

ATDD03自动二次热脱附仪

使用说明书

上海泰特睿杰信息科技有限公司
武汉泰特沃斯科技有限公司（生产地址）



【请仔细阅读本说明书；并妥善保存以备日后查阅或维修】

前言

ATDD03自动二次热脱附仪是上海泰特自主研发推出具有全自动化设计、电脑全反控操作智能自动二次热解吸仪。气路采用电动六通阀和电磁阀相结合，采用电脑软件直接编辑、保存、调用吸附管的解吸、进样和反吹过程，能清楚地展示有关样品提取过程中各部分的动作状态，用户对仪器运行过程一目了然。吸附管、六通阀、管路等加热温度可以独立设置，并且在进样时输出同步信号，可以同时启动色谱和 workstation。产品符合《GB50325-2020民用建筑工程室内环境污染控制规范》、《HJ 583-2010环境空气 苯系物的测定 固体吸附/热脱附-气相色谱法》等标准中对热解吸仪的要求。

关于本手册

本手册作为ATDD03自动二次热脱附的一部份，是对使用ATDD03自动二次热脱附的一般指导。它包含仪器安装和操作的指引和标准、仪器的一般维护及使用过程中的错误诊断及排除，也包含****自动热脱附附件及更换部件的信息。

如果您发现本手册中存在任何问题，或者您有什么意见和建议请让我们知道，以便及时更正并改进。联系方式：

电 话：027-62436458

传 真：027-88773157

邮箱：tetvoc@126.com

公司主页：www.tetvoc.com

第一章 安全信息和安全标志

安全信息

对本仪器任何部件维修时应遵循“一降、二关、三停、四断”：热脱附（及色谱）降温、关闭热脱附（及色谱）电源、停掉热脱附（及色谱）气源、断开热脱附（及色谱）电源线！

如果采样管温度过高，必须冷却后用堵头封堵。

我司对本手册中的错误或不正确使用本手册指示或仪器不负任何责任。

操作仪器前，建议操作人员认真阅读本手册。

安全标志



警告

该标志提醒您可能对您或他人造成人身伤害。



注意高温

该标志提醒您附近温度较高，谨防烫伤

“注意” 该术语提醒您避免在仪器分析过程中产生错误。
用户必须依照本手册的安全信息操作以确保安全。

第二章 总述

在操作仪器之前应熟悉仪器，如图所示：



仪器正背面图(以实物为准)

进样系统

- 热解析炉

热解析炉位于机箱正上方，被分成独立的位置。最大操作温度 $\leq 360^{\circ}\text{C}$ ，默认 300°C

- 进样阀

进样阀位于机箱内部，在设定的事件中，将样品无损耗的传输到色谱进样口。最大操作温度 $\leq 220^{\circ}\text{C}$ ，默认 180°C

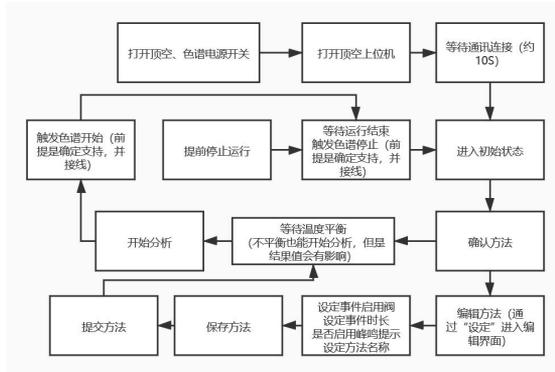
- 伴热管

伴热管保证样品维持气态，不吸附/残留到管道中。分为两段，一段用于样品瓶到进样阀（短），一段用于进样阀到色谱进样口（长）。最大操作温度 $\leq 230^{\circ}\text{C}$ ，默认 200°C

