

# 操作说明书

仪电气有限公司  
Electric Co., Ltd.

## ZNSP-6950

## 气相色谱分析仪

武汉中能新仪电气有限公司

**尊敬的用户：**

感谢您选用 ZNSP-6950 气相色谱分析仪。

我们希望本仪器能使您的工作更加轻松愉快，使您在试验分析工作中得到办公自动化的感觉。

在使用仪器之前，请阅读本说明书，并按说明书对仪器进行操作和维护，以延长其使用寿命。

“只需轻轻一按，试验会自动完成”是本仪器的操作特点。

如您对本仪器感到满意，请告诉您的同行。

## **安全警告**

- ◆ **接地：**务必使用带可靠接地的三孔电源插座为仪器供电。
- ◆ **高温：**热导检测器、氢焰检测器、柱箱和柱箱后出风口等部件在仪器运行过程中或关机一段时间内会保持一定温度，为防止烫伤，应避免接触。如需更换部件，请等待降温或采取防护措施情况下处理。
- ◆ **氢气：**严格按照要求连接氢气管路，始终确保氢气管路无泄漏；试验完毕，首先关闭氢气发生器，切断气源；仪器维护检漏时禁止使用氢气源。

# 目录

第一章 概述 .....	0
1. 使用要求 .....	0
2. 产品简介 .....	0
3. 产品特点 .....	0
4. 技术指标 .....	1
5. 外形尺寸、重量 .....	1
第二章 色谱分析原理及系统组成 .....	2
1. 气相色谱分析流程 .....	2
2. 气路控制系统 .....	2
3. 进样系统 .....	3
4. 柱箱温度控制系统 .....	3
5. 检测器系统 .....	4
6. 数据处理系统 .....	6
7. 色谱分析工作站 .....	6
第三章 仪器安装 .....	7
1. 设备检查 .....	7
2. 安装要求 .....	7
3. 工作站安装 .....	9
第四章 操作说明 .....	10
1. 开机 .....	10
2. 关机 .....	10
3. 参数设置 .....	11
4. 进样 .....	14
第五章 维护与保养 .....	15
1. 日常维护 .....	15
2. 进样器清洗 .....	15
3. 氢火焰离子化检测器的清洗 .....	15

4. 色谱填充柱安装 .....	16
5. 气源维护 .....	16
6. 色谱柱老化 .....	17
7. 热导检测器维护 .....	17
8. 镍转化炉活化处理 .....	17
第六章 常见故障和处理 .....	18
1. 故障判断处理原则 .....	18
2. 故障判断处理方法 .....	18
第七章 系统成套配置 .....	错误! 未定义书签。



# 第一章 概述

## 1. 使用要求

感谢您选用本公司的产品，为此本公司将为您提供全面的技术支持和服务保障。本产品需由具备使用资格的人士使用，在使用本产品之前，请您仔细阅读产品使用说明书，并理解所述内容，了解设备自身的技术参数、性能及操作使用方法，严格遵守电气高压试验相关标准和电业安全工作规程进行操作。请将本使用说明书置于容易获取的位置，以便于以后参考使用。

## 2. 产品简介

ZNSP-6950 气相色谱分析仪是按照 GB/T 17623-2017 《绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法》 和 GB/T 7252-2001 《变压器油中溶解气体分析和判断导则》中推荐的气相色谱分析流程而设计制造的电力系统专用气相色谱分析仪器。

采用三路检测器流程，一次进样，双柱并联，二次分流控制。TCD 检测 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>(N<sub>2</sub>)，FID 检测 CO、CO<sub>2</sub> 和烃类气体。在检测灵敏度，色谱峰的分离度和定量准确性方面都能满足客户的要求。

## 3. 产品特点

(1) 采用 7.0 寸 1024x600 彩色触摸显示屏，汉字显示界面，采用全屏触摸屏按键，温度控制、流量调整同步显示，参数设置操作直观方便。

(2) 采用自适应 PID 温度控制电路、高性能温度传感器，设定温度稳定性不大于 0.5%，保证分析结果的重复性。

(3) 采用微机化操作，以太网通信接口、并内置 IP 协议栈，实现 PC 数据传输，方便了分析数据的管理。

(4) 采用高电压电子点火技术，实现双路 FID 程控自动定时点火，选用电流检测电路，实时监测点火稳定性。

(5) 采用一个热导检测器和两个氢焰检测器流程，实现三路信号同步输出；

(6) 采用 TCD 自动分析系统，实时智能监测载气压力和流量，出现异常状况自动切断桥流电路，从而保护仪器检测设备。

## 4. 技术指标

### 4.1. 柱箱温度控制

- (1) 温度控制范围：室温以上 10 °C~350°C
- (2) 温度稳定性：不大于 0.5%
- (3) 温度偏差：不超过±3%
- (4) 程序升温重复性：不大于 1%

### 4.2. 氢火焰离子化检测器 (FID)

- (1) 温度控制范围：室温以上 10 °C~200°C
- (2) 检测限： $\leq 1 \times 10^{-11}$  g/s
- (3) 基线漂移： $\leq 1 \times 10^{-11}$  A
- (4) 基线噪声： $\leq 1 \times 10^{-12}$  A

### 4.3. 热导检测器 (TCD)

- (1) 温度控制范围：室温以上 10 °C~200°C
- (2) 检测限： $\leq 1 \times 10^{-11}$  g/s
- (3) 灵敏度： $\geq 2000$  mV·mL/mg
- (4) 基线漂移： $\leq 0.2$  mV
- (5) 基线噪声： $\leq 0.1$  mV

### 4.4. 启动时间：不大于 2h

### 4.5. 定性重复性：不大于 1%

### 4.6. 定量重复性：不大于 3%

### 4.7. 环境温度：5 °C~+35 °C

### 4.8. 相对湿度：20 %~80 %

### 4.9. 电源电压：AC220V±22V

### 4.10. 电源频率：50Hz±2.5Hz

### 4.11. 最大功耗：2kW

## 5. 外形尺寸、重量

■ 外形尺寸：570×550×470 (mm)

