。

一个运行所用的总时间不能超过 650 分钟。当达到 650 分钟时，运行终止 并且柱温返回到初始温度。在恒温操作时（RATE = 0），仪器内部所设运行时间的最大值为 650 分钟。

加热区域温度的设置  
程序升温的设置

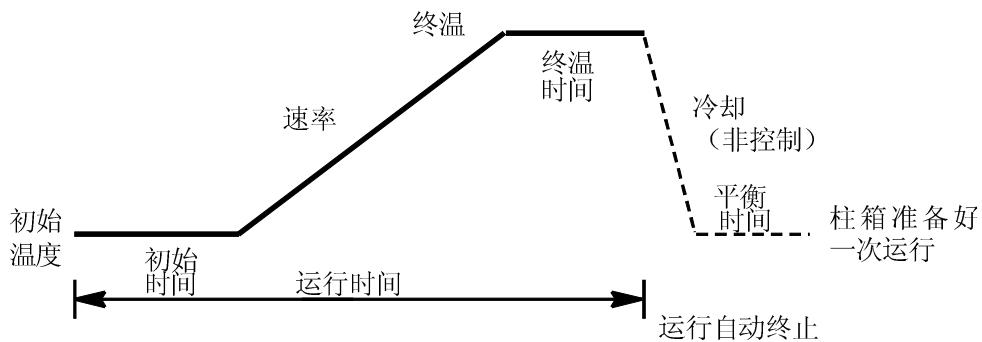
实例

单阶温度程序：

设置柱箱温度以 10 °C /min 的速率从 100 °C 升到 200 °C。

显示 

<b>OVEN TEMP</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
------------------	------------	------------



初始温度 (INIT TEMP)	100
初始时间 (INIT TIME)	2
升温速率 (RATE)	10
终温 (FINAL TEMP)	200
终温时间 (FINAL TIME)	1



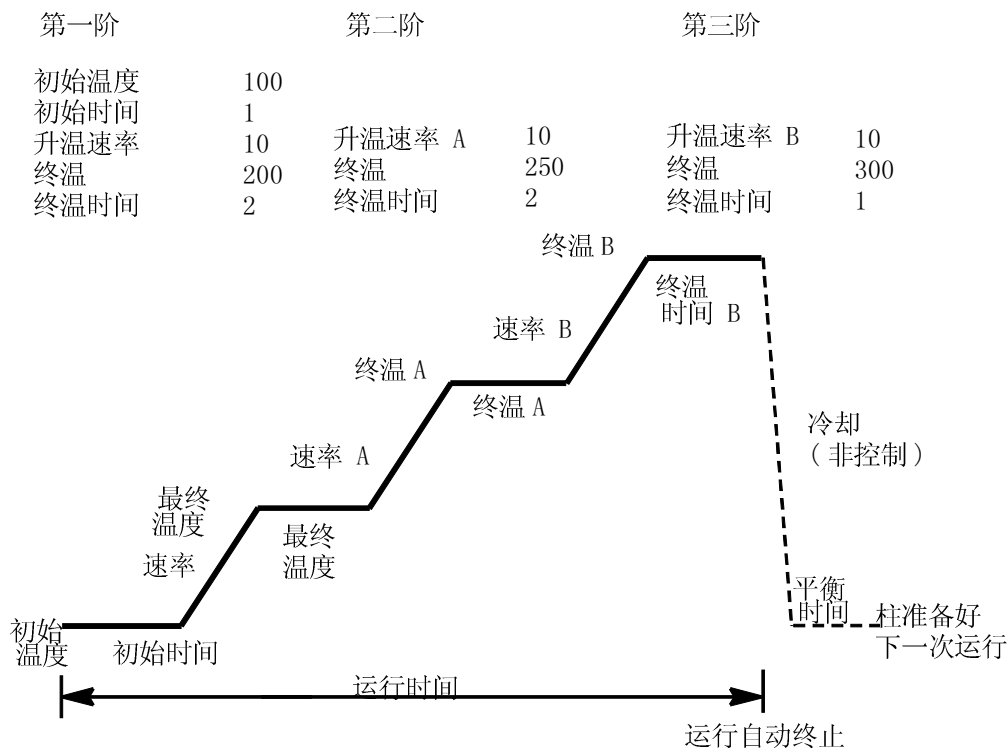
## 加热区域温度的设置 程序升温的设置

### 三阶温度程序：

柱温在 100 °C 保持 1 分钟，然后第一阶程序以 10 °C /min 的速率从 100 °C 升到 200 °C。

柱温在 200 °C 保持 2 分钟，然后第二阶程序以 10 °C /min 的速率从 200 °C 升到 250 °C。

柱温在 250 °C 保持 2 分钟，然后第三阶以 10 °C /min 的速率从 250 °C 升到 300 °C。柱温将在 300 °C 保持 3 分钟，然后返回初始温度 100 °C。



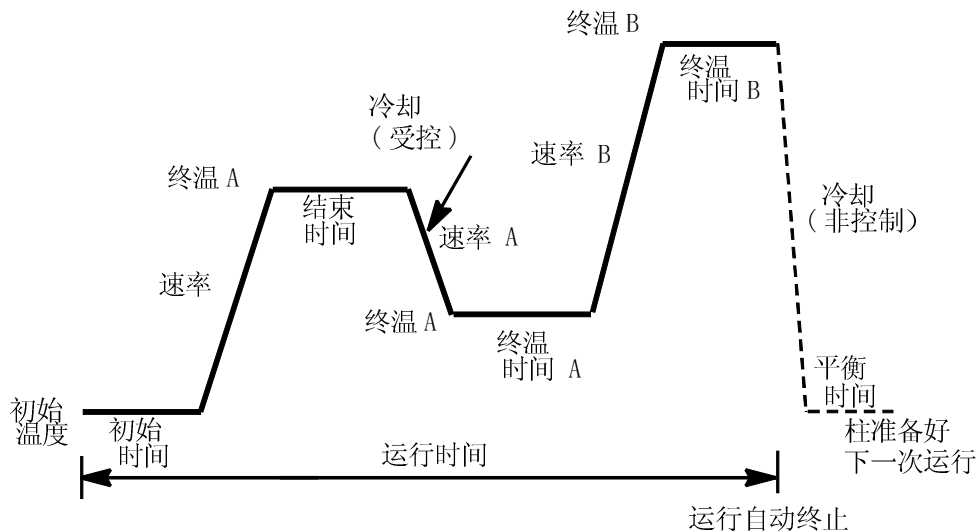
三阶程序升温（其中一阶为冷却）：

柱温在 100 °C 保持 1 分钟，然后第一阶程序以 10 °C /min 的速率从 100 °C 升到 200 °C。

柱温在 200 °C 保持 2 分钟，然后第二阶程序从 200 °C 冷却（受控）到 150 °C。

柱温在 150 °C 保持 1 分钟，然后第三阶以 10 °C /min 的速率从 150 °C 升到 250 °C。柱温将在 250 °C 保持 2 分钟，然后返回初始温度（100 °C）。

第一阶		第二阶		第三阶	
初始温度	100				
初始时间	1				
升温速率	10	升温速率 A	5	RATE B	10
终温	200	终温	150	终温	250
终温时间	2	终温时间	1	终温时间	2



## 柱温的校正

为最大限度地保证保留时间的精确性，特别是比较两个色谱图的保留时间时，必须使用单独的温度测试装置，在所需温度范围内进行柱温校正。

根据出厂时设置的零位校正差值，显示的柱温与实际值的误差保持在 1% 以内，用 K 表示。

4890 提供了柱温复位监测的方法（若需要），此保证所显示的实际值代表了真实的温度。

柱温校正时要求输入差值（delta 值，用 °C 表示），该差值为一任意测得的温度值减去所显示出来的柱温值：

$$\text{校正值} = \text{测得温度} (\text{°C}) - \text{显示温度} (\text{°C})$$

例，若实际测得的柱温值为 148.73 °C，相应显示的温度值为 150.00 °C，则应输入的校正差值为 -1.27。

### 柱温校正值的设置

柱温校正测量应该选在所需温度范围内的中间温度值上进行，在所选温度上允许有足够的时间（最高为半小时）进行温度平衡，不应有漂移。温度传感器应放在柱箱中色谱柱所处的位置。

1. 通过键盘，选择校正和测试方式的功能 1，按下列键：

[CLEAR] [.] [1] [ENTER]

显示校正，后面跟随两个数值：观察到的柱温值（精确到 0.01 °C）和当前的校正差值（delta 值）。

注意：记录下所显示的校正 delta 值！若再校正时有问题，可能需要重新输入该值。

2. 假定没有温度漂移，新的差值（delta 值）将通过按相应的数字键，然后按 [ENTER] 输入：

*[ENTER] 相应的数值 [ENTER]*

3. 只有按后，才会显示校正值；然后开始柱温再校正。注意：校正后所显示的柱温值应与测得的值几乎相等。

任何在  $-10.00 \sim +10.00$  °C 范围内的 delta 值均可输入，若输入值不在该范围内，将显示校正值过高。

如果有蓄电池保护记忆装置，即使关闭仪器电源开关或拔去电源线，新的校正值也将被一直保存，不会丢失。

---

## 进样器和检测器温度的设置

进样器和检测器温度可以被控制在室温到 400 °C 的任一温度。

进样器和检测器温度控制键包括：

[INJ A TEMP]	设置 A 位的进样器温度。
--------------	---------------

[INJ B TEMP]	设置 B 位的进样器温度。
--------------	---------------

[DET A TEMP]	设置 A 位的检测器温度。
--------------	---------------

[DET B TEMP]	设置 B 位的检测器温度。
--------------	---------------

进样器和检测器温度的显示

或

显示

<b>INJ A TEMP</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
-------------------	------------	------------

按 [DET A TEMP] 或 [DET B TEMP] 显示当前的检测器温度。

显示

<b>DET A TEMP</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
-------------------	------------	------------

进样器或检测器切换的键序为：

[INJ A TEMP] 或 [INJ B TEMP] [ON] 或 [OFF]

[DET A TEMP] 或 [DET B TEMP] [ON] 或 [OFF]

进样器和检测器也可以通过输入一个新的设定值来开启，新的设定值可以代替 OFF（关）或原先的设定值。

例：

设置进样器温度为 200 °C

目前进样器温度为 OFF

显示 = 

<b>INJ A TEMP</b>	<b>38</b>	<b>OFF</b>
-------------------	-----------	------------

按 [INJ A TEMP] [2] [0] [0] [ENTER]

进样器温度将从 OFF 变为 200 °C 并且稳定在 200 °C。

设置检测器温度为 200 °C

显示 = 

<b>DET A TEMP</b>	<b>38</b>	<b>OFF</b>
-------------------	-----------	------------

按 [DET A TEMP] [2] [0] [0] [ENTER]

检测器温度将从 OFF 变为 200 °C 并稳定在 200 °C。

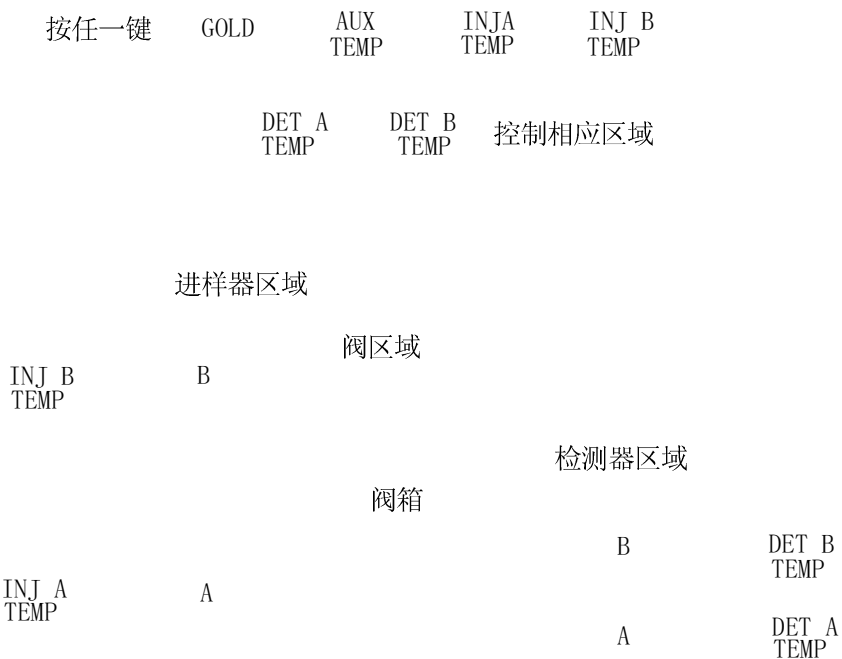
## 辅助温度的设置

[AUX TEMP]	辅助温度通常用于阀室、传输管路等加热。
------------	---------------------

例如：设置 AUX TEMP（辅助温度）加热区域的温度为 100 °C。

按：[GOLD] [AUX TEMP] [1] [0] [0] [ENTER]

### 加热区域温度 控制键的分配



仪器正面

---

## 进样系统流量的设置

# 第 4 章

## 进样系统流量的设置

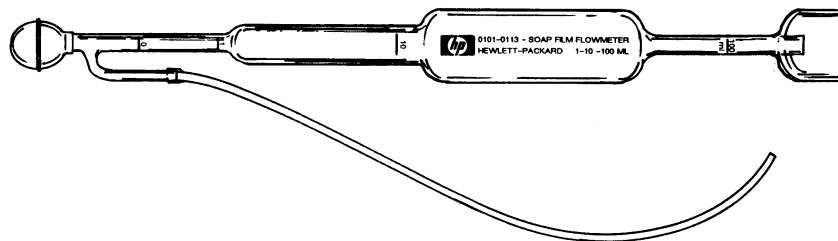
本部分提供了下列 4890 进样系统的操作说明：

- 隔膜清洗填充柱进样
- 分流 / 不分流毛细管柱进样

可编程冷柱头进样口的操作另提供单独的说明书。

### 气体流量的测定

每次系统有了改变，应用皂膜流量计来首次测定各项的流量。



### 皂膜流量计的使用

一个皂膜流量计有三段速度范围 1、10 及 100 ml/min，适用于测量低流量（如载气）和高流量（如 FID 的空气）。

皂膜流量计是用来测量气体流量的最基本、可靠的工具，当有气体流过时，皂膜流量计会产生一个气泡通过管子，泡沫移动的速度反映了气体的流量。多数皂膜流量计有多个区段，每段的直径不同，可以很方便地测量不同范围的气体流量。

1. 将软管的一端与皂膜流量计相连接。

2. 将软管的另一端与检测器气体排出口或其他所需测量的气体的排出口相连接。
3. 在皂膜流量计的小球内注入肥皂液或渗漏检测液。
4. 在键盘板上按下列键，准备内部秒表功能：  
按：[TIME] 键三次。  
炉温显示模式下显示为  $t=0$ ,  $1/t=0$ 。
5. 垂直拿着皂膜流量计，捏放下面的小球以产生一个皂膜泡。
6. 当皂膜通过皂膜流量计最下面的刻线时，按 [ENTER] 启动秒表功能。
7. 当皂膜通过某一段量程的上线时，按 [ENTER] 停止秒表功能。
8. 计算流量，单位：ml/min：
  - 若在第一量程刻线处停止秒表功能，流量值等于柱箱模式下显示中的  $1/t$  值。
  - 若在第二量程刻线处停止秒表功能，流量值等于柱箱模式下显示中的  $1/t$  值的 10 倍
  - 若在第三量程刻线处停止秒表功能，流量值等于柱箱模式下显示中的  $1/t$  值的 100 倍。

## 进样系统流量的设置

9. 按 [CLEAR] 并重复步骤 5 — 8，至少一次，以验证流量。
10. 开启补充气时，逆时针方向调节柱箱上方的 AuxGas 旋钮，开启补充气流量，直到阀在开的位置。
11. 重复步骤 5 — 8 测试总的气体流量。
12. 若流量不准：
  - 至少等待 2 分钟，以使系统中的气流稳定。
  - 若需要，重复上述步骤。

注意：若需要，使用小的螺丝刀调节 Aus Gas 旋钮中央的可变节流阀。

### 用于测量气体流量的附件

一般来说，进样系统的流量（柱流量）在检测器排气口处测量，对于毛细管进样系统隔膜清洗和分流的流量，在面板前的排气口上测量，用一个橡皮附加管可直接与 TCD 或 ECD 排气口连在一起。

一个特殊的流量测量附件用于 FID，将此 FID 附件和皂膜流量计连接，并将它尽可能深地插入检测器的排气口，开始时可能会感觉到阻力，因为 O 型圈是被强压在检测器排气口上，在插入时应按住附件并转动以保证 O 型圈很好地封口。

---

警告

---

对于 FID，为了将爆炸的危险降到最低程度，千万不要将氢气和空气一起测量，应当分别测定。

用于 FID 的附件



用于 TCD 和 ECD 的附件

## 填充柱进样器流量范围的改变

你会因多种原因而需改变流量范围。例如，若使用的流量只占稳流阀流量范围的 20%，则分析的保留时间可能发生漂移。将 0 — 110 mL/min 的稳流阀换成 0-20 mL/min 的稳流阀，就能解决这一问题。

你可以用下列任一方法来改变填充柱进样器的流量范围：

- 改变气源压力。
- 改换流量控制部件的流量控制阀。

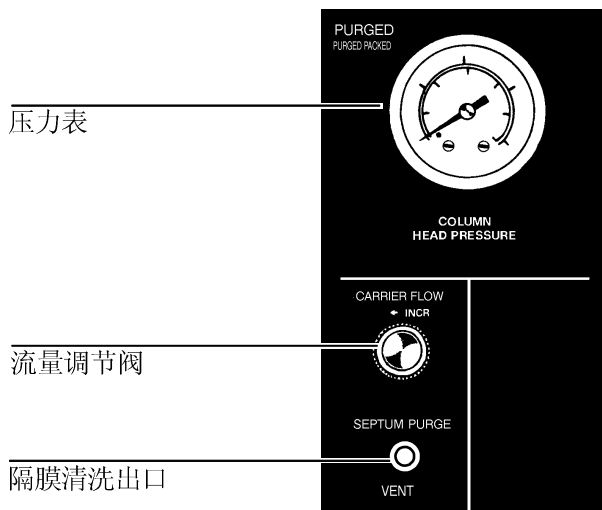
### 气源压力的改变

你可以增加气源压力来增加流量控制阀的流量上限。下表列出 5 种气源压力下，填充柱进样器使用 0 — 20 mL/min 稳流阀时，标准流量控制阀的最大流量。对于最大氢气流量，参照氢气流量表。

气源压力 psi	氮气流量 mL/min	氢气流量 mL/min
40	20	21
50	24	25
60	28	28
70	32	32
80	36	35

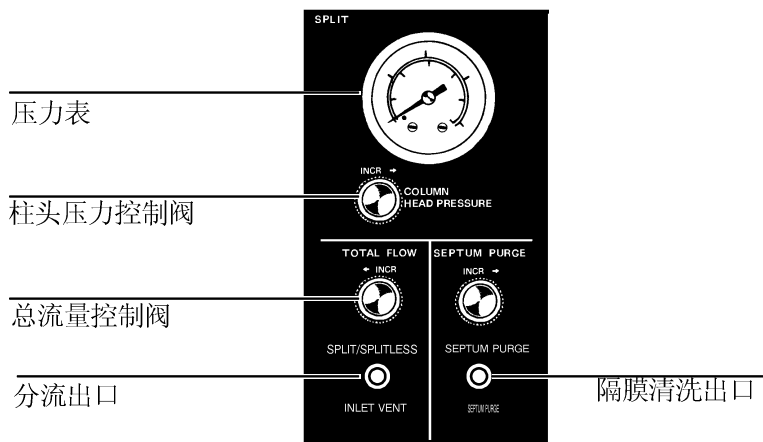
## 有隔膜清洗的填充柱进样器流量的设定

1. 设置柱箱和加热区温度到操作需要的温度值。  
注意：载气流量设定好后再加热色谱柱。
2. 如果检测器没有关，应关掉检测器（特别是 TCD），直到流量设置好后才打开。
3. 输入的载气源压力应至少为 275 kPa（40 psi），以保证多数应用的要求。载气源压力至少应比最大柱头压大 105 kPa（15 psi）。
4. 关掉通向检测器的支持气体（如氢气，空气，参考气流或毛细管的补充气），以保证单独测定柱流量。
5. 当需要打开总流量控制阀（逆时针）以获得要求的流量时，用皂膜流量计在检测器排气口测量流量，逆时针旋转阀以获得操作所需要的流量。



## 分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定

用毛细管时，需要设定通过毛细管柱的线速度，线速度通过柱头压力来控制。该柱头压力是由毛细管的柱长和内径以及炉温来决定的，从而获得所需的线速度。



下表列出了对应于一些毛细管柱内径和柱长度的初始压力。在每个范围中，高压是大多数分析开始点的推荐值，是由高效和快速分析得出的。下一节将描述如何调节柱头压以获得所需流量的线速度。

柱内径 (mm)	柱长 (m)	氦气范围 kPa (psi)	氢气范围 kPa (psi)
0.20	12	85 (12) - 140 (21)	48 (7) - 84 (12)
0.20	25	145 (21) - 235 (34)	87 (13) - 145 (21)
0.20	50	235 (34) - 360 (52)	145 (21) - 230 (34)
0.32	12	29 (4.2) - 53 (7.7)	17 (2.5) - 32 (4.7)
0.32	25	55 (7.9) - 95 (14)	33 (4.8) - 60 (8.7)
0.32	50	95 (14) - 160 (23)	60 (8.7) - 105 (15)
0.53	10	8.5 (1.2) - 16 (2.4)	5.0 (0.7) - 9.7 (1.4)
0.53	30	24 (3.5) - 44 (6.3)	14 (2.1) - 27 (3.9)

### 分流进样方式流量的设定

#### 警告

当分流进样，并使用危险化学品，或用氢气作载气时，分流出口和隔膜清洗的废气排出口应接通风橱或相应的化学净化管。

为确保正常操作，应保证载气气源的压力至少比设定的柱头压大 105 kPa (15 psi)。

1. 使用下列步骤设置初始柱头压。
  - a. 设置柱头压为 0。
  - b. 根据需要增加总流量，控制分流出口流量为 100 ml/min。
  - c. 增加柱头压到需要值。
  - d. 逆时针旋转，打开总流量控制阀以产生流量，压力计读数将增大。

进样系统流量的设置  
分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定

- e. 设置柱箱加热区温度到需要值，确认检测器为“开”且它的输出信号安排在适当的通道上（见第6章控制信号输出）。

2. 设置隔膜清洗流量

多余的载气将由隔膜清洗出口排除。尽管隔膜清洗出口不可调节，但也应检查流量，不要将隔膜清洗出口堵住。

载气类型	相应流量
氢气 (H <sub>2</sub> )	3.5 - 6.0 mL/min
氦气 (He)	1.5 - 3.5 mL/min
氮气 (N <sub>2</sub> )	1.5 - 3.5 mL/min
氩气 / 甲烷 (Ar/CH <sub>4</sub> )	1.5 - 3.5 mL/min

