

HNFID 色谱仪

说

明

书

武汉华能高电压科技发展有限公司

尊敬的顾客

感谢您购买本公司的 HNFID 色谱仪。在您初次使用该产品前，请您详细地阅读本使用说明书，将可帮助您熟练地使用本仪器。



我们的宗旨是不断地改进和完善公司的产品，因此您所使用的产品可能与使用说明书有少许的差别。如果有改动的话，我们会用附页方式告知，敬请谅解！您有不清楚之处，请与公司售后服务部联络，我们定会满足您的要求。



警告！

由于输入输出端子、测试柱等均有可能带电压，您在插拔测试线、电源插座时，会产生电火花，小心电击，避免触电危险，注意人身安全！

公司地址：湖北武汉市友谊大道 508 号万利广场 B 座 1410 室

销售热线：027-86839376/027-86619781/19945023087

售后服务：027-86619781

E-mail: 624490080@qq.com

网 址: www.whhzhn.com

邮政编码: 430062

传 真: 027-86619781

◆ 慎重保证

本公司生产的产品，在发货之日起三个月内，如产品出现缺陷，实行包换。一年（包括一年）内如产品出现缺陷，实行免费维修。一年以上如产品出现缺陷，实行有偿终身维修。

◆ 安全要求

请阅读下列安全注意事项，以免人身伤害，并防止本产品或与其相连接的任何其它产品受到损坏。为了避免可能发生的危险，本产品只可在规定的范围内使用。

只有合格的技术人员才可执行维修。

—防止火灾或人身伤害！

使用适当的电源线：只可使用本产品专用、并且符合本产品规格的电源线。

正确地连接和断开：当测试导线与带电端子连接时，请勿随意连接或断开测试导线。

产品接地：本产品除通过电源线接地导线接地外，产品外壳的接地柱必须接地。为了防止电击，接地导体必须与地面相连。在与本产品输入或输出终端连接前，应确保本产品已正确接地。

注意所有终端的额定值：为了防止火灾或电击危险，请注意本产品的所有额定值和标记。在对本产品进行连接之前，请阅读本产品使用说明书，以便进一步了解有关额定值的信息。

请勿在无仪器盖板时操作：如盖板或面板已卸下，请勿操作本产品。

使用适当的保险丝：只可使用符合本产品规定类型和额定值的保险丝。

避免接触裸露电路和带电金属：产品有电时，请勿触摸裸露的接点和部位。

在有可疑的故障时，请勿操作：如怀疑本产品有损坏，请本公司维修人员进行检查，切勿继续操作。

请勿在潮湿环境下操作。

请勿在易暴环境中操作。

保持产品表面清洁和干燥。

—安全术语

警告：警告字句指出可能造成人身伤亡的状况和做法。

小心：小心字句指出可能造成本产品或其他财产损坏的状况和做法。

说明：说明字句指出存在着疑义或特别值得关注的状况和做法。

提示：提示字句指出可能忽略但不会影响正常操作的状况和做法。

目 录

第一章	概述.....	5
第二章	整机结构及安装.....	9
第三章	微机控制系统及键盘操作.....	12
第四章	热导池检测器的使用及注意事项.....	18
第五章	氢焰检测器的使用及注意事项.....	20
第六章	故障及维修.....	23
附 页		26

第一章 概 述

非常感谢你们选购 HNFID 色谱仪,使用前请认真阅读本技术手册!

HNFID 色谱仪采用了中文大屏幕 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、电子调零等功能。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、供电电压: 交流 220V $\pm$ 10%, 50Hz $\pm$ 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℃~420℃ (设定温度增量 1℃)
- 控温精度: 在 200℃ 以内 为 $\pm$ 0.1℃

在 200℃ 以上为 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$

- 温度梯度：柱有效区域内不大于 1%
- 指示温度与设定温度之间偏差不大于 0.5°C
- 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) 汽化室温度：

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

在 200℃ 以上为 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$

最高使用温度 420°C 。

- 采用立式加热、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) 氢焰检测室温度：

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

在 200℃ 以上为 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$

最高使用温度 420°C 。

- 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

(4) 热导池检测器温度：

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

在 200℃ 以上为 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$

最高使用温度 420°C 。

- 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

(5) 转化炉温度:

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

在 200℃ 以上为 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$

最高使用温度 420℃。

- 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: $S \geq 3000 \text{mv} \cdot \text{ml/mg}$ (苯, H_2)

(2) 噪 音: $\leq 0.02 \text{mv}$

(3) 漂 移: $\leq 0.1 \text{mv/h}$

(4) 内置前置放大

(5) 半扩散型、100 Ω 四臂铼钨丝

(6) 恒流源供电方式

3、氢火焰离子化检测器

(1) 检测限 $M \leq 2 \times 10^{-11} \text{g/s}$ (苯/二硫化碳)

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

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

(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）

(2) 氢气钢瓶及减压器（99.9%以上纯度氢气），或氢气发生器

(2) 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。

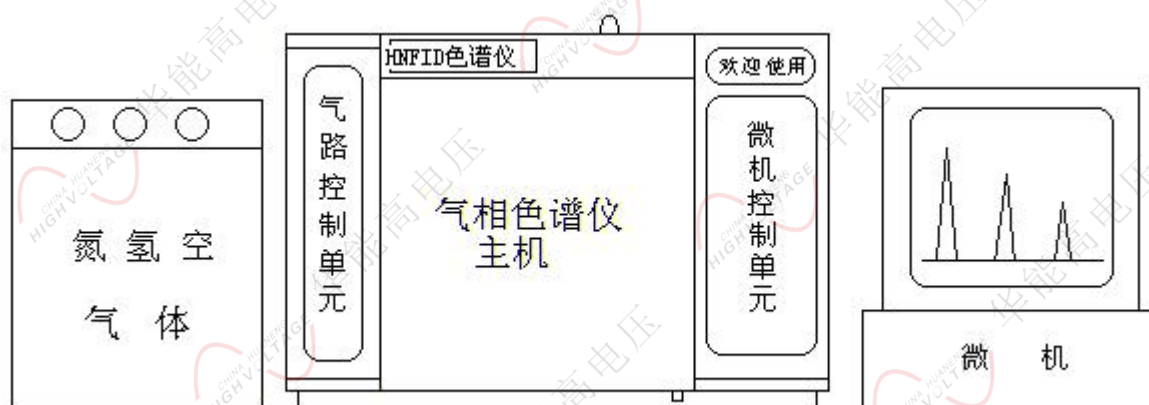
(4) 气源与气路管道：本仪器对三种气源所需压力：氮气 0.4MPa，氢气 0.25MPa，空气 0.3MPa，须使用高纯惰性气体及纯净空气。使用高压钢瓶，应先熟悉高压钢瓶的资料，再动手操作，气瓶应放置牢靠。