控制软件

热脱附控制软件提供对ATDD03自动二次热脱附的完全控制，能方便直接的设定编辑方法：温度、事件（各阀开启/关闭，维持时间，是否触发峰鸣报

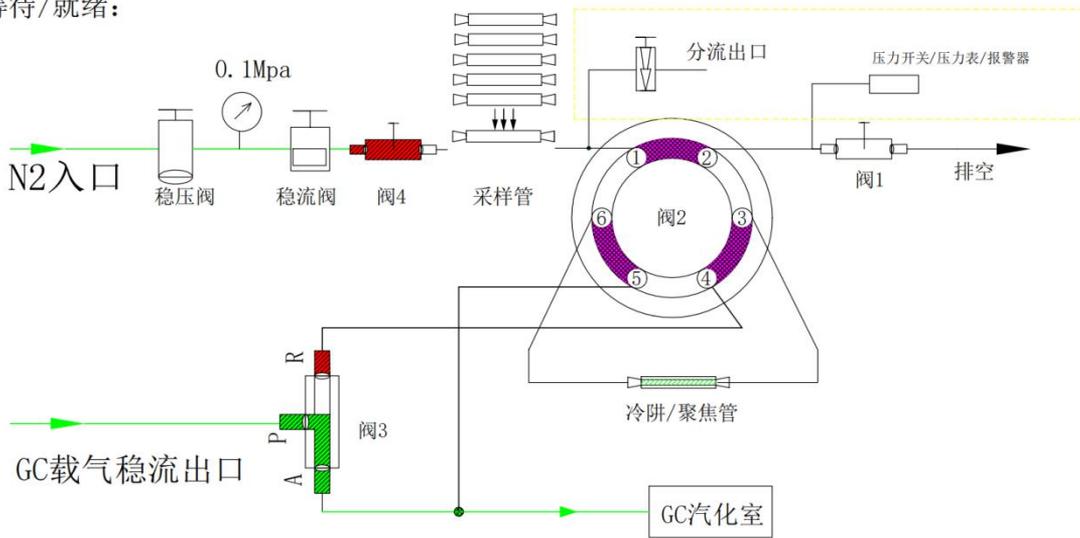
警) 和方法名称, 可存储最多10种方法. 软件基本操作流程图如下:



气体流路

ATDD03自动二次热脱附进样系统如下图, 由“阀”、气路管道、接头组成, 具体见下图。

等待/就绪:



ATDD03自动二次热脱附采用动态补偿式直接进样, 分为五个状态, 分别是: 初始状态、加压检漏状态、一次热脱附状态 (冷阱捕集)、二次热脱附、老化解析管

初始状态: 多路加热及冷阱开始工作, 整个样品传输通道在恒定的加热环境中, 有载气不断的吹扫整个解析气路, 以便除去污染物, 消除交叉污染。

加压检漏状态: 样品管被安装到系统之后, 此气路会被加压, 用于确认安装是否漏气

一次热脱附: 样品被热解析炉高温烘烤, 实现样品的快速挥发出来, 并进入冷阱

二次热脱附：冷阱迅速升温，使冷态下面的样品快速进入传输管，由载气带动进入色谱系统进行分析

老化解析管：此过程是为了将未被完全解析处理的样品再次清洗，以确保解析管干净，以便下次直接使用

ATDD03自动二次热脱附机箱背进口气体分为两路：载气（由色谱仪提供，并恒流）、辅助气（由钢瓶气提供）

技术参数

ATDD03自动二次热脱附的技术参数：

- 1、气路采用气动六通阀和电磁阀相结合自动实现解吸、进样和反吹清洗过程
- 2、采用电脑反控热脱附仪，所有方法可以方便编辑、保存、调用方法，可实现一键测试和一键降温等快捷操作
- 3、吸附管加热、管路、六通阀等加热温度可以独立设置
- 4、本机自带标样模拟采样的功能，可以更方便的通过热解吸仪制作工作曲线
- 5、通过时间编程，自动实现解吸、吹扫吸附、进样、反吹清洗（活化）等功能
- 6、采用Tet-Lock锁定密封技术实现采样管简便可靠固定和密封，2秒钟完成采样管的固定和拆卸实现高效工作
- 7、采用半导体制冷，冷却效率高，无需外接制冷装置，节约使用成本
- 8、采用国际标准吸附管（长89mm，外径6.4mm），吸附管最高可耐温度420℃且吸附管采用密封四氟帽进行密封，可保证样品更长的存储时间
- 9、采用国际标准的脱帽式拆卸方案，摒弃简易的扎针式方案，维护成本是扎针的1/50
- 10、带有自动检漏功能，可实现管路，制冷系统，加热系统，分级检漏，确保万无一失，若发现漏气，系统会报警体现，若客户不在仪器旁边不处理，仪器会中断操作，等待客户维护
- 11、具备自动干吹功能，有效去除样品中水分和CO₂的干扰
- 12、可采用一次分流，二次分流和多重富集，实现高低浓度样品均可检测

