

BCHP

顶空进样器

HS-2

使

用

说

明

书

北京中惠普分析技术研究所

企业通过ISO9001:2008质量管理体系认证

产品通过国家分析仪器质量监督检验中心检测

产品通过国家标准物质检测中心检测

产品荣获部级科技进步二等奖

产品中国专利号：94222810.3

产品在世界银行国际性招标《ITC-943026》项目中标

产品被联合国开发计划署《ICEB-Q91211》项目采用



(2000)量认(A0261)号



国质监认字174号



CNACL

No. 0264

受控文件

目 录

一、公司介绍	1
二、产品概述	1
三、仪器各部位名称及简介	2
四、仪器的安装与设置	3
五、仪器的使用	6
六、主要技术参数	8
七、仪器的成套性	8
八、制造商的保证	9
九、附图	9
十、仪器故障原因及排除方法	14

一、公司介绍

北京中惠普分析技术研究所成立于1994年，是目前国内规模最大的气相色谱仪器配套气源发生器的生产厂家之一，产品系列多，品种全，涵盖高纯度氢气（200ml/min - 9000ml/min）、高纯度氮气（300ml/min - 1000ml/min）、低噪音空气源（2L/min - 10L/min）等各种流量单体机及各种相关组合机，拥有多项国家专利，并曾荣获国家部级科技进步二等奖。近来又于业内首创以贵金属为材料的超高纯度氢气发生器（99.99999%），另有纯水型氢气发生器、顶空进样器以及热解析仪等产品。

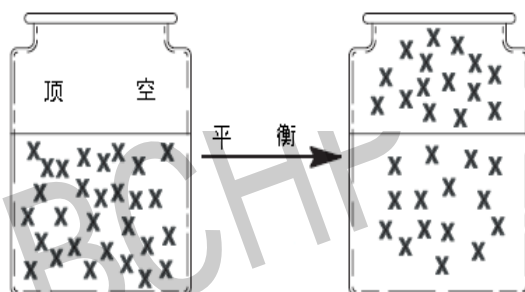
我研究所技术实力雄厚，可为用户定制研发特定气体发生器；多年来坚持质量第一、用户至上的服务准则，产品遍及全国，并出口挪威、阿根廷、韩国、伊朗、日本等十多个国家。

二、产品概述

顶空进样器是将含在液体或固体样品中的挥发和某些半挥发物引进气相色谱的一种工具，这种分析技术称为“静态顶空气相色谱”。“顶空”指放在封装瓶中的液体或固体样品上方的空间。“静态”是指样品瓶顶空中的挥发物处于与液体或固体中的相同化合物平衡的状态。我们可以把顶空分析看作是一种气相萃取方法。顶空分析是通过样品基质上方的气体成分来测定这些组分在原样品中的含量。所以气相的组成能反映凝聚相的组成。该方法可以不经其它前处理技术直接测定水样、固态基质中的挥发性物质，免除了萃取等前处理过程对操作者带来的有机物污染，同时消除了基体干扰，提高测定灵敏度，是一种环境友好的样品前处理技术。在环境监测、制药工程、交通执法中有着广泛的应用。

HS-2型顶空进样器是在国内外顶空进样器的基础上，结合我国国情研制的一种进样系统。是一种由单片机控制，高性能的样品前处理设备。

HS-2型顶空进样器采用一体化设计，具有通用性强、分析效率高、操作自动化、测定精度高等特点。



顶空瓶内气体平衡示意图

三、仪器各部分名称及简介

(一) 仪器主要部分简介

1、加热区

顶空进样器共包括三个加热区域：样品瓶加热箱、传输管线、以及阀箱。此三部分均可单独设置温度。

样品瓶加热箱是样品瓶保持热稳定性和化学稳定性的过程中进行加热的地方，加热箱为一个加热铝块，内有10位的20ml顶空瓶加热槽。设定温度范围是40℃到180℃之间。在进行试验时，将样品注入顶空瓶内放入加热盒中加热，注意将加热箱上盖盖严。