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：

HNFID 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）。



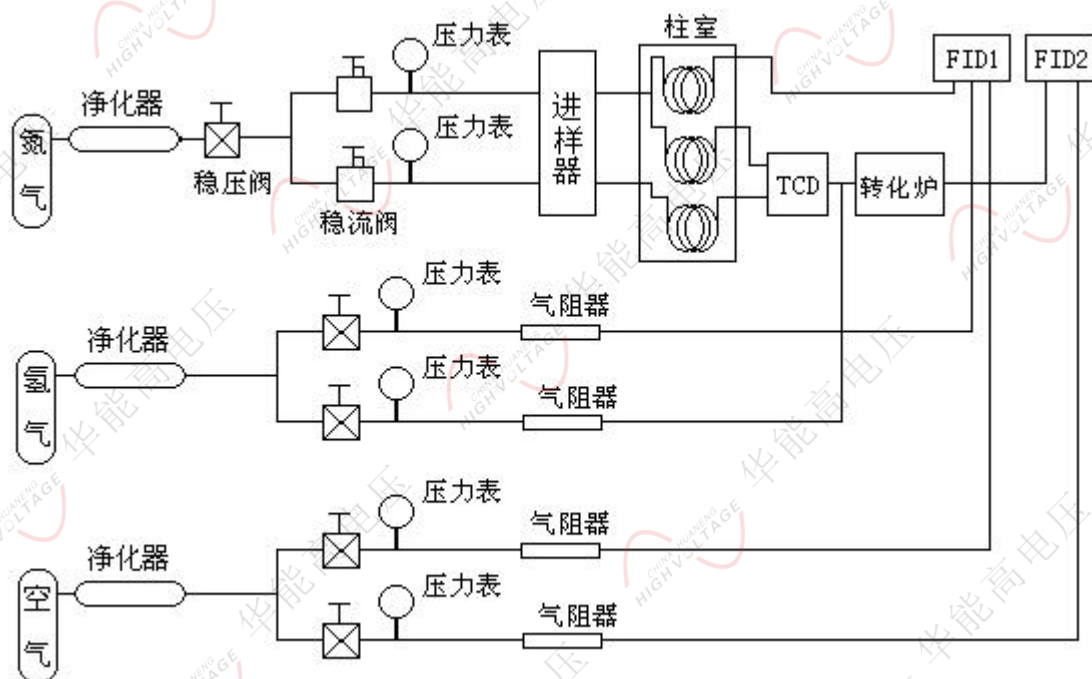
1、主机结构

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，压力表显示稳压阀

出口压力。（附下图）。



(2) 柱室：大容积柱室可方便安装色谱柱，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。

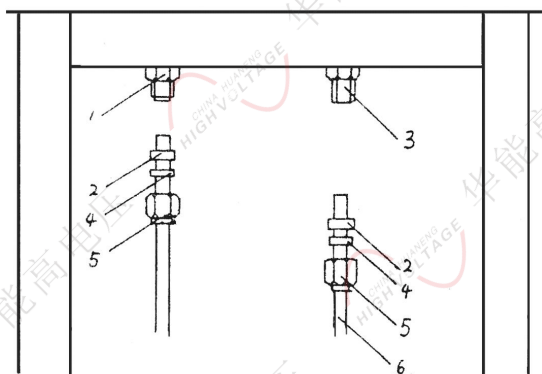
(3) 汽化室：汽化室加热块采用了立式的加热方式，增加了汽化室体的加热区，使样品能够充分汽化，并减少了汽化室温度对柱室的影响。加热块上装有双填充柱进样器，可方便安装色谱柱。

(4) 检测器布局：本仪器汽化室、氢焰检测器、热导检测器转化炉均独立控温，柱室正上方为汽化室，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 $20M\Omega$ 。

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件。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。

5、填充柱的安装见下图所示。

a、将石墨垫 3 穿在柱接头 4 上，将玻璃内衬管 2 放入柱接头护套内，将其插入汽化室体 1 内，用扳手紧固柱接头 4。

b、将柱螺母 7，石墨垫 3 顺序装在色谱柱 6 的两端，并按图示分别插入检测器 5 和柱接头 4 的根部，然后紧固柱螺母。

c、检查气密性。

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

第三章 微机控制系统及键盘操作

HNFIID 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、汽化、热导及转化炉热导检测器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。具有电子调零功能。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:

显 示

键, 用于显示柱室、氢焰、汽化、热导、转化五点实时温度。当微机检测到载气压力太低或其它故障时, 再按此键中文显示故障原因。

参 数

键, 用于设定温度、检测及时间参数。按该键一次用于设定温度参数, 再按一次用于设定检测参数, 再按一次用于设定时间参数。如此循环设定各参数。

运 行

键, 用于启动加热, 并显示五点温度, 用于恒温操作。按此键或在控温状态下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, 蜂鸣器报警提示并显示故障原因。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, 并停止分析时间程序。

桥 流

键, 在正常状态下用于打开热导桥电流。按此键出现如图显示, 当确定要加桥流时再按此键一次即可。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, 显示故障原因。再按此键一次断开热导桥电流。

XXXmA 桥流确定要加吗?

点 火

键, 用于氢焰检测器手动点火。在氢焰检测器温度到达设定温度值之后 10 分钟仪器自动点火一次。

分 析

键, 用于启动分析时间程序。按此键一次启动分析时间程序。再按一次停止

分析时间程序。

调零 1

键, 此键与数字键 1、2 配合用于调整氢焰检测器 1 的放大器信号输出基线位置, 使基线在 0-10mV 范围之内。

调零 2

键，此键与数字键 1、2 配合用于调整氢焰检测器 2 的放大器信号输出基线位置，使基线在 0-10mV 范围之内。

调零 3

键，此键与数字键 1、2 配合用于调整热导检测器的信号输出基线位置，使基线在 0-10mV 范围之内。

2、数字键：

“0~9”共十个数字键，用于设置温度、检测、时间等参数。

3、仪器面板上共有 5 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提示，显示器同时显示故障原因。

桥流灯：此灯亮表示热导检测器桥流已打开。

分析灯：此灯亮表示仪器处于分析阶段。

三、开机

HNFIID 色谱仪各室温度参数、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，仪器显示器循环显示：

