

## GC 用气体（载气、辅助气）的种类、性质 和纯度对仪器性能和分析的影响，以及选用气源的原则

### 前言

#### 一. 总目的:

如何实现 GC 的安全、合理、正确和高效操作:

1. 安全 — 在使用仪器时，不要对人（或仪器）造成伤害，例如：高压触电、氢气爆炸、放射性照射或毒物致残等；
2. 合理—气相色谱仪类型或品种繁多，能满足不同应用领域、不同分析对象和不同分析目的要求，因此要针对不同的分析目的和方法选择使用适合选用的仪器气源、种类、纯度等，既不可高攀也不可低就。实践证明：一台高性能仪器（高档仪器）采用比较脏的气源，一旦仪器系统被污染，如何维护与保养，再想恢复到仪器原性能水平，有时几乎不可能。另外有人把当柱箱做烤箱用就更不可取了；
3. 正确—统计调查发现，在色谱仪日常操作中出现的故障（有时是假象），50%来源于不正确的滥操作、误操作和常异操作，这方面的例子太多了。
  - (1) 不确定气体的纯度就接入仪器；
  - (2) 不通载气开仪器；
  - (3) 不断载气更换注射垫；
  - (4) ECD 永久放在仪器上，不通气长期干加热；
  - (5) 不管什么样品一律进样，进去后在说等等；
4. 高效—分析仪器发展趋势之一，特别是对用户来说，就是提高仪器的使用效率，或者说正常运行的时间远远大于仪器维护与保养检修时间。要保证一台仪器的高使用效率：
  - (1) 首先仪器设计先进、合理和生产质量好；
  - (2) 操作者最重要的是日常如何做好仪器的维护和保养（什么是仪器维护与保养？）即安全、合理和正确使用仪器；
  - (3) 尽量建立一个好的色谱分析方法外；
  - (4) 应避免误操作和异常操作。
5. 故障的预防—为了降低仪器的使用成本和提高仪器的工作效率，对待故障应当采取预防为主的原则，我们不能等仪器出了故障后，再去被动解决，正确的态度应是预防为主。预防故障发生主要应从以下几方面考虑：
  - (1) 日常操作中，一定要按仪器安装使用说明书要求，及时定期做好仪器维护保养；
  - (2) 依据自己的实际情况，把那些可以预防故障的方法、注意事项列入自己的操作规范，特别是那些易损件，不要等到报废时在更换；
  - (3) 深入理解自己的分析任务、分析方法的要点和特点，特别是有关样品处理、进样要求、进样系统、分离色谱柱等要随时注意其相关问题，如：样品处理方法不出错、及时更换或活化过滤器、清洗进样器和再生色谱柱等；
  - (4) 仪器的固有性能：一台仪器有它的固有性能，出厂时已确定，随着使用时间的推移主要性能指标会不断降低，衰退速度与仪器的安全、合理和正确使用有很大关系，为了

延长仪器寿命，首要工作是做好日常仪器维护与保养，例如：气体纯度的选择。

### 二. 本讲的中心内容：

1. 载气和辅助气的种类，性质和纯度对仪器性能和分析的影响；
2. 气体的纯度和净化；
3. 气源的种类，不同气源的优缺点和选用；
4. 如何保证高纯气体不被二次污染等。

### 三. 说明：

在内容介绍中，因以实用技术为原则，可能有的实践经验或例举的实例会有不妥之处，欢迎给以指正和参与讨论。

## 第一节 载气和辅助气在 GC 操作和分析应用中的意义

### 一. 载气在气相色谱仪中的作用：

1. 在色谱分离过程中，推动样品组分在色谱柱中运动的动力；
2. 参与样品组分的分离，不同载气 ( $N_2$ ,  $He$ ,  $H_2$ ) 性质不同，影响组分分离度也有很大不同；
3. 依据检测器工作原理不同，参与检测器将组分量 (浓度和质量) 转换成电信号作用程度也不同，如：TCD 灵敏度要求组分与载气本身的热传导系数相差越大灵敏度越高；FID 中载气分子另一个作用是降低组分电离过程中电子能量，以减小复合效率而提高 FID 灵敏度；
4. 满足某些特殊检测器操作需要，如：ECD 要求氦 (氩) + 甲烷、脉冲放电 PID 要求载气氩中添加氦或氙气等；

### 二. 辅助气在气相色谱仪中的作用：

#### 1. 尾吹气

- (1) 在毛细管分析中，一般载气每分钟仅 1~几毫升，为了减小柱出口到检测器这一段的柱外效应，要在柱出口填加几十毫升/分的补充气，有利于防止组分峰的扩散提高分辨率；
- (2) 不同工作原理的检测器，为达到最佳的工作状态，要求的尾吹气种类和大小不同，如：FID 为达到最佳灵敏度和稳定性需要有一合适的氮、氢、空气比；为了减小 ECD 响应时间大的不利影响，流过 ECD 池的流量需加补充气，且应足够大等；

#### 2. 参与建立不同检测器稳定的电离电源

FID 氢气、空气和载气 ( $N_2$ ,  $He$ ) 按一定比例形成富氧焰；FPD 用上述三种气按比例形成富氢焰；NPD 碱珠在一定的氢和空气气氛中形成含磷、含氮化合物的高电离效率等；

#### 3. 提供被分析组分转化成某些物质过程的需要，如 $CO$ 、 $CO_2$ 转化成甲烷，必须通氢气；

另外：加大某种辅助气流量，以便携带被分析组分或产物尽快排离检测器以增加稳定性等；

### 三. 气相色谱仪对所用气体的基本要求：

1. 惰性 (不与样品或固定相发生化学反应)、无腐蚀性、无毒无味，在  $200\sim 500^\circ C$  内不分解和变质；
2. 气体扩散性小，以提高柱效率；
3. 容易得到并易净化；
4. 价格便宜；
5. 满足不同工作原理检测器的需要。

### 四. 常用气体的种类和一般性质:

气相色谱仪常用气体主要有氮气、氢气、氦气、氩气、氧气和空气,了解这些气体的主要性质,对于色谱操作中的安全,正确使用是有益的。

#### 1. 氢气 ( $H_2$ )

氢气 ( $H_2$ ) 在常温下是一种无色、无嗅、无味的可燃气体,对空气的比重为 0.06952,是已知物质中比重最小的物质。氢气很难液化,液态氢透明无色,比重 0.070,沸点 $-252.8^{\circ}C$ ,可用来获得低温或用来获得高温燃料。氢的熔点为 $-259.1^{\circ}C$ ,氢可以被多种金属吸收,如镍、铂、钯等。其中钯的吸收能力最强,一体积的钯可吸收 900 个体积的氢。“固体”氢就是根据此原理制作的。氢的渗透性很强,在常温下可透过橡皮,但不能透过玻璃,因此,载气管路不能用橡胶和某些塑料管。氢气还能透过炙热的铜、镍、铁等金属,在  $240^{\circ}C$  时可透过钯。氢气在空气中燃烧是淡蓝色火焰。氢氧混合物具有爆炸性,两分氢和一分氧的混合物称为爆鸣气,爆鸣气在火星、火焰或  $700^{\circ}C$  以上的高温作用下发生爆炸。氢气和其他气体比例的混合物仍有爆炸危险,其爆炸极限(体积比): 上限:  $96\%H_2$   $4\%O_2$ , 下限:  $5\%H_2$   $95\%O_2$ ;