3. 调节线速：

用计时器（见本章的“内部秒表的使用”），并且反复注射一个不滞留组份的样品，根据需要调节柱头压，得到所需的保留时间，以便得到理想的线速度。

通过柱子的线速度是由注射一个含有不滞留组份的样品来测量的（典型样品是甲烷或空气）。

将测得的不滞留组分的保留时间与理想的线速度（ $\mu$ ）和柱长计算得出的预期的保留时间（ $t_r$ ）相比较：

预期保留时间 =  $1.67 \times \text{柱长} / \text{线速度}$

4. 计算体积流量：

毛细管柱的体积流量（ $\text{cm}^3/\text{sec}$ ）用下式计算：

体积流量 =  $0.785 \times D^2L/t_r$

其中：D 是柱内径，

L 是柱长，

$t_r$  是不滞留组分的保留时间（min），假设已获得理想的线速度（ $\mu$ ）。

此公式的精度将随压力的增加和气体浓缩而降低。

进样系统流量的设置  
分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定

下表列出了对应于不同毛细管柱内径和柱长度的  $0.785 \times D^2L$  值。

各种内径和长度的毛细管柱的 $0.785 \times D^2L$ 的值			
常用柱内径 (mm)	常用柱长度 (m)		
	12	25	50
0.20	0.377	0.785	1.57
0.25	0.589	1.22	2.45
0.32	0.965	2.01	4.02
0.53	2.65	5.51	11.0
0.75	5.30	11.0	22.1

5. 将皂膜流量计连接在检测器排气口验证计算所得的柱体积流量（皂膜流量计的使用方法，参见本章的*皂膜流量计的使用*）。关闭通到检测器的所有气体，如补充气或支持气。
6. 用以下步骤验证流过进样衬管的分流走向，并在整个分流模式运行中始终保持该走向。
  - a. 显示当前的分流口状态：  
按 [PURGE/VALVE] [A] 或 [B]  
如果显示“OFF”，按 [on] 恢复流过进样衬管的气流（分流）。
  - b. 显示运行中切断分流气的时间：  
按 [PURGE/VALVE] [A] 或 [B] [TIME] [OFF]
  - c. 显示运行中何时恢复分流气：  
按 [PURGE/VALVE] [A] 或 [B] [TIME] [ON]  
（如果阀门时间已经显示（VALVE TIME），仅按 [ON]）。

- d. 或者，将两个时间都设在 0.00，并且打开清洗（Purge）A（或 B）：  
按 [0] [ENTER] 显示：

ACTUAL	SETPOINT
PURGE VALVE A TIME ON	

7. 使用下列步骤得到所需的分流比：
- 用皂膜流量计在分流口测定流量，皂膜流量计的使用方法，见本章*皂膜流量计的使用*。
  - 如果需要，调节总流量控制阀，以获得合适分流比所需的流量。
  - 选择合适的分流比进行分析，

用下列方式计量出分流出口的流量。根据分流比的定义：

$$\text{分流口流量 ( ml/min )} = \text{体积柱流速 ( ml/min )} \times (\text{所需分流比}^{-1})。$$

进样系统流量的设置  
分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定

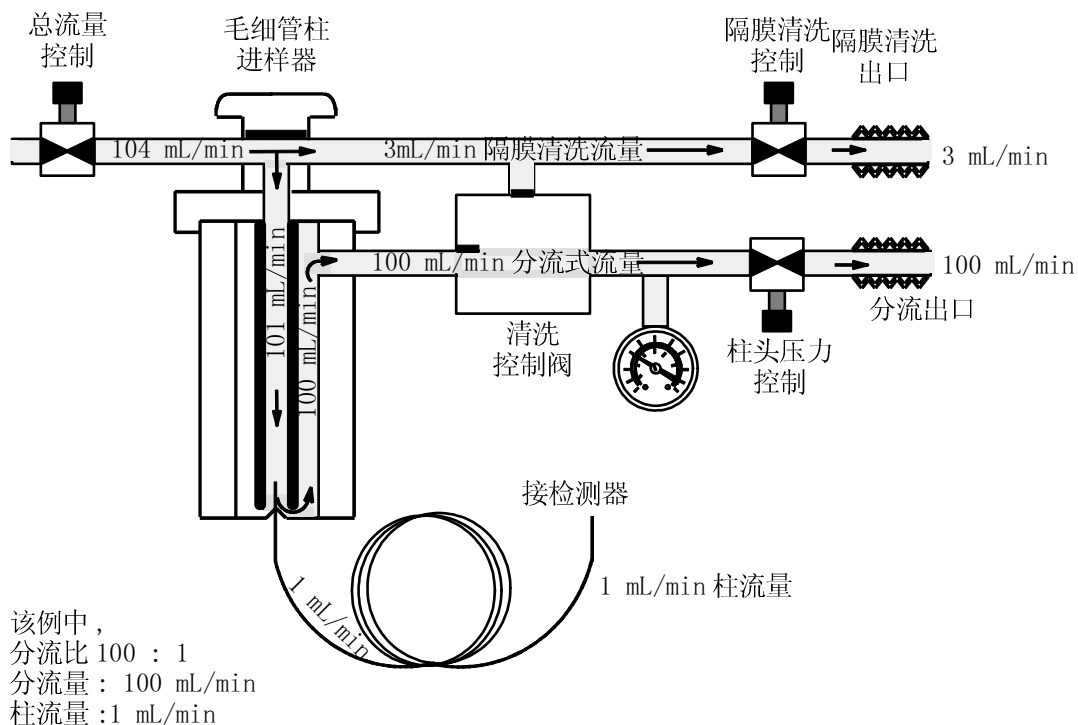


图 4-1 手动压力控制的分流式流量图

不分流进样方式流量的设定

警告

当执行不分流进样，并使用危险化学品药品或用氢气为载气时，分流出口和隔膜清洗的废气排出口应通向一个通风橱或化学净化管装置。

为确保正常操作，载气气源压力至少比设定的柱头压大 105 kPa ( 15 psi ) 。

假设柱子和衬管已正确安装，检测器气体已连接，并且系统无泄漏，按以下步骤设定不分流操作的流量。

1. 根据下列步骤设置初始柱头压：
  - a. 设置总流量为 0。
  - b. 逆时针方向打开流量控制阀以产生流量，压力计读数将增大。
  - c. 根据需要增加总流量控制直到进样流量为 50 ml/min。
  - d. 增加柱头压获得所需压力。

逆时针方向打开流量控制阀以增加压力。
  - e. 调整柱箱和加热区温度到操作需要值，打开检测器，并为其输出信号指定一个适当的通道（见第 6 章“信号输出控制”）。
2. 多余的载气由隔膜清洗出口排出，尽管隔膜清洗出口不能调节，也应测流量，不要将清洗出口堵住。

载气类型	相应流量
氢气 (H <sub>2</sub> )	3.5 - 6.0 mL/min
氦气 (He)	1.5 - 3.5 mL/min
氮气 (N <sub>2</sub> )	1.5 - 3.5 mL/min
氩气 / 甲烷 (Ar/CH <sub>4</sub> )	1.5 - 3.5 mL/min

3. 调节线速度。

用计时器（见本章的*内部秒表的使用*），并且反复注射一个含不滞留的样品成份，通过调整柱头压，得到需要的保留时间，以便得到理想的线速度。

## 进样系统流量的设置

### 分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定

通过柱子的线速度是由注射一个含有不滞留组份的样品来测的（典型样品为甲烷或空气）。

测得的不滞留组份的保留时间（ $t_r$ ）与理想的线速度（ $\mu$ ）和柱长计算得到的预期的保留时间相比较。

$$t_r \text{ 预期值 (分)} = 1.67 \times \text{柱长 (m)} / \text{线速度 (cm/sec)}$$

#### 4. 设置不分流进样时间表

在进样的一刻将原吹过进样衬管的清洗气流旁路，以实现不分流进样，进样后有足够的时间使溶剂和样品组份在柱头浓缩，然后使清洗气流重新吹过衬管，将溶剂气化吹出。

有两个清洗控制通道，一个是进样器 A，另一个是进样器 B。

- a. 将通过柱子的清洗气流旁路，以实现不分流进样：  
按 [PURGE/VALVE] [A] （或 [B]） [OFF]

注意：此时流过衬管的气流是仅仅流经色谱柱的。

- b. 恢复进样器清洗气流。

按 [PURGE/VALVE] [A] （或 [B]） [ON] 使清洗气流恢复。

#### 手动清洗切换

手工通过键盘切换不分流电磁阀的开关。如电磁阀已为开（或关），此时开（或关）的命令无效。

下图是当前阀的状态和运行中由时间事件表自动切换阀的典型显示。

	ACTUAL	SETPOINT
<b>INL PURGE A</b>	<b>ON</b>	
	ACTUAL	SETPOINT
<b>PURGE A</b>	<b>ON</b>	<b>1.50</b>
	ACTUAL	SETPOINT
<b>PURGE A</b>	<b>OFF</b>	<b>0.10</b>

### 自动清洗切换

用下面的步骤在运行中自动切换不分流电磁阀的开关，电磁阀将在运结束后保持其结束状态。

1. 设置进样应为不分流方式：

按 [PURGE/VALVE] [A] (或 [B]) [OFF]

2. 设置阀的启动时间

启动时间是指进样后清洗发生的延时时间。它由组份，溶剂，进样量，载气流量和内部衬管的体积（大约 1ml）决定。一般地，理想的启动时间值为 0.6 到 1.5。

按 [PURGE/VALVE] [A] (或 [B]) [TIME] [ON] 启动时间 [ENTER]

3. 设置阀的结束时间

清洗阀 A（或 B）的结束时间应比整个运行的时间稍短一些。在运行结束前自动关闭进样清洗流量，以保证进样阀在下次运行前处于正确的状态。

按 [PURGE/VALVE] [A] (或 [B]) [TIME] [OFF] 结束时间 [ENTER]

4. 在运行中显示时间，按下列键将停止清洗：

按 [PURGE/VALVE] [A] (或 [B]) [TIME] [OFF]

## 进样系统流量的设置 分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定

5. 在运行中显示了运行的时间，按下列键将恢复清洗：  
按 [PURGE/VALVE] [A] （或 [B]） [TIME] [ON]

一旦显示了进样清洗事件，任何时候都可输入一运行时间（如：0.01 分钟）。中止进样清洗的运行时间必须在进样之前（典型为 0.00），开和关的时间都以炉温程序的开始作参照。

**注意：**只有在 0.00 到 650.00 分钟之间的输入值才有效。系统将忽略那些大于整个运行时间的输入值，并不切换清洗阀。同样，系统将忽略开和关时间相同的切换命令。

进样系统流量的设置  
分流 / 不分流式毛细管进样器流量的设定

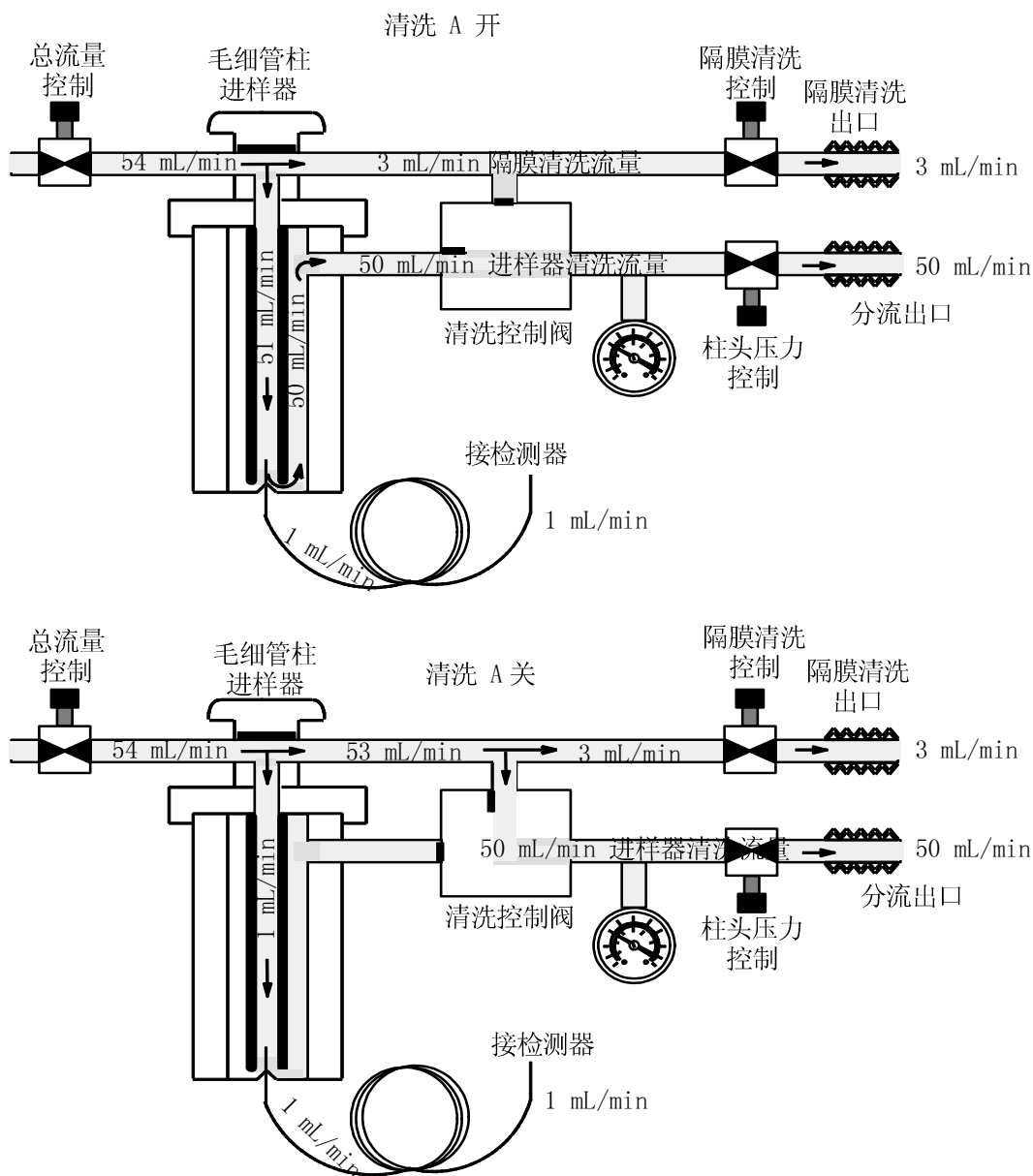


图 4-2 手动压力控制的不分流式流量图

---

## 内部秒表的使用

内部秒表是用于设定流量时的测量时间和测定运行了的时间等。在秒表方式下，可以在显示板上同时显示时间（准确到 0.1 秒）和相应的时间倒数（准确到 0.01/min），用下列步骤进入秒表方式：

1. 反复按 [TIME] 直到秒表出现显示。
2. 按开始 [ENTER]，再按 [ENTER] 停止。
3. 按 [CLEAR] 回零。

秒表方式

时间显示

	ACTUAL	SETPOINT
	t = 0 : 0 0 . 0	1 / t = 0 . 0 0

---

## 检测器系统的操作

# 第 5 章 检测器系统的操作

本章提供 4890 GC 检测器系统的操作信息。

- 火焰离子化检测器 ( FID )
- 热导检测器 ( TCD )
- 电子捕获检测器 ( ECD )

**注意：**与 4890 同时提供的 530  $\mu$  系列柱在使用前必须进行老化。在载气流量为 30~60 ml/min，柱温 250  $^{\circ}$ C 条件下至少老化 4 小时。

---

## 检测器状态的显示

按 [DET] [A] 或 [B]，打开或关闭检测器，或者显示当前状态。使用 TCD 时，按 [DET] [A] 或 [B] 转换信号极性。

当检测器被关闭时，出现下列状态：

FID：输出信号和收集器电压同时被关掉，如果火焰仍然点着，则要等到供应气被关掉时火焰才会灭。

TCD：输出信号，热导池切换阀，及钨丝电流也同时被关掉。

ECD：输出信号被关闭。

### 典型检测器状态显示

		ACTUAL	SETPOINT
<b>DET A</b>	<b>FID</b>	<b>ON</b>	

		ACTUAL	SETPOINT
<b>DET A</b>	<b>TCD</b>	<b>OFF</b>	<b>[+]</b>

---

## 检测器的开 / 关

---

### 注意

当 TCD 检测器在 ON 的位置时，如果气流没开或中断，会损坏钨丝。每当改变或调节影响到流过检测器的气流时，一定要关闭检测器。

当所需检测器显示在屏幕上时，按 [ON] 将其打开，按 [OFF] 将其关闭。这种变化立刻显示在屏幕上。

注意：检测器的开或关，不影响它的区域温度，检测器温度是由与特定区域有关的温度控制键（[DET A TEMP] 或 [DET B TEMP]）单独控制的。更详细的资料，请看第 3 章 *加热区域温度的设置*。

---

## 检测器输出信号的监视

当检测器开始工作，如 FID 点火时，NPD 钨珠加电压后，或检查 ECD 监视检噪音时，测器的输出特别有用。

1. 为了随时显示检测器的输出信号，对某一检测器，指定一个输出通道（信号 1 或 2）。

按 [SIG 1]（或 [SIG 2]）[A]（或 [B]）[ENTER]

2. 按 [SIG 1] 或 [SIG 2] 显示这个检测器的信号值。
3. 按 [SIG 1] 或 [SIG 2] 则显示该信号通道的信号源。

下图是典型的显示：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIGNAL 1 A</b>		
<b>SIGNAL 1</b>		<b>258.7</b>

上图所显示的是实时信号，任何影响检测器响应的情况都会立刻显示出来，可方便地对检测器输出信号进行监视。

---

## 毛细管柱补充气流量的设置

毛细管柱补充气是用来增加检测器的气体以补偿毛细管柱低载气流量。因为检测器操作时最佳载气流量至少为 20 ml/min（色谱填充柱应用的典型值），所以载气流量低时必须被补偿。当载气流量低于 10 ml/min（毛细管色谱应用的典型值）时，则需要用毛细管补充气以确保总流量（载气 + 补充气）至少为 20 ml/min。

对于 ECD，毛细管柱补充气必须与 530  $\mu$  系列毛细管柱同时使用，因为检测器需要较高的总流量（至少 25 ml/min）。

补充气的例外情况：

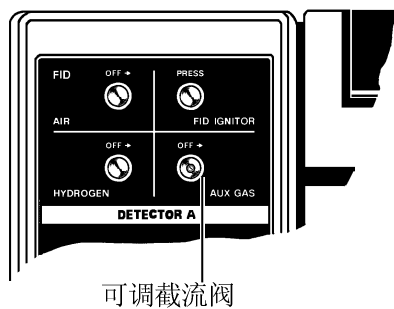
TCD 所需的总流量仅为 5 ml/min（TCD 参比池参考流量为 15 ml/min）。对于 FID 和 TCD，只要载气流量在 10~20 ml/min 之间，使用 530  $\mu$  毛细管柱可以不用补充气，在较低流量时检测器的灵敏度会降低。

FID 的补充气在检测器前与氢气直接混合。TCD 的补充气通过接在检测器进口上的毛细管柱补充气接头而加入到检测器总流量中。

毛细柱补充气的压力应调到大约 276 kPa（40 psi）：

1. 检查色谱柱和补充气接头（如果使用）是否接好。
2. 关上除载气以外所有通过检测器的气流。
3. 将检测器和柱子的流量调到合适值，在检测器出口处用皂膜流量计测流量。
4. 将毛细管柱补充气的压力调至 276 kPa（40 psi）。

5. 打开辅助气开关阀，用一小螺丝刀对开关阀中心处的可调节流阀做必要的调节，以得到需要的总流量（载气+补充气）。



---

## 如果电源出故障

如果电源经常发生故障，不使用检测器时，应将其关闭。

注意：检测器关闭后重新打开，应有一段平衡时间，才能执行高灵敏度分析，其间基线将漂移，直到平衡为止。

每当电源出故障又重新接通时，检测器恢复原状。其它有源部分也都恢复原状。

---

## 每天关闭检测器

每天，应按下列顺序关闭检测器：

1. 多数情况下，让检测器处于 ON 状态并保持操作所需的温度，这样可以减少每天重新开检测器时所需平衡稳定时间。
2. 让载气开着以保护柱子。如果需要一段时间停机不用时，应先使炉温降至室温再关载气。
3. 对于 ECD，为延长使用寿命，应采用较低的温度以获得较低的灵敏度。当要关掉检测器时，盖上柱子接口让少量补充气流过系统。

---

## 火焰离子化检测器的操作 ( FID )

火焰离子化检测器 ( FID ) 对在氢气 - 空气火焰下产生离子的化合物有响应, 包括所有的有机物。但有些有机物 ( 如: 甲酸和甲醛 ), 只有很低的灵敏度。但低灵敏度也有好处, 例如, 用水和  $CS_2$  等作溶剂时不会产生大的溶剂峰。

---

低灵敏度或无响应的化合物	
惰性气体	$CO$
二氧化氮	$CO_2$
卤化硅	$CS_2$
$H_2O$	$O_2$
$NH_3$	$CCl_4$

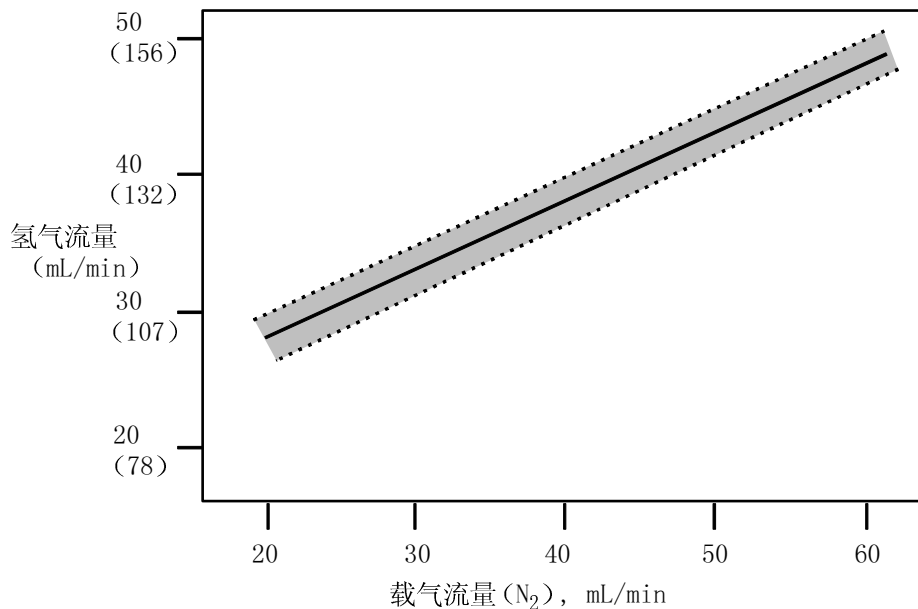
---

系统对大多数有机化合物从最小检测到  $10^7$  倍的最小检测量都是线的。线性范围与特定的化合物有关, 并与 FID 对该化合物的灵敏度成正比。

最大灵敏度需用一定浓度的含有所需化合物的标准样品来优化流量。用该标样在不同载气、空气和氢气流量下进行实验来确定产生最大响应的流量。

## 检测器系统的操作 火焰离子化检测器的操作 ( FID )

最主要的变量是氢气对载气的比率，使用下图选择一个起始值，然后从该值开始选出最佳值。



对空气流量的要求不高，只要能够点火但又不将火焰吹灭即可。当待测样品组份浓度高时，可能需要增加空气流量（增加到 650 ml/min）。当待测组份浓度低时，可以减少空气流量（375~425 ml/min）。

