

GOW-MAC 100HF-AD 气相色谱仪

使 用 说 明 书

(注:由于翻译水平及更新时间等原因,本文难免有一些疏漏和错误,因此一切具体数据和操作相关的规程都应以美国 GOW-MAC 公司随仪器配套的说明书、操作手册、以及 GOW-MAC 公司网站公布资料为准。本文仅供仪器操作人员交流、参考,切勿作为权威教材或数据秉用。特此声明!)

第一章 简介

高频氩放电气体分析仪中配有高频氩气放电检测器，该检测器专用于检测高纯氩气中的杂质含量。

1.1 工作原理

当一定体积的被测气体进入到以氩气作载气、固定在柱箱内的柱子中，样气中的各成分在柱子中被分离，通过检测器检测。检测器的输出信号被工作站或积分仪记录。工作站或积分仪给出系列峰，每个峰对应着混合物中被分离的各个成分，积分仪（工作站）记录每个峰的面积或峰高（在基线上），在一定的浓度范围内，各成分的含量与峰面积或峰高成正比。

1.2 高频氩气放电检测器（HF-AD）

高频氩气放电检测器的主体是一石英管，管外施有 1500V 的高压，形成 100MHz 的高频振荡磁场。高纯氩气通过注水管后带着少量的水汽以一定流速经过石英管，氩气分子在石英管内受振快速运动，当其平均自由程能超过其电离能时，氩气分子被电离，形成离子、电子、中性粒子的混合体—等离子体，并放电产生弧光。当样气中杂质成分被色谱柱分离并进入检测器时，弧光强度会发生变化，变化量与杂质含量成正比。弧光强度被光敏元件（LDR）检测并输出电流信号。

第二章 安全

这一章的设立主要是为了引起特别注意：在特殊地方或操作中，也许会引起对人的伤害或仪器的损害。

在操作前仔细阅读此章，以确保在操作仪器时的安全。

2.1 烫伤

检测器、柱子、柱箱会达到很高的温度，关闭仪器后也会保持几个小时的高温，为了防止与高温表面接触而引起烫伤，操作者在与这些表面接触时最好带手套。

2.2 用电安全

- 这种仪器使用的电源电压是非常危险的，在用这种仪器工作时要格外小心，在拆卸仪器的前侧、上侧、后侧面板时，一定要切断电源，以免存在潜在的触电危险。
- 在负载和裸线接地前一定不要触摸，因为无供电的负载所存电荷要 15 秒释放完全。
- 确信工作电压是仪器所需的正确电压。
- 不要在仪器的电源插座上超负荷安装其他的电器设备。
- 线路连接时按照颜色编码说明进行。
- 出现故障后，马上修理、更换、报废磨损的部件和线路

2.3 紫外线伤害

紫外线对肉眼是有伤害的，当检测系统（弧光）时，有必要通过紫外滤光片，硼硅酸玻璃片或聚乙烯片进行观看。

2.4 压缩气瓶

- 压缩气瓶是一系列事故的潜在危险源：如果不小心或不遵守安全操作规程的话，可引起对人或物的伤害，严重时可引起人的死亡。因此在装卸和使用气瓶时，确信按当地气体供应商提供的安全保护措施或遵守气体协会或 O.S.H.A 规则进行。
- 在使用气瓶前，先阅读瓶上的标签以确信气瓶所装的气体，如果标签不清楚，把气瓶退还给供应商，不要猜测气瓶中的气体成分。
- 所有气瓶在使用和储存时必须有固定措施，以防意外倾倒或滚动；储存和移动气瓶时，只能在直立状态。
- 储存气瓶的地方要远离热源和火源，并有良好的通风。
- 当安装气路时，提供由减压器或减压设备提供的合适压力，以防管路和仪器中超压。

2.5 其他

- 定期对所有接口的地方进行检漏。
- 有机溶剂保存在远离分析仪器的耐火通风厨中。
- 不要让可燃物和有机废弃物积聚。
- 保持易燃物远离气瓶，并配有灭火器。
- 不要把纸、文件和样品放在仪器上。
- 保持良好的通风和合理处理废弃物很重要。