氢气和空气的混合物也具有爆炸性,其爆炸极限(体积比): 上限:  $73.5\%H_2$   $26.5\%$  空气, 下限:  $5\%H_2$   $95\%$  空气。氢很容易与其他非金属元素化合如:  $HCl$ 、 $NH_3$ 等,也能生成金属氢化物,如:  $NaH$  或  $KH$ 。氢是一种强还原剂,许多重金属的氧化物,如氧化铜( $CuO$ )和氧化铅( $PbO$ )等在氢气中加热能析出相应的金属铜或铅等。在催化剂的作用下,氢能同各种有机化合物化合。另外氢有三种同位素: 氕、氘、氚,氕称为重氢,氚称为超重氢。

#### 2. 氮气 ( $N_2$ )

它在常温下是无色、无嗅、无味的气体。比重 0.9673,沸点 $-195.8^{\circ}C$ ,熔点 $-209.86^{\circ}C$ ,稍溶于水和乙醇。氮气约占空气的  $4/5$ 。氮不活泼,但加热时能与锂、镁、钙、钛等金属化合。高温下,能直接与氧、氢化合。在雷电作用下,空气中的氧和氮能化合成一氧化氮( $NO$ )。值得指出的是氮和某种气体比,热传导系是非线性的;

#### 3. 氦气 ( $He$ )

无色稀有气体,在空气中的含量为  $4.6 \times 10^{-4}\%$ 。比重 0.7785,沸点 $-268.9^{\circ}C$ ,熔点 $-272.2^{\circ}C$ 。氦是最难液化的惰性气体,不能燃烧,也不助燃。氦常用作填充气和保护气。工业上可由天然气中提取,也可由空气分馏塔的氦、氦混合气中提取。我国天然气中含氦气较低,提取费力,因此价格较贵。最大优点是操作安全。

#### 4. 氩气 ( $Ar$ )

无色的稀有气体,在空气中的含量 0.93%,比重 1.7873,沸点 $-185.7^{\circ}C$ ,熔点 $-189.2^{\circ}C$ 。氩也是惰性气体,不燃烧,也不助燃。氩也常用作填充气体和保护气体。工业上多从空气分馏塔中的含氩馏分中提取氩。先经氩分馏塔提取粗氩,然后经化学反应及物理吸附除掉氧和氮等杂质制得纯氩。在操作 TCD 时,有条件采用氩气比氮气优点多。

#### 5. 氧气 ( $O_2$ )

氧在常温下是无色、无味、无嗅的气体,比重 1.429,沸点 $-183^{\circ}C$ ,熔点 $-218.4^{\circ}C$ ,能被液化和固化。液氧呈天蓝色,固氧呈蓝色晶体。氧气略能溶于水,氧广泛存在于自然界中,约占地壳总重量的一半,空气中含氧约五分之一。氧气的化学性质比较活泼,在高温下能与除金、铂等金属及惰性气体以外的其它元素化合,同时放出大量的热。氧本身不能燃烧,但能助燃,故称助燃气体。是各种可燃物质燃烧时不可缺少的元素。氧-乙炔火焰的温度高达  $2500-3000^{\circ}C$ ,可以熔化除钨以外的任何金属,故工业上广泛应用氧-乙炔焰来切割和熔焊金属。氧气在 GC 操作中是双刃剑……。

## 6. 空气

空气是一种复杂的混合物，由多种气体组成。详见下表，除表中组成外，空气还含有少量的水蒸气、乙炔、甲烷、二氧化氮和一氧化碳等气体。其中，二氧化碳CO<sub>2</sub>和氩气在GC分析具有特别意义……。

表 3-1 干燥空气的组成

组 成	体 积%	重 量%
氮 N <sub>2</sub>	78.03	75.6
二氧化碳CO <sub>2</sub>	<u>0.03</u>	0.046
氩 Ar	<u>0.952</u>	1.286
氖 Ne	$(1.5 \sim 1.8) \times 10^{-3}$	$1.2 \times 10^{-3}$
氦 He	$(4.6 \sim 5.3) \times 10^{-4}$	$7 \times 10^{-5}$
氪 Kr	$1.8 \times 10^{-4}$	$3 \times 10^{-4}$
氙 Xe	$8 \times 10^{-6}$	$4 \times 10^{-5}$
氢 H <sub>2</sub>	$5 \times 10^{-5}$	$3.6 \times 10^{-6}$
氧 O <sub>2</sub>	20.93	23.1
臭氧 O <sub>3</sub>	$(1 \sim 2) \times 10^{-6}$	$2 \times 10^{-5}$

## 五. 常用气体的纯度对仪器性能和分析的影响：

一般讲，依据分析对象、色谱柱的类型、操作仪器的档次和所配检测器，使用不合要求的低纯度气体，产生的不良影响有以下几种可能：

1. 样品失真或消失：如H<sub>2</sub>O气使氯硅样品水解；
2. 色谱柱失效：H<sub>2</sub>O和CO<sub>2</sub>使分子筛柱失去活性；H<sub>2</sub>O气使聚脂类固定液分解；O<sub>2</sub>使PEG固定液断链；
3. 有时某些气体杂质和固定液相互作用而产生假峰；
4. 对柱保留特性的影响：如：H<sub>2</sub>O对聚乙二醇等亲水性固定液的保留指数会有所增；载气中氧含量过高时，无论是极性或是非极性固定液柱的保留特性，都会产生变化，使用时间越长影响越大；
5. 检测器：
  - (1) TCD：信噪比减小、无法调另、线性变窄、文献中的校正因子不能使用。氧含量过大，在元件工作在高温时，加速老化，减少寿命；
  - (2) FID：特别是在Dt≤1×10<sup>-11</sup>g/秒下操作时，CH<sub>4</sub>等有机烃类杂质会使基流激增，噪声加大不能进行微量分析；
  - (3) ECD：载气中的氧和水对检测器的正常工作的影响在所有检测器中最大。在不同的供电工作方式中，脉冲供电比直流电压供电影响大、固定基流脉冲调制式供电比脉冲供电影响大。这就是为什么目前诸多在操作固定基流脉冲调制式ECD时，在载气纯度低时，必须把载气纯度选择开关从“标准氮”拨到“污染氮”位置的原因。大家会发现在“污染氮”位置情况下操作，不但灵敏度变低，而且线性亦变窄了。实践证明，在操作ECD时，载气中的水含量应低于0.02ppm，氧低于1ppm时方可达到较理想的性能。值得指出的是，实操中，多次发现由于仪器的过滤器失效或调节气路系统被污染而造成的对载气的二次污染，至使ECD基频大幅度增加，信噪比减小的现象；
  - (4) PID、FPD和NPD等常用检测器，由于他们属于选择性检测器，操作时要根据