### FID 的操作准备

FID 的操作准备，必须作下列步骤：

- 调节载气流量。
- 调节检测器气体流量。
- 打开检测器。
- 点火。

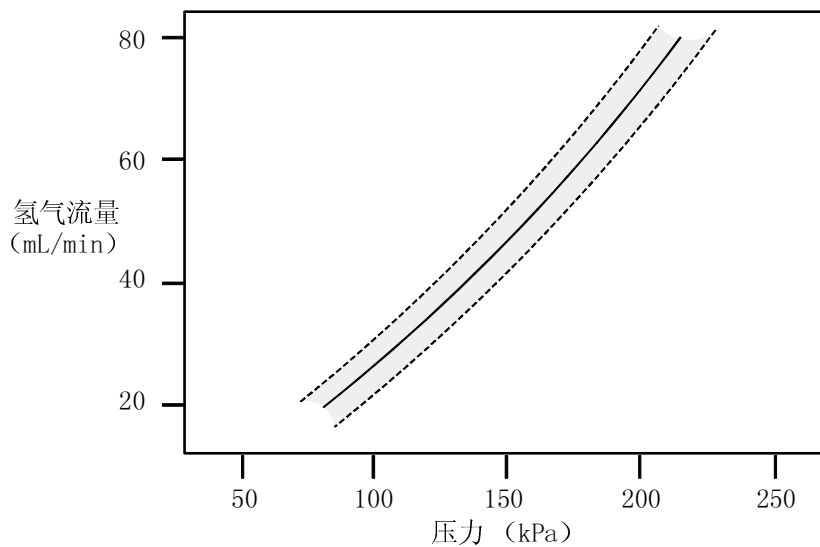


图 5-1 氢气流量和压力的关系

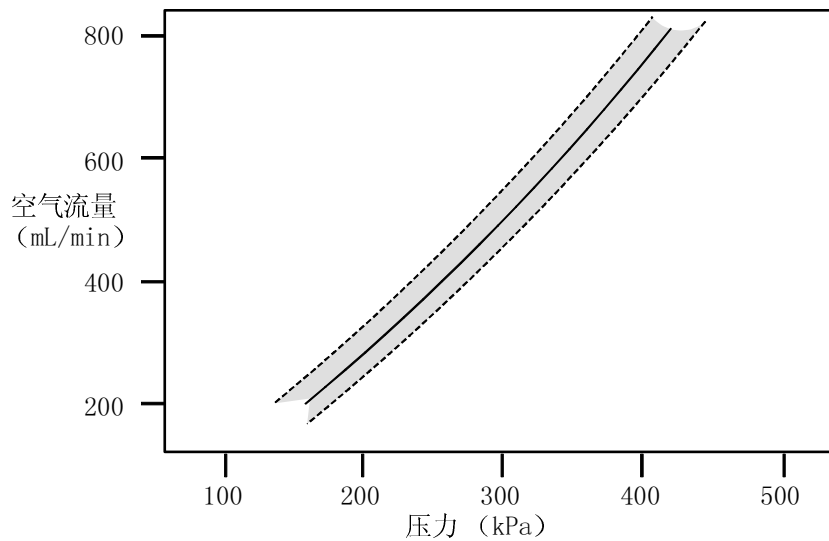


图 5-2 空气流量对压力

### 调节 FID 流量（填充柱）

这里所提到的气体流量是为了保证大多数分析时，检测器性能良好、可靠。特殊应用时，为保证检测器性能良好，应使用与应用相关的标准样品，并试着调整流量。

---

#### 警告

火焰离子检测器使用氢气做燃料。如果氢气流量开着，检测器进口没有接上色谱柱，氢气会进入柱箱而发生爆炸。因此在任何时候只要有氢气进入仪器，检测器进样口必须始终接上色谱柱或盖上气帽。

---

注意：根据色谱柱的类型和分析的要求，可能需要更换 FID 喷嘴。

用以下的步骤设定填充柱 FID 流量。此时检测器的支持气体已连接好，且无泄漏，并已安装了合适的喷嘴和色谱柱。

1. 关闭辅助气补充气开关阀。
2. 设置柱流量为 30 ml/min，因为柱流量的设置与色谱柱和进样系统有关，因此请参阅第 4 章“进样系统流量的设置”。
3. 设置柱箱和其它加热区的温度。
4. 顺时针轻轻关闭氢气和空气开关阀。
5. 利用本节流量—压力的关系图并根据载气流量，设置氢气和空气的压力以得到正确的流量（在大多数的应用中通常氢气为 30 ml/min；空气为 430 ml/min。）

氢气和空气流量的大小可通过调节各自的压力得到，但是，若要知道流量的确切值，可根据本节介绍，使用皂膜流量计来测量。另一方面，只有将氢气和空气开关阀逆时针地全部打开，然后才可进行下一步的点火。

6. 通过下列步骤将氢气流量调节至 30 ml/min:

a. 将皂膜流量计接至 FID 的收集器上。

警告

使用皂膜流量计时，为防止爆炸，不能将氢气和空气混合测量，应分开测量空气和氢气。

b. 逆时针打开氢气开关阀，测量通过检测器的总流量（柱流量+氢气）。

c. 调节氢气压力，使总流量为 30 ml/min。

d. 关闭氢气开关阀。

7. 通过下列步骤调节空气流量为 400 ml/min:

a. 逆时针打开空气开关阀，测量通过检测器的总流量（柱流量+空气）。

b. 调节空气压力，使总流量为 430 ml/min。

8. 从 FID 收集器上拆下皂膜流量计。

9. 打开氢气开关阀，准备点火。

调节 FID 流量（毛细管柱）

警告

火焰离子检测器使用氢气做燃料。如果氢气流量开着而检测器进样口没有接上色谱柱，氢气会进入柱箱而发生爆炸。因此任何时候只要有氢气进入仪器，检测器进样口必须接上色谱柱或盖上气帽。

注意：根据色谱柱的类型和分析的要求，可能需要更换 FID 喷嘴。

表 5-1 提供了控制 FID 的最佳流量。

检测器系统的操作  
 火焰离子化检测器的操作 ( FID )

表 5-1. FID稳流阀的压力/流量  
 室温 21 °C, 压力 14.56 psi。

流量节流阀 部件号	19243-60540	19231-60770	19231-60610	
稳流阀颜色代码	绿 + 红点	红点	棕色点	
压力, kPa (psig)	流量 (ml/min)			
	氮气	氦气	氢气	空气
69 (10)	6.4	7.2	18	65
138 (20)	15	17	44	157
207 (30)	26	29	77	273
276 (40)	39	44	116	410
345 (50)	53	61	162	561
414 (60)	69	80	211	726
483 (70)	86	100	264	900
552 (80)	104	122	322	1084
621 (90)	123	150	383	
690 (100)	143	178	445	

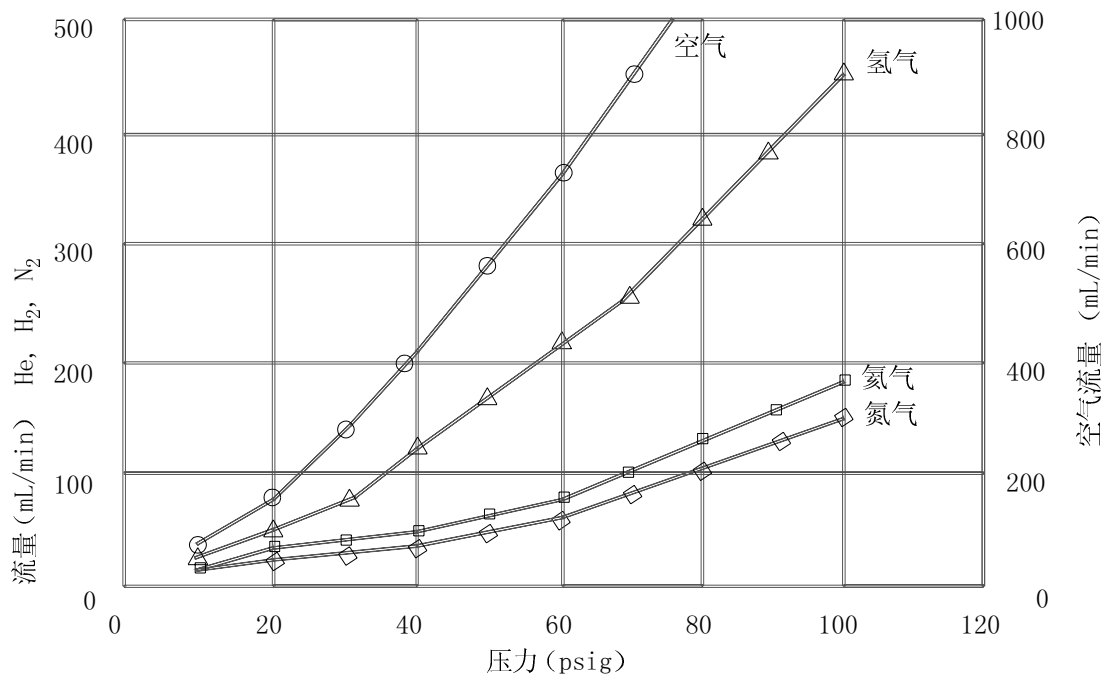


图 5-3 中带节流阀的压力 / 流量图

假设检测器供气已接好，且无泄漏；并已安装了合适的喷嘴，和色谱柱，根据以下步骤调节毛细管柱流量。

1. 把柱流量调到要求的速度。因为调节柱流量程序取决于安装的色谱柱和使用的进样系统，参考第四章有关的进样系统资料。
2. 设置炉温和其它加热区到所需操作的温度。
3. 把通过检测器的载气和补充气总流量（柱流量 + 补充气）调到不低于 30 ml/min。

## 检测器系统的操作 火焰离子化检测器的操作 ( FID )

4. 根据下列步骤手动调节或验证 H<sub>2</sub> 流量约为 30 ml/min。

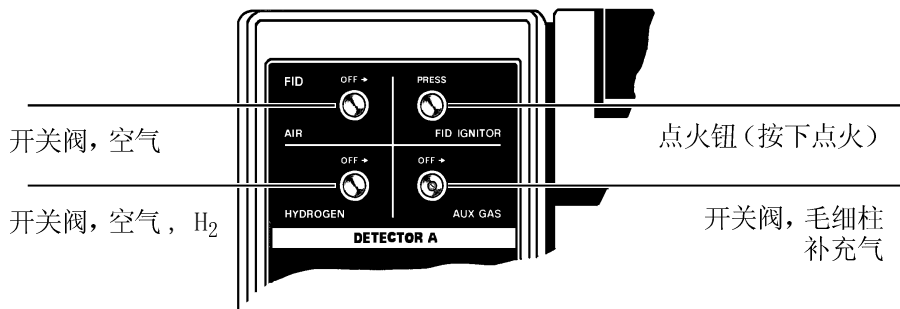
---

### 警告

---

使用皂膜流量计时，为防止爆炸，不能将氢气和空气混合测量，应分别测量空气和氢气。

- a. 将皂膜流量计接至 FID 的收集器上。



- b. 逆时针打开氢气开关阀，测量通过检测器的总流量（柱流量 + 补充气 + 氢气）。
- c. 调节氢气压力，使总流量为 60 ml/min。
- d. 关闭氢气开关阀。
5. 通过下列步骤调节空气流量为 400 ml/min:
- a. 逆时针打开空气开关阀，测量通过检测器的总流量（柱流量 + 补充气 + 空气）。
- b. 调节空气压力，使总流量为 430 ml/min。
6. 从 FID 收集器上拆下皂膜流量计。
7. 打开氢气开关阀并点火。

8. 调节毛细管柱补充气压力为 276 kPa ( 40 psi )。
  - a. 逆时针打开辅助气 ( 补充气 ) 开关阀。
  - b. 用小螺丝刀调节位于阀中心处的可调节流阀, 使总流量为 30 ml/min ( 色谱柱流量 + 补充气流量 ) 。
9. 逆时针慢慢关闭氢气和空气开关。
10. 利用本节前面的流量和压力的关系图, 并根据载气流量, 设置氢气和空气压力, 以获得正确的流量。( 多数应用中, 氢气为 30 ml/min, 空气为 400 ml/min。)

一般地, 只需调节相应的氢气和空气压力即可得到所需设置的流量。

### 调节补充气流量

检测器工作最佳的载气流量应大于 20 ml/min ( 色谱填充柱应用的典型值)。载气流量低于 10 ml/min ( 毛细管色谱应用的典型值 ) 时, 则要用毛细管补充气以确保总流量 ( 载气 + 补充气 ) 不低于 20 ml/min。

FID 灵敏度取决于氢气与载气的流量比 ( 毛细管柱时为载气 + 补充气 )。下列步骤描述了如何得到最大灵敏度。

补充气流量可以调节, 最好用皂膜流量计来校准系统流量。

若要调节补充气流量, 则应将毛细管柱补充气压力调节至 276 kPa (40 psi) 。

1. 检查色谱柱和补充气接头 ( 如果使用 ) 是否接好。

## 检测器系统的操作

### 火焰离子化检测器的操作 ( FID )

2. 关上除载气外所有通过检测器的气流。
3. 将流量检测器和柱子的载气流量调到需要值，在检测器出口处用皂膜流量计测流量。
4. 将补充气的压力调至 276 kPa ( 40 pis )。
  - a. 逆时针打开辅助气 ( 补充气 ) 开关阀。
  - b. 用一小螺丝刀调节位于开关阀中心处的可调节流阀做，以得到所需的总流量 ( 柱流量 + 补充气 )。

### FID 的开 / 关

FID 流量调好后，即可打开检测器。

按 [DET] [A] [ON] 打开 FID 检测器。

按 [DET] [A] [OFF] 关闭检测器。

### FID 点火

点火时假设检测器支持气已接好，无漏气，且已安装了合适的喷嘴和色谱柱，并且载气和检测器支持气的流量已经过调节和测试。

1. 打开空气，氢气和载气开关阀。

注意：若使用氦气作毛细管补充气，需暂时关闭补充气直至火焰点燃。
2. 按点火钮前要做下列输入：

[DET] [A] 或 [B] [ON]  
[SIG 1] 或 [SIG 2] [A] 或 [B] [ENTER]  
[SIG 1] 或 [SIG 2]
3. 按点火钮。无论检测器打开或关闭，FID 都可以点火。

未点火时, FID 信号的显示将在  $0 \sim 0.3$  pA 范围内。点火后, 显示的信号增加到某一较大稳定值 ( 如 10 pA ), 表示检测器正常工作。准确值取决于色谱柱和操作条件, 若需要, 可打开补充气。

也可以拿一冷的有光亮的平板 ( 如镀铬扳手 ), 在收集器出口处试一下, 持续出现凝结水表示火已点着了。

---

## 热导检测器的操作 ( TCD )

假设检测器供气已接好, 无泄漏, 并已装好色谱柱。

注意

如果 TCD 是在工作状态, 中断通过检测器的气流, TCD 钨丝将被永久损坏。当改变和调节影响到检测器气体的流量时, 一定要保证检测器已经关闭。

同样, 钨丝暴露在氧气中也会永久地损坏。要检查整个与 TCD 相连的气路是否密闭, 保证开检测器前载气 / 参比气源没有被污染。不要用聚四氟乙烯管做色谱柱材料或供气管线, 因为聚四氟乙烯会渗透氧。

皂沫流量计用一小段橡胶管作接头, 直接连到检测器出口, 用于测量 TCD 的流量。为了方便, 4890 提供一个秒表功能 ( 参见第 4 章 *内部秒表的使用* )。

### TCD 操作的准备

TCD 操作的准备需进行如下步骤:

- 调节载气流量。
- 设置载气类型。
- 调节灵敏度。
- 打开 TCD。

## 检测器系统的操作 热导检测器的操作（TCD）

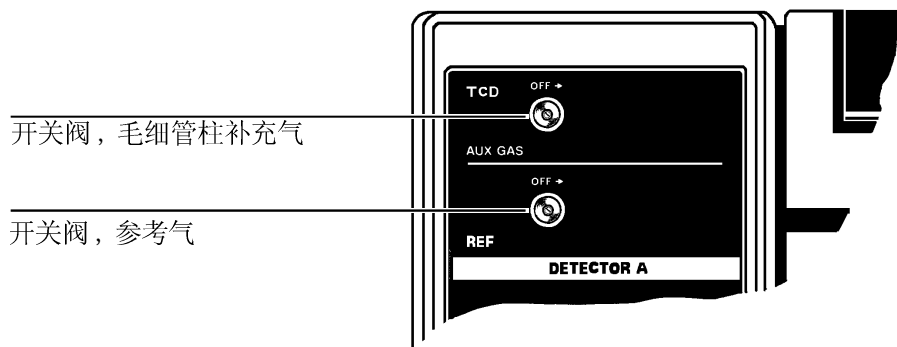
本节也将说明以下内容：

- 转换 TCD 极性。
- 使用单柱补偿（SCC）。

### 调节 TCD 流量（填充柱）

本节所提出的流量值，对绝大多数的应用来说，将保证检测器操作性能良好，可靠。对于特殊应用，可使用与该应用相匹配的标准样品，通过实验选择不同流量进一步优化检测器性能。

假设检测器供气已接好，无泄漏，并安装了色谱柱。根据以下步骤调节填充柱 TCD 流量。



1. 把检测器区域温度调到需要值（比最高炉温高 30~50 °C 以防止样品凝结）。

按 [DET A TEMP] 或 [DET B TEMP] 温度值 [ENTER]

2. 把柱流量调到 30 ml/min。因为色谱柱流量的调节程序取决于所装的柱子和使用的进样系统。参考第 4 章的进样系统资料。

**注意：** 测量柱流量时，通过检测器的参比气流一定要关上（顺时针关上）。

3. 用下列步骤调节参比气流量。最好将参比气流量调到柱流量的 1.5 倍。
  - a. 逆时针打开 TCD 参比气开关阀。
  - b. 用一小螺丝刀调节 TCD 参比气开关阀中心的可调节阀, 以获得所需的流量 ( 当总流量为 30 ml/min 时, 参比气流量应为 45 ml/min )。
4. 检测器灵敏度和载气类型的调节将在后面讨论。

#### 调节 TCD 流量 ( 毛细管柱 )

使用下列步骤调节毛细管柱的 TCD 流量, 这里给出的气体流量, 对大多数应用而言, 可保证检测器性能的良好和可靠。对于特殊应用, 可使用一与该应用相匹配的标准样品, 通过实验选择不同流量以进一步优化检测器性能。

1. 把检测器区域温度调到需要值 ( 比最高炉温高 30~50 °C, 以防止样品凝结 )。

按 [DET A TEMP] 或 [DET B TEMP] 温度值 [ENTER]

2. 把柱流量调到 1~2 ml/min。因为柱流量调节程序取决于安装的色谱柱和使用的进样系统, 参考第 4 章中的进样系统资料。

注意: 测量柱流量时, 要保证流过检测器的参比气流为关的。

3. 调节补充气, 使得通过检测器的总流量 ( 柱流量 + 补充气流量 ) 为 5 ml/min。测量流量时应关上参比气。

当使用补充气时, 应将色谱柱向上插入到检测器底部, 然后向下拉出 1mm。但是, 使用一个相对较高的流量 ( 没有补充气 ) 时, 柱子只能高出密封圈 1-2 mm, 若想尽可能深的插入柱子, 请使用补充气, 并调节补充气流量为 1-2 ml/min。

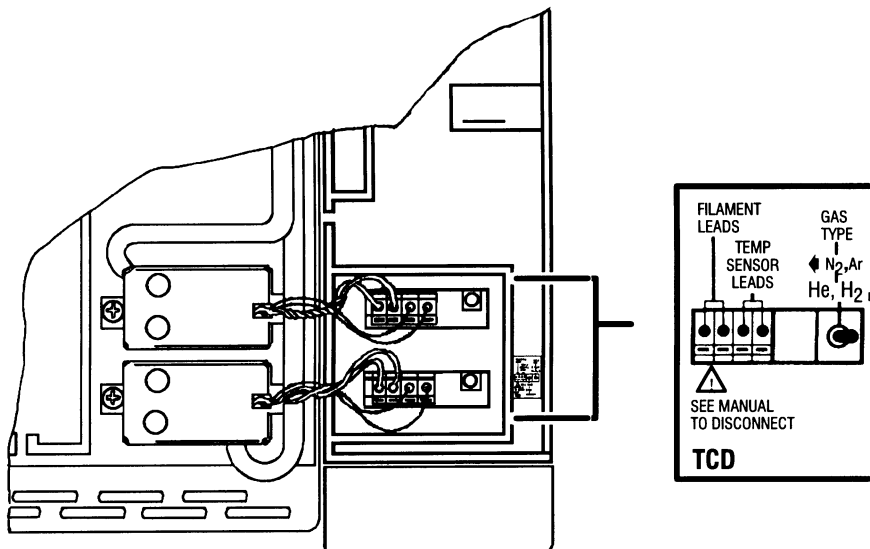
因为部分色谱柱穿过 TCD 加热块进入热导池, TCD 区域温度不应调到高于色谱柱允许的最高温度。较高的区域温度会引起色谱柱流失。

检测器系统的操作  
热导检测器的操作 ( TCD )

4. 按照下列说明调节补充气流量值，用同样的方法也可调节 TCD 参比气：
  - a. 设置毛细管柱补充气源压力为 276 kPa ( 40 psi ) .
  - b. 逆时针打开用 TCD 补充气的辅助气 ( 补充气 ) 开关阀。
  - c. 用小螺丝刀调节开关阀中心处的可调节流阀以得到 5 ml/min 的 TCD 补充气流。
  - d. 补充气调好后，参比气流量至少应是总流量 ( 柱流量 + 补充气 ) 的 3 倍。因此，如果色谱柱 + 补充气流量是 5 ml/min，那么参比流量 = 15ml/min。
  - e. 逆时针打开 TCD 参比气流开关阀。
  - f. 用一小螺丝刀调节 TCD 参比气开关阀中央的可调节流阀，以获得 15 ml/min 的流量。

### 设置 TCD 载气类型

在仪器右边顶盖下，TCD 信号板上有一个开关供选择不同的载气类型以达到最佳的灵敏度。



1. 将开关置于正确的载气类型的位置 ( N<sub>2</sub>, Ar 或 He, H<sub>2</sub> )。
2. 为保证 TCD 的动态范围，参考气 ( 和毛细管补充气 ) 必须与载气同类型。不同类型的气体将导致基线漂移。

注意

当 TCD 处在工作状态时，中断通过检测器的气流，TCD 钨丝会被永久损坏。当进行任何可能影响到检测器气体流量的改变和调节时，应保证 TCD 处于关的状态。

### TCD 灵敏度的设置

在键盘上可以选择两种灵敏度 ( 信号放大 )。样品组份的浓度低于 10% 时, 选用高灵敏度可以使灵敏度 ( 面积计算 ) 增加 32 倍。如果样品的组份很浓, 将会超出 TCD 的输出范围, 导致出现平头峰, 这时就应选用低灵敏度。

你可以不关闭检测器, 在任何时候改变灵敏度的设置。改变灵敏度不影响钨丝寿命。

按 [GOLD] [TCD SENS] [A] 或 [B] [OFF] 设置 TCD 低灵敏度。

按 [GOLD] [TCD SENS] [A] 或 [B] [ON] 设置 TCD 高灵敏度。

对于如何在运行中改变 TCD 灵敏度, 参见 *仪器运行过程*。

### TCD 的开 / 关

注意

如果 TCD 是在工作状态, 中断通过检测器的气流, TCD 的钨丝将被永久损坏。当改变和调节任何可能影响到 TCD 气流的流量时, 应保证 TCD 关着。

TCD 流量设置好后, 可以打开检测器。

按 [DET] [A] 或 [B] [ON] 开检测器

按 [DET] [A] 或 [B] [OFF] 关检测器

在使用 TCD 前, 应有约 1/2 小时的热稳定时间 ( 等待炉温和区域温度达到需要的设定值 )。

### 转换 TCD 极性

转换 TCD 信号极性的详细资料参见第 6 章 *转换 TCD 信号极性*。

### 单柱补偿（SCC）的使用

TCD 操作只需一根柱子，即分析柱，因此，使用单柱补偿（SCC）可保证得到最佳基线，特别是在程序升温中。

另外，若安装了双 TCD，只要将输出信号设置为 A — B 或 B — A 就能很方便地进行双柱补偿，以获得来自两个检测器的不同信号。（假设两个检测器的柱子不同，温度和流量条件也不同）