■ 重量：48kg

## 第二章 色谱分析原理及系统组成

### 1. 气相色谱分析流程

1.1. ZNSP-6950 气相色谱分析仪主要包括气路控制系统、进样系统、柱箱温度控制系统、检测器系统、数据处理系统和色谱分析工作站组成。

1.2. 载气 (N<sub>2</sub>)、燃气 (H<sub>2</sub>) 和助燃气 (Air) 通过气路控制系统获得稳定流量, 载气通过进样系统把样气带入柱箱恒温中的色谱柱 1 和色谱柱 2 内, 色谱柱 1 分离的组分经过 FID1 检测器, 色谱柱 2 分离的组分经过 TCD 检测器、镍转化炉和 FID1 检测器。三个检测器将组分浓度数据转化为电信号, 数据处理系统通过以太网线与色谱分析工作站对接, 完成色谱分析流程, 见图 2-1.1。

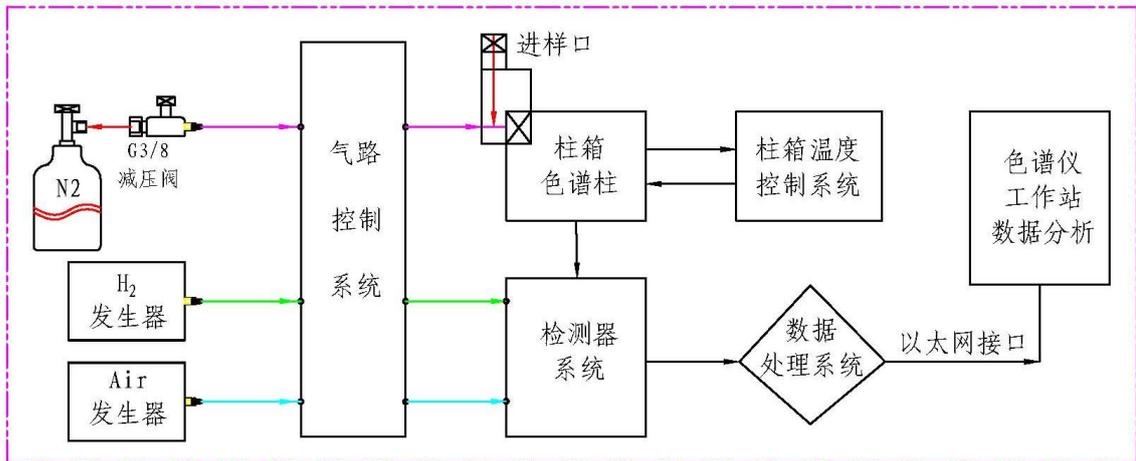


图 2-1.1 气相色谱分析流程框图

### 2. 气路控制系统

2.1. 气路控制系统主要由进气稳压阀、空气开关阀、气体稳压阀、载气稳流阀、针型阀、气阻、压力传感器和流量传感器等零部件组成, 主要作用是为保证进样系统、色谱柱系统和检测器的载气、燃气和助燃气流量稳定, 提高检测数据精度, 见图 2-2.1。

2.2. 载气 (N<sub>2</sub>) 气路先经稳压阀稳压, 压力稳定在 0.294MPa(3kg/cm<sup>2</sup>) 左右 (出厂时已设定好, 非必要勿调整!)。然后载气经背压阀和稳流阀以及稳压阀和载气气阻输出两路流量恒定的载气, 调整两路载气对应稳压阀即可调节对应载气流量。在表压 0.1MPa 时流量为 30ml/min。

2.3. 空气 (Air) 气路先经稳压阀稳压, 压力稳定在 0.196MPa(2kg/cm<sup>2</sup>) 左右 (出厂时已设定好, 非必要勿调整!)。然后空气经二级稳压结合固定气阻输出一定流量的空气。在表压 0.1MPa 时流量为 350ml/min。

2.4. 氢气 (H<sub>2</sub>) 气路先经稳压阀稳压, 压力稳定在 0.196MPa (2kg/cm<sup>2</sup>) 左右 (出厂时已设定好, 非必要勿调整!)。然后氢气经二级稳压结合固定气阻输出一定流量的氢气。在表压 0.1MPa 时流量为 35ml/min。