分析要求，注意将载气和辅助气中所含检测器敏感物质的去除；

6. 气体中的烃类在低温时，在气路系统中被吸附浓缩，在温度变化时会导致色谱图中出现“鬼峰”或漂移；
7. 载气中的某些杂质，在低温时保留在色谱柱中，当程序升温操作时，不但引起基线漂移，还可能在谱图上出现比较宽的“假峰”；
8. 其他影响：
  - (1) 各类过滤器加速失效；
  - (2) 调节阀(稳压阀、稳流阀、针形阀等)被污染，调节气阻堵塞，调节精度降低或失灵；
  - (3) 气路系统被污染，若要恢复仪器在高灵敏度情况下操作，有时要吹洗很长时间(可能一周以上)，污染严重时有时再也无法恢复仪器的原性能；
  - (4) 实践表明，对 ECD 和 TCD 等检测器的寿命影响最明显，应引起特别注意。

### 六. 常规操作 TCD、FID、ECD 三种检测器时，对气体纯度的基本要求：

下述推荐具体气体纯度通常用于常规分析，对于要求高灵敏度的痕量分析时，需使用更高纯度的气体。另外，仪器接入气源时，一定要做到心中有数，决不能随意接入，否则会造成 ECD、甲烷化装置等的损伤或信噪比减小到无法使用。对于新购气源，要经过纯度核查后再加入仪器（特别是某些特除分析或检测器操作）。其他检测器可根据分析要求作为参考。

1. TCD 氮做载气：至少纯度为 99.995% 杂质含量分别为：氦<10ppm 氮 <10ppm  
氧<2.5 ppm 氩<0.1 ppm 二氧化碳<0.25 ppm  
氢做载气：至少纯度为 99.995% 杂质含量分别为：氮<1 ppm 氧<5 ppm 二氧化碳<1 ppm 水<5 ppm 总烃<1 ppm
2. FID 氮做载气：至少纯度为 99.998% 杂质含量分别为：氢<1 ppm 氧<1ppm 氩<10ppm 二氧化碳<1 ppm 水<5 ppm 甲烷<1 ppm  
氢气：同 TCD  
空气：呼吸级杂质：氩、氮、水、氦和氖均小于 1% 二氧化碳<500 ppm 一氧化碳<10ppm 总烃<0.02 ppm 甲烷<20 ppm
3. ECD 氮做载气：至少纯度为 99.998% 典型杂质同 FID。

## 第二节 选择气体的一般原则

### 一. 载气和辅助气体的种类和纯度如何选择的几点基本考虑：

通常在建立色谱分析方法时，载气和辅助气的种类和纯度要统筹加以考虑和选择，一般建议在满足分析要求的前提下，尽可能选用纯度较高的气体，这样不但会提高（保持）仪器的高灵敏度，而且会延长色谱柱和整台仪器（气路控制部件，气体过滤器等）的寿命。实践证明，作为中高档仪器，长期使用较低纯度的气体气源，一旦要求分析低浓度的样品时，要想恢复仪器的高灵敏度有时十分困难。当然，对于低档仪器，作常量或半微量分析，选用高纯度的气体，不但增加了运行成本，有时还增加了气路的复杂性，更容易出现漏气或其他的问题而影响仪器的正常操作。另外，为了某些特殊的分析目的要求，特意在载气中加入某些“不纯物”，如：分析极性化合物添加适量的水蒸气；操作火焰光度检测器时，为了提高分析硫化物的灵敏度，而添加微量硫；操作氦离子化检测器，要求氦的含量必须在 5~25ppm，否则会在分析氢、氮和

氩气时产生负峰或“W”形峰等。作为一般选择气体种类和纯度原则，主要考虑：

1. 分析要求；
2. 仪器要求；
3. 操作环境；
4. 实验室条件；
5. 其他。

## 二. 分析要求：

1. 定量分析比定性或半定量分析要求高；
2. 分析的最小检测浓度越低要求越高，即微量分析比常量分析要求高。一般讲，气体中的杂质含量必须低于被分析组分的含量，如果用 TCD 分析 10ppm 的 CO，则载气中的杂质总含量不得超过 10ppm，因为 99.999% 纯度的气体则含 0.001% 的杂质，相当于 10ppm，所以对于 10ppm 的痕量分析，载气的纯度应高于 99.999%。下表列出了检测不同组分浓度时，对载气和辅助气纯度的较理想要求，可供选用气体纯度时参考。

载气和辅助气的纯度与检测组分浓度的关系

气体类型	功能	检测限的要求			
		痕量 (0~1μl/L)	1~ 10 <sup>3</sup> μl/L	10 <sup>3</sup> μl/L~ 1%	1% ~100%
氢气	载气或 检测器 燃烧气	99.9999%	99.9995%	99.9995%	99.999%
甲烷/氩 气或氦 气	ECD 用 载气或 尾吹气	99.9999%	99.9999%	99.9999%	
空气	助燃气	99.9995%	99.9995%	99.9995%	99.999%
氦气或 氩气	载气或 尾吹气	99.9999%	99.9995%	99.9995%	99.999%

3. 程序升温分析比恒温分析要求高；
4. 毛细管柱分析比填充柱分析要求高；
5. 极性柱比非极性柱要求高；
6. 普通柱比交联（键合）柱要求高；
7. 分析周期短，工作效率高（杂质干扰小）；
8. 样品与组分之间应有足够的分辨率；
9. 样品中被分析的组分性质不同要求不同；
10. 样品前处理方法和程度对仪器要求和气体纯度要求也存在很大差别（如：TOVC 分析）等。

## 三. 仪器要求：

1. 浓度型检测器比质量型检测器要求高；
2. 选择性检测器对敏感物质要求高；

3. 配有甲烷装置的FID比单FID操作的，对载气中的微量CO和CO<sub>2</sub>要求含量低；
4. 从仪器寿命和保持仪器的高灵敏度讲，中高档仪器比低当仪器要求高；
5. ECD 供电方法不同要求也不相同；
6. 从对仪器损伤考虑；