传输管线的温度是指仪器上方一长一短两条传输线路的温度，设定温度范围是40℃到180℃之间。为保持从顶空瓶内抽取的样品不在传输过程中流失、冷凝，传输管线需要加热。

阀箱温度是指六通阀被加热温度，设定温度范围是40℃到180℃之间，保持阀箱温度比样品瓶加热温度高10℃以上。

2、传输管线

传输管线是连接顶空进样器与 GC 的。有 85cm 长，由去活不锈钢管路制成。传输线可加热的最高温度为 180℃。传输管线和一根可拆卸的针头连接，易于与 GC 进样口隔垫衔接。

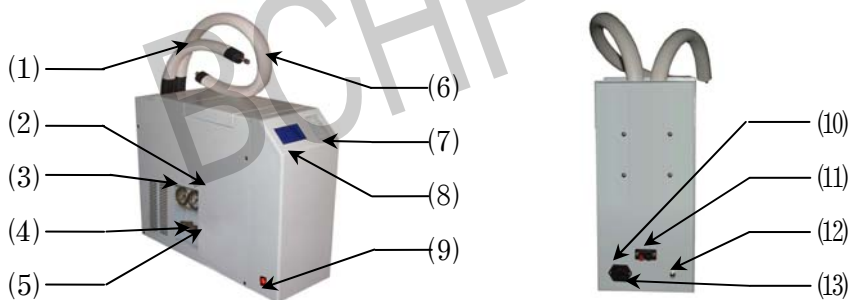
3、进样系统

包括一个加热传输管线、可拆卸的取样探针，六通阀，去活不锈钢样品定量管，一套双微型电磁阀。

4、键盘与显示

顶空进样器有一个 7 键的塑料键盘和一个液晶显示屏。

(二) 仪器各部分名称



仪器正面图

仪器背面图

- | | | |
|---------|-----------|---------|
| 1、取样管 | 2、柱前压力表 | 3、顶空压力表 |
| 4、顶空稳压阀 | 5、柱前压力调节阀 | 6、进样管 |
| 7、控制键盘 | 8、液晶显示屏 | 9、电源开关 |
| 10、电源接口 | 11、工作站接口 | 12、氮气入口 |
| 13、保险丝 | | |

四、仪器的安装与设置

(一) 启动前的准备:

将仪器从包装箱内取出，检查有无因运输不当而造成的损

坏，核对仪器备件、合格证及保修卡是否齐全。

(二) 设备的联接：

1、气路连接：

(1) 使用毛细管柱分析：从载气气源处接三通接头，一路连接气源，第二路连接气相色谱仪，第三路连接顶空进样器气路入口。

(2) 使用填充柱分析：只需要将载气连接到顶空进样器的气路入口即可。

2、顶空进样器与气相色谱仪的连接：

将气相色谱仪的柱前压力表降为0，把导样管插入色谱进样口。调节顶空上面的柱前压力调节阀到适合的压力。此时顶空上的柱前压力表应和色谱上的柱前压力表读数一致。

(三) 按键使用说明：



HS-2按键示意图

运行键 运行当前步骤

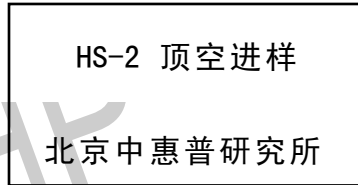
停止键 停止当前步骤并回到上一状态

- 设置键 按设置键进入设置界面
- 状态键 显示各个部位温度状况
- 吹扫键 在准备完毕后按吹扫键可吹扫进样管路
- 上下键 在设置界面中用来转换各种设置

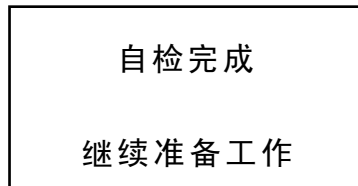
(四) 运行步骤:

◎ 开机

出现初始界面



自检完成后
出现自检完成界面

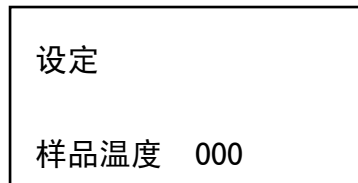


◎ 设置

开机出现初始界面后，在任何非运行状态，可按设置键设置其它参数，依次为样品温度、阀箱温度、管路温度、加压时间、取样时间、进样时间。

以设置样品温度为例：

在设置界面下连续按设置键，进入样品温度设置。按上下键设置温度，长按上或下键可快速滚动，所有设置完成后按停止键回到自检



完成界面。若开机后不进行设置，则仪器默认运行上次关机时设置值。

◎ 运行

设置完回到准备阶段，
进样器按设定值升温。

准备阶段	
样品温度	000
设定温度	000

达到设定温度后
出现状态就绪界面
此时按下吹扫键吹扫气路。

状态就绪	
吹扫	运行

按“运行”后出现插针界面。

平衡结束 请插针
按运行键开始运行

五、仪器的使用

1、气路调节

(1) 使用毛细管柱分析：利用顶空进样器的稳压阀调节顶空压力、柱前压，用顶空进样器的稳压阀与气相色谱仪的分流阀调节适宜的分流比。

(2) 使用填充柱作分析：利用顶空进样器的稳压阀调节色谱柱前压。

2、开机

(1) 气路连接完成后，将顶空进样器的三相电源插入插座内，打开气源，待气相色谱仪的柱前压力表稳定后打开顶空进样器的电源，此时仪器的液晶屏显示“HS-2顶空进样器”，“北京中惠普研究所”字样，随后出现准备阶段显示，仪器按上次关机时设定值自动升温。

(2) 顶空程序设置：按“设置”键进入“样品温度设定”，按“▲”键升高温度；按“▼”键降低温度。样品温度设置完成后，按“设置”键开始设置“阀箱温度”，设置方法与样品温度相同；“阀箱温度”设置完成后按“设置”键进入“管路温度设定”，设置方法与之前相同；然后，按顺序设置“加压时间”、“取样时间”和“进样时间”。六个参数设置完成后，按“停止”进入准备阶段界面，仪器开始升温。加压时间可调，当其值设置为0时，顶空进样器不加压。

(3) 当界面弹出“状态就绪”，将顶空瓶放入恒温槽内，按“吹扫”键，吹扫采样管一定时间，平衡结束后，按“运行”键开始运行程序，界面显示“平衡结束 请插针”，此时将进样针插入到顶空瓶中，再按“运行”键启动程序。当程序运行到“进样阶段”时，手动启动气相色谱仪与数据记录系统。

进样完成后，加入第二个顶空瓶，按“吹扫”键吹扫进样管，当到达第二瓶平衡时间后，按“停止”键结束吹扫，然后按步骤(3)重复下一次实验。

六、主要技术参数

1	样品加热范围：	40℃—180℃
2	进样阀加热范围：	40℃—180℃
3	样品传输管加热范围：	40℃—180℃
4	采样时间：	0—20min
5	加压时间：	0—30S
6	定量管体积：	1ml
7	顶空瓶规格：	10ml或20ml
8	可同时加热样品：	10位或12位
9	RSD：	1.5%(200ppm乙醇水溶液)
10	消耗功率：	300W
11	外型尺寸：	500×180×400(mm)
12	净重：	约15kg

七、仪器的成套性

1	顶空进样器	1台
2	备件	
	① 接口螺帽 (M8×1)	5个
	② 气路管	2米
	③ 衬管	4根
	④ 气路密封圈 (Φ6×1.9)	10个
	⑤ 保险管	1个
	⑥ 三通接头	1个
	⑦ 针头	1套
	⑧ 顶空瓶、顶空垫	20套
	⑨ 铝盖	60个
3	电源线	1根
4	安装使用说明书	1本
5	产品合格证、保修卡	1份