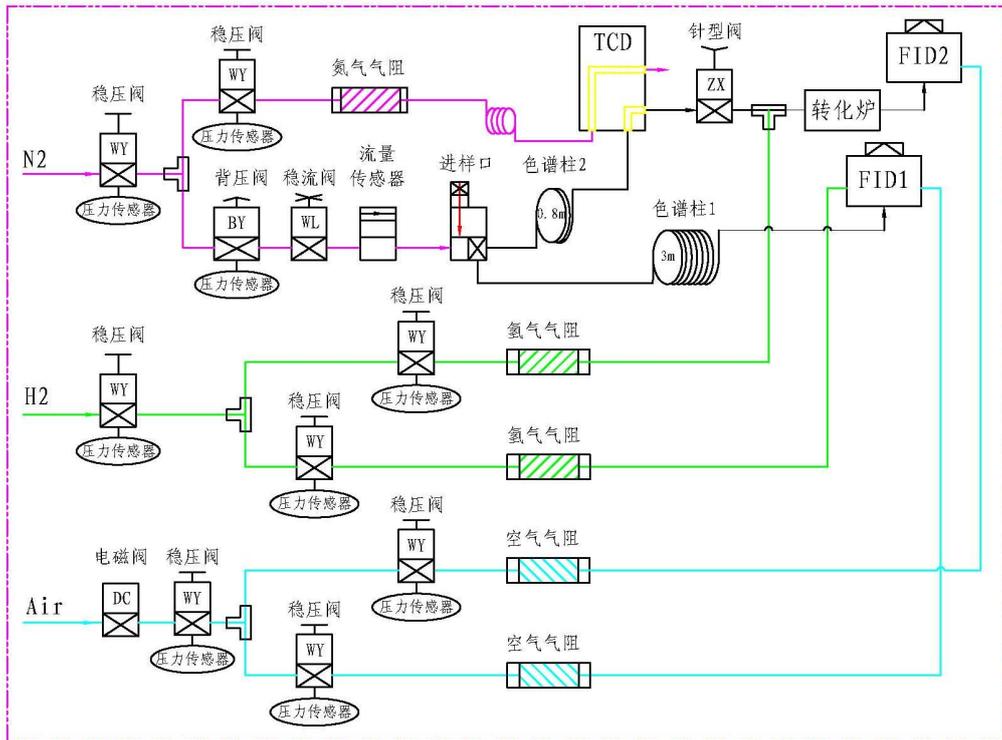


图 2-2.1 ZNSP-6950 气相色谱分析仪气路流程图

### 3. 进样系统

3.1. 样品气从进样口上部注入, 与载气混合, 从进样器下部分别进入色谱柱 1 和色谱柱 2。

3.2. 进样口选用进样垫密封, 进样垫属于易耗品, 其使用寿命取决于进样垫材质和进样针, 一般进样 40 次左右需要更换进样垫。

### 4. 柱箱温度控制系统

4.1. 柱箱采用独特的结构设计, 可方便安装色谱柱; 内置 1.5kW 大功率加热器, 柱箱加热器加装防护板, 并具有通风换气结构, 温度均匀, 升降温速度快; 控温采用高速微处理器和先进的控温程序, 保证了控温精度。

4.2. 色谱柱的主要作用就是分离混合物样品，是色谱分析的关键部分，ZNSP-6950 气相色谱分析仪采用一次进样，双柱并联二次分流控制。

(1) 1#色谱柱采用 304 材质、固定相为高分子多孔小球 (GDX502)、柱内径 2mm、柱长 3m，分析对象为 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、CH<sub>4</sub>。

(2) 2#色谱柱采用 304 材质、固定相为炭分子筛 (TDX01)、柱内径 2mm、柱长 1.8m，分析对象为 H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CO<sub>2</sub>。

## 5. 检测器系统

### 5.1. 检测器系统组成

ZNSP-6950 气相色谱分析仪配备一个热导检测器 (TCD) 和两个氢火焰离子化检测器 (FID)，以及一个镍触媒转化炉。

### 5.2. 热导检测器 (TCD)

热导检测器是基于气体热传导原理，用热电阻式传感器组成的一种检测装置。热导检测器热电阻是采用铼钨丝材料制成的热导元件，装在不锈钢池体的气室中，在电路上连接成典型的惠斯通电桥电路。当热导池气室中的载气流量稳定，热导池池体温度恒定时，铼钨丝热电阻消耗电能所产生的热量与各种因素散失的热达到动态平衡，从而由铼钨丝热电阻组成的电桥电路就处于平衡状态。当有样品进入时，由于样品热导率的不同，打破热导池中的热动态平衡，引起铼钨丝热电阻温度发生变化，铼钨丝热电阻的阻值也随之变化，这样就打破了惠斯通电桥的平衡，产生一个电压信号，其大小即可反映组份的浓度，检测 H<sub>2</sub> 和 O<sub>2</sub> 组分。

检测原理示意图见图 2-5.1。

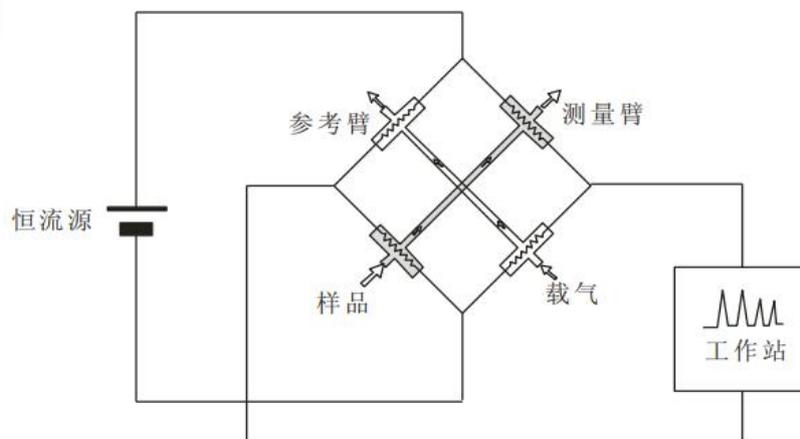


图 2-5.1 热导检测原理示意图

### 5.3. 氢火焰离子化检测器(FID)

氢火焰离子化检测器(FID)是以氢气与空气中的氧气燃烧生成的火焰为能源,当有机物质进入火焰时,在火焰的高能作用下,被激发而产生离子,在火焰的上下部有一对电极(上部是收集极,下部是极化极),两电极间施加一定电压(DC200V左右),有机物在氢火焰中被激发产生的离子在极间直流电场的作用下做定向移动,形成了一种微弱电流,然后流经高电阻( $10^7\sim 10^{10}\Omega$ )取出电压信号,再经过微电流放大器放大后,经过模数转换,转换成数字信号,传输至工作站,由色谱分析软件对该电压信号进行分析处理,得到最终的分析结果。检测烃类气体、CO、CO<sub>2</sub>组分。

氢火焰检测工作原理示意图见图 2-5.2。

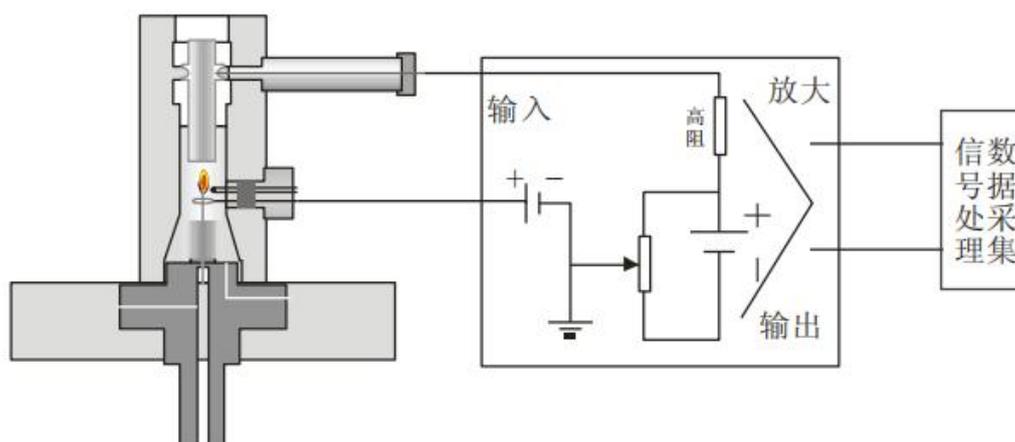


图 2-5.2 氢火焰检测工作原理示意图

### 5.4. 镍触媒转化炉

(1) 镍触媒转化炉是将被测样品中微量的一氧化碳和二氧化碳转化为甲烷的转化装置。在色谱柱和氢火焰离子化检测器之间安装上转化炉,使 CO 和 CO<sub>2</sub> 在高温(320℃~360℃)和镍催化的条件下与过量氢气发生反应,生成甲烷,便于采用高灵敏度的氢火焰检测器检测,可容易地分析 10ppm 以下的在热导检测器(TCD)不能完成的 CO、CO<sub>2</sub> 微量分析。