三. 操作环境：

1. 对操作环境安全考虑；
2. 对操作人员有无伤害；
3. 运行成本高低。

四. 实验室条件：

1. 常用检测器选用不同种类载气的优缺点：

给出常用检测器选用不同种类载气的优缺点

检测器	H <sub>2</sub>	He	N <sub>2</sub>	Ar
TCD	灵敏度高，成本低，危险性大。	灵敏度中等，安全，成本高	大多数样品灵敏度低，易出“N”“W”峰，成本低。	峰形好，灵敏度低，成本低。
FID	分析周期短，成本低，危险性大。	安全，分析周期短，成本高。	峰形好，可调流量范围窄，成本低，安全。	高纯度时，比氮气成本高
ECD	氘源有损寿命，基流大，不宜用。	需加甲烷运行，成本高，麻烦，但分析时间短。	流量范围选择窄，有利于提高分离度，且成本低。	需加甲烷，成本高，麻烦。

2. 某些特殊的检测器选择载气种类，受到一定的限制，如：HID 必须用 He 作载气；脉冲放电检测器用载气 He 时，必须加入某些稀有气体等；
3. 无条件时，只能降低分析要求和以仪器减少寿命为代价。

五. 其他：

载气和辅助气的种类选择，通常在建立色谱分析方法时，统筹加以考虑和选择，但有时可能未必合理，也可根据现有实验室条件加以调整（特别是一些老的分析标准）。选用辅助气，不同种类有利有弊，如：FID用氧助燃灵敏度略高，但危险，且成本略高，用N<sub>2</sub>+O<sub>2</sub>人造空气纯净度高，但成本也高；FPD用氧助燃调节使用方便灵敏度高，但对铝件有腐蚀作用。具体选用可根据自身现有条件加以考虑。

### 第三节 气体的净化与过滤器

一. 气体中主要净化除去的物质和气体的净化剂的种类：

如前所说，气相色谱仪使用的载气和辅助气体的纯度对仪器性能和分析的影响，依据不

同情况，存在很大不同。气体不纯中的主要污染物有水、氧和烃类，其次还有H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>、CO、CO<sub>2</sub>等，有些比较脏的气体，还存在机械杂质或某一些非挥发物颗粒。常用的净化剂主要有以下几种：

- (1) 分子筛 4A、5A (13X)等；
- (2) 硅胶；
- (3) 活性炭；
- (4) 五氧化二磷（或氯化钙）；
- (5) 碱石棉；
- (6) 含金属的除氧净化剂。

二. 常用的净化剂和活化方法：

1. 分子筛 4A、5A(13X)主要用于除烃、水、H<sub>2</sub>S或油污等；分子筛活化常用有两种方法：

- (1) 在空气中加热 520~560℃，烘烤 3~4 小时，冷却密封保存待用。活化最好不要超过 680℃，避免结构被破坏。分子筛活化不彻底，残留的水分会影响除水效率，残留的水分越少，则除水的效率越高；
- (2) 装在过滤器中的分子筛，350℃通氮气活化 6 小时（也可用真空泵抽的方法）。

下表给出 4A、5A 分子筛用于净化时，能吸附和不能吸附的物质：

4A 和 5A 分子筛的净化特性

4A、5A 能吸附的物质	5A 能吸附 4A 不能吸附物质	4A、5A 均不能吸附的物质
H <sub>2</sub> O、CO <sub>2</sub> 、CO、H <sub>2</sub> S、SO <sub>2</sub> 、NH <sub>3</sub> 、N <sub>2</sub> 、O <sub>2</sub> 、CH <sub>4</sub> 、甲醇、乙醇、乙烷、乙烯、乙炔、丙烯、正丙醇、环氧乙烷。N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 要低于-30℃时吸附。	C <sub>3</sub> -C <sub>14</sub> 烷烃、C <sub>4</sub> =~较高的烯烃、正丁醇及较高级正构醇、环丙烷、氟列昂-12。	异丁烷、异构烷、异丙醇及所有有异、仲、醇、苯及芳烃环己烷、及所有四元环、HCl <sub>4</sub> 、六氯丁二烯、氟列昂-11、六氟化硫、四氟化硼、分子大于 50A 的物质。

4. 硅胶：

主要作用除水或烃类。普通硅胶粉碎过筛后，用 6N 盐酸浸泡 1~2 小时，然后用蒸馏水浸至无氯离子，180℃烘烤至全部变成蓝色，冷却封装待用；

5. 活性炭：

主要作用是除烃类，下表给出了活性炭对各种烃类的吸附效果。制作方法，一般用非色谱柱用活性炭粉碎过筛，用苯浸泡几次除去硫黄、焦油等杂质后，在 380℃下通以过热水蒸汽，吹至乳白色物质消失为止，密封保存。使用前，160℃烘烤 2 小时即可使用；

活性炭对各种烃类的吸附效果

物 质	效 率	物 质	效 率
丙酮	极好	溶解的油	极好
次氯酸	极好	硝基苯	极好
乙醇	极好	硝基甲苯	极好
胺类	很好	乙酸乙酯	极好
无机酸类	无	乙醇	极好
氨	差	有机酸	极好
碘	极好	氯乙烷	极好
乙酸戊酯	极好	草酸	极好
乙酸异丙脂	极好	乙醚	极好
戊醇	极好	臭氧	极好
异丙醇	极好	氟化物	差
苯	极好	酚	极好
酮类	极好	醛	差
乙酸丁酯	极好	高锰酸钾	极好
丁醇	极好	乙酸丙脂	极好
乳酸	极好	乙二醇	极好
有机副产物	很好	丙醇	极好
来苏儿	极好	氯丙烷	极好
次氯酸钙	极好	溴化氢	满意
硫醇	极好	氯化氢	差
二氧化碳	无	次氯酸钠	极好
乙酸甲酯	极好	氟化氢	无
氯苯	极好	溶剂	极好
甲醇	极好	碘化氢	满意
氯	极好	硫酸	满意
溴甲烷	极好	硒化氢	满意
氯代酚	极好	硫化氢	满意
氯甲烷	极好	甲苯	极好
叶绿素	极好	三氯乙烯	极好
甲乙酮	极好	二甲苯	极好
甲酚	极好		

#### 6. 含金属除氧净化剂:

工作原理: 氧气或氧化物与氧化锰硅酸盐上的高活性金属反应生成氧化锰(而不是把它转化成为另一种污染物)而除去, 且可以除去一定的水而不影响除氧性能。含金属除氧净化剂除用于除去 $N_2$ 、 $H_2$ 和 $Ar$ 所含微量氧外, 对 $H_2$ 烃类、烯烃类、芳香烃类气体、低沸点的芳香族化合物、 $CO$ 、 $CO_2$ 、 $Ar / CH_4$ 中的 $O_2$ 均可净化到15ppb。另外, 除氧反应还逐渐会使净化剂的颜色从浅绿色变成饱和时的深绿色, 这点有利观察净化剂是否失效。