13、可选配自动加内标，便于复杂样品的对比测试，有效减少判峰失误带来的风险

14、进样针头更换方便，可连接国内外所有型号的GC进样口

15、标配输入输出接口，可实现和任意色谱仪通讯，可实现启动和停止色谱仪

16、可选择采用钝化合金丝的快速加热方式，加热快，寿命长

第三章 安装和启动

请确保安装空间、电和气都满足相关要求。一般来讲，仪器安装和设置由工程师进行。

安装包含以下六个步骤：

1. 开箱并将仪器正确地放置在实验台上（建议放在色谱仪进样口左侧）
2. 连接仪器气源和电源
3. 热脱附与气相色谱仪气路连接（色谱仪载气出口接到热脱附载气入口）
4. “外部事件触发”连接
5. 检漏
6. 运行测试，正常升温，压力显示正常

安装前的准备清单：

热脱附安装使用之前，请您与您单位的相关部门负责人联系，以便了解解除以下信息以外的其它考虑：

● 在仪器到达之前：

1. 确认实验室环境温度和湿度是在****自动热脱附操作环境所要求的范围之内（参见下面“环境要求表”）。
2. 阅读第一章的安全信息，确保安全操作。
3. 准备好纯度符合要求的气源和气源过滤器（硅胶，活性炭，5A组合过滤器最佳）。
4. 确保工作电压符合要求
5. 我司工程师在现场安装前，会提前致电用户，请保持电话畅通

● 当仪器到达后：

1. 检查仪器和其它设备是否有肉眼可见的损坏，如果有，请书面通知运输商、代理商和武汉泰特沃斯科技有限公司。
2. 原则上开箱应有客户和我司工程师双方在场。
3. 确保所有订购的部件都已收到，某些附件已经在工厂安装在仪器内部，如有不清楚的地方请与武汉泰特沃斯科技有限公司联系。
4. 检查有无附件丢失，如果有附件丢失，请通知我司
5. 所有包装材料都应保留。

确保您有足够的样品瓶、隔膜和封口盖以及一个封口钳或开口钳（建议使用钳口）。

阅读手册，记下所有问题。维修工程师将回答您的问题或提供相应意见和建议。

对实验室的要求及注意事项：

(1)操作环境



仪器不能用于露天条件下工作的。

环境条件要求

	仪器工作环境必须是：室内 无灰尘、烟尘和腐蚀性气体 水平无振动
温度	环境温度15—40℃ 此外，仪器现场还必须足：无细小纤维，不能被阳光直射远离辐射和加热器 远离加热管和空调管线，它们将影响热稳定性。
湿度	75%相对湿度（无冷凝）
海拔高度	0-3000m
仓储	建议您将仪器放置于以下安全条件下： · 环境温度-20—60℃ · 环境相对湿度75%（无冷凝）海拔高度0到12000m · 当您将仪器从库里移出，准备安装操作之前，至少应在正确的操作条件下放置1天时间
	实验室应该无可燃性的、易爆炸的、有毒的或腐蚀性气体。提供合适的通风环境。当分析有害物质如农药时，有必要将检测器排出气体引到通风罩。 所有钢瓶都应垂直放置并固定在合适的地方。 不能扭绞和压迫气体管线。

（2）仪器要求的空间

建议您为仪器周围留有足够的空间（参考上面的仪器尺寸），以便能连接气源和电源，及进行其它安装事宜。

要求台面上部应没有遮盖物或其它障碍物，如有障碍物会影响仪器顶部的打开，也可能影响冷却。****自动热脱附传输管长度为150cm，因此进样器和GC间的距离必须适合。