八、制造商的保证：

在用户遵守使用规定的条件下，以制造商发货给用户之日起一年内，产品因质量不良而发生的损坏或不能正常使用，我所将为用户无偿维修或更换。

如有问题请与我所技术服务中心联系

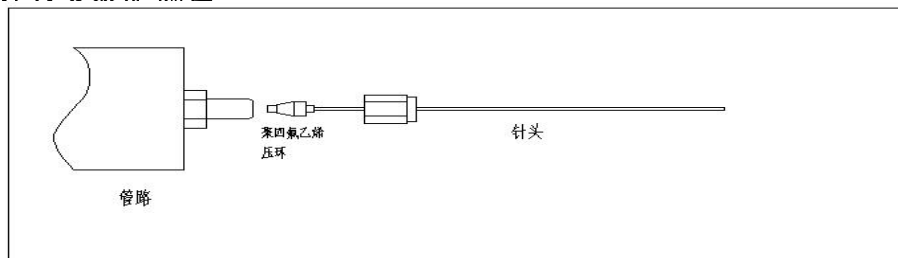
联系电话：010-68033420，68033421转803、804

九、附图



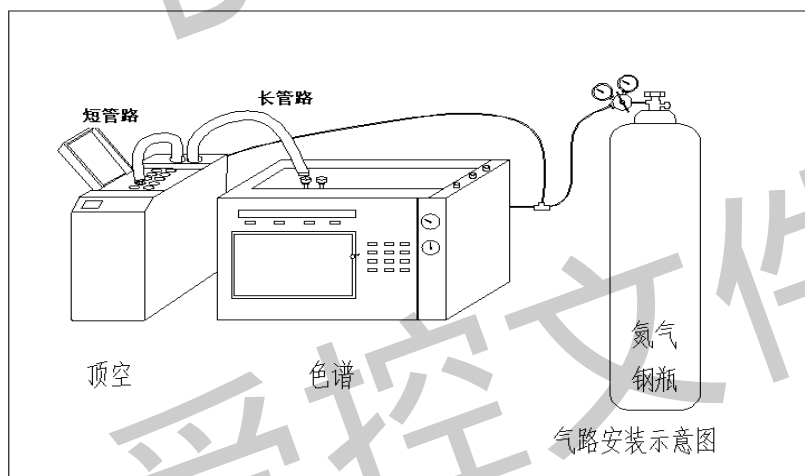
气路连接示意图

针头安装示意图



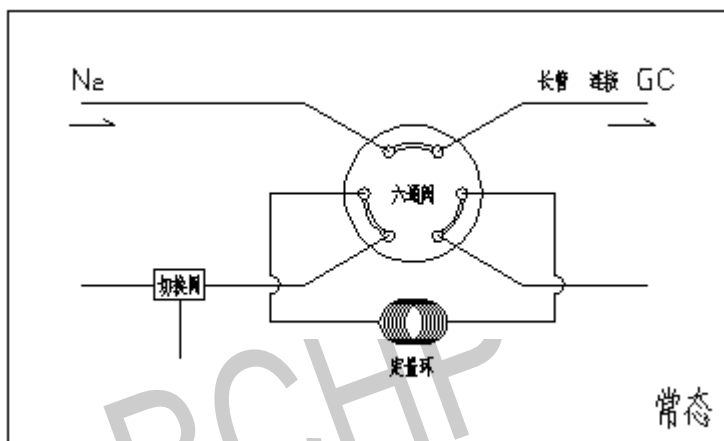
依次将压环、六角形连接螺帽穿入长针头，再与长管路接头螺纹连接，注意连接力度，防止针头处漏气或由于力度过大使部件变形损坏。