欢 迎 使 用
HNFIID 色谱仪

武汉中华能高电压
科技发展有限公司

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、温度参数设定：

按 参 数 显示：

温 度 参 数	
柱室=XXX	热导=XXX
氢焰=XXX	转化=XXX
汽化=XXX	

此后可按数字键设定各点温度：如柱室设定 95℃。则按 0 9 5 键。

按送数键光标分别移到氢焰、汽化、热导及转化上，设定各参数。

2、检测参数设定：

再按 参 数 显示：

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

灵敏度 I、灵敏度 II 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。

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，尽量把时间设置短些，这样有利于延长点火丝寿命。

3、时间参数设定：

再按 参 数 显示：

时 间 参 数

T1=XX:XX

t1=XX:XX

T2=XX:XX

t2=XX:XX

T1 是信号 II 的输出为热导信号的时间，单位秒。T2 是信号 II 的输出为氢焰 II 信号时间，单位秒。

4、恒温操作：

在设定完各点温度值以后，按 **运 行** 键即可（同时加热灯亮），各路都恒温后，恒温灯亮。当检测到载气没有打开或载气压力太低时，报警灯闪烁，蜂鸣器报警提示，并切断加热电源。显示屏显示如下：

载气压力太低！

当检测到某一室的铂丝断路或者显示温度超过设定温度的 15℃ 以上时，报警灯闪烁，蜂鸣器报警提示，并切断加热电源。显示屏显示如下：

XX 温度超温！

当检测到某一室的铂丝短路或者显示温度为 0℃ 时，报警灯闪烁，蜂鸣器报警提示，并切断加热电源。显示屏显示如下：

XX 温度零度！

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，或者五室（柱室、氢焰检测室、汽化室、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。显示屏会循环显示不同故障的原因。
- 柱室温度采用了跟踪升温设计，即柱室升温温度由其它四室温度而定。因此在氢焰检测器，汽化室、热导检测器、转化室不要升温时，一定要把该点的设定温度设为 0℃，否则柱室温度升不到设定温度！
- 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。

5、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，分析时间程序停止运行，但保留所有设定参数。

6、桥流操作：

按 桥 流 显示：

XXXmA 桥流确定要加吗？

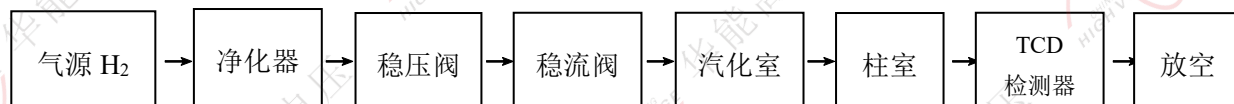
在正常状态下当确定要加桥流时再按此键桥流指示灯即可点亮，打开热导桥电流。当检测到载气压力太低或其它故障时不能接通热导桥电流，蜂鸣器报警提示，显示故障原因。

HNFID 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原理：



二、使用注意事项：

- 1、该仪器采用了不通气和断气保护功能，既在不通气的环境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，这有利于钨钨丝使用寿命。

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钨丝氧化。

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。

桥 温 载 气 度	100℃	150℃	200℃	250℃	300℃
氢 气	200mA	175mA	150mA	100mA	75mA
氮 气	125mA	100mA	75mA	50mA	25mA

11、使用不同载气时，不同温度下，桥电流允许值如下：

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 0.3μl。

①稳定性:

色谱工作站置于适当量程, 175mA 桥流时, 基线漂移 ≤ 0.15mv/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 0.3μl, 苯比重 0.88。