4890 可进行一次色谱空运行（不进样运行），并将所得数据作为一条基线储存起来。从一个运行到另一个运行的基线应始终保持一致，这样就可以将它从样品运行数据中扣除，以消除基线漂移的影响（通常是由柱流失引起的）。

注意：单柱补偿的数据只有当特定的检测器和色谱柱组合，在特定的温度和气体流量条件下运行才有效。如果收集空运行数据的条件与收集样品运行数据的条件不一致，就可能出现无效的结果。

由 [COL COMP 1] 和 [COL COMP 2] 可指定储存两个独立的基线文件。例如：可将两个不同检测器的基线存入两个文件，也可将同一检测器在不同色谱条件下测得的基线存入两个文件中。

注意：在柱补偿运行过程中，如果仪器需要终止运行，可按 [STOP] 键。

### 柱补偿状态的显示

按 [COL COMP 1] (或 [COL COMP 2]), 可以显示柱补偿数据的状态, 典型显示如下:

	ACTUAL	SETPOINT
<b>COMP 1 - NO DATA</b>		<b>A</b>

在使用检测器 A 的补偿 1 状态下, 没有基线文件存入。

	ACTUAL	SETPOINT
<b>COMP 1 - DATA OK</b>		<b>A</b>

在使用检测器 A 的补偿 1 状态 i 有效基线文件存入。

	ACTUAL	SETPOINT
<b>COMP 1 TOO STEEP</b>		<b>A</b>

基线斜率的变化超出允许的最大值, 柱补偿数据可能无效。

	ACTUAL	SETPOINT
<b>COMP 1 WRONG TIME</b>		<b>A</b>

通过 [STOP] 键中断柱补偿运行, 柱补偿数据可能无效。

在每一种显示中, 按 [COL COMP 1] 显示补偿 1。“A”表示所指定的检测器。

### 开始柱补偿运行

输入下次将进样运行所需的温度程序后, 按 [COL COMP 1] 或 [COL COMP 2] 开始柱补偿运行, 并显示当前的柱补偿状态, 同时指定新的基线存入的地址。

- 假如已显示了所使用的检测器, 只按 [ENTER] 就可以开始柱补偿运行。
- 假如所显示的检测器不是所使用的, 可按 A 或 B 确定所使用的检测器再按 [ENTER] 开始柱补偿运行。
- 按 [.] 再按 [ENTER] 则开始两个平行的柱补偿运行, 使用相同的炉温程序并将指定检测器的基线文件保存起来。

当使用不同的检测器和 ( 或 ) 色谱柱, 但在相同的温度程序下作样品分析时, 柱补偿运行很有用。

**注意：**当一个设备通过遥控启动电缆与仪器相连时，在正常分析运行中，仪器可以遥控启动该设备，但在运行柱补偿时，仪器无法启动该设备。

有关遥控插座的详细描述，请参见 4890 《准备与安装》手册。

图 5-4 列出了柱补偿运行过程或运行中产生问题时的显示信息。

检测器系统的操作  
热导检测器的操作 ( TCD )



图 5-4 典型柱补偿信息的显示

完成炉温程序后，柱补偿运行自动终止，当新的基线被记录并保存下来时，任何原来存入的基线均被清除。

注意：柱补偿运行与样品运行一样，炉温程序根据初始时间，速率，结束时间的设定值运行，但只有速率和结束时间的参数被保存。

柱补偿运行过程中，不能按 [START] 启动样品运行，当所保存的基线可能无效时（因为炉温未达到设定的结束温度），可按 [STOP] 终止柱补偿运行。运行时，若实际时间长度与预期的时间长度不相符，则会显示“错误时间”。

### 柱补偿参数的设定

指定检测器的基线数据存入“补偿 1”或“补偿 2”后，柱补偿数据必须被设定到该指定的检测器信号上。运行中，补偿数据将被从该检测器的运行数据中扣除。

根据下列方式按键，可以使基线校正过的数据进入指定的输出通道：

按 [SIG 1] 或 [SIG 2] [A] 或 [B] [-] [COL COMP 1] 或 [COL COMP 2] [ENTER]

下图为确认显示：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIGNAL</b>	<b>1</b>	<b>A - COMP 1</b>

注意：4890 没有内部校对功能以确保对同一检测器在按上述键后，检测器所得到的基线补偿数据在以后的样品分析中一直会被扣除的功能。如果减去补偿数据后，出现异常的基线情况：

- 补偿数据本身值得怀疑。
- 数据来自不同的检测器。
- 样品分析和柱补偿采用了不同的色谱条件。

## 检测器系统的操作 热导检测器的操作（TCD）

在指定了输出通道后，仪器将按通常的方式进行样品分析，所不同的是观察到的基线与漂移无关。

---

## 电子捕获检测器系统（ECD）

本节介绍怎样操作电子捕获检测器（ECD）。特别介绍：

- ECD 的基本操作特点
- 使用 ECD 的一般问题，包括温度、气体、流量和基线。
- 检测器的操作程序，包括设置柱流量，设置载气选择开关，设置载气和

---

警告

来自检测器的废气必须排入通风橱里，以防止放射性材料污染实验室。

### 对美国用户的要求

---

警告

Detector venting must be in conformance with the latest revision of Title 10, Code of Federal Regulations, Part 20 (including Appendix B).

The detector is sold under general license: owners may not open the detector cell or use solvents to clean it. Additional information is available in the publication information for general licensees, Pub. No. 43-5953-1586 (D).

Owners of this detector must perform a radioactive leak test (wipe test) at least every 6 months. See *Testing for radioactive leaks (the wipe test)* in this chapter.

---

---

警告

如果炉温和加热区温度同时失控（最大超过 400 °C 以上的加热失控），并持续 12 小时以上（这种情况极少发生），则一定要进行如下操作：

- 在关闭总电源使仪器冷却后，用盖子盖上 ECD 进样口和排气孔。应戴上易处理的塑料手套，按通常的安全保护措施操作。
- 更换池体。（出版号 43-5954-7621，部件号 19233-90750）。

即使在极不寻常的情况下，放射性物质从池体中逸出也不太可能。但池体中的  $^{63}\text{Ni}$  镀层可能会永久性的损坏。因此，池体必须更换。

---

## 介绍

电子捕获检测器（ECD）池体中含有  $^{63}\text{Ni}$ ，一种发射高能量电子（ $\beta$  粒子）的放射性同位素。这些  $\beta$  粒子与载气分子连续不断发生碰撞，产生 100 倍的二级电子。

在热区内的进一步碰撞降低了这些电子的能量，这些低能量电子被样品分子捕获，使池体内的总电子数降低。

未被捕获的电子被池体电极上发出的狭电压脉冲收集。将测得的池电流与参比电流相比较，调整脉冲间隔以得到恒定的池电流。

因此当一电子捕获型化合物通过池体时，脉冲频率增大。脉冲频率被转换成电压值，这一电压值对应于池体中一定量的电子捕获型物质。

ECD 对与电子有亲和性的化合物有响应，例如：卤化物（农药及相应化合物）。下表是对不同类有机化合物的灵敏度。

ECD 对与电子有亲和性的化合物有响应，例如：卤化物（农药及相应化合物）。下表是对不同类有机化合物的灵敏度。

## 一般要求

### 普通 ECD 对不同类化合物的灵敏度

化学类型	相对灵敏度
碳氢化合物	1
醚类, 脂类	10
脂肪族, 酮, 胺, 单 Cl, 单 F 化合物	10 <sup>2</sup>
单 Br, 双 Cl 和双 F 化合物	10 <sup>3</sup>
醛和三 Cl 化合物	10 <sup>4</sup>
单 I, 双 Br, 多 Cl 和多 F 化合物	10 <sup>5</sup>
双 I, 三 Br, 多 Cl 和多 F 化合物	10 <sup>6</sup>

表中的数据只是近似值, 根据物质结构的变化灵敏度会改变。例如: 5 个氯离子的 DDT 灵敏度在 1-10 pg。

### 温度的影响

有些化合物对检测器温度很敏感, 这一影响可能是正的或负的。尝试在改变检测器温度, 以确定温度对灵敏度的影响。对大多数应用来说, 检测器温度在 250~300 °C 时能得到满意的结果。

### 气体

根据设计, ECD 用氮气或含 5% 甲烷的氩气作为载气。氮气同样有最小检测量和较高的灵敏度, 同时也产生较高的噪音和负的溶剂峰。含甲烷的氩气有较大的动态范围。用相应的开关选择不同载气, 如果开关设置不正确, ECD 就不能正常工作。

由于 ECD 的高灵敏度, 必须在载气和补充气管线上安装脱水装置, 脱氧装置和化学净化装置。这些装置必须性能良好, 并安装在载气和补充气的供应管线上。而且, 应避免使用塑料管, 塑料管会渗透许多气体, 所以连接部分应使用干净铜管。

### 柱和流量

ECD 通常用于测定那些可以和金属柱相互作用的化合物。因此，推荐使用  $\Phi$  6 mm 的填充玻璃柱或熔融石英毛细管柱。

以氢气作载气（氮气作补充气）有较好的柱效能。

氩气—甲烷也可用作补充气。一般补充气流量为 50 — 60 ml/min，有时 100 ml/min，也用于快速运行。因为 ECD 是浓度响应型检测器，增加流量将降低灵敏度，但可增大线性范围。

注意：用一小的橡皮管套在皂膜流量计头上，并直接接在检测器排气口处来测量流量。

### 检测器基线

如果 ECD 被载气（或补充气）中的杂质或柱流失所污染，检测器将损失动态范围，同时信号输出也有很多噪声。

确定检测器基线时，应有充分的时间，以便将上次分析中的成份冲洗出系统，再进行一次空运行（无进样运行）。

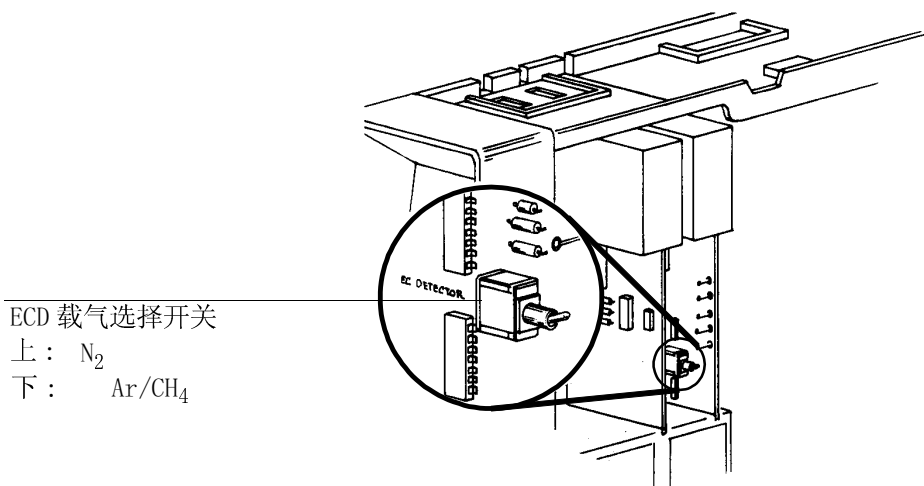
### ECD 的准备

- 设置载气选择开关（若未曾设置）
- 设置 ECD 流量（用于填充柱或毛细管柱）

### 设置载气 / 补充气选择开关

载气选择开关在仪器右侧面板后的检测器放大板上, 若需要, 按照下列步骤设置载气选择开关:

1. 关闭仪器电源并将电源线拔掉。
2. 用手抓住右边的顶盖, 将它提起并轻轻向后拉, 将右顶盖拿开。
3. 拿开右侧面板。



ECD 载气选择开关  
上: N<sub>2</sub>  
下: Ar/CH<sub>4</sub>

4. 找到检测器旁的 ECD 信号板。
5. 找到氮气 - 氩气 / 甲烷 (N<sub>2</sub>-Ar/CH<sub>4</sub>) 开关, 根据检测器上的主要载气类型将其放在恰当的位置。
6. 重新放回面板。

### ECD 流量调节（填充柱）

本节中所给出的气体流量，在大部分应用中，能确保良好，有可靠的检测器性能。对于各种特殊的应用情况，如果需要，可选用一个合适的标准样品，试着改变已定的流量，以进一步优化检测器性能。

假设检测器供应气已连接和密封好，且已装好合适的柱子。

1. 设定你所要的柱流量。由于设定柱流量的步骤依赖于所装配的柱子和所用的进样系统，调节流量时请参照第 4 章的有关信息。
2. 打开 ECD 阳极清洗阀。0.207 MPa 的压力将产生 3 ml/min 的清洗流量。ECD 阳极清洗气不计入总柱流量。

### 填充柱要求：

氮气或者含 5% 甲烷的氩气可作为载气。氮气能产生较高的灵敏度，但同时它又会伴随着较高的噪音，最小的检测量却大致相同。氮气有时产生一个负溶剂峰。氩气和甲烷给出较大的动态范围。

大多数应用中，进入检测器的总流量必须大于 60 ml/min，以防止峰变宽并增大线性。

载气必须干燥且不含氧气，在使用高灵敏度时，最好使用脱水和脱氧装置。由于塑料管会渗透许多气体，所以连接部分应使用干净铜管。

### ECD 流量调节 ( 毛细管柱 )

下表及下图说明了 ECD 最佳压力及流量的对应关系。

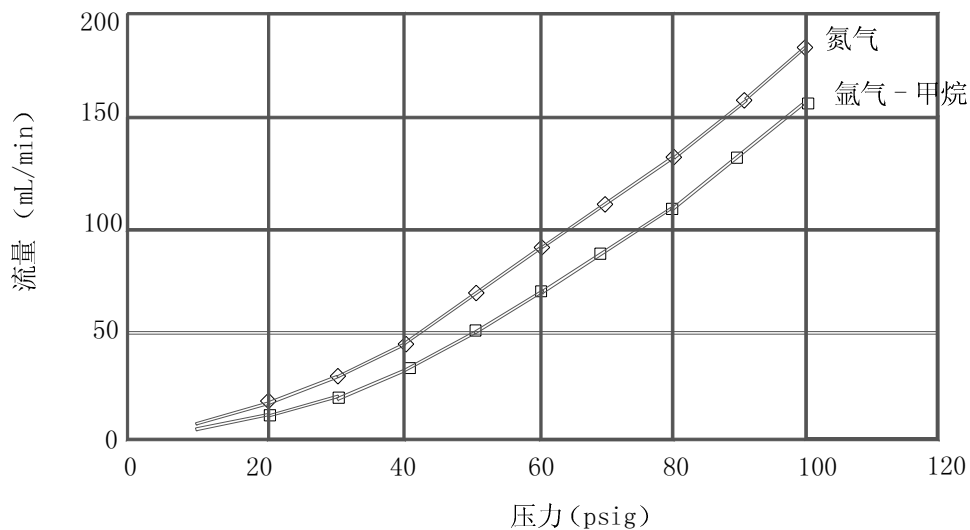
ECD 稳流阀的典型压力 / 流量关系。

环境温度: 21 °C, 压力: 14.56psi

稳流阀压力		ECD 补充气 部件号 19231-60770 红点流量 (ml/min)	
kPa	psig	氮气 (N <sub>2</sub> )	氩气-甲烷 (Ar-CH <sub>4</sub> )
69.0	10.0	8.0	7.0
137.9	20.0	20.0	17.0
206.8	30.0	34.0	29.0
275.8	40.0	51.0	44.0
344.7	50.0	69.0	60.0
413.7	60.0	89.0	78.0
482.6	70.0	110.0	97.0
551.6	80.0	132.0	117.0
620.5	90.0	156.0	138.0
689.5	100.0	181.0	160.0

注意: 相同压力下, 阳极清洗流量约为上表中数值的十分之一。

### ECD 限流器



特殊应用中，为优化检测器性能，应使用与应用相配的标准样品，并试着使用不同的流量。

1. 设定你所要的柱流量。由于设定柱流量的步骤与所选择的柱子和进样系统有关，调节流量时请参照第 4 章提供的有关信息。

补充气压力和阳极清洗气必须设置在 0.207 MPa。

2. 打开（逆时针方向）ECD 补充气开关阀。0.414 MPa（60 psi）的压力约产生 60 ml/min 的补充气流量。
3. 打开 ECD 阳极清洗气开关阀，0.414 MPa（60psi）的压力约产生 6 ml/min 的清洗气流量。ECD 阳极清洗气是总柱流量的一部分。

### 毛细管柱要求

若减少氢气或氦气的保留时间，将提供最好的柱性能，氩气 / 甲烷或氮气作为补充气的流量为 60 ml/min，由于 ECD 是一个浓度型检测器，在较高的流量下会使灵敏度降低。

由于 ECD 检测器的总流量至少应为 25 ml/min，因此使用 530  $\mu$  m 毛细管柱时，必须同时使用毛细管柱补充气。

毛细管 ECD 操作中必须去除载气和补充气中的水分和氧气。

设置补充气流量：

1. 设置毛细管柱补充气供气压力为 276 kPa（40 psi）。
2. 打开（逆时针）ECD 补充气流量开关阀。
3. 用一小螺丝刀调节开关阀中心的可调节流阀，使流量为 60 ml/min。

使用 ECD 检测器时，由于池体积大，要求较高的总流量（至少为 50-60 ml/min），因此，530  $\mu$  m 毛细管柱必须与毛细管柱补充气同时使用。

对于单 ECD，通过将毛细管柱补充气接头装入检测器柱进样器中的方法，将补充气加入色谱柱表面流量中。

### 污染测试

因为 ECD 有很高的灵敏度，容易被污染。包括由载气和补充气带入系统的污染。

当安装好一新的载气源后，按以下顺序操作：

1. 开机，按正常操作。将炉温降至室温。关闭检测器，关闭载气气流，将色谱柱从 ECD 上拆下。如果装了毛细管柱，将补充气接头从检测器上拆下。

2. 断开载气与进样器。

注意：如果以氦气或氢气作载气（不是氮气或氩气—甲烷），则用补充气而不是载气。

3. 用石墨密封圈和必要的接头，将载气接入检测器（包括过滤装置）。

4. 设置载气压力为 7 kPa（1 psi），并检查流过检测器的流量。

5. 打开柱箱门，设置检测器温度到 250 °C。

6. 设检测器状态为 ON。

7. 设置 ECD 信号到某一信号通道。

8. 在 15 分钟内，显示的信号值必须在 40-100（400~1000 Hz），可能会向下漂移。

9. 如果显示值大于 1000 Hz，可能是过滤装置出错，此时必须将过滤装置拆除，直接将载气接到检测器，重复实验，如果显示值仍然大于 1000 Hz，则载气或检测器可能被污染。用新的氮气或氩气—甲烷，如果显示值小于 1000 Hz，说明是气体污染。如果显示值仍然大于 1000 Hz，则池体可能被污染，必须更换。

### 检测气体泄漏

注意：假设气路上游不漏气。

用以下步骤检测 ECD 是否漏气：

1. 用以下步骤检测 ECD 是否漏气：
2. 用气帽盖上 ECD 排气口。
3. 根据使用的进样系统，设置适当的载气压力。完全断开载气控制阀，保证气流通过系统。等待系统压力平衡。
4. 关闭载气源，检查系统压力。
5. 如果压力在 10 分钟内减小，则系统有漏气。
6. 如果有漏气，用适当的电子泄漏检测器检查检测器和柱的接头及排气口。

注意：检测器本身不大可能漏气，如果没有 Nuclear Regulatory Commission（原子能管理委员会）或 Agreement State Licensing Agency 的特殊证书，不允许拆开检测器（只适用于美国）。

### 检测放射性泄漏

ECD 必须至少每 6 个月检测 ECD 的放射性泄漏。测试报告必须保留，以备 Nuclear Regulatory Commission（原子能管理委员会）或负责的联邦机构检查。若需要，可进行更频繁的测试。

每个新的 ECD 检测器，都附有磁测试工具，并有如何进行测试的详细说明。

---

控制信号输出

# 第 6 章

## 控制信号输出

输出信号包括检测器信号，加热区温度或炉温，载气流量，柱补偿运行数据或气相色谱测试数据。如果有两条输出通道，可分别输出两个信号，或同时输出同一信号。

每个通道都可提供两个模拟输出电平：

0 到 + 1mV：用于记录仪

0.01 到 + 1V：用于带模拟输入的积分仪

两个输出电平是互相独立的，可与分立的数据接收装置单独连接。

**注意：**当按 [START] 或 [STOP] 且运行超时（运行时间消逝）时，在 + 1 mv 模拟输出口会产生一个标记（电脉冲）。这些标记标明了记录仪所记录色谱图的开始和终止点。

## 设置一个信号通道

按 [SIG 1] 或 [SIG 2] 显示信号通道后，即可输入下表中的任一功能来设置显示通道上的输出信号。

键名	注释
[A] 或 [B]	检测器 A 或 B 输出信号。  如果 A(或 B) 不存在，显示 “DET A (或 B) NOT INSTALLED”。
[A] [-] [B] 或 [B] [-] [A]	输出两个同类型检测器之间的信号差。  若检测器 A(或 B) 未安装，则显示 “DET(或 B) 未安装”；若检测器 A 与 B 的类型不同，则显示 “不同检测器”。
[A] [-] [COL COMP1] 或 [B] [-] [COL COMP1]	输出检测器和色谱柱与其它运行间的信号差。
[A] [-] [COL COMP2] 或 [B] [-] [COL COMP2]	如果 A(或 B) 不存在，显示 “DET A (或 B) NOT INSTALLED”。
[0]	输出柱箱温度
[1] 或 [2]	输出 COMP1 或 COMP2 的存贮数据
[3] 或 [4]	输出进样器 A 或进样器 B，检测器 A 或检测器 B 的温度。
[7] 或 [8] 或 [9]	输出一个测试信号(贮存的色谱图)来验证相应数据接收装置的操作(积分仪，记录仪等)，详见后文。

## 控制信号输出 设置一个信号通道

举例：设定检测器 B 数据到输出通道信号 1 的按键顺序为：

[SIG 1] [B] [ENTER]

同时，流量数据（若已安装有电敏装置）可被设定到输出通道信号 2。

[SIG 2] [A] [ENTER]

通道设定完成后，将有相应显示给予确认。

## 信号显示与监测

按信号键（ [SIG 1] 或 [SIG 2] ）可显示相应信号通道的当前状态。

有两种可能的显示：一种是显示设置在特定信号通道上的仪器功能，一种是显示该设定仪器功能当前的实际输出值。反复按 [SIG 1] 或 [SIG 2] 键可交替显示上述两种显示类型。

检测器信号通道的设置

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIGNAL 1 A</b>		

检测器信号的监测

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIGNAL 1</b>		<b>29.7</b>

柱温 / 区域温度信号通道的设置

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIGNAL 1</b>	<b>OVEN</b>	<b>TEMP</b>

柱温 / 区域温度信号的监测

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIGNAL 1</b>		<b>15998</b>

信号监测很有用。如，检查 FID 是否点火；所显示的监测值不受 [ZERO]，[RANGE 2 ↑ ()]，和 / 或 [ATTN 2 ↑ ()] 影响。（这些键功能将在后面讨论）。