- 注意：1、聚四氟乙烯压环的方向不能弄错，否则会造成漏气。
2、安装时严格按照示意图不可将长短针头的压环交换密封。否则将会造成漏气。

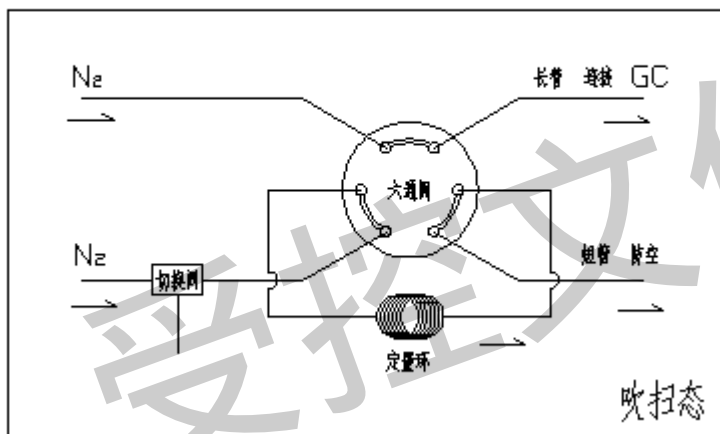


按上图将顶空进样器，色谱仪，及气源连接。由于氮气做载气时要求用气量较大，且压力需稳定，故不推荐使用氮气发生器，以免出现流量不足等问题造成的谱图不理想或启动时的谱图波动。实验前请先检查色谱柱前压是否调零，进样垫是否需要更换。实验时需确保长管路垂直插入进样器，不要歪斜，以免造成针头弯曲、损坏，影响实验结果。