#### 三. 净化过滤器的分类和使用:

由于着眼点不同，净化过滤器的分类方法有多种，可根据不同要求或使用目的，从不同角度选择或使用适合自己的净化器。

### 1. 用于不同位置

- (1) 用于气源与色谱仪之间——统称为总净化器；
- (2) 用于总净化器与仪器之间——称专用净化器，如除 $O_2$ 或 $CO_2$ 等；
- (3) 在气路管线中——称管路净化器，大部分用于再除烃或特殊物质的净化。它一般装在各支路如汽化室之前，内装活性炭和分子筛，除起过滤作用外，还可在因更换色谱柱和注射垫打开气路系统时，保护载气系统不受空气中水汽、氧或痕量有机化合物的污染。建议在TCD和ECD中必备，其他检测器可以选用。它的尺寸比总过滤器容积要小，一般外径在10毫米，长150毫米左右（一般易被人忽略，且造成气体二次污染）；
- (4) 不锈钢粉末冶金微孔净化器——除去机械杂质或不挥发的固体颗粒，常安装在净化器的两端或气体调节阀的入口。微孔的直径在10微米左右，使用中要经常注意是否堵塞，以防阻力太大，影响压力、流量的调节与供给；

### 2. 去杂质不同：

除去水、烃类、 $O_2$ 、CO、 $CO_2$ 或 $H_2S$ 等不同，又分单一目的还是复合目的，如：可除 $O_2/H_2O$ 或烃/水等；

### 3. 形状与连接尺寸规格不同（如：公制或英制）；

### 4. 净化管材不同：

有不锈钢、铝、厚壁硼硅玻璃、塑料（其中聚碳酸酯和聚丙烯酸酯比，从重量和抗氧化能力等方面较好）；

### 5. 净化容量不同：

总净化器比管路净化的容量大得多，有的相差数十倍，再大可以供给整个实验室用气流的净化或几台GC的净化共用；

### 6. 净化深度不同：

净化气体的深度可从99.99%~99.99999%；

### 7. 失效后净化器能否再生或重填（显然能再生或重填属于经济型）；

### 8. 带失效的指示标志的净化剂或专用的指示净化器——预防净化器失效后无法感知，造成二次气体污染，例如：

- (1). 干燥指示型硅胶，当流出气体相对湿度 $>40\%$ 时，指示剂明显的由蓝色变成粉红色；
- (2). 把小型带指示标志的除 $O_2$ 净化器，接在大型无指示的除 $O_2$ 净化器之后，以免大型除 $O_2$ 净化器在失效后，造成污染；

### 9. 专用于气路系统大型净化装置：

- (1) 组合型：通常配有除水、除烃、除氧和除氧指示管等组合成一个净化系统，而且配有切换阀，在更换任何一种净化管时，可以不必断开仪器的供气，一可防止污染气路，二可缩短仪器再启动时间；
- (2) 整体型：在一个大净化器中装有多种净化剂，可以从 $He$ （或 $H_2$ 、 $N_2$ ，但净化剂略有不同）中除去 $O_2$ 、烃类、 $H_2O$ 、 $CO_2$ 、CO等，净化深度可小于100ppb；

### 10. 净化器使用温度：

虽然目前很少在用低温或高温工作条件下除去气体中杂质，但特殊分析领域（如气体分析），为了提高净化剂的吸附特性，低温（液氮）还是一种较好的深度净化的方法。但应注意任何净化剂的吸附效率也是有限度的，特别是对于被净化气体太脏时。另外，当选用低温净化时，若气体中某些杂质在净化器中会冷凝，而这些杂质又是分析对象时，选用低温净化方法要主意；

### 11. 净化器使用注意事项:

- (1) 新购过滤器中一般内封 $N_2$ ，不能随意放掉或把接头松开;
- (2) 净化过滤器应垂直使用，原则上进气应从上至下;
- (3) 单一的过滤器，应按标出的进出气箭头连接;
- (4) 多种过滤器同时使用时一般顺序为：  
除水——除烃类——带指示的除 $O_2$ 过滤器;
- (5) 允许再生的过滤器，活化时一定要把出气口接为进气口；
- (6) 除氧过滤器安装时：
  - ① 在通有 $N_2$ 情况下安装;
  - ② 先接进气口，此时不得打开出气口;
  - ③ 在通有 $N_2$ 情况下安装出气口;
- (7) 允许再填充的过滤器，净化剂一定去粉尘后填充，过滤器两端要堵塞足够的玻璃棉（或脱脂棉），以防颗粒物进入仪器调节阀中，影响调节性能;

### 四. 如何防止纯净气体被二次污染:

1. 过滤器的及时更换或活化，特别是管路净化器（操作选择性检测器）;
2. 气路管材的选择;

目前用于气相色谱仪的气路管材主要有：塑料、不锈钢和紫铜三大类，在选用时要根据仪器的性能高低，分析要求和使用方便性三方面综合考虑。

- (1) 塑料材质主要有：聚氯乙烯、聚乙烯、尼龙和聚四氟乙烯等。任何塑料管都有透气性，并且本身还会释放出有害气体，会造成对通入气体的二次污染。另外，耐压也低（ $< 0.6\text{MPa}$ ），因此选用时应特别注意以下几点：

- ① 气相色谱仪内部或室外不易使用;
- ② 操作那些对塑料释放气敏感的检测器（如：ECD），绝对不允许用塑料管（哪怕是很短的进气管）;
- ③ 特别是在温度变差大的地方不易使用，若选用应注意定时检漏;
- ④ 为了方便，在分析要求不高的情况下可以选用，但要通过试验，确保对分析无干扰。为了安全，也不易使用过长;
- ⑤ 为了增加密封可靠性，使用中不要忘记，在两端插入约 20mm 左右金属衬管;

#### (2) 不锈钢管

无论从哪个角度看，最适合于气相色谱仪，内与外用气路管材，但在选用时应注意：

- ① 条件允许，尽量选用外径小的管材比较好，即 $\Phi 1.6$ 、 $\Phi 2$ 、 $\Phi 3$ 或 $\Phi 4$ 等，但管壁厚不易小于 0.5mm;
- ② 不锈钢管生产中，有软态和硬态两种，一般选用软态为好;
- ③ 不锈钢管内的干净程度和生产工艺有关，使用前最好把一端锉一个平面检查，若内壁发黑有明显的污物，绝对不能使用。实践证明，脏管无论如何，也无法用清洗方法再洗干净；对于内壁光亮干净的管使用前，不建议再用酸、碱或溶剂清洗，实践证明，有时反而造成了不必要的各种污染，比较适用的方法是用干净的 $N_2$ 气吹洗几秒钟;
- ④ 保存干净管时，一定防止机械杂质或灰尘进入管内，这些污物是造成各种控制阀失调的主要原因;
- ⑤ 不锈钢管耐压可达几 MPa，使用中漏气主要来自于连接密封性。管路密封材料常用金属、橡胶和塑料。由于对密封性和使用方便性要求各异，要视情况自己选用。有条件的最好采用金属连接密封，原则讲，可以做到一劳永逸;