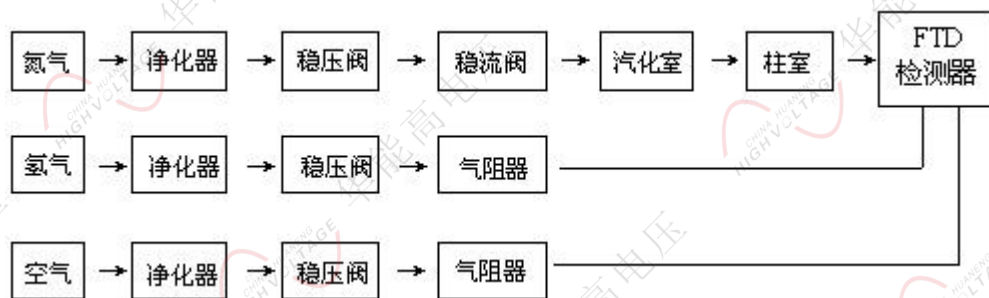
$$S = \frac{1.065 \times 920 \times 50}{0.88 \times 0.3 \times 60} = 3092 \text{ mv} \cdot \text{ml/mg}$$

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原理:



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℃~40℃，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 N₂、H₂、空气调至所需流速。

一般选用 N₂ 25~60ml/min，H₂：25~50ml/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，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℃，汽化室 120℃，FID 检测室 120℃；载气(N₂)：30ml/min；H₂ 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：

$$Dt = \frac{2N \cdot W}{1.065 \times H \cdot W1/2} \quad g/s$$

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：

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

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 $10^6 \text{M}\Omega$ 。

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 $0.5\ \Omega$ 。
- (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：

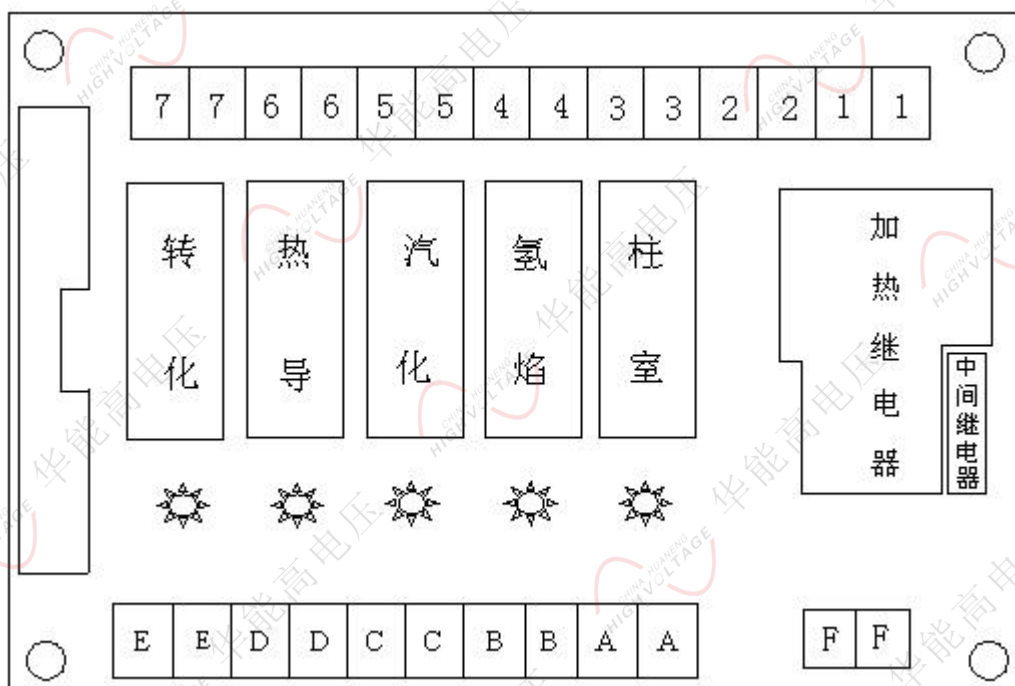
- (1) 载气流速太低。
- (2) 柱温太低。
- (3) 汽化和检测器温度太低。
- (4) 色谱柱固定相流失。

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。



- 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: 汽化加热 (关掉电源测量约 200 Ω)
- 6、6: 热导加热 (关掉电源测量约 200 Ω)
- 7、7: 转化加热 (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: 汽化铂丝 (关掉电源测量, 室温下约 108 Ω)
- D、D: 热导铂丝 (关掉电源测量, 室温下约 108 Ω)
- E、E: 转化铂丝 (关掉电源测量, 室温下约 108 Ω)
- F、F: 压力开关插座