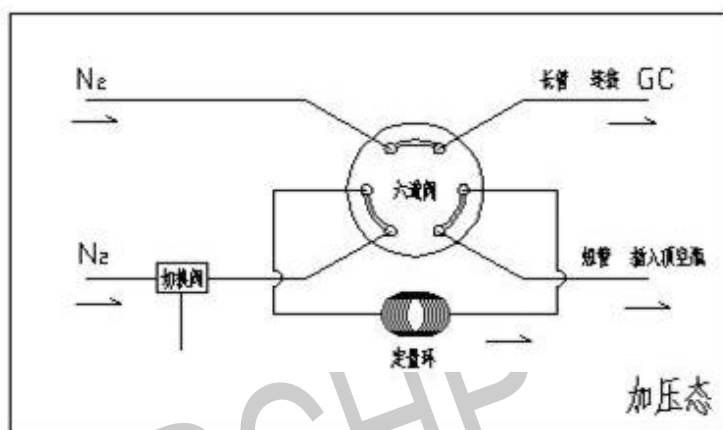
顶空进样器工作原理图



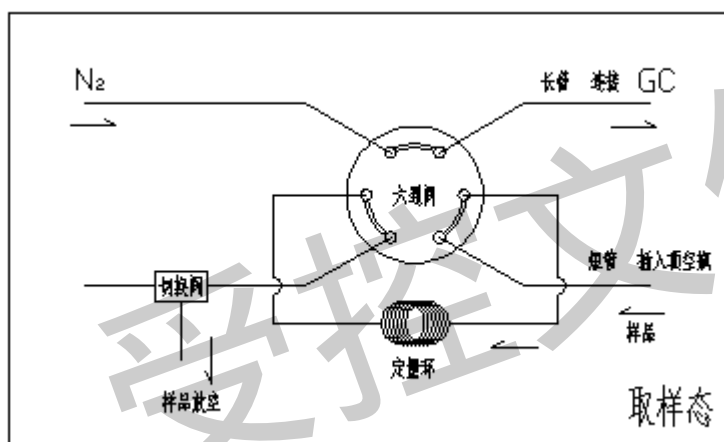
常态：氮气直接进入色谱充当色谱载气。



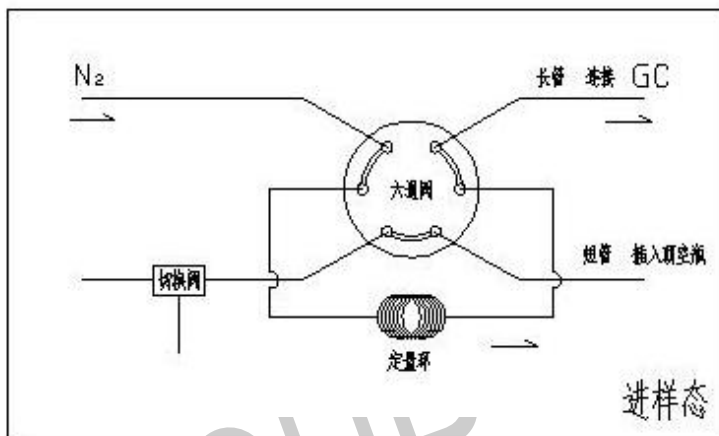
吹扫态：一路氮气直接进入色谱充当色谱载气，一路氮气经过切换阀吹扫定量环及短气路。



加压态：短气路插入顶空瓶中，一路氮气直接进入色谱充当色谱载气，另外一路氮气经过切换阀、定量环及短气路给顶空瓶充压。



取样态：短气路插入顶空瓶中，一路氮气直接进入色谱充当色谱载气，切换阀放空，靠顶空瓶中的压力将顶空气送入定量环。



进样态：六通阀切换，定量环连接到充当载气的氮气气路中，载气通过定量环将其中的顶空气送入色谱，进样结束后返回常态，完成一次进样步骤。

受控文件

十、仪器的故障原因与排除方法：

故障现象	故障原因	检查方法	排除方法
仪器不能启动	<ol style="list-style-type: none"> 1、电路没有接通 2、保险损坏 	<ol style="list-style-type: none"> 1、检查电路 2、检查保险丝 	<ol style="list-style-type: none"> 1、修理电源 2、更换损坏的保险丝。
气源有载气压力，并显示流量大，但色谱仪无柱前压	气路连接处漏气	用检漏液检测各气路连接处。	拧紧漏气点
重复性差	<ol style="list-style-type: none"> 1、气路系统漏气 2、针头碰到样品瓶垫上的凝结物 3、样品配置不准或体积不一致 4、顶空瓶加热时间不一致 	<ol style="list-style-type: none"> 1、检查取样、进样管路 	<ol style="list-style-type: none"> 1、拧紧漏气点 2、插针前敲击瓶盖使凝结物落下 3、重新配置或取样 4、重新设置
进样不出峰或响应值小	<ol style="list-style-type: none"> 1、取样针被堵 2、取样管路严重漏气 3、样品箱没加热或温度低 4、色谱仪有问题 	<ol style="list-style-type: none"> 1、吹洗取样管路，检查是否有大流量吹洗气流出 2、吹洗取样管路，检查吹洗管路是否正常 3、检查设置 4、检查色谱仪是否正常 	<ol style="list-style-type: none"> 1、疏通或更换针头 2、密封漏气点 3、重新设定正确的温度 4、可用注射器手动抽取样品的蒸汽并注射到色谱仪中（注意调整气相色谱仪的载气流量）
出现“鬼峰”	<p>导样管、阀箱温度设置过低，原来所进样品在管路中吸附，后解析出来（出现在改变HS样品性质时，原来作低沸点样品，现在做高沸点样品，升高导样管、阀箱温度使原样品中的高沸点组分解析）</p>		<p>将导样管、阀箱温度升高在允许最高温的下，吹扫一段时间）。同一样，每次用HS做不同用途前均需要对导样管、阀箱高温吹扫20min。同时，将色谱柱老化处理。</p>

BCHP

北京中惠普分析技术研究所

地址：北京市西城区广安门外天宁寺前街2号北院F座

电话：（010）68033419 68033420 68033421

传真：（010）68033367

邮编：100055

Email: sales@bchp.com.cn ; support@bchp.com.cn

网站：<http://www.BCHP.com.cn>