(2) 转化炉应在氢气的保护下加热。这样可以保护 Ni 不受氧化,同时已氧化的 Ni (NiO), 能够被 H<sub>2</sub> 还原为 Ni ( $\text{NiO} + \text{H}_2 = \text{Ni} + \text{H}_2\text{O}$ )。

(3) 关闭仪器时,应在转化炉温度降低至室温附近时,再关闭氢气。

## 6. 数据处理系统

6.1. ZNSP-6950 气相色谱分析仪配备专用数据处理系统，采用单片机控制软件处理。实现气路输出控制、柱箱恒温控制、检测器控温和点火操作以及电信号处理。

6.2. 通信采用 10M/100M 自适应以太网接口，为了保持仪器的高分辨率、高稳定性，内部集成了 24 位的 AD 电路，且与配套工作站对接。

## 7. 色谱分析工作站

采用数字信号输出，由检测器根据样品组分浓度转换出来的电信号在仪器内部经过高精度 24 位 A/D 转换芯片转换，转换成数字信号。再经过一系列处理后，直接输出到工作站中，由色谱分析软件进行分析处理。这样能把模拟信号传输中受到干扰的可能性降到最低，能够完成工作站反控主机、仪器自身智能判断、色谱峰自动识别、色谱数据处理、设备台帐管理等一系列功能。完全替代手动操作，提高了工作效率。



## 第三章 仪器安装

### 1. 设备检查

- 1.1. 打开仪器包装，检查设备有无破损；
- 1.2. 按装箱单核对仪器型号及配件；
- 1.3. 检查设备无误后方可进行设备的安装、调试。

### 2. 安装要求

#### 2.1. 实验室环境要求

- (1) 适用的温度和相对湿度分别为 5~35℃和 20%~80%。
- (2) 避免将仪器暴露在腐蚀性物质（可能是气体、液体或固体）中，否则可能会损坏仪器零部件，降低仪器的使用寿命。
- (3) 安装仪器的房间应当装有排风扇或其它保持空气流通的设备，以便保证室内空气的流通。
- (4) 仪器周围不能有微波炉、发射天线等有可能发生强电磁辐射的装置。
- (5) 仪器周围不能存在较大机械震动（如脱气振荡仪应远离放置）。
- (6) 避免仪器接受阳光直射，或处于风口位置（如空调出风口）。
- (7) 仪器的安装环境不应有过多的灰尘。

#### 2.2. 安装位置

- (1) ZNSP-6950 气相色谱分析仪需要安放在工作台合适的位置，台面长至少 120cm，宽 70cm。至少能够承受 60kg 的重量，试验台必须水平、稳固。工作台与墙面之间应留有至少 50cm 的通道，便于安装、保养或检修仪器。
- (2) ZNSP-6950 气相色谱分析仪的上方不可放置、悬挂任何其它的物品。若有阻挡物，会影响仪器顶部的散热，妨碍仪器的正常使用。

#### 2.3. 电源要求

- (1) 电源电压：220V±22V，频率 50Hz±0.5Hz。
- (2) 采用专用配套 10A 三孔插座，零线、火线和地线的位置不能接反。不和其他大功率用电设备共用，以免干扰。

### (3) 气路连接

#### 2.4. 气源环境

(1) 载气 ( $N_2$ ) 输入到气相色谱分析仪的压力必须在 343kPa—392kPa 范围内 (相当于  $3.5\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ )，纯度不低于 99.995%。

(2) 氢气 ( $H_2$ ) 输入到气相色谱分析仪的压力必须在 196kPa—392kPa 范围内 (相当于  $2\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ )，纯度不低于 99.99%。

(3) 空气 (Air) 输入到气相色谱分析仪的压力必须在 294kPa—392kPa 范围内 (相当于  $3\text{kg}/\text{cm}^2$ — $4\text{kg}/\text{cm}^2$ )，不得含有影响仪器正常工作的灰尘、烃类、水分及腐蚀性物质。

#### 2.5. 气路设备

(1) 气路设备主要包含 ZNSP-6950 气相色谱分析仪主机 (进气接口 M8\*1-3)、载气钢瓶 (40L, 配套减压阀出气接口 M8\*1-3)、氢气发生器 (出气接口 M8\*1-3)、空气发生器 (出气接口 M8\*1-3)。

(2) 连接管路选用规格为外径  $3\times 0.5$  的聚乙烯管 (标配)、聚四氟乙烯管或 304 不锈钢管; 接头螺帽选用 M8\*1-3 铜镀镍或不锈钢螺帽; 密封选用两个丁腈橡胶 O 型圈 (外径  $6\times 1.9$ ); 聚乙烯管或聚四氟乙烯管密封防护选用 304 不锈钢衬管 (外径  $\phi 2\times 0.5\times 20$ )。

#### 2.6. 连接方法

(1) 用聚乙烯管安装的方法 (如图 3-3.1): 套入螺帽, 再装入两个 O 型圈, 最后插入衬管, 以衬管略微露出气路管为宜, 用不锈钢管和铜管, 其安装方法与用聚乙烯管类似, 只是不需要加装衬管。