第三章 技术指标

3.1 检测器

型号：高频氩放电检测器。

灵敏度：

H ₂	O ₂	N ₂	CH ₄	CO	CO ₂
15	75	100	30	200	100

载气： 超高纯氩 6N

检测器温度： 38°C

3.2 气体流量控制：压力调节器控制通过色谱柱的气体流量。

3.3 高压电源供应

输出电压：通过外设分压计可进行连续调节。

分析仪用于分析氩气中的痕量杂质，包括如下部件：

- 氩放电检测器：No.15--180
- 柱箱： No.GM100

第四章 安装

对安装者来说，在安装前应掌握此章内容

4.1 需要的附加设备：

- 高纯的气体纯化器
- 气体流量计
- 超高纯氩气：载气瓶应配有一新的超高纯减压器，终端出口用1/4VCR接口安装。
- 电位记录仪用1mV到10mV范围，响应时间<1s（计算机、积分仪也可使用）。
- 交流电源：1100W、220/240V、50Hz

为了防止损坏仪器，仪器电源接通前要查清交流电源的输出是否正确

此时不要把仪器与电源接通。

4.2 规格

高：4U (1U= 44.5 mm)

宽：19 英寸 (1 英寸 = 25.28 mm)

深：450mm

4.3 开箱：

开箱前仔细检查外观有无因运输或装卸而引起的损坏，检查所装物品是否齐全。如有损坏或不全通知代理商。在保修期内保存所装仪器的箱子以备需要把仪器返回工厂修理或调试时使用。

在安装仪器前，移去所有运输时包装用的塑料或纸制品。

4.4 气体连接

型号 100HF—ADD 的色谱仪需要以下气体：

- 超高纯氩气 6N 作为载气
- 干燥、干净的惰性气体作为驱动气
驱动气瓶需要两级减压阀
- 所有连接载气、样品气、驱动气的管子均用内径为 1/8 的不锈钢管。

分析仪和高灵敏度检测器要防止油脂和化学残留物等的污染，因此必须清洗全部不锈钢管，如果管中存在污染物，可能污染分析仪。

1. 仪器的载气进口管必须直接连接到纯化器的出口。
2. 仪器的样品气进气管必须直接连接到样气瓶或管线。

标气（校准气），例：氩气中含有 5 ppm 的 H₂、O₂、N₂、CH₄、CO、CO₂ 的样气连接到仪器的样气进口处。

3. 连接载气到载气的标记入口。
4. 仪器柱箱的载气出口，连接到检测器的进口。

4.5 载气的纯化

GC 100HF-AD 是一种测定氩气中 ppb 级杂质的仪器。因此，为达到这样灵敏度必须严格的保证系统无泄漏，载气尽可能的纯。

注意：如果一些原因使载气纯度低于样品气的纯度，将会出现反峰。使高纯氩气通过气体净化装置，达到色谱仪所需的纯度。

注意：操作者要仔细阅读气体净化器的使用说明书（净化器生产厂家提供的）。

通过基线可显示载气中少量杂质的存在，净化器需要加热。参阅操作手册。

4.6 载气流量的调节

1. 拧开超高纯氩气调节器，调节压力表到 6bar
2. 调节载气流量到 40ml/min
3. 调节吹扫气流量到 10 ml/min

4.7 驱动气调节

打开驱动气的减压阀，把表压调整到 3bar

4.8 检漏

完成系统连接后，气体流动，一个很重要的问题是各处要连接紧密防止泄漏，载气泄漏会引起漂移、噪声和影响检测器的超灵敏度。

注意：在启动仪器前，应对仪器的全部系统进行检漏。

注意：在检漏前，要先切断电源

注意：不要使用肥皂液进行检漏，因为会污染系统。

检漏范围：

- 1.柱子连接处
- 2.载气的连接处
- 3.样气连接处

注意：检漏必须定期进行，尤其是在更换新柱子和更换载气瓶后。

注意：所有气体都是有害的。

在装卸和使用气瓶时，必须按供应商提供的安全方法，或按气体压力协会或 O.S.H.A 提供的操作规程进行。

第五章 操作控制

操作者在操作仪器之前要熟悉各控制部位及其功能。按照图表。

5.1 检测电流

检测电流的强度正比于检测器中的光线强度。

5.2 零点调节

用手动电位器使基线处于零。

5.3 自动零 (A/Z) 开关

此开关是用于将自动零电路放置一边，按积分仪或工作站的自动事件工作时使用。

5.4 自动零 (A/Z)