若通过显示来监测炉温或加热区温度，则显示值与实际温度间的转换系数为 64/ °C -200。

---

## 输出信号置零

当使用模拟信号输出时，使用 [ZERO] 可扣除检测器信号中的恒定背景信号以有效增加动态范围。背景信号来源包括检测器本身（背景信号大小取决于检测器类型），柱流失，或供气的污染。尽管这些是有限的，但需通过减少柱流失，使用纯的供气和正确保养检测器等办法使背景信号减至最小。

按相应的信号通道键（[SIG 1] 或 [SIG 2]），接着按 [ZERO]，可显示当前的 [ZERO] 设定值。（如果所需信号通道已显示，只需按 [ZERO]）。典型显示如下：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIG 1 ZERO</b>		<b>104.5</b>
	ACTUAL	SETPOINT
<b>ZERO 1</b>	<b>104.5</b>	<b>OFF</b>
	ACTUAL	SETPOINT
<b>ZERO LIMIT =</b>	<b>830000</b>	

一旦显示了当前所需信号通道的 ([ZERO]) 设定值，按 [ENTER] 键可使该值变成当前信号值。

置零过程应在未进行色谱分析时进行操作（即不在运行中）。若在运行中置零，将导致记录仪 / 积分仪装置的基线改变。

如果 [ZERO] 设定值不适合于特殊应用，可在键盘上输入  $-830000.0 \sim 830000.0$  间的任何值。

如输入值小于当前 [ZERO] 值，则基线向上漂移（可能不在有效输出范围内）。例如，用于记录负峰，或补偿负基线漂移。

### 零位的开 / 关

按 [ZERO] 后显示当前设置的零位补偿值后，按 [OFF] 键可终止从信号上扣除此补偿值。基线恢复到 4890 电子零点的绝对水平。

- 当前的设定值仍被贮存着；按 [ON] 可恢复从信号中扣除此值。
- 若零点为 [ZERO] 状态，按 [ENTER] 又可开启置零功能，同时确定一个新的零点。

---

## 信号衰减的设置

为了分析来自检测器的数据，用 [RANGE 2 ↑ ( ) ] 或 [ATTN 2 ↑ ( ) ] 来保证所需要的峰在积分仪或记录仪的范围之内。即，所需峰既不能因超出最输出电压而平顶，也不能因太小而难以测量。

[RANGE 2 ↑ ( ) ] 用来选择并调整指定输出通道信号的大小在动态范围内。使其最大输出值不超过允许的最大输出电压 ( +1 mV 或 +1V )。

[ATTN 2 ↑ ( ) ] 进一步选择和调整所选中的范围输出信号在 +1 mV，并保证其不超过 +1 mV。

注意： [ATTN 2 ↑ ( ) ] 只用于记录仪输出 ( +1 mV )，并只能用于 [RANGE 2 ↑ ( ) ] 调整后的信号。

记录仪 ( 模拟信号输出 +1 mV ):

信号通过 [RANGE 2 ↑ ( ) ] 和 [ATTN 2 ↑ ( ) ] 来设置衰减。对于 [ATTN 2 ↑ ( ) ] 每增加一级，输出信号 ([RANGE 2 ↑ ( ) ] 决定 ) 大小就衰减一半。

$$+ 1\text{mV 输出电平} = \frac{\text{信号}}{2[\text{RANGE } 2 \uparrow ( ) ] \times 2[\text{ATTN } 2 \uparrow ( ) ]}$$

积分仪 ( 模拟信号输出 +1V ): 信号通过 4890 的 [RANGE 2 ↑ ( ) ] 设置衰减，同时也在积分仪上设置衰减。每增加一级，输出信号衰减到原来的一半。

$$+ 1\text{V 输出电平} = \frac{\text{信号}}{2[\text{RANGE } 2 \uparrow ( ) ]}$$

例：设置衰减和 / 或范围的按键顺序是：

[SIG 1] 或 [SIG 2] [RANGE 2 ↑ ( )] < 值 > [ENTER]

[SIG 1] 或 [SIG 2] [ATTN 2 ↑ ( )] < 值 > [ENTER]

下表给出了各自功能的允许值和所影响的输出。

**[RANGE 2 ↑ ( )]h 和 [ATTN 2 ↑ ( )] 的有效设定值**

键	允许设定值	输出影响
[RANGE 2 ↑ ( )]	0 到 13	+1 mV 和 +1 V
[ATTN 2 ↑ ( )]	0 到 10 [OFF] [ON]	只有 +1 mV

若积分仪或 A/D 转换器（+1V 输出）和记录仪（+1mV 输出）都与同一信号通道连接，通常应先对积分仪或计算机适当设置 [RANGE 2 ↑ ( )] 然后再对记录仪适当设置 [ATTN 2 ↑ ( )] 。

为使积分仪或 A/D 转换器的积分误差最小，[RANGE 2 ↑ ( )] 应取尽可能低的值，而保证所需的最大峰不超过 1V，然后使用积分仪或计算机的衰减功能以保证所画的峰在规定的范围内。

下表列出不同 [RANGE 2 ↑ ( )] 的设定值，检测器产生 +1V 输出电压（+1V 输出口）的最大检测器信号。

控制信号输出  
信号衰减的设置

最大检测器信号产生 1V 输出电压

[RANGE 2 ↑ ()]	FID (pA)	TCD (mV, 高增益)	TCD (mV, 低增益)	ECD (kHz)
0	1.0x10 <sup>3</sup>	25	800	10
1	2.0x10 <sup>3</sup>	50	D	20
2	4.0x10 <sup>3</sup>	D	D	40
3	8.0x10 <sup>3</sup>	D	D	80
4	1.6x10 <sup>4</sup>	D	D	160
5	3.2x10 <sup>4</sup>	D	D	320
6	6.4x10 <sup>4</sup>	D	D	D
7	1.3x10 <sup>5</sup>	D	D	D
8	2.6x10 <sup>5</sup>	D	D	D
9	5.1x10 <sup>5</sup>	D	D	D
10	1.0x10 <sup>6</sup>	D	D	D
11	2.0x10 <sup>6</sup>	D	D	D
12	4.1x10 <sup>6</sup>	D	D	D
13	8.2 10 <sup>6</sup>	D	D	D

上表中，对于 TCD，[RANGE 2 ↑ ()]=0，实际上对所有的应用都适用，因此此时检测器全范围线性输出。对于 ECD，[RANGE 2 ↑ ()]=0~5 可覆盖全部有用的输出范围。只有 FID 可能需要较高的 [RANGE 2 ↑ ()] 设置。

### 衰减的开 / 关

按下列顺序按键可开 / 关衰减：

[SIG 1] 或 [SIG 2] [ATTN 2 ↑ ()] [OFF]

当记录仪零点确定后，按 [ON] 可恢复当前衰减值。

也可输入新的 [ATTN 2 ↑ ()] 值，覆盖 [OFF]。

---

## 转换 TCD 信号极性

**注意：**任何时候转换信号极性可使基线移动。因此可能要求重新设置积分仪或记录仪的基线。

TCD 输出一个信号表示两气流之间热导系数的差异。（柱流和参考气）

- 按键顺序：

[SIG 1] （或 [SIG 2]） [A] （或 [B]）

来设定信号在通道 A 或 B 输出。

- 当组份为负峰时，变换检测器输出极性：

[DET] [A] （或 [B]） [-]

转换检测器输出极性。

重复同样的按键顺序，（若已显示 TCD，只需按 [-]）可将极性变换到初始状态。

若一样品中的组份有正峰和负峰，可用时间表指令来转换运行中的检测器极性。

**例：**建立运行 1 分钟时变换 TCD 极性的时间表事件，按键：

[DET] [A] （或 [B]） [-] [time] [1] [ENTER]

运行中重复同样的输入即可将极性变换到初始状态。

在运行结束后，极性自动恢复至初始状态。

## 仪器网络（ INET ）的使用

仪器网络（简称 INET）是一个通道，用于各种装置间相互通信（数据或 / 和命令）。仪器网络允许一群装置（包括“控制器”和一些“数据发生器”，数据“使用者”）作为单个的，统一的系统工作。

使用仪器网络功能时，色谱参数通常由 4890 键盘输入。积分参数控制器输入，仪器网络上其它装置的参数可通过控制器或其本身的键盘来输入。总而言之，各独立参数组合在一起形成一套分析参数。

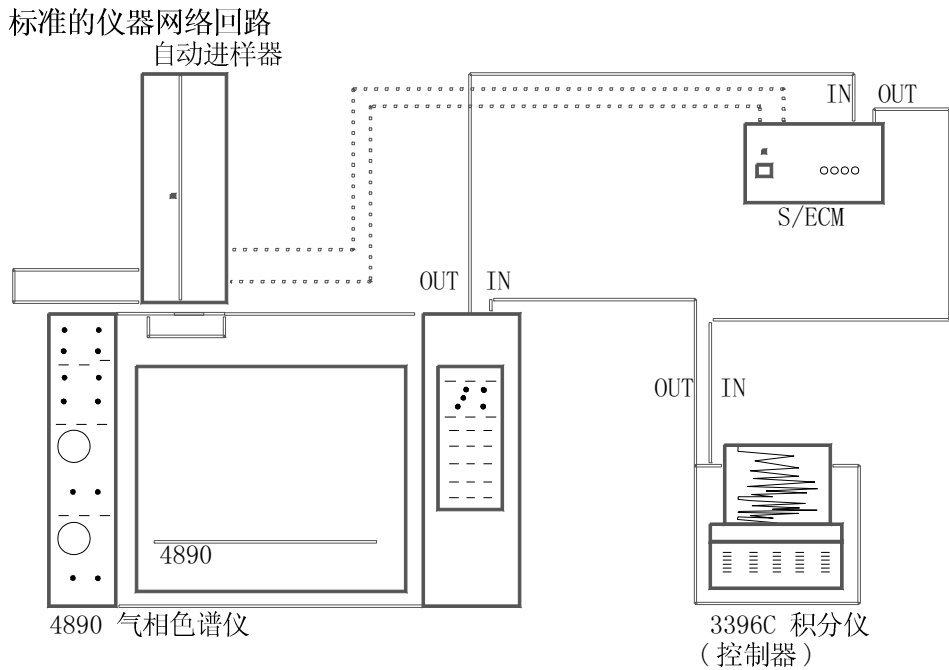
在缺省工作模式下，4890 只将“信号 1”的数据提供给仪器网络提供数据，即，给提供仪器网络的数据由 [SIG 1] 确定，若想使用“信号 2”的数据，可由 4890 重新定义信号。

例如：设定检测器 B 的数据到信号 1 通道，按下列键：

[SIG 1] [B] [ENTER]

### 控制器

仪器网络是一串装置的连接闭合回路，装置的输出端连接到下一个装置的输入端，一条信息被某一特定装置沿着环路发出，并告知发出装置已发出的信号已被接收，因此，该回路必须闭合连续，而且回路上的所有装置必须打开。



每个仪器网络必须定义一个装置 ( 唯一的 ) 为控制器。控制器在仪器网络接通电源时对仪器网络结构负责。

然后, 控制器记住仪器网络的结构和状态, 以便环路操作, 控制器就象交通管理者一样管理仪器网络。注意, 被定义为控制器的装置通常还有别的功能。

控制器分配地址给装置, 使它们有规则地工作, 另外控制器允许用户进入仪器网络以便进行必要的更改。

对于标准的分析系统, 大部分情况下使用缺省的自动配置。对于专门的配置, 请参阅有关的控制器说明书 ( 4890 从不充当控制器。)

## 一台仪器

### 地址

一台仪器是一个装置，具备一定的功能，有一个单一的型号序列，有一对同仪器网络连接的输入和输出电缆。

仪器网络控制器沿着环路对每台仪器命名一个地址。因此，地址对应于环路中所连接装置的物理位置。

注意，通常控制器本身也是一台仪器，能完成各种分析任务（例如：积分仪）。

指定给某个特定仪器的数据或命令是由该仪器对应的地址来识别的。

### 设定值

仪器网络之间的设定值由控制器传送到各自的存储部分。设定值是按所属仪器成组组成的，并与其仪器网络地址相对应。设定值的传送是自动进行的，只要在控制器上键入相应的命令即可。

如果某台仪器收到的设定值与其地址不符（其它仪器的地址），将拒绝执行，控制器将打印出错误信息。

一般来说，每个仪器提供一种方法来输入自己的设定值（即键盘或控制器面板）。

除了控制器，每个仪器只传送其它仪器的数据而不作任何更改。

## 共享工作空间

在仪器网络中，每个装置为自己提供设定值和参数的存储空间。这些独立的存储空间（均存有各自的设定值和参数），也可以给仪器中的其它装置使用。例如：控制器可列出其内容或存储内容。

## 4890 仪器网络状态

作为仪器网络，4890 的“RUN”灯提供了仪器网络的状态。

- 如果 RUN 指示灯是暗的，表明仪器网络为空闲状态，正在等待一些命令（如启动运行，列出信息等）。在空闲状态，如果 4890 未准备好，和 / 或者是仪器系统网络还未准备好（即环路上的某个装置很忙），则“NOT READY”指示灯是亮的。若 4890 已准备好，而环路上的其它装置未准备好，4890 上将显示 SYSTEM NOT READY 信息。  
按 [CLEAR] 键将显示哪些装置还未准备好。
- 如果 RUN 指示灯闪烁，表明仪器网络系统正在进行预运行或后运行操作（如，标样器循环，处理分析报告），此外，若按 [CLEAR] 键将显示 SYSTEM IN PRE-RUN 或 SYSTEM IN POST-RUN 中”。只有当 4890 本身未就绪时“NOT READY”指示灯才亮。
- 如果 RUN 指示灯亮，表明正在工作状态，如果 4890 未准备好，则“NOT READY”指示灯会亮。

## 仪器网络的操作

在仪器网络的使用中，色谱参数通常由 4890 键盘键入。积分参数由控制器输入，网上其它装置的参数由控制器或者它本身的键盘来输入，总而言之，各独立参数共同组合在一起形成一套分析参数。

这里仅从 4890 使用仪器网络的角度讨论。专门讨论仪器网络环路控制（如构成，工作文件存储，读数等），请阅读有关的仪器网络控制器的文章，其它装置（如标样器等）请参阅有关说明。

在仪器网络控制下，4890 有如下一些显示：

ACTUAL      SETPOINT  
**UNDER REMOTE CONTROL**

ACTUAL      SETPOINT  
**SYSTEM NOT READY**

ACTUAL      SETPOINT  
**SETPOINT FILE LOADED**

- 当控制器在列出或存入工作文件或方法时，在 4890 不允许由键盘输入设定值，若输入值，将显示 UNDER REMOTE CONTROL。  
当控制器正在列出或存入工作文件或方法时，若在 4890 键盘上输入一个正在运行的设定值，该输入将被暂停，待控制器完成操作后 4890 会回到原来的地方。
- 当一个存储的工作文件或方法由控制器调入共享工作区时，设定值被自动装入网络中各个装置，包括 4890。4890 显示 SETPOINT FILE LOADED 表示装入成功。按任一功能键（如 [OVEN TEMP]，或 [CLEAR] 会消去该显示。
- 当工作文件或方法被调出时，若在 4890 上输入一个正在运行中的设定值，该输入无效。
- 如果向 4890 传送色谱设定值出了问题，4890 会保存当前的设定值。不会显示传送出错。而控制器会打印相应的出错信息。
- 如果显示 SYSTEM NOT READY，表明一台或多台网上的装置还未准备好。
- 如果主计算机系统已输入一个命令，将 4890 的键盘锁定，以防设定值被更改。这时，若想输入一个设定值，将显示 UNDER REMOTE CONTROL。
- 如果网络出现故障，将网络连接线去掉，4890 仍可自行控制。若 4890 键盘无响应，可将 4890 电源关掉，再合上电源，4890 就可自行操作了。

### 自动仪器网络的重新配置

在下列情况下，控制器会自动重组网络结构。

- 电源故障恢复后
- 网络中一装置关闭，再重新打开
- 任一根网络电缆被断开或重新连接

当控制器碰到以上一些问题时，请查阅相应的说明书。

---

## 仪器网络构成

“组成网络”（CONFIGURE NETWORK）功能有四个特性：确认 4890 网络地址（由自动网络环路来定义）。当 4890 同某些装置相连，而这些装置需手动设定地址时（即，无自动回路构成），需设定所用的 HP-IL 缺省地址。4890 地区或全球仪器网络功能的切换。确认网络信号定义。每个特征分别讨论。

按下列次序键入 [CLEAR][.][3][ENTER]，产生如下显示：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>CONFIGURE</b>		<b>NETWORK</b>
<b>GLOBAL</b>	<b>ADDR:</b>	<b>8,31</b>
<b>LOCAL</b>	<b>ADDR:</b>	<b>8,31</b>

### 在全球和地区间切换

考虑到 4890 的仪器网络功能，有两种工作模式 全球或者地区 在全球模式下（缺省模式），当按 [START] 和 [STOP] 键，将影响网上的装置。在地区模式下，[START] 和 [STOP] 键仅对 4890 起作用。4890 上的一次运行可被启动或停止，而不影响网络上的其它装置。

在地区模式下，注意 4890 仍是网络的一部分，4890 将向系统报告其工作状态。若网上的其它装置按 [START] 和 [STOP]，仍会影响 4890 的工作。

在“构成仪器网络”时，按 [ON] 或 [OFF] 键，将交替显示“全球”或“地区”模式。显示如下：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>GLOBAL</b>	<b>ADDR:</b>	<b>8,31</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>LOCAL</b>	<b>ADDR:</b>	<b>8,31</b>

例如，老化色谱柱时，4890 工作在地区模式下很有用：4890 停止或启动老化色谱不会影响网上的其它装置。

注意：全球模式有两个状态：当显示屏上的“全球”闪烁时（缺省模式），表明 4890 是在全球模式下，但不在网上。只有当显示屏上的“全球”连续稳定地显示才表明 4890 是在网上。该特征提供了一个方便的判断来决定网的构成方式（至少到目前为止 4890 是关注这一点的）。

INET/HP-IL 地址：

不管是验证自动环路构成中设定的仪器网络地址，还是当 4890 包含在非自动构成的 HP - IL 环路中时，输入一特定的 HP-IL 缺省地址，都将显示下列信息。4890 地址与其它设定值一起被保存在有掉电保护的内存中。

	ACTUAL	SETPOINT
<b>GLOBAL</b>	<b>ADDR:</b>	<b>8,31</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>DEFAULT</b>	<b>ADDRESS</b>	<b>* 25</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>GLOBAL</b>	<b>ADDR:</b>	<b>8,25</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>ADDRESS</b>	<b>LIMIT =</b>	<b>31</b>

### 验证 4890 的网上地址

注意：上述显示中有两个数字跟在“地址”后面，第一个数字是 4890 的网地址，由自动环路来构造。

特定的数字表示网内装置的电缆在环路中是如何连接的，在上例中显示的（8）隐含 4890 是网上的第一个仪器，从控制器输出算起（控制器总是定义为 0），9 表明 4890 是网上的第二个仪器，最大值为 31。

如果连接次序改变或者一个或几个装置被关掉再重新打开，自动环路构成由控制器重新启动并显示。

### 设定缺省 HP-IL 地址

下列显示表明 4890 的 HP-IL 地址的确定过程，从 8 到 31 的数值均可输入。若输入无效值，将显示“地址极限值”信息。

### 仪器网络— 4890 信号定义

仪器网络信号定义（在控制器上定义）可以在 4890 上进行验证。要显示下列定义，键入：

[CLEAR] [.] [3] [ENTER]

([SIG 1] OR [SIG 2])

	ACTUAL	SETPOINT
<b>GLOBAL</b>	<b>ADDR:</b>	<b>8,31</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIG 1</b>	<b>ON</b>	<b>RANGED</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIG 1</b>	<b>ON</b>	<b>FULL RANGE</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>SIG 2</b>	<b>OFF</b>	

对显示的信息请注意以下几点：

- 4890 信号通道被定义为信号 1 或者信号 2。
- ON 表示上面给出的信号通道由控制器决定，经由信号通道送出的信号通过环路送到网上别的装置。

同样，OFF 表示上面给出的信号通道没有被使用，数据不能由通道送到网上，也不能被别的网上装置接收。

应注意 ON 和 OFF 在网络中被控制器严格定义，例如，被指定到信号通道上的检测器的关或开，与这里的 ON 和 OFF 无关。

- “量程”和“全量程”表示被传送数据的动态范围，“量程”的动态范围由 4890 上的 [RANGE 2 ↑ ()] 来决定，“全量程”的动态范围是由检测器来决定。数据传送的格式由控制器来决定。

---

## HP-IL 环路测试

随时进行“HPIL 环路测试”，以验证 4890 网络通讯是否完好。将 4890 仪器网络的输入，输出直接连接即可。步骤如下：

1. 断开 4890 上仪器网络连接线（在 4890 右部顶板下面的盒中）。
2. 任选一根 4890 与仪器网络中其它装置的连接线，将其断开。
3. 将该线连接在 4890 的仪器网络输入，输出插座之间。
4. 按下下列次序按键：

[CLEAR] [.] [7] [ENTER]

在按下 [ENTER] 键的同时，执行环路测试。通过该连接线 4890 发出诊断信号并自己验证诊断信号，每按一次 [ENTER] 就重复一次测试，每次测试约 1 秒钟。

可能的显示如下：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>HPIL LOOPBACK TEST</b>		
	ACTUAL	SETPOINT
<b>PASSED SELF TEST</b>		
	ACTUAL	SETPOINT
<b>FAILED SELF TEST</b>		

关于 INET 的详细信息，请参考积分仪 / 控制器说明书。

——  
控制阀

# 第 7 章

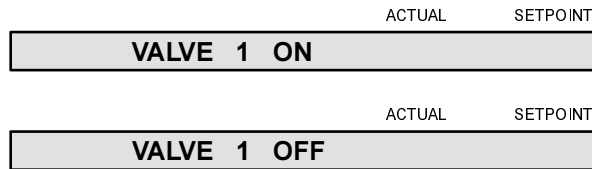
## 控制阀

有两种方法可以控制最多 2 个阀（阀 1 或阀 2）。

- 在一次运行中（参见第 8 章，*在运行中开 / 关阀*）
- 本章讨论的手工键盘输入

**注意：**如果阀已处于命令要求的开关位置，它将不动作。

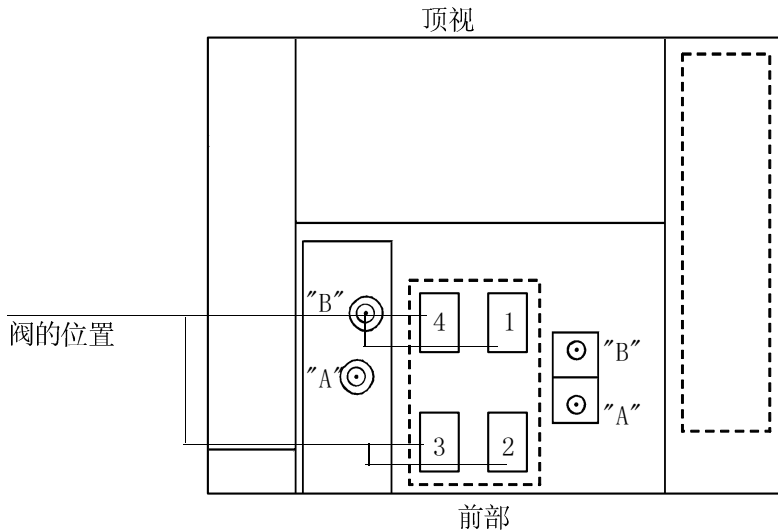
下面的图表是说明 4890D 字母数字显示器显示当前阀的状态，或运行中根据时间事件表切换阀的一些例子。