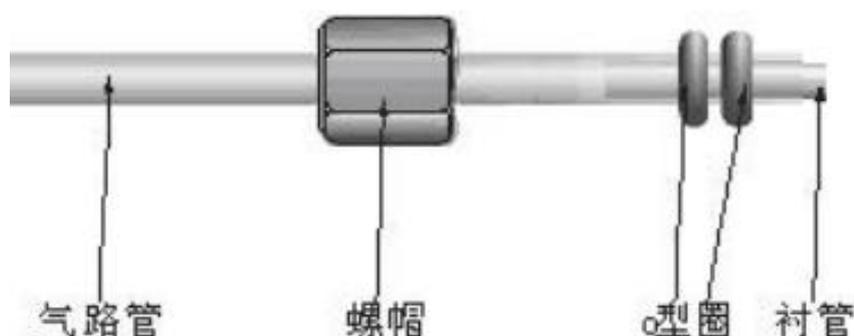


图 3-3.1 聚乙烯管气路连接示意图

(2) 截取三段相应长度的气路管, 两端按照图 3-3.1 方法装配好 (配件内

备有一定数量的气路螺帽和 O 型圈), 然后一端分别安装在载气钢瓶减压阀出口、氢气发生器的输出口与空气发生器的空气输出 A 端, 另一端分别对应安装在色谱仪背部的载气进口、氢气进口、空气进口。

### 2.7. 气路系统检漏

(1) 调整载气(氮气)钢瓶、燃气(氢气)发生器和助燃气(空气发生器)输出压力指示为 0.4MPa;

(2) 配置好检漏液, 准备一支毛笔, 用毛笔沾检漏液逐点涂抹, 观察是否有气泡出现, 如有则有漏点, 进行处理, 没有则气路密封良好。

(3) 检漏过程要尽量少的使用检漏液, 检漏后应及时用湿毛巾将检漏液擦干净, 防止压力降低检漏液渗进气路管污染系统。

### 3. 工作站安装

(1) ZNSP-6950 气相色谱分析仪直接输出数字信号, 一般通过 10M/100M 自适应以太网数据传输。使用附件中以太网线, 将仪器后侧板色谱数据信号输出端口与电脑的以太网接口连接;