当手动驱动自动零回路时，使开关放置自动位置，显示器随之指示按钮在显示 A/Z，当 A/Z 被自动或手动放到另一位置时，显示开关被关上。

5.5 启动运行开关

为了使检测器启动时（起弧），给检测器一个大的电压。

5.6 检测电流的调节

允许操作者转变检测器的电流强度，高电流 (55) 用于检测 0-50ppm 的范围；正常电流 (50) 用于检测 0-5ppm 的范围。

5.7 柱温的控制

柱温的控制系统固定在柱箱上。选择柱子的温度。把显示表的按钮按下去可以显示设定的温度；使用上下三角可以改变设定的温度。

5.8 后部面板

当气体样品阀 GSV 在前面板 AUTO (中间) 位置时，工作站或积分仪与后部相对点进行连接可以控制阀的开关。

第六章 100HF-AD 色谱仪的操作

6.1 总括

分析者在使用此仪器前，应掌握色谱分析技术，仪器控制的各功能和色谱柱的特点。

6.2 初始操作

A、载气流量的调节

1. 确信所有的钮都在 OFF 的位置

2. 像在安装部分讲述的那样设定流量
3. 按照安装部分讲述的检漏
4. 在载气吹扫系统至少 4 小时后, 接通纯化器电源; 如果初始操作应吹扫更长时间。

B、驱动气的气体调节

把压力设到 3bar

6.3 仪器的操作

1. 在纯化器接通电源 12 小时后, 把仪器的电源插头插入到合适的 AC 插座中。
2. 设定柱子的使用温度, 如: 80°C。
3. 用充足的时间, 使柱子达到设定的温度。
4. 如果系统中的空气吹扫足够干净, 检测器会自动起弧, 电流有显示(弧光存在); 或适当调高起弧电流, 待电流稳定后, 调节到工作状态(50-55); 也可转换 START/RUN 档到 START 位置, 强制起弧, 待弧光稳定后打到 RUN 的位置。如果系统中有空气存在这一过程需要一定的时间。
5. 通过面板上的窗口可以观察放电状态。
6. 如果放电, 可以观察到在一个紫色 3mm 宽的放电范围内, 有一条明亮的 0.5mm 宽的白色亮光线。
7. 如果放电电流震荡, 是载气不纯导致的。原因为载气系统漏或吹扫的时间不够。
8. 如果样品中的杂质为 5ppm 时, 调节电流到 50mV; 如果杂质含量高可以设置为 55 mV

6.4 记录仪的使用

系列 100HF-AD 色谱仪适用电位差式记录仪 (<1mV、10mV 或其他), 推荐可用的走纸速度为 40、20、10、4、2、1cm/min 或 h。

记录仪的操作:

1. 关闭 A/Z (自动/零) 开关。
2. 观察检测器输出信号漂移, 如果漂移每分钟大于谱图宽的 1%(满量程), 表明检测器和柱子需要较长时间的稳定。
3. 当基线稳定后, 调节零点控制使图谱上的零点在合适的位置上。
4. 纸速的设定和积分仪的预热时间请参考记录仪的操作手册。
5. A/Z 在开的位置

6.5 计算机积分仪的应用 (工作站)

系列 100HF-AD 也可用计算机积分仪, GOW-MAC 公司提供色谱工作站, 此色谱工作站具有对全部数据的采集和处理功能, 更准确、可靠。现在国内也具有同样功能的国产工作站, 界面为全中文操作, 更适合国内用户使用。

积分仪/工作站正确连接到分析仪后, 可以运行。电子式记录仪的零点可以确定, 各种运行参数参照操作说明进行设定。

6.6 校正

1. 经过较长时间的运行，100HF-AD 稳定后，可以检测其运行参数。
2. 用充足的时间吹扫样品定量管中残存的空气或残存的样品气，至少需半个小时；如果更换接近浓度的样品气，可以用较短时间。