---

## 手动开 / 关阀

通道（ 1， 2， 3 或 4 ）的确定只与阀体导线的连接有关， 阀通常的位子如下图所示。



任何时候按下下列键可以切换阀体：

[PURGE/VALVE] ([1] [2] [3] 或 [4]) [ON] 或 [OFF] [ENTER]

要显示当前阀体状态，按键：

[PURGE/VALVE] ([1] [2] [3] 或 [4])

如果 4890 已经显示了对应阀的状态，只需按 ON 或 OFF 键来开关阀体。

每次运行结束后阀体自动复位。如果最后一次阀的切换位置与下次运行开始时的位置不一致，在运行结束时阀体位置会复位。

控制阀  
手动开 / 关阀

---

## 仪器运行过程

# 第 8 章 仪器运行过程

本章介绍如何开始和终止一个分析工作的运行过程、如何使用时间表及如何进行单柱补偿（SCC）。

---

## 开始 / 终止运行

按 [START] 键后开始炉温的程序升温，时钟运行及时间程序。

同时，一个遥控启动继电器立刻关闭，启动积分仪等装置。对于记录仪，则在运行开始时作一个标记。

按 [START] 绿灯“RUN”亮。黄灯“OVEN”亮表示正在执行炉温程序升温。运行时，红灯“NOT READY”亮仅表示系统中的某些部分还未准备好。（参见下页状态指示）。

按 [START] 立即使运行开始，中断正在进行的键盘输入。若“RUN”灯亮时或闪烁时，按 [START] 不起作用。

按 [STOP] 则终止运行。对于记录仪，则在运行结束时作一个标记。

### 仪器网络 (INET) 启动 / 停止操作

一般来说，当 4890GC 通过仪器网络 (INET) 与积分仪 / 控制器相连接时 [START] 和 [STOP] 在两种仪器上是相同的。对于 4890 来说，只有仪器网络处于“关”状态时除外：4890 的 [START] 和 [STOP] 在仪器网络关闭时，不受积分仪 / 控制器的仪器网络控制。这就允许 4890 可以与积分仪 / 控制器不同时开始（参见第 6 章中*仪器网络的详细描述*）。

注意：4890 上的 [STOP] 在程序运行中总是起作用的，它将会使 4890 运行终止。

## 指示灯状态

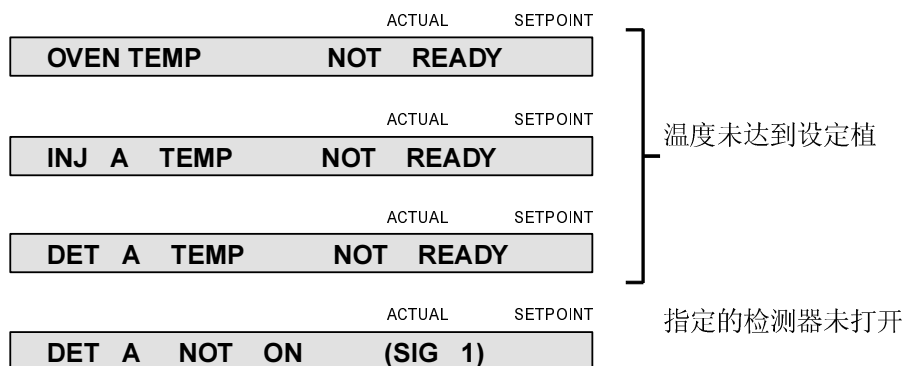
当炉温处于“开”状态并达到设定温度，加热区域也处于“开”状态并达到设定温度，检测器指定的输出信号通道也位于开的状态时，即为就绪状态。

任何温度没有达到设定值时，红灯“NOT READY”就亮。直至达到设定值时，即会熄灭。

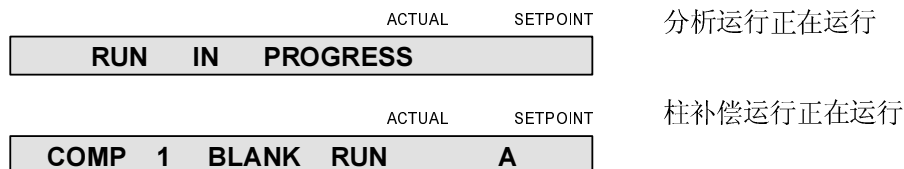
当然，还有外部准备状态及网络准备状态的输入，若所连外部设备未准备好，“NOT READY”灯也会亮。

如果“NOT READY”（未准备好）灯持续亮，按[CLEAR]可以确定是什么造成了未准备好：各项内容循环显示，并给出相应的信息。

非运行状态：



运行状态：



对于柱箱和加热区域，当达到相应的设定温度值时，便停止显示该项信息。当每项内容都处于就绪状态时，按 [CLEAR] 显示如下：

	ACTUAL	SETPOINT
HP 4890	SYSTEM	READY

### 运行指示灯

灯亮	表示一个运行（分析或柱补偿）正在进行。
灯灭	表示当前无运行过程。
闪烁	等待 4890 达到就绪状态。在 4890 准备好之前通过遥控装置发出运行或柱补偿运行开始的命令时，就会出现这种情况。当达到就绪状态时，仪器会自动开始运行。

### 未就绪指示灯

灯亮	系统中有一个或多个部分未准备就绪，按 [CLEAR] 显示未准备好的部分。
灯灭	系统已准备好，可以随时开始运行（分析或柱补偿）
闪烁	硬件错误，按 [CLEAR] 显示“错误”信息。

当仪器处于运行状态时（分析或柱补偿），“RUN”灯亮，运行停止即熄灭。当仪器未就绪即开始补偿运行时，“RUN”灯会闪烁（例如，炉温或加热区域温度未达到指定值）；当达到就绪状态时，即自动开始柱补偿运行。

在网络控制系统中进行操作时，仪器将在开始运行前等待系统中的其它装置的操作完成（如等待自动进样器操作，打印报告，计算等），这时，“RUN”灯也会闪烁。一旦运行开始，指示灯即点亮。

---

## 时间键的使用

连续按 [TIME] 可以显示与分析操作有关的各种时间，也可以用来进入内部秒表，以设定气体流量，测量有关事件间的时间间隔等。

典型的时间显示如下图，注意，在非分析运行（或非柱补偿运行），可能有三种功能，在分析（或柱补偿）运行期间也有三种功能。每按一次 [TIME] 滚动显示下一个功能。

非运行状态：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>NEXT RUN</b>	<b>24.38</b>	<b>MIN</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>t=5:10.7</b>	<b>1/t=</b>	<b>0.19</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>LAST RUN</b>	<b>15.77</b>	<b>MIN</b>

运行状态：

	ACTUAL	SETPOINT
<b>REMAINING</b>	<b>15.77</b>	<b>MIN</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>t= 1:50.7</b>	<b>1/t=</b>	<b>0.54</b>

	ACTUAL	SETPOINT
<b>ELAPSED</b>	<b>12.15</b>	<b>MIN</b>

显示“下次运行”或“上次运行”的时间，不包括“平衡时间”，也不包括炉温程序完成之后的冷却时间。它显示的只是分析（或柱补偿）运行的总时间。

在秒表方式下，时间（精确到 0.1 秒）和时间倒数（精确到 0.01/min）同时显示。按 [ENTER] 开始记录时间，再按 [ENTER] 就停止记时。停止记时后，按 [CLEAR] 使秒表复零。

注意：仪器的其它功能只需按相应的键即可输入，不需要停止计时器或在使秒表复零（如 [OVEN TEMP]）。这时虽然不显示时间，但再按 [TIME] 仍可以使时间显示出来。

[TIME] 也用于分析运行的时间程序（参见本章的*时间事件表的使用*一节的内容）。

---

## 单柱补偿的使用

4890 可以进行一次空白色谱运行（不进样运行），所得数据作为一条基线储存起来。

假定从一个运行到另一个运行基线始终保持一致，就可以将它从样品运行数据中扣除以消除基线漂移（通常是由柱流失引起的）。

注意：单柱补偿的数据只有在使用一个特定的检测器和色谱柱组合，在特定的温度和气体流量条件下运行才有效。如果收集空白运行数据的条件与收集样品运行的条件不一致，可能出现无效的结果。

用 [COL COMP1] 或 [COL COMP2] 可以储存两根不同的基线，分别代表使用两个不同检测器或用同一检测器但在不同的色谱条件下运行所得的基线。

注意：在柱补偿运行过程中，如果仪器必须终止运行，[STOP] 键是始终有效的。

### 柱补偿状态显示

按 [COL COMP1] 或 [COL COMP2] 可显示柱补偿状态的数据，典型显示如下图。

在使用检测器 A 的补偿 1 状态下，  
没有基线文件存入。

在使用检测器 A 的补偿 1 状态下，  
有效基线文件存入。

基线斜率的变化超出允许的最大  
值，柱补偿数据可能无效。

通过 [STOP] 键中断柱补偿运行，  
柱补偿数据可能无效。

(COMP 2 和 / 或检测器 B 可平衡时间)

各显示中，“补偿 1”“补偿 2”由键盘引起响应（分别由（[COL COMP 1] 和 [COL COMP 2] 控制）；A 或 B 表示所指定的检测器。

## 开始柱补偿基线存贮运行

进入下次进样所用的温度程序后，按 [COL COMP 1] 或 [COL COMP 2] 准备开始柱补偿基线存贮运行，并显示当前的柱补偿状态，同时指定新的基线存入的地址。

- 进入下次进样所用的温度程序后，按 [COL COMP 1] 或 [COL COMP 2] 准备开始柱补偿基线存贮运行，并显示当前的柱补偿状态，同时指定新的基线存入的地址。
- 假如已显示了所需要的检测器 (A 或 B)，只需按 [ENTER] 就可以开始柱补偿基线存贮运行。
- 按 [.] 再按 [ENTER] 则开始两个平行的柱补偿基线存贮运行，使用同样的炉温程序并将两个所能定的检测器记录的基线存起来。

对于使用不同的检测器和（或）色谱柱，但在相同的温度程序下作样品分析时，这种选择是有用的。

注意：当一个设备通过遥控启动电缆与仪器相连时，在运行正常分析中，仪器可以遥控启动该设备，但在运行柱补偿基线存贮时，仪器无法启动该设备。

有关遥控插座的详细描述，请参见 4890 《准备与安装手册》。

在柱补偿基线存贮运行过程中，或在运行开始发现有碍补偿运行时的信息显示如下。

## 仪器运行过程 单柱补偿的使用

	ACTUAL	SETPOINT	
	COMP 1	BLANK RUN A	补偿运行过程中，在此例中，检测器 A 得到的数据存入补偿 1（通过按 [COL COMP1]）。
	INVALID DURING RUN		试图在进样运行中开始柱补偿运行，此时未进行柱补偿运行。
	OVEN NOT ON		柱温未开启，开启柱温，在给定的初始值平衡后，即可自动开始柱补偿运行。
	NO TEMP PROGRAM		升温程序未设置，应输入运行时的速率值。温度程序应市样品温度程序，此时，无柱补偿运行。
	DET A NOT ON		或检测器 B 选定的检测器位安装，此时无柱补偿运行。
	DET A NOT INSTALLED		或检测器 B 选定的检测器位安装，此时无柱补偿运行。
	NO DETECTOR FOUND		无检测器，此时无柱补偿运行。
	INVALID IN COMP RUN		在柱补偿运行中，试图输入新的温度程序中的参数，输入值无效。在一个补偿运行中，试图开始另一个柱补偿运行时，也出现该信息。正在进行的运行要继续至完成为止。

完成炉温程序后，柱补偿运行自动终止。新的基线记录下来并储存，同时冲掉原来存入的基线。

请注意柱补偿基线存储运行与样品运行一样，炉温程序遵循由 [INIT TIME]，[RATE]，[FINAL TIME] 给定的值进行，但只有 [INIT TIME]，[RATE]，和 [FINAL TIME] 确定的参数被储存。

柱补偿运行过程中，不能启动样品运行（如按 [START]）。[STOP] 可以中断柱补偿运行。因为炉温程序未达到由 [FINAL TEMP] 指定的温度，储存下来的基线文件可能无效。显示的“错误时间”信息表示设置的运行时间与实际不相符。

### 设定柱补偿参数

给定检测器 (A 或 B) 的基线数据存入“COMP1”或“COMP2”后，柱补偿数据必须指定到检测器通道上。运行中，从同一个检测器上的运行数据减去补偿数据。

按以下方式按键，可以使基线校正过的数据进入指定的输出通道：

([SIG 1] 或 [SIG 2]) ([A] 或 [B]) [-] [COL COMP 1] 或 [COL COMP 2] [ENTER]

下图显示确证的指定结果：

—

注意：4890 没有内部验证功能，不能保证在某一检测器上所得到的补偿数据在以后的样品分析中仍用于同一检测器。如果补偿后，出现异常的基线：

- 补偿数据本身值得怀疑。
- 数据来自不同的检测器。
- 样品分析和柱补偿采用了不同的色谱条件。

一旦指定了输出通道，仪器将按通常的方式进行样品分析，所不同的是观察到的基线与漂移无关。

---

## 使用仪器网络 (INET)

关仪器网络通讯的详细信息，参阅第 6 章的*控制信号输出*和所用积分仪 / 控制器的参考手册。

## 时间事件表的使用

时间事件表由下列键控制。

下列为运行中可控制的事件内容：

- 阀（开 / 关）
- 信号切换（开 / 关）
- 改变 TCD 灵敏度（高或低）
- 改变 TCD 极性（-），参见第 6 章的“转换 TCD 信号极性”。
- 分流 / 不分流清洗流量开 / 关，参见第 4 章的“不分流进样方式流量的设定”。

本节中叙述阀、信号切换及改变 TCD 灵敏度等内容。有关运行中转换 TCD 极性的内容，参见第 6 章；有关运行中分流 / 不分流流量开 / 关的内容，参见第 4 章。

[TABLE]

使用 TABLE 键对时间表进行输入，此时，对于已存在的时间表来说，可用 PREVIOUS 和 NEXT 键来滚动显示表中内容。AND 和 DELETE 可用来增加或删除时间表内容。

[ADD]

按 TABLE 键进入时间表后，使用 ADD 键来输入时间事件。时间表可存储 37 个时间事件。

[DELETE]

按 TABLE 键进入时间表后，使用 DELETE 键来删除某时间事件。

[PREVIOUS]

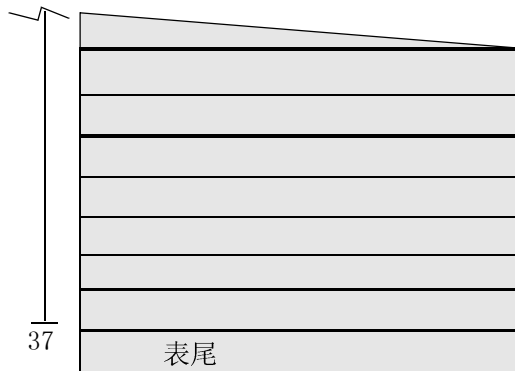
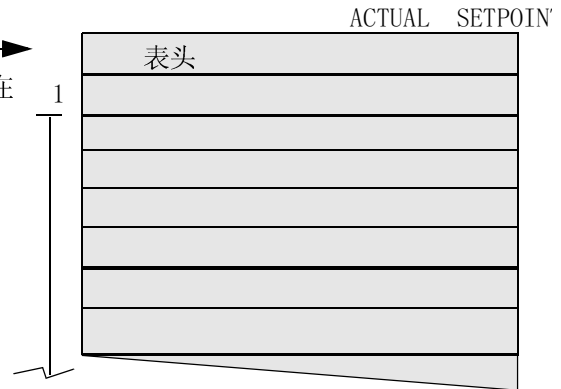
按 TABLE 键进入时间表后，按 PREVIOUS 可向上依次显示各时间事件，直到最早输入的时间事件。

[NEXT]

按 TABLE 键进入时间表后，NEXT 键可向下依次显示各时间事件，直到最后输入的时间事件。

[CLEAR] 时间事件输入后（或正在输入时），按 CLEAR 键可退出时间事件表。

注意：按 CLEAR 键不能删除任何事件表。



例：建立一个时间事件表的键序为：

[GOLD] [TABLE] [ADD] <功能键> <行为键> [TIME] <时间值>[ENTER]

[Purge/valve] (值 1, 2, 3 或 4)

这里 <功能> 包括 [SIG 1] 或 [SIG 2] 和 [TCD SENS]，<操作> 可以是 [ON] 或 [OFF]

<时间> 可以是操作键按下后 [START] 的时间。

[CLEAR] 退出时间事件表使键盘操作返回正常状态

注意：对 TCD 的极性进行时间编控，请参见第 6 章 *转换 TCD 信号极性*。

## 运行中阀的开 / 关

在运行中控制不分流式清洗流量的方法见第 4 章的 *不分流进样方式流量的设定*。

最多为两个气体 / 液体进样阀（分别为阀 1 或阀 2）的控制可用下列两种方法中的任一种。一种为操作者可以通过键盘输入来手动控制阀的开关，另一种是在运行中用时间事件表来控制阀的开和关。

例：建立一个时间事件表，在运行 1 分钟时打开 2 号阀，输入键序如下：

[GOLD][TABLE] [ADD] [PURGE/VALVE] ([1],[2],[3] 或 [4])

[ON] 或 [OFF] [TIME] [1] [ENTER]

注意：当阀已处在所指定的位置时，将不作反应。

控制通道（1, 2, 3 或 4）的设定取决于阀的电路连接。

若设置了时间事件表，运行结束后，阀将自动复位。若运行结束时，阀的开关不在正确的位置，阀将不能自动复位。在新的运行开始前，应手动使阀复位。

一种使阀在有效运行时间后，自动复位的方法是，设置阀程序。

例：双阀系统中，阀 1 为气体进样阀，阀 2 为排气阀，设置方式为：

1. 在运行开始时从阀 1 进样（运行时间设为 0.00）；
2. 在 2.75 分钟（运行时间 2.75）用阀 2 排样品的后一部分；
3. 在运行结束前（运行结束时间设为 40.00），将两阀复位。

输入以下命令来完成上例操作：

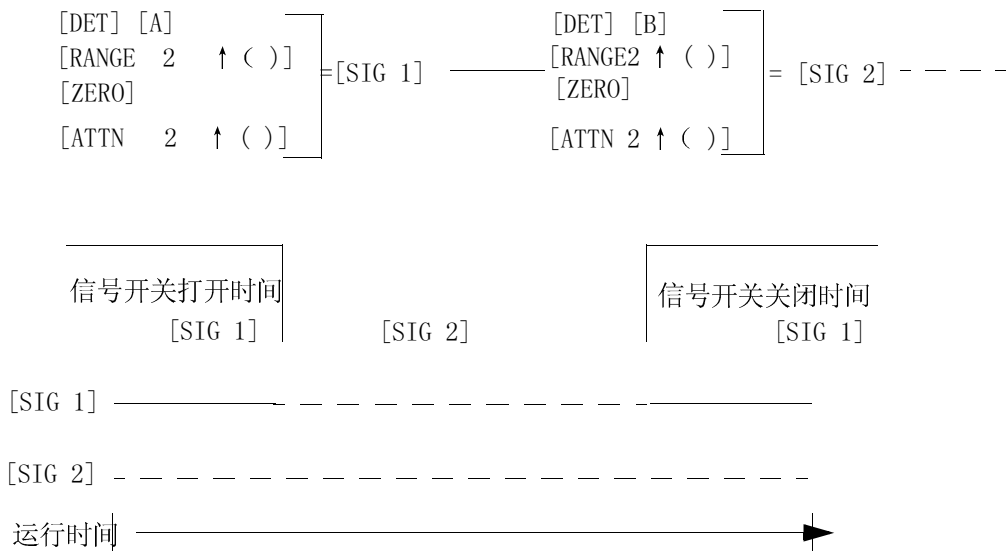
```
[GOLD][TABLE][ADD][PURGE/VALVE][1][ON][TIME][0][ENTER]
      [ADD][PURGE/VALVE][2][ON][TIME][2].[ ] [7][5][ENTER]
      [ADD][PURGE/VALVE][1][OFF][TIME][4][0][ENTER]
      [ADD][PURGE/VALVE][2][OFF][TIME][4][0][ENTER]
```

### 运行中信号的切换

有些分析要求使用不只一个检测器来完整地描述一个样品的特性。在需要分离不同信号的情况下，为避免共流出峰而配置一个以上检测器的系统时，可在运行中切换信号，使信号输出到一个信号通道。信号切换只能在时间表中执行。

## 仪器运行过程 时间事件表的使用

在一段指定的时间里，切换信号用 [SIG 2] 代替 [SIG 1]。



**注意：**当使用积分仪时，[ ATTN 2 ↑ ( ) ] 键无效。由积分仪本身来控制信号衰减。

**例：**建立一个在运行 1 分钟时，切换信号时间表，按下列键操作：

```
[GOLD] [TABLE] [ADD] [SIG 1] [ON] ^ú [OFF] [TIME] [1]
[ENTER]
```

在运行中，信号切换打开时，[SIG 1] 自动切换到监视 [SIG 2] 所指定的装置，这种状态将持续到信号切换关掉，或运行结束。在每个运行结束后，信号的指定将自动复位。

分析中，当信号切换时，可能会看到基线紊乱。在要求高灵敏度的情况下，这种紊乱将是很严重的问题。需要时可调节 [ATTN 2 ↑ ( )]，[ZERO] 或 [RANGE 2 ↑ ( )] 以减小这种紊乱。

## 运行中改变 TCD 灵敏度

可通过键盘 ([ON] = 高, 和 [OFF]= 低 ) 来控制两种 TCD 灵敏度 ( 信号放大 ) 的设置。

设置高灵敏度将使灵敏度 ( 从面积可观察到 ) 增加 32 倍, 当组份浓度 <10% 时, 特别有用。

如果组份浓度太高, 可能会超出 TCD 的输出范围, 并引起平头峰。在这种情况下, 就需设置低灵敏度。

通过时间事件表, 运行中随时都可改变灵敏度的设置。

例: 建立一个在运行 1 分钟时, 将 TCD 从低灵敏度变为高灵敏度的时间事件表如下:

```
[GOLD] [TABLE] [ADD] [TCD SENS] [A] 或 [B]  
[ON] ^ú [OFF] [TIME] [1] [ENTER]
```

运行结束后, 灵敏度自动恢复到初始状态。

## 时间事件表的更改



可以用三种方法改变时间事件表: 一种是增加新的参数, 一种是删除已有的事件参数, 还有一种是更改一个时间事件的时间值。

输入新的事件参数的键盘操作与建立一个时间表事件相同:

按 [GOLD][TABLE] [ADD], 此后输入一个有效的的时间事件。

删除一个单独的时间事件表, 首先按键显示该事件:

按 [GOLD][TABLE] ( 若需要接着按 [PREVIOUS] 或 [NEXT] )

## 仪器运行过程 时间事件表的使用

当显示了一个特定事件时，从表中删除该事件。

按 [DELETE] [ENTER] 仪器将给出 “已删除” 信息。

更改与一事件相关的时间，首先按键显示该事件：

[GOLD] [TABLE] （ 若需要按 [PREVIOUS] 或 [NEXT] ）

更改时间时，

按 [TIME] 及新的时间值，按 [ENTER]，仪器将给出 “已更改” 信息。

例：将 “阀 1 ON 1.00” 变为 “阀 1 ON 2.00” （ 当显示为 “阀 1 ON 1.00” 时 ），按下列键：

[TIME] [2] [ENTER]