(2) 按照色谱分析工作站使用说明书要求在电脑安装好色谱分析工作站, 选择好对应的端口, 则可以实现电脑对仪器输出数字信号的采集和分析处理。



## 第四章 操作说明

### 1. 开机

1.1. 电源开关在仪器右侧最下方，检查确认没有异常后，按下自锁按钮开关即可通电，进入开机欢迎界面，图 4-1.1。

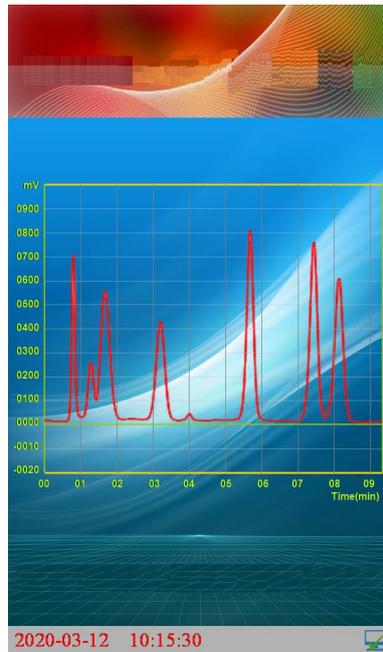


图 4-1.1

1.2. 开机按顺序打开三路气源，通气 10 分钟左右（如长时间没开机应通气 20 分钟以上），通气期间，检查三路气源输出压力是否正常。

**氮气：0.4MPa      氢气：0.3MPa      空气：0.4MPa**

1.3. 预热 2 小时左右，确认基线噪声和基线漂移平稳要求。

1.4. 启动电脑双击运行色谱工作站主程序，确认各路温度、压力、流量显示值正常，即可进样测试分析。

### 2. 关机

2.1. 工作站内点击【停止控温】，待所有温度降至 200℃ 以下；

2.2. 关闭氢气发生器开关；

2.3. 关闭空气发生器开关；

2.4. 关闭载气（氮气瓶）；

2.5. 关闭色谱仪电源开关。

### 3. 参数设置

#### 3.1. 参数设置菜单

开机欢迎界面（图 4-1.1）内点击曲线任意位置，进入参数设置菜单界面，见图 4-3.1。



图 4-3.1



图 4-3.2

#### 3.2. 温度控制

3.2.1. 参数设置菜单内点击【温度控制】键进入温度控制设置界面，见图 4-3.2。

3.2.2. 点击设定温度显示区域，弹出数字小键盘，录入需要设定值。

3.2.3. 试验状态下，柱箱温度出厂设定为 70℃左右、热导温度出厂设定为 150℃左右、氢焰温度出厂设定为 220℃左右、转化炉温度出厂设定为 360℃。

3.2.4. 设定温度是根据设备状态而设定，正常状态下非必要勿操作。

#### 3.3. 气体控制

3.3.1. 参数设置菜单内点击【气体控制】键进入气体控制设置界面，见图 4-3.3。

3.3.2. 载气、氢气和空气压力显示仪器进口压力和流量，出厂已设定，正常状态下，非必要勿调整。

3.3.3. 载气压力 1 和载气压力 2 显示载气两个支路压力和流量，调节载气稳流阀可以调节流量值，标准设定 30mL/min。

3.3.4. 氢气压力 1 和氢气压力 2 显示氢气两个支路压力和流量，调节氢气稳压阀可以调节流量值，标准设定 35mL/min。

3.3.5. 空气压力 1 和空气压力 2 显示空气两个支路压力和流量，调节空气稳压阀可以调节流量值，标准设定 350mL/min。

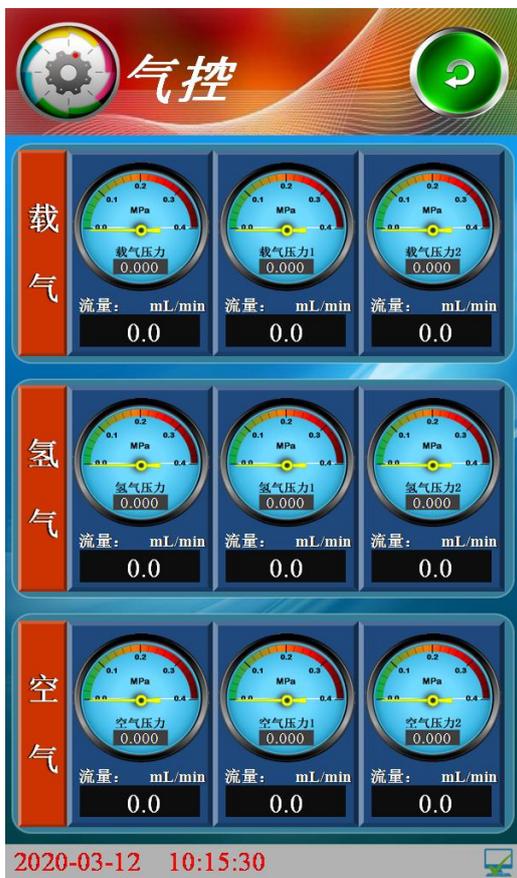


图 4-3.3



图 4-3.4

### 3.4. 检测器

3.4.1. 参数设置菜单内点击【检测器】键进入气体控制设置界面，见图 4-3.4。

3.4.2. 热导检测器、氢焰检测器一和氢焰检测器二设定温度与温度控制界面设定同步显示，非必要勿调整。

3.4.3. 热导检测器内桥流开关和桥流设定与色谱工作站界面设定同步显示，非必要勿调整。

3.4.4. 氢焰检测器一和氢焰检测器二内，点击 FID1 或 FID2 火焰标识区域可以手动检查自动点火设备运行状态；

3.4.5. 氢焰检测器一和氢焰检测器二内，点火设定表示检测自动点火状态参数，出厂设定为 1.0mV，表示点火检测电压高于 1.0mV 时代表点燃状态，实时基流显示。

### 3.5. 网络设置

3.5.1. 参数设置菜单内点击【系统设置】键，进入系统设置界面，见图 4-3.5。

3.5.2. 界面内参数为安装工作站时网络设置参数，见色谱工作站说明书。



图 4-3.5

### 3.6. 日期、时间设置

系统设置界面（图 4-3.5）内点击左下角日期区域，弹出数字键盘，录入日期、时间，点击确认完成设置。

#### 4. 进样

4.1. 开机预热 2 小时左右，确认基线噪声和基线漂移满足技术指标要求，即可开始进样操作；

4.2. 确认进样垫完好，一般进样 40 次左右需要更换进样垫；

4.3. 进样选用 1mL 定量注射器，注射器芯涂抹真空脂密封材料；

4.4. 进样针选用侧出口，5#牙科针头。

4.5. 进样前检查所用 1ml 注射器要经常检查其气密性是否正常，是否漏气，针头是否堵塞。

4.6. 取样按照 GB/T 17623-2017 《绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法》标准要求操作。

4.7. 进样完毕，按下红色进样按钮（见图 4-4.1），色谱工作站自动开始样品组分分析。



图 4-4.1

## 第五章 维护与保养

### 1. 日常维护

1.1. 定期进行开机（一周一次），长时间不使用，下次开机后，进行通气老化操作。

1.2. 仪器开机时必须先通载气，然后才能开机升温，避免损坏色谱柱并污染检测器

1.3. 使用 FID、检测器时，必须待检测器温度达到设定值 150℃后才能点火，这样可以避免检测器积水。

1.4. 仪器关机时，必须先关主机电源，让其自然降温后才能关断载气。不能先行退温后再关闭主机电源，这样容易造成 FID 积水。

1.5. 气相色谱的检定周期为 2 年。检定标准物质应使用氮中甲烷气体。

### 2. 进样器清洗

进样器主要由进样口和进样三通组成。清洗方法：

(1) 将进样口和进样三通连接处的螺帽用扳手拆掉。

(2) 进样口可以用大气流氮气进行吹扫。拆掉三通放空后，可以用手堵住憋气，然后再松开，反复操作几次。

(3) 进样三通即可用大气流氮气吹扫，也可以用有机溶剂（丙酮）进行清洗，然后用蒸馏水冲洗干净后，烘干。

### 3. 氢火焰离子化检测器的清洗

拆下 FID 外罩，取下电极和绝缘垫圈，把外罩、电极和绝缘垫圈用丙酮或酒精清洗然后烘干。如果污染严重，可以将待清洗零件放入超声波清洗液中，经超声后，用清水淋洗干净然后用酒精清洗并烘干。装配时注意点火线圈应居于喷口四周，不能与地相碰。高度不能超过喷嘴口，如超过喷嘴口时点火后点火极会发红会影响检测器的灵敏度，如果是色谱固定液沾污检测器，则选择能溶解固定液的溶剂予以溶解。

#### 4. 色谱填充柱安装

填充柱在进样器和检测器两处的安装是类似的。填充柱的进样器一端应留出足够的一段空柱(至少 50mm)，以防插入的注射器针触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物；在检测器一端，也应留出足够的一段空柱(至少 4mm)，以防喷嘴底端触到填在柱端的玻璃纤维或柱填充物。如图 5-4.1。

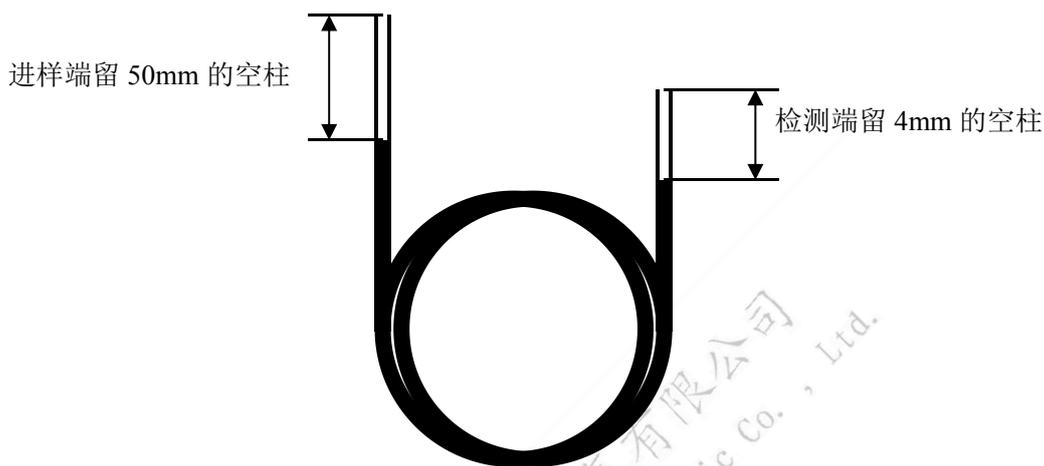


图 5-4.1

#### 5. 气源维护

##### 5.1. 氮气钢瓶

- (1) 钢瓶气体纯度应 $\geq 99.995\%$ ，当钢瓶压力降到 2MPa 以下时，请及时予以更换；
- (2) 安装减压阀前，先将钢瓶总阀打开一下，吹去钢瓶出口处的杂质；
- (3) 安装钢瓶减压阀后，应检查密封情况。