注意：空气也可残存在压力调节器（减压器）和连接管中，也必须进行充分的吹扫，以保证所测数据的准确。

6.7 初始分析

不注入一个已知成分的样品气，就不能确定仪器运行是否正常。选择一个标准气体，如：5ppm 的 H₂、O₂、N₂、CH₄、CO、CO₂ 等。

6.8 样品

当分析低含量样品(ppm 级)时，使系统保持良好的运行很重要：充分地吹扫样品气的减压阀和管线；一旦样品气和载气系统吹扫干净，继续在系统中通气。为了证实系统中的空气已排干净，可用以氩气为底含有相同浓度的 N₂、CH₄ 验证，一般 CH₄ 响应高。

6.9 阀自动进样

样品阀的自动进样，可以通过连接固定在仪器后部相对应的插孔而实现。

6.10 待用和隔夜状态

1. 把检测器打到 OFF 状态。
2. 载气系统不动。

第七章 仪器的应用

以下谱图是用 100HF-AD 色谱仪 B 型号所做，供操作者在做高纯氩样品气时，给各成分定性时参考，因仪器的使用条件不一样，所以各成分的出峰时间和灵敏度会不同，但各成分的出峰顺序是不变的。见附录 1、2

7.1 仪器使用参数

仪器： 系列 100HF-AD 色谱仪 (2)
 检测器： 高频放电型检测器
 样品气： 以氩气为底的标气
 柱温： 柱 1 为 90℃、柱 2 为 80℃
 检测电流： 50mA
 阀型： 定量管 (2 毫升)

仪器： 系列 100HF-AD 色谱仪 (1)
 检测器： 高频放电型检测器
 样品气： 以氩气为底的标气

柱温： 75°C

检测电流： 50mA

阀型： 定量管（2毫升）

第八章 维护和保养

8.1 色谱柱

注意：当需要一根新的柱子时，请标明以下特点：

1. 所用仪器的型号和系列号。
2. 柱子的长度、内径和填充物。

系列 100HF-AD 提供一套柱子。

细心使用，以保证在柱子的使用范围内。柱子的最高使用温度为 150 度。

系列 100HF-AD 所使用的柱子在当地有关机构可以买到，或直接和我们联系。

8.2 注水管

注水管连接在柱子和检测器之间，需 3 个月注水一次。

注水：

1. 拧下分析仪上注水管的螺帽。
2. 用注射器将去离子水注入管中，直至有水溢出。
3. 拧上螺帽。
4. 注水时不须停止通载气，操作可正常进行。

8.3 样气中杂质含量要求：

N₂ <20ppm

GM100HFAD 氩气分析仪可配配件清单

GC50 纯化器 2 套 (或 GOW-MAC 75-802 纯化器 1 套)
 石英放电管 φ 6*20mm 1 只
 六通进样阀 1 只
 四通切换阀 (2 型) 1 只
 高压电源板 T-141 1 块
 清洗部件 1 套
 双级超高纯减压器 CG580 接头 1 块
 双级超高纯减压器 CG350 接头 1 块
 温控表 cal3200 2 块
 VCR 接头连接件 1/8" 10 件
 带 1/8"VCR 连接件 1/16" 不锈钢 1~2M 长 4~5 根
 20K 电位器及外旋钮 1 只
 光敏元件 1 只
 铂电阻 1 只
 定量管 3, 2, 1, 0.5 ml 各 1 只
 VCR 垫片 1/8" 50 片
 Swagelok 连接件, 二通、三通 各 5 套
 色谱柱 10' *1/8" 13X 分子筛 80~100 目 1 只
 Swagelok 连接件, 前、后垫 50 只
 压力调节阀 1 只
 若配积分仪 打印墨盒 2 只 打印纸 2 箱
 电磁阀 1~2 只
 swagelok 针阀 2~4 只
 数字流量计 0~1000ml 1 件
 气动阀 1~2 只
 英制一般工具 呆板手, 小内六角起子 各 1 套