(3) 紫铜管材和不锈钢管材基本一样，也适合做仪器内外管路，但管的规格较少，一般仅有 $\Phi 3 \times 0.5\text{mm}$ 。另外，铜的抗腐蚀性差，作为仪器的进气管路时，不应在室外使用。

### 3. 气路其它元器件干净程度的要求：

原则上讲，色谱仪直接进样时，最小检测量已达 $10^{-13}\text{g}$ ，为此载气的纯度要求已超过5个9，因此希望所用气路控制部件、压力表、管路和连接密封垫的干净程度，绝不能对载气造成二次污染，或者说污染物至少应和分析组分含量同数量级，当然在实际操作时，由于分析要求不同，可以视实情降低要求。尽量使全气路保持高清洁度，它的好处是可延长各部件的寿命，特别是检测器。并有利于再分析低浓度样品时，加快仪器恢复高灵敏度工作状态；更换气路中的接头、压环和密封垫时，也要注意按要求清洗、烘干等以保证纯净。

### 4. 气路系统密封的要求：

气路系统漏气不但会二次污染气体，且有一下害处，操作GC时要保持气路系统足够的密封性。

- (1) 基线稳定性变差；
- (2) 信/噪比减小，最小检测浓度可能达不到要求；
- (3) 在程序升温分析时出现“鬼峰”；
- (4) 分析重复性变差；
- (5) 对 $\text{O}_2$ 敏感的ECD，性能大幅度降低（灵敏度降低和线性范围减小）；
- (6) 对色谱柱影响，尤其是极性色谱柱寿命；
- (7) 浪费气，若使用 $\text{H}_2$ 会发生危险。

### 5. 对气路系统密封性要求：

我们会发现不同仪器安装使用说明和资料中，关于密封性要求指标存在很大不同，这是因为：

- (1) 每种仪器的气路的总容量和检漏方法不同；
- (2) 仪器性能高低和分析要求不同（分析灵敏度，定量精度）；
- (3) 操作的检测器不同；
- (4) 使用色谱柱固定液性质不同；
- (5) 分析技术（程序升温分析还是恒温分析）；
- (6)  $\text{H}_2$ 气路严于其它气体；

具体密封要求，要根据实际情况具体确定，一般讲如使用 $\text{H}_2$ 气检漏，内密封压力0.15MPa时，10分钟内压力降应小于1千Pa。

## 第四节 气源种类和选用

气源在气相色谱仪上是提供载气和辅助气的。目前用于仪器的气源主要有两大类：高压气体钢瓶和气体发生器。二种气源各有不同的优缺点和适应范围，具体选用那种气源，如前所述要根据：1. 分析要求；2. 仪器要求；3. 操作环境；4. 实验室条件等统筹加以考虑。

### 一. 高压气体钢瓶

色谱常用的载气和辅助气体， $\text{H}_2$ 、 $\text{He}$ 、 $\text{N}_2$ 、 $\text{Ar}$ 、 $\text{O}_2$ 、空气和甲烷等都可以储存在高压气瓶中，为了增加容量或者说延长使用时间通常均施以高压。高压气体钢瓶最高压力分为：15MPa、20MPa、30MPa三种，容量分别为：2升、4升、8升，20升、40升、50升等。作为气相色谱仪气源，常采用的高压气体钢瓶的规格一般为：压力：15MPa；容量：40升。采用高

压气体钢瓶的优缺点：供气稳定、纯度高、质量有保证、种类齐全（如He或 Ar等目前无有发生器装置）、安装容易更换方便、投资小、运行成本低、维修量小、净化器简单；主要不足是，当地要有供应源，否则更换不方便；有一定危险性，需要配置单独存放的地方；另外，为了安全还必须建立一整套安全使用措施。

钢瓶气正常情况时，可使用时间估算如下：设瓶容量是 40 升，压力为 15Mpa，流量为 50 毫升/分，一天工作 8 小时，则一瓶气使用的天数约为：

$$M = \frac{40 \times 1000 \times 150}{8 \times 60 \times 50} = 250 \text{ 天}$$

从以上计算可以看出，只要不漏气（特别是瓶的高压总开关处），一瓶气可以使用几个月，因此在使用钢瓶作气源时，一定要严防漏气。漏气不仅浪费了气体，若氢气漏气还会造成事故。

### 1. 对气瓶附件的主要要求

- (1) 钢瓶材料必须根据所装气体的性质选用。瓶阀侧面接头的连接螺纹应能有效防止可燃气体与非可燃气体错装；
- (2) 氧气瓶的瓶嘴密封材料必须采用不燃烧和无油脂的材料；
- (3) 瓶阀应有防护装置，如气瓶配载瓶帽，瓶帽上必须有通气孔；
- (4) 瓶上应配有两个防震圈；
- (5) 新的气瓶，必须在肩部和护罩位置，打有钢印；
- (6) 各种气瓶必须按表所规定进行漆色和标注气体名称下表所示。

气瓶漆色和 气体名称标注

序号	气瓶名称	化学式	外表面颜色	字样	字样颜色	色环 Mpa
1	氢	H <sub>2</sub>	深绿	氢	红	P=15 不加色环; P=20 黄色环一道; P=30 黄色环二道;
2	氧	O <sub>2</sub>	天蓝	氧	黑	P=15 不加色环; P=20 白色环一道; P=30 白色环二道;
5	空气		黑	空气	白	P=15 不加色环; P=20 白色环一道;
6	氮	N <sub>2</sub>	黑	氮	黄	P=15 白色环一道; P=30 白色环二道;

## 2. 气瓶的校验

各种气瓶必须定期进行技术校验，盛装一般气的气瓶三年校验一次，盛装惰性气体的气瓶每五年校验一次；盛装腐蚀性介质的气瓶，每二年校验一次。气瓶在使用过程中，如发现严重腐蚀或严重损伤时，应提前进行校验。气瓶经技术校验，有下列情况之一时必须降压使用或报废。