##### 5.2. 氢气、空气发生器

###### 5.2.1. 氢气发生器电解液配置

- (1) 用 120 (或 100) 克氢氧化钾配 500ml 蒸馏水，冷却后倒入气源储液罐中之后再加蒸馏水使液面至最高限 (H) 标识线以下。
- (2) 配制电解液时由于会发热，所以一般使用耐热的玻璃器皿如烧杯等，先往烧杯中加入蒸馏水，再将氢氧化钾加入蒸馏水中，并且边加边搅拌；
- (3) 由于电解液有一定的腐蚀性，所以在向贮液罐中加入电解液时可以使用漏斗，如果电解液有溢出，要用布迅速擦去；

### 5.2.2. 氢气发生器电解液更换

- (1) 氢气发生器，使用前应检查液面，低于标识 L 线时，要及时加蒸馏水。
- (2) 仪器使用 1 年，建议更换电解液一次。
- (3) 具体方法：把电解液中残液倒出，再用蒸馏水冲洗两遍，清洗完毕后，加入新的电解液。

### 5.2.3. 氢（空）气发生器变色硅胶更换

更换之前，确保发生器的压力表已归到零位，然后按仪器上指示方向，将净化管拧下来，更换内部的变色硅胶、活性炭、分子筛等净化剂。更换完成后，再次安装时务必要拧紧，否则易造成漏气。

### 5.2.4. 氢（空）发生器试漏

将氢气或者空气发生器出口用堵帽封上，然后开发生器，待压力上升到设定值后，关闭电源开关。观察氢气发生器流量是否归零、空气发生器压力是否下降。如不归零或者压力下降，说明有漏点，进行查漏。

## 6. 色谱柱老化

保证色谱柱通气前提下，将柱箱温度设置到正常使用温度以上 30℃，老化 4 小时。适当增加载气流量，可以提高老化效率或减少老化时间。

## 7. 热导检测器维护

TCD 检测器使用期间，一定要注意和遵守下列内容：

- (1) 没有通入载气时，禁止设定桥流，以免造成钨丝烧毁的事故。
- (2) 初次老化柱子时，不要将柱后载气接入热导池，应直接放空在柱箱内；老化时不能用氢气！！一般是用氮气。老化期间也绝对禁止设定桥流。

## 8. 镍转化炉活化处理

色谱仪运行过程中 CO 和 CO<sub>2</sub> 检测性能不良时，说明镍触媒吸附杂质气体发生化学反应造成了污染，使镍触媒失去了活性，需要镍转化炉活化处理。

- (3) 调整氢气 2 稳压阀，流量达到 50mL/min；
- (4) 镍转化炉控温设定为 380℃；
- (5) 色谱仪控温状态下，运行 4~8 小时，镍转化炉污染严重时可适当提高运行时间。

## 第六章 常见故障和处理

### 1. 故障判断处理原则

分析判断仪器故障现象时，首先熟悉仪器说明书，掌握仪器各部分的工作原理和结构特点，然后，详细了解出现故障前后时的情况和现象，在无法确认故障现象的情况下，严禁对仪器拆卸，请与我公司售后部门联系。

### 2. 故障判断处理方法

表 1 故障判断处理方法

序号	故障类别	故障现象	原因分析	处理方法
1	开机	开机无反应	市电问题	检查市电
			保险丝熔断	检查保险丝，并更换
			显示屏不点亮	检查显示屏
2	工作站	工作站无联机	网线问题	检查网线
			IP 地址设置错误	检查 IP 地址，设置正确
			电脑或气相色谱分析仪网络指示灯不亮	检查网线、交换机、气相色谱分析仪或计算机
			联机但时断时通	检查网络以及 IP 地址是否冲突
3	色谱峰	没有色谱峰	进样器温度太低	增加进样器温度
			注射器堵塞	更换注射器
			放大器电源断开	检查放大器，
			没有载气通过	检查载气流路是否堵塞、气瓶中气体用完
			硅橡胶漏气	更换硅橡胶
			无火	点火
			FID 极化电压接触不良	排除极化电压连接不良现象
		拖尾峰	进样管污染	清洗进样器管子
			层析柱炉温太低	增加层析柱温度
			进样温度太低	调高进样器温度
			层析柱选择不当	选择适当的色谱柱
		伸舌峰	样品量太大	降低样品量
			样品凝集在系统中	先提高柱温，再选择适当的进样器、色谱柱、检测器温度
		平顶峰	放大器输入饱和	降低样品量，降低放大器灵敏度
			记录器零点位置发生变化	检查记录器零点位置并做相应的处理

表 1 (续) 故障判断处理方法

序号	故障类别	故障现象	原因分析	处理方法
3	色谱峰	圆顶峰	超过检测器线性范围	降低样品量
			放大器选择不当	重新选择适当的放大器
		额外峰	前一样品的高阻分峰	待前一次样品全部溜出后再进样
			冷凝在层析柱中的水分在出峰	安装或再生净化器的操作条件要适当选择
			样品被污染	保证样品干净
		反峰	氢气流量过大 (FID)	调整氢气流量
			正负开关弄错	改变正负开关到正确的位置
			参比池与测量池的钨丝引线搞错 (TCD)	检查参比池与测量池钨丝的引线情况。
		尖刺峰	绝缘子漏电	探漏, 并做相应的处理
			放大器故障	流路中消除杂质
			火焰跳动	调节合适的氢气和空气流量
			高频信号线故障	检查高频信号线
		色谱峰分离不好	柱过短	选择较长色谱柱
			固定液流失	更换层析柱或老化色谱柱
			柱温度太高	降低柱温
			固定液选择不正确	选择适当色谱柱
			载气流速太高或太低	调整载气流量
4	基线	无基线	检测板没有安装	检查检测板是否安装
			检测板故障	更换检测板
			基线和背景颜色设成了一致的颜色	修改颜色
			采样速率不正确	修改采样速率 (20 次/秒)
			气相色谱分析仪与计算机没有联机	检查网络以及网络参数
		基线突变	外电场干扰	排除影响仪器正常工作的外电场干扰
			电源插头接触不良	把电源插座安装牢固
			氢气、空气流量选择不当	重新调整氢气和空气的流量
		锯齿型基线	稳流阀膜片疲劳	换膜片或修理阀
			载气瓶减压阀输出压力变化	调节载气阀减压的压力在另一位置
			气流的流量不当	重新设置气流的流量
		基线不回零	检测器污染	清洗检测器
			放大器故障	检查放大器