结果为阀 1 在 2 分钟时打开而不是在 1 分钟时打开。

---

## 仪器的维护保养

# 第 9 章

## 仪器的维护保养

---

### 仪器的清洗

---

警告

为避免触电，在仪器清洗前断开电源线。用一块干布或微湿的布擦仪器的外部，不要去擦仪器的内部。

---

---

## 色谱柱的老化

色谱柱中可能会有杂质，老化可以去除挥发性物质，使色谱柱适合于分析使用。

因为新的填充柱通常会含有从空气中吸收的挥发性物质，必须老化。如果一根已用过但放了一段时间而没有盖上帽子或塞子以隔绝空气的柱子，也必须老化。

对于毛细管色谱柱来说老化不是很严重的问题，因为毛细管中只有很少的固定相，同样，老化只能是轻度的，以避免柱中固定相的流失。

以下是老化的常规步骤：

1. 关掉检测器，断开检测器的支持气（特别是氢气！）。
2. 如果需老化的色谱柱已经装上，拆下其检测器的一端。

如果需老化的色谱柱没有安装，将其一端连到一进样器上。千万不要将另一端接到检测器上。

对于分流 / 不分流（或单分流）毛细管进样器，如果要老化毛细柱，安装正确的衬套并按通常的方式装色谱柱，注意在柱螺母前留出大约 7.5mm 长的色谱柱，（在柱螺母后使柱长约 25 mm）。调节隔膜清洗流量不超过 6 ml/min。

3. 在检测器处盖上合适的帽盖，以防止空气和 / 或杂质进入。
4. 使载气稳定地通过色谱柱。氢气是最好的，氮气对填充柱的老化非常好。不要用氢气，因为老化时氢气将流入柱箱内。

## 仪器的维护保养 色谱柱的老化

对于 3 mm( 1/8 英寸 ) 和 6 mm( 1/4 英寸 ) 的色谱柱 ( 内径 2 mm )，载气流量在 30 ml/min。对于 6 mm( 1/4 英寸 ) 色谱柱 ( 内径 4 mm )，载气流量在 50 ml/min。对于刚性玻璃毛细管色谱柱 ( 内径 0.25 mm )，使柱头压 ( psi ) 约等于柱长 ( m ) 的一半。例如，50 m 长的柱，应使柱头压约为 25 psi ( 172 kPa )。

对于融熔硅毛细管色谱柱，使柱头压 ( psi ) 等于柱长 ( m )。

5. 设置炉温为 100 °C 约 1 小时，然后慢慢地使柱箱升高到老化所需的温度，( 不要超过色谱柱的最高温度极限，一般约比最高极限低 30 °C )。

---

### 注意

过热会缩短柱的使用寿命。

填充柱老化可以过夜，毛细柱老化时间可以稍短些。

6. 如果老化好的色谱柱不是立即用，将其从柱箱中取出，在两端盖上帽子，防止空气、水份和 / 或杂质的进入。

## 色谱柱的重新装填

在填充色谱柱时（特别 6 mm 玻璃色谱柱），必须考虑填充物的类型，色谱柱的孔径和类型（金属或玻璃），进样的方式（瞬间气化或柱上进样），进样器或检测器块体的要求。

进样的方式和 / 或进样器 / 检测器的配置决定了应从柱端的何处开始填充，这里只做一般性的介绍。

1. 对于 FID，在检测器一边的柱端，使填充物或固定填充物的玻璃纤维都不与检测器的喷嘴接触。
2. 对于 3 mm（1/8 英寸）色谱柱，用瞬间气化进样时，填充物必须与进样器边的柱端尽可能近，同时为固定填充物玻璃纤维留出空间。

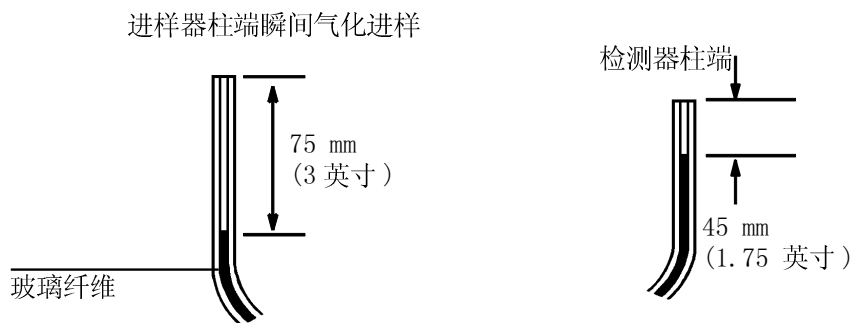


图 9-1 6 mm（1/4 英寸）玻璃柱填充极限

3. 对于 6 mm（1/4 英寸）玻璃柱，因为进样器端有内衬管，必须为瞬间气化进样留出足够的空间，同时保证注射器的针不直接接触到玻璃纤维和 / 或填充物。

---

## 填充柱进样器

### 更换进样垫

进样垫的寿命是由使用的频率和针的质量决定的。针头的毛刺，锋边，粗糙的表面，或钝的针尖会降低进样垫的寿命。

长的保留时间，低响应，和 / 或柱头压降低，还有检测器信号质量的降低（信号噪声增加）表明进样垫漏气。当仪器是正常的使用时，最好每天更换进样垫。

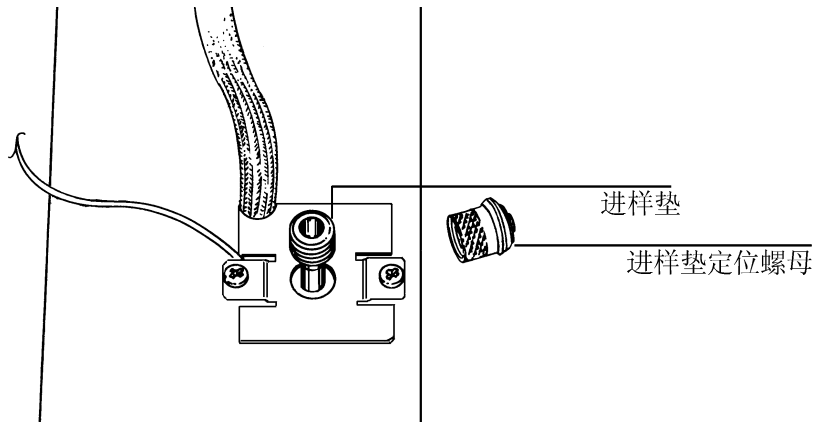


图 9-2 填充柱进样器；更换进样垫

---

关闭柱流量之前先关闭检测器（特别是 TCD）。

#### 注意

在更换进样垫时会影响柱流量，而某些色谱柱在没有载气流量时会因高温而损坏，因此在操作前将柱箱降至室温。

#### 警告

小心！柱箱和 / 或进样器或检测器接头可能因过热而灼伤皮肤。

---

关闭载气并将柱头压降至零。取下螺母和旧进样垫，放上一个新进样垫，重新拧上螺母，用手拧紧（不用任何工具，只用手拧紧）。不要过紧，螺母是提供弹力来起密封作用的。恢复载气流量。

### 衬管保护

衬管的清洁将在本章中的“衬管保护”中讨论。

### 检漏

气路系统中有漏气会使色谱结果异常。按下面的步骤检查流路系统的气密性，但不包括色谱柱连接件。如果没有漏气，再按本章后面讨论的检测器测漏步骤操作。

1. 关闭检测器。如有必要，设置炉温和加热区温度到室温并等其冷却。关闭气源。
2. 取下已安装的色谱柱，在进样器的柱接头处盖上气帽。
3. 打开连接进样器的气源，使气源压力在 344 kPa ( 50 psi )。
4. 逆时针完全打开载气开关阀，等 1 到 2 分钟使其平衡。
5. 关闭进样器气源。
6. 等 10 分钟，观察载气源压力。如果下降的压力小于 7 到 14 kPa ( 1 到 2psi )，则系统（通过进样器柱接头）是不漏的。

如果有漏气，必须测漏。重新增大气源压力到必要值，并用适当的测漏液测漏气的接头。拧紧或更换漏气的接头。

- 用适当的检漏液测漏气的接头。拧紧或更换漏气的接头。

---

注意

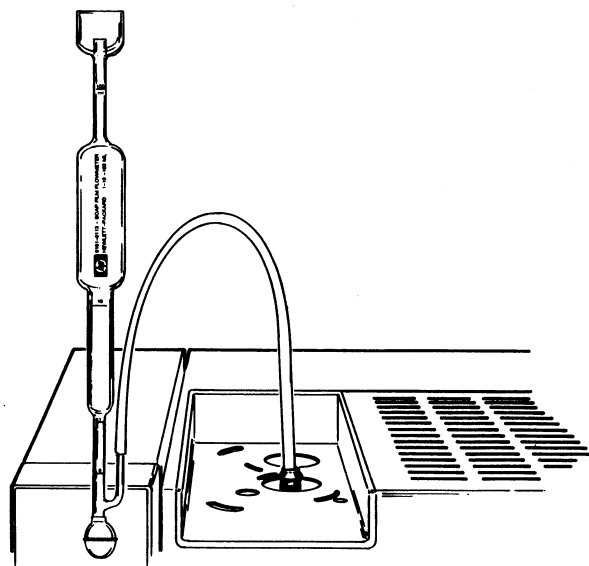
---

测漏液通常有杂质残留，每次测漏过的地方必须用  $\text{CH}_3\text{OH}$ （甲醇）清洗 晾干。

- 确定接头不漏后，在进样器上还有两个可能发生漏气的地方：进样 垫、柱连接处。

柱连接处用检漏液检漏。

用皂膜流量计检查进样垫。将流量计的小橡皮接到进样针的入口，或简单地换一个进样垫。



### 清洗

关闭进样器加热区，并等其冷却。

取下进样垫及螺母，色谱柱和进样器衬管。用合适的光源从柱箱内照入进样器，并从进样器上部观察。如果有杂质或沉积，则必须清洗进样器。

用刷子和适当的溶剂清洗内壁，直到去除沉积物。可以用适当的导线小心地去除固体颗粒。用过滤过的干的压缩空气或氮气吹干后再重新装配。

---

警告

为避免弄伤眼睛，在使用压缩气体时请戴上保护眼镜。

---

## 分流 / 不分流毛细管进样器

### 更换进样垫

对于传统的圆形进样垫，其寿命与进样针的质量有关。针尖必须尖而且无毛刺和粗糙表面。

因为进样垫是不断清洁的，所以它们一般是耐用的。推荐使用 11 mm 的进样垫（部件号 5181-1263, 25 只装）！

进样垫必须是清洁的且无颗粒物。

---

#### 警告

小心！柱箱和 / 或进样器或检测器接头可能因过热而灼伤皮肤。

---

#### 注意

如果在分流模式上操作，在打开进样器前必须降低载气压力。否则会将填充物吹出，而影响性能。

---

#### 注意

在更换进样垫时会暂时切断柱流量，而毛细管色谱柱在没有载气流量时会因高温而损坏，因此在操作前将柱箱降至室温。

1. 取下螺母和旧的进样垫。
2. 放上一个新的进样垫使密封表面放在进样口顶上。确认螺母内无杂质。
3. 重新拧上螺母，用手拧紧（不用任何工具，只用手拧紧）。不要过紧，螺母是提供弹力来起密封作用的。

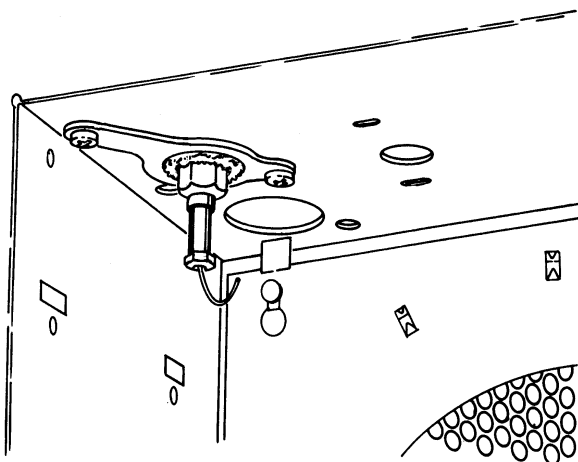
### 衬管保护

衬管的清洗将在本章中的 *衬管保护* 中讨论。

## 检漏

为保证进样器正确操作，系统的气密性非常重要。在初始检查或任何怀疑漏气时按以下步骤操作。

1. 关闭检测器。
2. 在进样器接头处装一个象毛细柱样的塞子（纸片或同样粗细的导线）。



3. 调节分流载气流量大约 60 ml/min。
4. 调节或设置柱头压，使柱压达到 138 kPa (20 psi)。  
[GOLD] [INJ B PRESS] [2] [0] [ENTER] 设置进样器 B 压力为 20 psi。
5. 关闭隔膜清洗或在隔膜清洗气出口拧上一个气帽。可以用皂膜流量计检查是否关闭了隔膜清洗。
6. 关闭载气流量。（完全用顺时针转动旋钮，直到旋钮旋到不能再旋为止）

## 仪器的维护保养

### 分流 / 不分流毛细管进样器

7. 顺时针调节背后的压力调节阀 1/4 圈，或设置电子压力控制到 145 kPa (21 psi)，观察载气压力表 10 分钟。

如果系统中没有漏气，压力将保持在 131 到 138 kPa 间 ( 19 到 20 psi )。如果压力下降，则存在漏气。此时打开载气气源，用适当的检漏液检查管道的连接。如有必要，重接或更换接头。

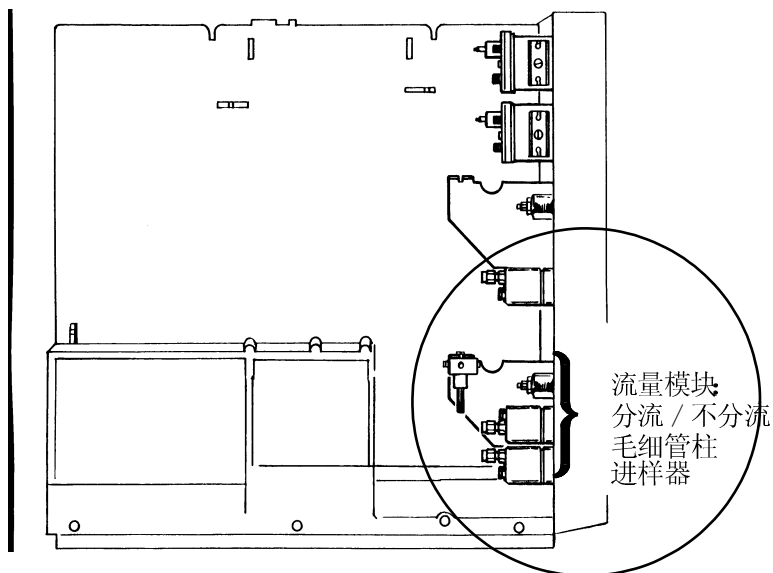


图 9-3 分流 / 不分流毛细管进样器模块安装位置

#### 注意

测漏液通常有杂质残留，每次测漏过的地方必须用  $\text{CH}_3\text{OH}$  ( 甲醇 ) 清洗并晾干。

- 检查进样器的三个地方：  
进样垫  
柱连接  
内衬管螺母密封处 ( O 型圈 )

可以在通常操作的任何时候做以下的检查，不用拆下色谱柱或密封进样器。只是简单地给系统供气而检查气密性。

- 用皂膜流量计检查进样垫气密性。将小橡皮管接到进样螺母顶上，使橡皮管与进样口顶同高。用皂膜流量计测漏，如果有漏气的话更换新的进样垫。
- 用测漏液检查柱螺母。如果有漏气，先拧紧螺母，如果仍漏气，再更密封圈。
- 如果进样器是热的，测漏液可能会蒸发，造成漏气假象。
- 如果进样垫和柱螺母不漏气，更换进样器内衬管的密封圈（O型圈）。
- 重新给系统供气，再次检查气密性。

### 清洗

关闭进样器加热区，并等其冷却。

拆下进样垫及螺母，内衬管螺母及内衬管，色谱柱，用适当的光源照入进样器内部。如果有杂质或沉积物，则必须清洗进样器。

用刷子和适当的溶剂清洗内壁，直到去除沉积物，可以用适当的导线小心地去除固体颗粒。用过滤过的干的压缩空气或氮气吹干后再重新装配。排气管可以拆下清洗或更换新的。

干的压缩空气或氮气也可用来吹出杂质颗粒。

---

#### 警告

---

为避免弄伤眼睛，在使用压缩气体时请戴上保护眼镜。

---

## 衬管保护

无论何种类型进样器，为得到最佳的性能，进样器内衬管必须保持清洁，特别是内壁必须保持清洁，因为杂质会进入色谱柱和 / 或与样品成份互相作用。

避免内衬管上特别是内部留有过多的杂质。

最好的情况是，当需要时有干净的可替换的内衬管备用。

对于玻璃或金属的内衬管要区别对待。

### 玻璃内衬管

- 如果要清洁分流或内衬管（分流 / 不分流或只分流毛细管进样系统），去除其填充物。
- 因为杂质常以碳的形式存在（不溶于有机溶剂），清洗的第一步最好是浸于浓铬酸中（24 小时）。

---

#### 警告

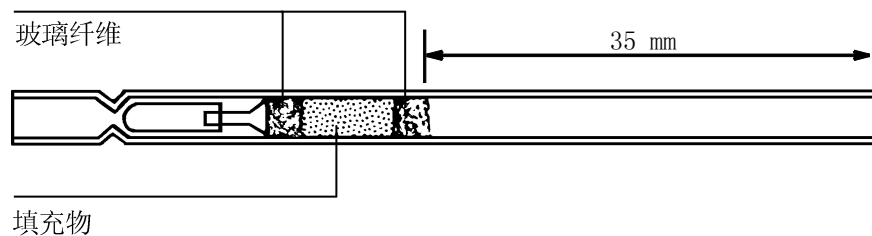
浓铬酸有强毒性和腐蚀性，参照正确的安全事项。

- 从铬酸中取出后，用蒸馏水， $\text{CH}_3\text{OH}$ （甲醇）， $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ （丙酮）清洗，然后在  $105\text{ }^\circ\text{C}$  下烘干。
- 清洗和烘干后，可用小的刷子或导线去除内壁上的颗粒，用过滤过的干的压缩空气或氮气吹出衬管中的颗粒。
- 最后，玻璃表面必须用推荐的操作程序使其去活化。

## 分流衬套的重新装填

不要用小直径的玻璃球作填充物，因为它们常在筛选的过程中被金属屑污染。如果必须用小玻璃球，则必须彻底清洗（用化学的和物理的方法）。

- 用刚涂的，通用的低含量，如 2%OV-1 及 100/200 目的 Chromosorb W-HP 担体。
- 衬管两头用玻璃纤维（部件号 8500 — 1572）塞住。



- 为保证适合标准 5 mm( 2 英寸 ) 注射针的使用，在衬管顶到填充区域必须至少留出 35 mm 。

## 金属内衬管

- 不要在金属衬管上使用浓酸。
- 内衬管必须用非腐蚀性溶剂（水、 $\text{CH}_3\text{OH}$ （甲醇）， $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ （丙酮）， $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ （二氯甲烷等）清洗，然后在 105 °C 的烘箱中烘干。
- 清洗和烘干后，可用导线去除内表面上的固体颗粒，再用过滤过的干的压缩空气或氮气吹出衬管中的颗粒。
- 对于用于顶空毛细管进样器的内衬管，用一不锈钢清洁线（部件号 19245 — 20570，外径 10.2 mm( 0.007 英寸 )，长 3.8 cm( 1.5 英寸 )，4 根装），去除固体物质。

---

## 火焰离子化检测器 ( FID )

除了检测器本身外，其它与检测器相连的系统也需日常维护。

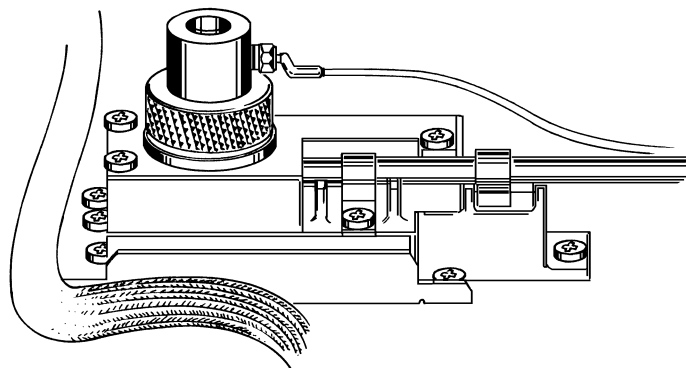
---

### 警告

火焰离子检测器用氢气作燃料。如果色谱柱没有接在进样器接头上而氢气流量开着，氢气会进入柱箱而造成爆炸危险。因此在检测器进口接头处必须接色谱柱或盖上气帽。

### 更换喷嘴

根据色谱柱的类型和 / 或分析类型，可能需要更换 FID 的喷嘴。



正确的喷嘴应在装色谱柱前安装。

如果从填充柱换到毛细柱必须在装柱前先装上毛细管喷嘴。

根据色谱柱类型 ( 填充柱或毛细柱 )，安装正确的喷嘴。表 9-1 是可供选择的喷嘴。

表 9-1. FID 喷嘴

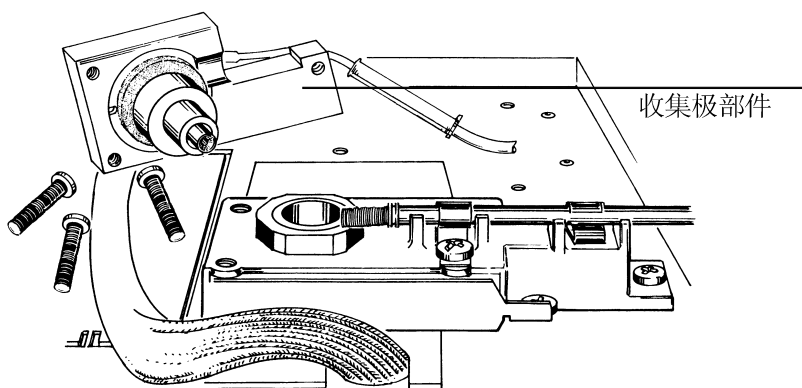
部件号	喷嘴尖内径 (in.)	用途
18789-80070	0.030	使用于填充柱 (使用于 FID 的模拟蒸馏)
18710-20119	0.018	填充柱 (标准 FID)
19244-80560	0.011	毛细柱 (FID) (FID 填充柱时用于高灵敏度)

0.011 英寸喷嘴用于毛细管柱时，有良好的性能。如果用于 填充柱，在出溶剂峰时可能会熄火。

因为更换喷嘴时需拆下收集极部件，这也是检查收集极和检测器块体是否污染了杂质的时候。下面将介绍拆开检测器，更换喷嘴，必要的清洗。

### 清洗

喷嘴和收集极内壁需时常清除沉积物 ( 通常包括柱流失引起的白色的硅，黑色的积炭 )。这些沉积物降低灵敏度，产生噪声和尖峰脉冲。



## 仪器的维护保养 火焰离子化检测器 ( FID )

关闭检测器和其加热区，关闭气源（特别是氢气！）。等检测器块体冷却，打开仪器顶盖。

1. 用螺丝刀拧下检测器顶盖上的三个螺丝，取下顶盖。
2. 向上拔出 FID 收集极部件。
3. 用一干净的刷子（部件号 8710-1346）擦净收集极内部。
4. 用压缩空气或氮气吹出收集极内部的颗粒。