- (1) 瓶壁有裂纹、渗漏或明显变形的；
- (2) 经测量最小壁厚不能按原设计压力使用（可降压使用）；
- (3) 高压气瓶的容积残余变形率大于 10%的。

## 3. 气瓶使用注意事项

- (1) 没有铅封的减压阀禁止使用。发现漏气、失灵、失准的应立即检修；
- (2) 使用气瓶中的气体，必须通过减压阀，严禁直接取用。减压阀右旋开启，这与高压阀相反。气瓶应尽量做到专用，使用单位需要将气瓶改装其它气体时，必须取得充气单位的同意；
- (3) 气瓶的漆色必须经常保持它的完好，且不得任意涂改。气瓶的日常漆色工作，由充气单位或专业检验单位负责进行；
- (4) 禁止敲打，碰撞；
- (5) 瓶阀冻结时，不能用火烤；
- (6) 气瓶不得靠近热源、可燃、助燃性气体，气瓶与明火的距离一般不得小于 10 米；
- (7) 与热源距离应大于 1 米；
- (8) 不得用电磁起重机搬运；
- (9) 夏季要防止日光暴晒；
- (10) 氧气瓶的瓶身和瓶嘴严禁沾油；
- (11) 瓶内气体不得用尽，必须留有不小于 1.5Mpa 的剩余压力，并拧好瓶帽后存放；
- (12) 气瓶顶部开关阀为反时针打开，一般旋开 1~2 圈即可，若漏气可多旋开几圈，若仍有漏气应送专门维修单位处理；
- (13) 安装减压阀的搬手，最好用铜质或钢质镀铜；
- (14) 装减压阀前，应先开总气阀一二次，以吹掉气瓶口上的潮气与泥土，注意每次放气时时

间仅 1~2 秒钟；

- (15) 一般氢气和危险性气体气瓶装减压阀的螺纹为左旋螺纹（逆时针旋转）。为确保安全，安装螺纹数要旋过三分之二处；
- (16) 试开气瓶时，瓶嘴不能对人，操作者也应站在气瓶接嘴的侧面。一般操作步骤应是：首先核实低压阀门是否关闭，然后开启高压阀，再开低压阀，以防冲坏减压阀或伤人；
- (17) 不用气时，先关高压再放掉气体，然后把低压阀杆旋松关闭，以防减压阀中的弹簧长时间压缩失灵；
- (18) 一般每个减压阀只能用一种气体，不得混用；
- (19) 可燃气体不得直接从减压阀输出口点火，中间应装消火器，以防回火爆炸。

#### 4. 运输气瓶时应注意的事项

- (1) 气瓶上应有防震垫圈，旋紧螺帽、轻装轻卸、严禁抛滑碰击；
- (2) 气瓶装车应固定，一般应横向放置，装车高度不得超过车厢高度；
- (3) 夏季要设法遮蔽阳光，防止暴晒；
- (4) 车上严禁烟火，运输可燃有毒气体气瓶时，车上应备有灭火器材或防毒用具；
- (5) 易燃、油脂和一些有油污的物品，不得与氧气瓶或强氧化剂气瓶同车运输；
- (6) 气体相互接触后，能引起燃烧或爆炸的两种气体气瓶不得同车运输；

#### 5. 储存气瓶应注意事项

- (1) 旋紧瓶帽、放置整齐、留有通道、妥善固定。气瓶卧放应防止滚动，头部朝向一致。高压气瓶堆放不应超过五层；
- (2) 储存气瓶的仓库建筑应符合 TJ16—74《建筑设计防火规范》的规定，屋顶是轻型结构；

#### 6. 有关标气的高压气体钢瓶诸问题，在有关部分在做详细介绍。

### 二. 常用的几种发生器：

目前，常用于气相色谱仪的气体发生器有：氢气发生器、氮气发生器和空气发生器（实质上是空气压缩储气装置）。

#### 1. 发生器的主要优、缺点

- (1) 对安装和放置地点以及环境没有苛刻要求；
- (2) 操作安全、简单；
- (3) 一般仅消耗电能和水，用量很少；
- (4) 选用的工作原理或附加净化措施后，可获得 99.99% ~ 99.9999% 不同纯度的各种气体；
- (5) 特别适用高压气体钢瓶供给困难地区或工作场所易燃易爆的场合；
- (6) 使用不当易把纯度低的气体进入仪器造成污染，严重时可能损伤仪器；
- (7) 首次投资偏高，日常操作中要经常维修与保养，如经常需捡漏和更换净化器；

#### 2. 氢气发生器：

虽然氢气发生器都是通过电解水制取氢气，但是由于收集氢气的原理不同，结构复杂程度和工艺要求有很大差异，一次制得的氢气纯度相差也很大，目前用于气相色谱仪的氢气发生器主要有三大类：

##### (1) 高纯氢气发生器

高纯氢气发生器是将电解所得的氢，扩散透过作为电解池阴极的钯合金管，而得到高纯氢气。氢气纯度比任何其他氢气发生器所制备的氢气纯度都高，而且绝对干燥，因此，它是理想的氢气源，由于纯度高，对微量分析特别适用。但是由于制造工艺要求高，使用中要注意许多问题，近年来未见国内有商品出售，进口价格昂贵，推广使用有一定困

难；

### (2) 无碱电解水制氢

在电解水的过程中，由于采用了 SPE 催化电极，无需用 NaOH，提高了电解效率，因此无腐蚀、无碱污染、氢纯度可达 99.997%，干燥剂可使用更长时间，国内有商品出售；

### (3) 有碱电解制氢

在工业生产上用电解水制备氢，已有很长的历史，方法和设备也已成熟，但要把结构复杂笨重、纯度低又发热等缺点较多的工业制氢，搬来作为气相色谱仪气源是不实际的，但是经过近二十年科技人员的不断改进与创新，以使工业制氢在小型化，生产工艺和制氢纯度上也基本能满足仪器的需要。由于原理的限制，要获得高纯氢气，还需深度除  $H_2O$ 、 $O_2$  和烃。目前国内 80% 氢气发生器都属于这一类。使用中要特别注意，及时更换或活化净化器。

## 3. 氮气发生器

氮气发生器主要由空气压缩机做气源，在一定的流量情况下采用化学催化脱氧，除去空气中的氧气，制取的氮气和高压钢瓶相比纯度不理想，尤其不适宜作痕量分析或用于高档气相色谱仪，虽然可以再深度除氧，但成本高。若作为常规分析要特别注意氧的不良影响，否则会降低色谱柱和某些检测器的寿命。

## 4. 空气压缩气源

目前国内空气源均采用冰箱用空气压缩机，价格便宜，易于推广，但压缩空气含油量较大，需经过除水、除油、除烃后方可通入仪器。使用中要特别注意，及时更换或活化净化器。另外，还有一种隔膜无油压缩空气机，虽然输出空气比较纯净，但工作噪声大，不易实验室使用。国外进口有无油低噪声空气压缩机，但价格较贵，国内近来已有商品出售。

## 三、氧表（减压阀）

### 1. 减压阀的分类

氧表是减压阀、单级减压调节阀、双级减压调节阀、氢表、氮表等的俗称。所有氧表不论是国外还是国内那个厂家生产的，工作原理和结构都基本相同。减压阀是为了将高压气瓶里的高压气降到 0.1 ~ 1Mpa 的低压气而设计。输出低压气的压力可根据需要调节，同时此低压，在高压和输出流量波动时稳定保持不变，因此，减压阀的功能就是气体减压和稳压。减压阀主要分为三类：