表 1 (续) 故障判断处理方法

序号	故障类别	故障现象	原因分析	处理方法
4	基线	恒温操作时有不规则基线波动	仪器安装的位置不好	把仪器安装在无强烈振动处, 最好把仪器放在没有振动的水泥台上。
			仪器接地不好	检查并做好相应的良好接地
			固定液不适当	固定液选择适当
			载气流量选择不当	把载气流量调节适当
			载气漏	探漏
			检测器污染	清洗检测器
			氢气、空气选择不当 (FID)	适当调节氢气、空气的流量
		出峰时信号突然回到低于基线并且熄火	样品量太大	降低样品量
			载气流速太高	选择合适的载气流速
			氢气或空气流量太低	重新调节氢气、空气流速
			火焰喷口污染	清洗火焰喷口
			层析柱里面的固定液流失	重新老化层析柱
		基线噪音大	色谱柱污染	更换色谱柱
			载气污染	更换或再生载气过滤器
			载气流速太高	重新调节载气流速
			接地不良	检查并做好良好的接地
			高阻污染	清洗污染的高阻
			进样器污染	清洗进样器中进样管
			空气或氢气流速太高或太低 (FID)	重新调节空气或氢气的流速
			空气或氢气污染	更换氢气或空气过滤器
			水冷凝在 FID 中	增加 FID 温度清除水分
			高频信号线故障	检查高频信号线
			没有进样而基线单方向变化 (FID)	检测器温度太低
		谱柱温停止加温或失控		检修控温系统和加热丝铂电阻
		漏气		探漏
		单方向基线漂移	检测器温度大幅度变化	稳定检测器温度
			放大器零点漂移	检修放大器各部件
			柱温大幅度增加或减少	稳定色谱柱温度
漏气	探漏			

表 1 (续) 故障判断处理方法

序号	故障类别	故障现象	原因分析	处理方法
4	基线	升温时不规则基线变化	柱流失过多	选择适当色谱柱, 使用柱温应远低于固定液最高使用温度, 老化柱子
			没有选择好合适的操作条件	选择合适的操作条件
			色谱柱被污染	更换色谱柱
		周期性基线波动	检测器温控不良	检查接触是否良好
			载气流量压力太低	更换载气瓶
			色谱柱炉温调节不当	检查铂电阻接触是否良好
			载气流量调节不当	重新调节载气流速
		程序升温后基线变化	空气、氢气调节不当 (FID)	重新调节氢气、空气流量
			温度上升时, 柱流失增加	选择适当色谱柱或老化色谱柱
			柱流速没有矫正好	矫正柱流速
5	灵敏度	正常滞留时间而灵敏度下降	色谱柱被污染	更换色谱柱
			注射器漏气	更换注射器
			灵敏度的选择不当	选择适当的灵敏度
			载气漏	探漏并做相应的处理
		滞留时间延长灵敏度低	氢气和空气流量选择不当 (FID)	调正它们的流量
			检测器无高压 (FID)	装上高电压
			载气流速太慢	增加载气流速
6	毛刺	在相等间隔中有一定的毛刺	进样后载气流量变化	换进样器硅橡胶
			进样器硅橡胶漏	换进样器硅橡胶
			水冷凝在氢气管路中	从管路中消除水并调换或活化干燥剂
7	热导检测器	进样不出峰	流路中有堵塞现象	流路中消除杂质
			漏气	探漏, 并做响音的处理
			火焰跳动	调节合适的氢气和空气流量
			未设定电流	首先设定电流
			钨丝断了	更换钨丝
TCD 热导电源部件内部接插件及连接线未插好	重新插好与之相关的插头插座			
注射器漏气或堵塞	更换注射器			
硅橡胶漏气	更换硅橡胶			

表 1 (续) 故障判断处理方法

序号	故障类别	故障现象	原因分析	处理方法
7	热导检测器	信号输出幅度太大 (未进样时)	体内钨丝碰池壁	与厂方联系维修
			钨丝阻值不配对	与厂方联系维修
			TCD 热导电源部件内部接插件及连接线未插好	重新插好与之相关的插头插座
		基线噪音大	载气不纯(载气纯度非常重要)	将载气净化后再做如脱氧、干燥
			热导池受污染	清洗池体及进样器
			色谱柱未老化	重新老化色谱柱。
			硅橡胶漏气	更换硅橡胶
			气路系统及与色谱柱连接处漏气	探漏查出漏气处，做相应的处理。
			TCD 工作电流设置太大	降低工作电流设定值到合适数值。
			热导电源不稳定	与厂方联系维修
加不上桥流	载气没开	打开载气		
	进样口松动导致漏气引起仪器自动保护	调整进样口密封		
8	FID 点火	一个或两个都不能点火	氢气压力低	调整氢气压力
			空气压力低	调整空气压力
			点火丝不亮	检查点火系统
		点火时有较大爆鸣声	氢气空气流量比失调	适当调高空气压力 0.005Mpa, 测试点火, 如果不行再次提高空气量, 至能正常点火为止
9	温控	各路均不升温	温度参数设置错误	正确设置参数
			某一路加热部件测温铂电阻开路, 导致仪器自动保护	检查加热器件
		一路加热部件不升温	温度设定值过低	正确设定温度值
			加热部件或控制部件损坏	检查加热部件和控制回路