（3）电气安全

如果您怀疑仪器使用在电气上不是安全的，不要操作它，确保没有未经授权的操作，设备应经武汉泰特沃斯科技有限公司维修工程师或者类似有资格的人检查。

以下原因可能导致电气操作不安全：

1. 由于运输途中的强烈挤压
2. 仪器有明显的损坏
3. 在不适宜的条件下长期存放
4. 电气测试故障

电源线连接

终端	电源线颜色（国际通用的）
火线	棕色
零线	蓝色
保护导体（接地线）	绿/黄

电源线的引入安装必须由有资格的人完成。

保险丝：只能使用电流的指定型号的保险丝

ATDD03自动二次自动热脱附替换保险

电压50HZ	保险丝（200V）
--------	-----------

220V	5A
------	----

(4) 危害

当您使用仪器工作时，请遵守下面的规则：

不要取样燃点在100 °C或更低的二硫化碳或其它化合物。参看化合物规定信息的安全资料。

由于CS₂对恒温炉或仪器的其它加热部件内有伤害，不要取样这些化学物质。

(5) 高温

不要直接接触自动热脱附加热区域（样品池，进样针及传输线，放置在样品池内一段时间的顶空瓶）以免高温烫伤。

(6) 废物处理

如果被分析的材料是危险的，您必须处理采集的样品，包括瓶子。使用过的瓶子和垫子也可能有少量的有害物质，必须按规定进行正确处理。

(7) 对热解析管的要求

我司配备热解析管是经过仔细挑选的，经过合格验证，请使用正品

3 仪器开箱

请保存好原始的包装材料，以备将来可能的使用。

在包装箱中，应包括如下：自动热脱附配件表

如果您发现有任何部件缺少或损坏的，请与我司联系。

在损坏的情况下，请立即以书面形式通知运输商并报告我司。

4 电源线连接



警告

为了防止触电和损坏仪器，在您改变或做一个新的电路连接之前，应将电源线脱开。

在您连接的仪器之前应该中有资质的电工检查。

为了避免接地环路引起的干扰，总是要将自动热脱附和与之一同使用的仪器或附件连接到电源相同的相，并确保有其共同的接地。检查电源插座容量。

连接自动热脱附到气相色谱仪，按以下步骤进行连接，在您改变或作任何新的有关电路的部件连接时，请完成以下步骤：

1. 断开系统内所有仪器，拔下电源插头。
2. 正确连接气相色谱仪的启动/停止电缆。
3. 正确连接自动热脱附、气相色谱仪和其它附件的电源线到同一个电源分配器上（插线板上）。
4. 接电源分配器（插线板）到一个具有接地保护连接的电源上。

注意：当您接通电源时，应按每个仪器手册所描述的过程进行。

5. 电信号连接

顶空和气相色谱仪之间的连接是在顶空的输入/输出进行，

温度事件 参数传输	485+ (温控)
	485- (温控)
	485+ (模块)
	485- (模块)
色谱启动 /停止触发	开始+
	开始-
	停止+
	停止-

6. 安装传输管道

安装自动热脱附样品针

安装进样针，安装后插入色谱仪汽化室，伴热管这端插入进样口（下面的进样口铝固定座需要先安装好）



7. 气源连接

用清洁的铜管或不锈钢管。在连接前使用惰性气体吹扫管线。

使用配给的密封垫，O型圈每次使用必须是3个

所有的气源都应保证足够的清洁。

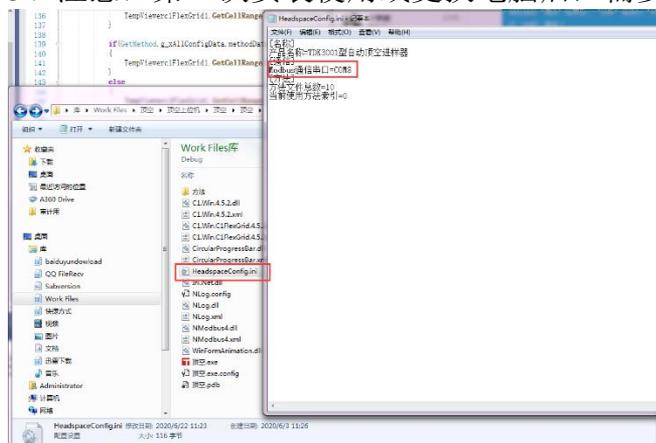
连接载气和加压气到自动热脱附，给定压力应在0.4~0.45mpa

8. 载气压力

热脱附仪采用的色谱仪压力控制方式，热脱附仪上面也会有色谱仪柱前压力显示，用于确保热脱附仪系统不漏气

第四章 操作原理和操作方法建立

- 1、打开仪器，插上电源。
- 2、按下位于仪器后部开关，打开热脱附仪软件
- 3、注意：第一次安装使用或更换电脑后，需要设定端口



- 4、软件进入初始化并自动建立通讯，这个过程大约需要10S.
- 5、软件会按照现有提交方法进行控温，方法可自定义（一般采用默认方法）
- 6、温度绪后可进行测试分析
- 7、样品分析结束后，软件返回初始化，此时可以安全退出并关机。