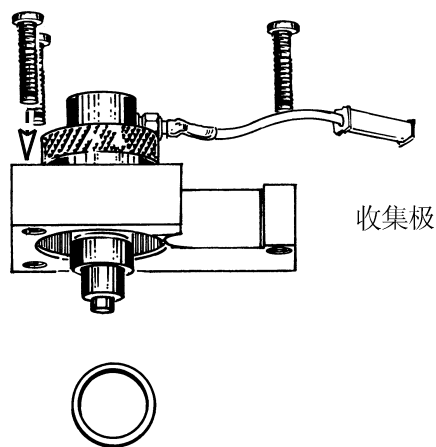
---

### 警告

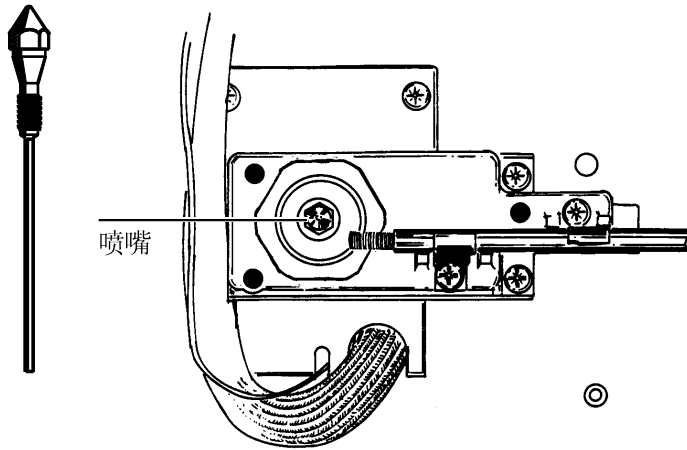
---

在用压缩气体过程中请戴上防护眼镜。

5. 用蒸馏水，己烷，和 / 或  $\text{CH}_3\text{OH}$ （甲醇）清洗收集极。在  $70\text{ }^\circ\text{C}$  烘箱中烘至少  $1/2$  小时。

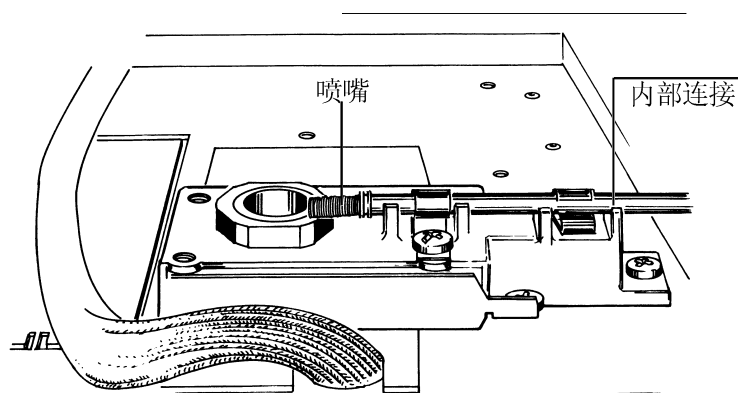


6. 用  $6\text{mm}$ （ $1/4$  英寸）六角套筒拆下（逆时针）喷嘴。



7. 有三种规格的喷嘴: 0.762 mm( 0.030 英寸 ), 0.457 2mm( 0.018 英寸 ), 0.02794 mm( 0.011 英寸 )。用干净的导线 ( 外径 0.4064 mm( 0.016 英寸 ) ), 长 30 5mm( 12 英寸 ), 部件号 ( 18765-20070 ) 去除内部的沉积物。在擦净 0.02794 mm( 0.011 英寸 ) 喷嘴时要小心。
  8. 用 1:1 ( V/V )  $\text{CH}_3\text{CH}$  ( 甲醇 ) 和  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$  ( 丙酮 ) 溶液清洗喷嘴内外壁。
  9. 用溶剂, 刷子和压缩空气或氮气清洗检测器块体内腔。
  10. 重新装上喷嘴, 用手拧紧然后再拧 1/8 圈。
- 
- 注意 不要过紧! 否则会永久性地使喷嘴或块体变形和损坏。
11. 重新装上收集极, 注意连接杆上的弹簧与收集极上的凹槽良好接触。

## 仪器的维护保养 火焰离子化检测器 ( FID )



12. 重新装上检测器顶盖。

### 点火问题

在操作前，保证气体正确连接，系统无漏气，流量设置正确，外部管道清洁。

注意：在用氦气做载气 / 补充气时，高流量 ( >50 ml/min ) 会遇到点火问题。此时 尽可能用低流量，必须保证良好的色谱性能。

如果检测器没有杂质污染，点火线圈工作良好，但仍点不着火，可能是喷嘴损坏。

拆下检查喷嘴，察看表面的磨损或划痕，毛刺，或管子折曲。如果无外部损坏，则喷嘴内部可能因拧得过紧而损坏。此时最好有备用的新喷嘴能更换。

---

## 热导检测器 ( TCD )

### 清洗

只有在确认载气和流量系统是无漏和无杂质污染后才能用烘干的方法清洗检测器。

1. 关闭检测器。

[DET] [A] 或 [B] [OFF]

2. 从检测器处拆下色谱柱，拧上柱接头气帽。

---

### 注意

不关闭 TCD 和不拧上柱接头气帽，会使氧气进入检测器而造成钨丝不可修复的损坏。

3. 使参照气流 ( 20 到 30 ml/min ) 通过检测器 ( 设置炉温 250 °C )。
4. 加热检测器到 400 °C，持续热清洗数小时。

## 电子俘获检测器 ( ECD )

### 频率测试

注意：对于高灵敏度工作，仪器从冷状态到基线稳定要 24 小时。用低流失进样器密封垫，预先老化进样器密封垫。用 1~5 ml 载气吹几小时。

使用正常工作条件，至少等 2 个小时，使上一个进样的样品跑掉，然后按下列键：

[DET] [A] ( or [B] ) [ON]

[SIG 1] ( 或 [SIG 2] ) ([A] or [B])

如果显示值超过 100(100HZ)，表明背景信号太高。调查下列可能的情况：

- 流路和化学净化器污染或气源污染。
- 色谱柱老化还不够。
- 检测器污染。
- 柱、进样器、或者进样密封垫流失。
- 漏气
- 阳极绝缘不好。

### 载气评估

因为 ECD 的高灵敏度，所以特别容易产生污染问题，包括由气源（载气）引起的系统污染。

当使用新的载气源时，应采取下列步骤：

1. 在仪器正常工作的情况下，将柱箱冷却到室温、关闭检测器 (turn off) 切断检测气源，将色谱柱从 ECD 上取下。如果是毛细管柱，需将补充气和过桥接头一同从检测器上取下。

2. 将载气源 ( 钢瓶 ) 的接头与 4890 断开。
3. 用 vespel 密封圈和接头匹配, 将载气源和检测器连接起来, 应包括所有的气路和化学净化器。
4. 将载气压力调到约 7 kPa(1psi), 检查气流是否从检测器流出。
5. 保持柱箱门继续打开, 将检测器温度设定逐次从低温到 250 °C。
6. 按下列键:  
[DET] [A] ( 或 [B] ) [ON]  
[SIG 1] ( 或 [SIG 2] ) ([A] 或 [B] )
7. 15 分钟内, 显示信号值应在 40~100 之间 (400~1000 Hz), 或许信号有些变动。
8. 如果显示值比 100 还高, 化学净化器可能有故障。将载气源直接接到检测器上, 同时重复上述试验。

如果现在信号在量程内 ( 40 — 100 ), 很可能就是气路系统污染。如果仍然大于 ( 100 ), 则可能载气源本身污染。

### 漏气

注意: 这一试验假设检测器上端 ( 包括进样器、色谱柱 ) 的流量系统是不漏气的。

1. 将进样器、柱箱和检测器温度设定到室温并等待其冷却下来, 关闭检测器和载气。
2. 用出口塞头 ( 部件号 5060 — 9055 ) 将 ECD 出口盖住。
3. 将气源压力 ( 在进样口处有一压力表 ) 调节到 103 kPa(15 psi), 完全打开载气流量控制器保证整个气路畅通。这一过程需要一定的时间使整个系统压力达到相等 ( 平衡 )。
4. 关闭气源, 同时观察系统压力。

## 仪器的维护保养 电子俘获检测器 ( ECD )

5. 如果压力下降没有被观察到，则可以假设系统是不漏的。
6. 如果观察到压力下降，使用一种合适的捡漏液体来查看检测器同色谱柱的接头处和检测器出口的密封性。
7. 检测器本身一般不会漏气。在任何情况下不要自行拆开检测器。拆开检测器的人必须要有 NRC 或 ASLC 的证明（仅适用美国）。

### 加热清洗

---

**注意** 除了加热清洗外，其它清洗如拆卸检测器或化学清洗步骤必须要有培训和处理放射性物质的许可证。在其它清洗情况下，微量的  $^{63}\text{Ni}$  或许会跑出来引起  $\beta$  和  $x$  射线的危害。

---

热清洗检测器方法必须在证明气源和气路系统的漏气和污染都没有的情况下进行。

---

**警告** 为了防止放射线物质对某一区域的污染危害。检测器的排出口必须一直接在烟道上或者别的排口处。这些排放口最好应符合 Title 10, CFR, 版本的第 20 条款，或者 NRC 同意的排放口（仅适用美国）在其它国家请向当地的代表咨询。

---

### 填充柱

1. 关闭阳极清洗开关阀。
2. 将填充柱拿下，装上一个合适的空玻璃柱。
3. 设定正常流量 20-30 ml/min，柱箱温度设到 250 °C。
4. 打开 ( Open ) 阳极清扫阀。
5. 将 ECD 加热到 350 °C。加热清洗约需 3 到 12 小时。如果信号显示降不到 60 以下 ( 600 Hz )，表示背景信号很高。建议将检测器送回到安捷伦科技公司来清洗。

### 毛细管柱

1. 关闭补充气和阳极清洗开关阀。
2. 从带有补充气的检测器上将毛细管柱取下。
3. 用闷头将检测器接毛细管柱的接头密封起来。
4. 打开补充气开关阀，将补充气流量调到 50 — 60 ml/min。
5. 打开阳极清洗开关阀。
6. 将柱箱温度设到 250 °C。
7. 将 ECD 加热到 350 °C，加热清洗约需 3 — 12 小时。如果信号显示降不到 60 以下 ( 600Hz )，表明背景信号很高。建议将检测器送回到安捷伦科技公司来清洗。

### 放射性泄漏测试

ECD 放射性泄漏测试每六个月必须进行一次。测试记录必须保存好，以备 NRC 或别的代理来检查。如果需要的话，会有更频繁的测试。

采用放射性测试方法，每个 ECD 检测器都附有放射性测试用具（部件号 18713-60050），包含下表中的内容。

表 9-2 4890 放射性泄漏测试用具

项目	描述	部件号	数量
1	信封	05750-80036	4
2	信封	05890-90920	4
3	信息卡	18713-90040	12
4	滤纸（重复用）	3150-0429	12
5	维护说明	5950-3586	1
6	塑料袋	9222-0308	12

---

## 化学净化器的老化

将净化器从安装的地方拆下，连上干净的干燥气源（氦气或氮气）。将净化器 3 mm（1/8 英寸）接头接到气源上，用石墨或 Vespel 密封圈（部件号 0100-1107）和螺丝（部件号 0100-0058）密封。金属密封圈会损坏 3 mm（1/8 英寸）接头的密封表面，O 型圈（器件号 5180-4181）会被老化温度损坏。设置炉温 300 °C。使清洗气流量为 60 到 100 ml/min，老化 16 小时。

仪器的维护保养  
化学净化器的老化

# 索引

## A

### Adapters 附件

bubble flow meter 皂膜流量计 58

### Alphanumeric Display 字母数字显示器 3

Assigning a signal 设置一个信号通道 119

### Attenuation 衰减

on/off, output signals 开/关, 输出信号 126

output signals 输出信号 124

### Auxiliary zones 辅助区域

temperature control 温度控制 54

## B

### Bubble flow meter 皂膜流量计 56

adapters 附件 58

## C

### Calibration 校准

oven temperature 柱箱温度 50

### Capillary columns 毛细管柱

flows for FID FID 流量 87

flows for TCD TCD 流量 95

flows with ECD ECD 流量 111

installation in ECD 在 ECD 上安装 35

installation in FID 在 FID 上安装 30

installation in NPD 在 NPD 上安装 30

installation in packed inlets 在填充柱进样器上安装 23

installation in split/splitless inlets 在分流/不分流进样器上安装 26

preparation 准备 13

### Capillary inlet 毛细管柱进样器

flows 流量 62

flows in split mode 分流方式流量 63

flows in splitless mode 不分流方式流量 67

### Carrier gas 载气

for TCD TCD 用 97

Clear dot function 8

### Column 色谱柱

conditioning 条件 165

packing 填充 167

### Column compensation 柱补偿

assigning data 设定数据 103, 153

displaying status 显示状态 100

making a compensation run 进行补偿运行 100

message displays 信息显示 102

single 信号 99

starting a run 开始运行 151

status display 状态显示 150

### Column installation 柱安装 12

1/4 inch metal in FID 在 FID 上安装 1/4 英寸金属柱 28

1/4 inch metal in NPD 在 NPD 上安装 1/4 英寸金属柱 28

1/8 inch in FID 在 FID 上安装 1/8 英寸 29

1/8 inch in NPD 在 NPD 上安装 1/8 英寸 29

1/8 inch metal in TCD 在 TCD 上安装 1/4 英寸金属柱 32

capillary in capillary inlets 在毛细管进样器上安装毛细管 26

capillary in ECD 在 ECD 上安装毛细管 35

capillary in FID 在 FID 上安装毛细管 30

capillary in NPD 在 NPD 上安装毛细管 30

capillary in packed inlets 在填充柱进样器上安装毛细管 23

capillary inserts 插入毛细管 14

glass columns in packed inlet 填充柱上的玻璃柱 21

metal columns 金属柱 18

### Column preparation 柱准备

capillary columns 毛细管柱 13

metal columns 金属柱 16

### Compensation 补偿

single column 单柱 99, 150

Cryogenic oven control 冷冻柱箱控制 43

**D**

- Default setpoints 缺省参数
  - loading 调入 8
- Detectors 检测器
  - ECD 105
  - status 状态 77
  - temperature control 温度控制 52, 54
  - temperature display 温度显示 52
- Display 显示
  - output signals 输出信号 121
- Displaying setpoints 显示参数 4

**E**

- ECD 184
  - carrier gas evaluation 载气评估 184
  - cleaning 清洗 186
  - contamination 污染 114
  - flow rates 流量 108
  - flows for packed columns 填充柱流量 110
  - flows with capillary columns 毛细管柱流量 111
  - frequency test 频率测试 184
  - gases 气体 107
  - installing capillary columns 安装毛细管柱 35
  - installing glass columns 安装玻璃柱 33
  - leak testing 泄漏测试 115
  - leaks 泄漏 185
  - operation 操作 105
  - pressure control 压力控制 113
  - radioactive leaks 辐射泄漏 116
  - radioactivity leak test 辐射泄漏测试 188
  - selecting gases 选择气体 109
  - temperature effects 温度影响 107
  - US owners 105
  - wipe test 辐射泄漏测试 188
- Entering setpoints 输入参数 5
- EQUIB TIME 平衡时间 41
- Equilibration time 平衡时间 42

**F**

- FID
  - flows for capillary columns 毛细管柱流量 87
  - gas flows 气体流量 86
  - ignition problems 点火问题 182
  - installing capillary columns 安装毛细管柱 30
  - installing metal columns 安装金属柱 28, 29
  - jet replacement 更换喷嘴 178
  - lighting flame 点火 92
  - makeup gas control 补充气控制 91
  - on/off control 开 / 关控制 92
  - operation 运行 83
  - optimizing 优化 83
- FINAL TEMP 初始温度 45
- FINAL TIME 初始时间 45
- Flow ranges 流量范围
  - packed inlet 填充柱进样器 60
- Flow rates 流速
  - bubble meter 皂膜流量计 56
  - measuring 测量 56
- Flows 流量
  - capillary columns with FID FID 毛细管柱流量 87
  - capillary inlet 毛细管进样器 62
  - capillary split mode 毛细管分流方式 63
  - capillary splitless mode 毛细管不分流方式 67
  - ECD 108
  - ECD with packed columns ECD 填充柱 110
  - FID 86
  - stopwatch 秒表 73

**G**

- Gas flows 气体流量
  - FID 86

Gas selection 气体选择  
 ECD 109  
 Gases 气体  
 ECD 107  
 Glass columns 玻璃柱  
 installation in ECD 在 ECD 上安装 33  
 installation in packed inlets 在填充柱上安装  
 21  
 Glass columns in ECD 在 ECD 上 33

## H

Heated zones 加热区域  
 actual 实际值 38  
 detector temperatures 检测器温度 52  
 inlet temperatures 进样器温度 52  
 setpoints 设定值 38  
 HP-IL 环路  
 loopback test 环路测试 138  
 setting default address 设定缺省地址 136

## I

INET 仪器网络 128, 155  
 active workspace 共享空间 130  
 addresses 地址 130  
 automatic reconfiguration 自动重新配置 133  
 configuration 配置 134  
 controller 控制器 128  
 global and local 全球和本土 134  
 HPIL addresses 环路地址 135  
 HPIL loopback test 环路测试 138  
 operation 操作 131  
 setpoints 参数 130  
 setting default HPIL address 设定缺省环路  
 地址 136  
 signal definition 信号定义 136  
 states 状态 131  
 verifying address 校验地址 136  
 INIT TIME 初始时间 45

INIT VALUE 初始值 45  
 Inlet flow control 进样器流量控制 56  
 Inlets 进样器  
 temperature control 温度控制 52, 54  
 temperature display 温度显示 52  
 Inserts 衬管  
 split/splitless inlet 分流 / 不分流进样器 14  
 Installing columns 安装色谱柱 12

## J

Jet cleaning 清洗喷嘴 79

## K

keyboard 键盘  
 lock 锁 7  
 rules 规则 5

## L

Leak test 泄漏测试  
 ECD 115  
 Leak testing 泄漏测试  
 ECD, radioactive ECD, 射线 116  
 Leaks 泄漏  
 ECD 185  
 LED  
 status indicators 状态指示灯 146  
 Lighting problems 点火问题  
 FID 182  
 Liners 衬套  
 care 保护 169, 176  
 Loading setpoints 调入参数 10  
 Lock keyboard 锁定键盘 7  
 Lows 低  
 capillary columns with ECD 毛细管流量调  
 节 111

**M**

Makeup gas 调节气体

FID 91

Making a run 运行过程 144

Metal columns 金属柱

installation in FID 在 FID 上安装 28, 29

installation in NPD 在 NPD 上安装 28, 29

installation in packed inlets 在填充柱上安装 18

preparation 准备 16

**N**

NPD

installing capillary columns 安装毛细管柱 30

installing metal columns 安装金属柱 28, 29

**O**

On/off control 开 / 关控制

FID 92

signal attenuation 信号衰减 126

signals 信号 123

TCD 98

valves 阀 141, 158

Output signals 输出信号

and INET 和 INET128

as timed events 作时间事件表 159

assigning 通道 119

attenuation 衰减 124

attenuation on/off 衰减开 / 关 126

display or monitor 显示或监测 121

on/off control 开 / 关控制 123

zeroing 置零 122

Oven 柱箱

cryogenic operation 冷冻操作 43

temperature calibration 温度校正 50

temperature control 温度控制 41

temperature control and display 温度控制和

显示 41

temperature programming 程序升温 45

OVEN MAX 柱箱温度最大值 41

OVEN TEMP 柱箱温度 41

**P**

Packed column inlet 填充柱进样器 168

changing septum 更换进样垫 168

cleaning 清洗 170

leaks 泄漏 169

Packed columns 填充柱

ECD flows ECD 流量 110

flows for TCD TCD 流量 94

gas flows for FID FID 气体流量 86

Packed inlet 填充柱进样器

flow ranges 流量范围 60

installing capillary inlets 安装毛细管进样器 23

installing glass columns 安装玻璃柱 21

installing metal columns 安装金属柱 8

septum purge 进样垫清洗 61

Polarity inversion 极性颠倒

TCD 98

Pressure control 压力控制

ECD 113

Preventive maintenance 维修保养 165

Programming 程序

oven temperature 柱箱 45

**R**

Radioactivity leak test 射线泄漏测试

ECD 188

RATE 速率 45

Run 运行

making 运行 144

start/stop 启动 / 停止 145

start/stop using INET 使用网络启动 / 停止 145

**S**

- Sensitivity 灵敏度
  - TCD 98, 161
- Septum changing 更换进样垫 168
  - packed column inlet 填充柱进样器 168
  - split/splitless capillary inlet 毛细管分流/不分流进样器 172
- Septum purge 进样垫清洗 61
- Setpoint protection 保护参数 7
- Setpoints 参数
  - displaying 显示 4
  - entering 输入 5
  - loading 调入 10
  - storing 存储 10
- Signal output 信号输出 118
- Signals 信号
  - and INET 和 INET 128
  - as timed events 作时间事件表 159
  - assigning 通道 119
  - attenuation 衰减 124
  - attenuation on/off 衰减开/关 126
  - display or monitor 显示或监测 121
  - on/off control 开/关控制 123
  - zeroing 置零 122
- Single column compensation 单柱补偿 99, 150
- Split mode 分流方式
  - flows in capillary inlet 毛细管进样器流量 63
- Split/splitless inlet 分流/不分流进样器
  - inserts 衬管 14
  - installing capillary columns 安装毛细管柱 26
- Splitless mode 不分流方式
  - flows in capillary inlet 毛细管进样器流量 67
- Start/stop control 启动/停止控制
  - run 145
- Status 状态
  - column compensation 色谱柱 150
  - LEDs 146
  - valves 阀 140

- Stopwatch 秒表 73, 149
- Storing setpoints 参数存储 10

**T**

- TCD
  - carrier gas type 载气类型 97
  - changing sensitivity 改变灵敏度 161
  - cleaning 清洗 169
  - flows for capillary columns 毛细管柱流量 95
  - flows for packed columns 填充柱流量 94
  - installing metal columns 安装金属柱 32
  - on/off contro 开/关控制 198
  - operation 操作 93
  - polarity inversion 极性颠倒 98
  - setting sensitivity 设定灵敏度 98
- Temperature 温度
  - effects on ECD 对 ECD 的影响 107
- Temperature control 温度控制
  - auxiliary zones 辅助区域 54
  - detectors 检测器 54
  - heated zones 加热区域 38
  - oven 柱箱 41
- Temperature limits 温度极限 40
- Temperature programming 程序升温
  - oven 柱箱 45
- Time key 时间键 148
- Timetable 时间表
  - creating an event 建立时间表 158
  - events 柱箱 156
  - modifying events 修改事件 161
  - switching signals 切换信号 159
  - valve control 阀控制 141

**V**

- Valve 阀
  - status 状态 140
- Valve box 阀箱 54

Index

Valves 阀

controlling 控制 140

during a run 运行期间 158

on/off control 开 / 关控制 141, 158

**W**

WARN 警告

OVEN SHUT OFF 柱箱关闭 43

Wipe test 泄漏测试

ECD 116

wipe test 泄漏测试

ECD 188

**Z**

Zeroing 置零

output signals 输出信号 122