- (1) 单级或双级减压阀；
- (2) 通常  $N_2$  ( $O_2$ ) 表和氢表；
- (3) 一般氧表和分析仪器专用减压阀（氧表）。

### 2. 不同类减压阀主要区别

#### (1) 应用范围：

目前市场上大量供应的所谓氧表，它是工业生产中用于气焊，氧气瓶减压和调节气量，原则上它并不适合用在 GC 供气调节，但由于前几年市场上国内还没有专门为 GC 生产用减压阀，国外进口又偏贵，以及应用分析要求不高时，也能凑合使用。现在国内已能生产用于分析仪器单级（或双级）减压阀，虽然价格略贵，但与几万元，十几万元的仪器相比是微不足道的。为了防止仪器被污染和保证仪器的优良性能，有条件还是购买专用减压阀为好；

#### (2) 调节性能：

用高压气瓶通过减压调节输出压力一般不会超过 1Mpa，流量每分钟也就几升（多台

GC 并用时), 而工业上用的减压氧表或通过改装的氮表或氢表等输出的最大压力常在 2~4 Mpa, 流量以立方米计算, 显然用在只要求输出压力远小于 0.6Mpa 的范围内, 流量最小用毫升计算的 GC 是不和适的;

### (3) 使用材料:

专用 GC 减压调节器, 调节弹性原件隔膜一般用金属 ( 铍青铜或不锈钢), 决不会造成对气体的二次污染 而普通氧表隔膜使用一般橡胶材料, 特别是新阀有时都能闻到气味。实操中曾遇到用新氧表作标气减压调节时, 由于氧表挥发污染物质的干扰, 无法正常工做的情况, 所以会出现氧表越老越好用的怪事。另外, 为了特殊的需要专用减压阀, 还可以用全不锈钢制造等;

### (4) 特殊设计:

双级减压调节阀, 是在单级减压稳压调节输出后, 再加一级稳压调节。国外有几家公司生产的 GC, 由于使用了双级减压阀而省去了载气稳压阀和辅助气针形阀调节前的稳压阀, 而简化了气路和增加了可靠性, 如 Varien 3400 系列。若选用 Varien 3400 系列 GC , 为保证仪器工作性能, 必须选用双级阀。国产仪器一般就没有必要非选用双级减压阀了。有人把双级表用于标准气瓶减压调节上, 显然是不合适的。

## 3. 减压阀的工作原理

减压阀实质是一个稳压阀, 只是因输入压力变化甚大, 所以稳压精度较差。减压阀如何起到稳压作用, 将在讨论稳压阀工作原理中详细分析。

## 4. 主要技术性能 ( 以 YQJ-A 型为例)

输入压力表量程: 25Mpa 输出压力表量程: 0.6Mpa 压力表等级: 2.5 级 最大输入压力: 18.5Mpa 最大输出压力: 0.45Mpa 额定流量: 0.6m<sup>3</sup>/h

稳压与流量特性: 稳压特性: 气源压力在 5 ~15Mpa 范围内, 进口压力每变化 1Mpa, 出口压力的变化不大于 0.0007Mpa

流量特性: 在进口压力大于 2Mpa 时, 调节流量从零至额定流量范围内变化, 输出压力变化不大于输出压力表测量上限的 6%

输入接口尺寸: G 5/8" ( 氢气表为左旋, 接口尺寸: G 5/8" )

输出接口尺寸: GC 用 M 8×1

## 5. 选用注意事项:

- (1) 配用什么型号的 GC;
- (2) 使用目的和分析要求;
- (3) 选用双级比单级减压阀输出压力更稳定;
- (4) 膜片常用材料有不锈钢和橡胶两种, 前者更适合气相色谱仪使用;
- (5) 输出压力一般选 0.1 ~ 0.6 Mpa 就够了, 输出范围越大, 稳压精度越差;
- (6) 输出流量: 在气相色谱仪上, 要求最大的 ( 空气) 一般为每小时 60 升, 大约是市场上出售的减压阀最大的输出流量的十分之一, 选用时尽可能选用输出流量范围小的减压阀。

## 6. 减压阀的正确安装与使用

- (1) 正确将减压器安装在气瓶上, 必须将接头螺母旋紧, 不得漏气 ( 必要时可用检漏剂或无脂肥皂水试验), 使用介质氢气时, 用 G 5/8" 左旋大螺母, 操作时严禁触油脂物质;
- (2) 打开气源前, 必须先将减压器手柄旋松到弹簧不受力为止, 以免损坏低压表头。打开气源阀时不要站在减压器正面或背面。气瓶阀应缓缓开启至高压表完全指示出气瓶压力为止;

- (3) 调整输出压力，顺时针转动手柄，输出压力增大；逆时针转动手柄，输出压力减小；
- (4) 调节时应缓慢旋动手柄(可轻轻用手敲击表头以免调节误差太大)，直至调节到使用压力。  
如果压力高于使用压力，应旋松手柄，并放出一定气体后重新调整，(必要时在调节器工作 1 小时左右后，可以重新调节以保证使用要求)；
- (5) 当减压阀处于非工作状态，应先关掉气瓶阀门，然后旋松手柄至弹簧不受力为止；
- (6) 两表头的工作压力，应不易超过测量上限的 75%，并定期鉴定，不合格应更换表头；
- (7) 减压阀在使用前后，都应妥善保管，避免撞击振动，不要放在有腐蚀的地方，调节手柄应是旋松状态。

7. 减压阀常见故障现象、原因与排除：

常见故障	可能原因和部位	排除方法
漏气	<ul style="list-style-type: none"> <li>① 各连接处漏气（螺纹松动或垫圈损坏）</li> <li>② 安全阀漏气，弹簧调节不合适或密封垫圈损坏</li> <li>③ 上盖没有上紧或膜片损坏</li> <li>④ 压力表漏气</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>① 拧紧或更换密封垫</li> <li>② 重新调整弹簧或更换密封垫</li> <li>③ 拧紧上盖或更换膜片</li> <li>④ 更换</li> </ul>
低压输出失控（调节螺杆全部松开，低压指示不断自动升高或波动很大）	<ul style="list-style-type: none"> <li>① 阀门座和密封垫上有污物</li> <li>② 阀门座和密封垫上有毛刺与损伤</li> <li>③ 密封小弹簧没有压紧或失去弹性</li> <li>④ 弹簧位置歪扭</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>① 拆开阀门清洗</li> <li>② 修平或更换</li> <li>③ 拧紧增加小弹簧压力或更换</li> <li>④ 更换</li> </ul>
高压有指示，低压没有指示或动作不灵敏	调节螺杆以旋到底仍没有工作，大弹簧损坏或调节螺杆弯曲	更换大弹簧或修理调节螺杆
高压与低压指示同时下降	打开气源以后不久低压表和高压表指示同时下降，气瓶阀没有完全打开	重新开启气瓶阀
压力表指示不回零或指针不动	压力表内传动失灵或低压曾过压	修理或更换