第五章 使用注意事项

若操作人员非常熟悉自动热脱附和气相色谱的操作，本节将帮助用户优化样品分析的条件。下述讨论到的是非常基本的，因此要求用户对各种可变参数多做实验，多看有关气相色谱的资料。

温度调节

(1)热解析炉温度

样品平衡温度极大地影响分析物在系统中的浓度。总的来说，增加热解析炉的温度，进入气相色谱的分析物量和方法的灵敏度都增加，但是不能大于热解析管的最高耐受温度：

Tenex管（最高320°，默认300度）

活性炭管（最高360度，默认350度）

TC复合管（最高320°，默认300度）

确保安全操作和满足所需分析的灵敏度前提下样品池温度尽可能高以获得最好的结果。

(2)阀温

较高阀温有助于减小残留，不得高于210℃（阀最高耐温，默认150度）

(3)传输管温度

传输管道温度不得低于200℃，不得高于250℃。

气体调节

载气流速

应设定一个足够高的载气流速把顶空样品带入GC中。加压气还有一路作为辅助气，用于驱动进样系统。

平衡时间

解析杆里面的组分应在所需样品池温度中充分平衡。

默认平衡时间为1分钟，最多建议设定到5分钟

解析/采样管密封

- 采样管密封帽

短时间密封，采用硅胶密封帽，长时间密封采用四氟帽/黄铜密封堵头。

- 采样管连接密封

采样管与热脱附仪不良密封可能造成泄漏，这经常是产生分析错误的重要原因。一定要确保密封圈没有破损并手拧紧。

第六章 仪器维护

本章包含自动热脱附的日常维护信息。



如果用户没有按照下文描述来操作的话，请不要试图调整、更换或是修理仪器。

该仪器是由高质量部件构成的，除了保持清洁防尘外乎用不着维护。自动热脱附只需要一些特别的维护以保证它能更高效的运行。如果变更了一些部件就会改变它的使用方法。

请按照本章中所描述的来进行维护。所有的仪器内部维护都应该由我司的售后服务工程师及类似有资质的技术人员进行。在您进行任何维护之前，请做到以下几点：

- 1、关掉该系统中的所有仪器
- 2、断开仪器电源
- 3、让仪器的发热部分冷却下来
- 4、按照本手册中描述的维修指导维修

自动热解析测试流程

1. 稳定：色谱点火且基线稳定，解析仪达到设定温度（底色变绿），解吸仪开机后自动升温，无需额外设定
2. 方法选择：备好解析管/标样，依据使用目的，在解吸仪控制软件上选择不同方法，默认“做样”方法，切换其他方法时，点击方法名，然后马上“停止”即可
3. 做样：抬起固定杆，先将采样管顶到固定支架后端(箭头朝人方向)，然后固定采用管另一端到吹扫气入口，轻松按压固定杆，点击“做样”，若气路不漏气（在检漏事件执行时，压力表没有往下掉，漏气则检测两端螺帽内部密封圈；漏气时会触发蜂鸣器响3声，同时PC软件弹出请检漏提示）则自动开始分析。
4. 等待色谱运行结束，柱箱降到初始温度，更换下一根样品解析管，重复“做样”步骤
5. 标定：
仪器右侧有定标口，将解吸管螺帽固定密封好（解析管箭头朝下），用10ul进样针定量取1ul标液（从低浓度到高浓度的原则，若从冰箱拿出，则需放置等待标液温度回到室温），点击“标定”（此方法没有检漏流程），在蜂鸣器响起时执行对应操作

第一次	扎针	扎针（感觉有阻力时，可稍微旋转扎入，切勿强行扎入或拔出）并快速推进样品
第二次	拔针	拔针，等待吹扫完成
第三次	拆解吸管	拆掉解析管

标样管制作完成，点击热解吸软件“停止”，可选择执行“做样”（参考“”3）分析制作好的标液管，也可备好下一个浓度的定量标液，重复步骤制作其他浓度标液管

老化：一般不使用

6. 结束降温：解吸仪不用额外点击降温，直接关软件关机即可（若是正常运行中突然断电，那么请将解吸管从解吸仪伴热台上拿出，等待自然冷却）；色谱仪降到适合温度（咨询色谱厂家）后关机，关软件。最后关气

温度设置：

样品：300℃

阀温：200℃

管道：230℃

仪器维护：

定标口密封圈：每50针更换一次密封圈

解析固定座密封圈：每安装100次采用管需要更换一次密封圈（若检漏测试通过也可以继续使用）