# 岛津 GC-2014 气相色谱仪

(GCsolution 工作站)

# 培训教材



岛津国际贸易(上海)有限公司

分析中心

## 目 录

### 基本操作

- 1. 开机和关机
- 1.1 开机
  - 1 打开气阀,供应载气和其它气体。一般载气钢瓶减压阀输出压力为 0.6Mpa。
  - 2 打开 GC-2014 的电源。
  - 3 打开控制 GC 的电脑电源。
- 1.2 启动 GCsolution 软件

在 Windows 桌面上双击 GCsolution 图标 GCsolution ,在[操作]标签里点击

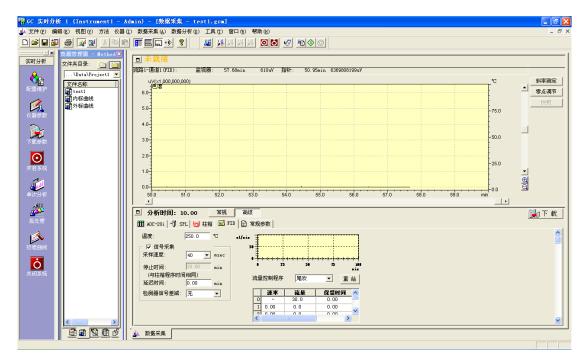
图标,进入[实时分析];点击 图标,进入[脱机编辑];点击 图标,进入[再解析]。在 GC 仪器图表上点击,打开<注册>对话框。



输入用户名和密码,点击[确定]键。 如果不使用用户管理功能,使用默认值(用户名: "Admin",密码:无)后按[确定]键。



当启动时计算机与GCsolution 连通,GC 仪器发出一声机器音表示认出软件。然后将显示〈GC 实时分析〉窗口。自动调用上次使用的方法文件。



#### 1.3 启动 GC

在辅助栏中点击[下载参数]图标



启动 GC。待检测器温度达到设定温度后,打开氢气和空气,在[仪器监视]中点击[点火]。

#### 1.4 关闭 GC

在〈GC 实时分析〉上点击[关闭系统] 停止 GC(关闭系统)。关闭氢气和空气。

#### 1.5 关机

在柱箱温度降低后,关闭 GCsolution 和系统。

- 1 关闭〈GC 实时分析〉和其他GCsolution 窗口.
- 2 关闭程序窗口和打印机。
- 3 关闭GC电源。
- 4 关闭气阀。

#### 2. 仪器配置

当重新安装 GCsolution 软件或仪器配置变化时,需要重新进行仪器配置。

2.1 仪器类型设定



在〈GC 实时分析〉窗口中辅助栏中点击[配置维护]图标

。进入配置

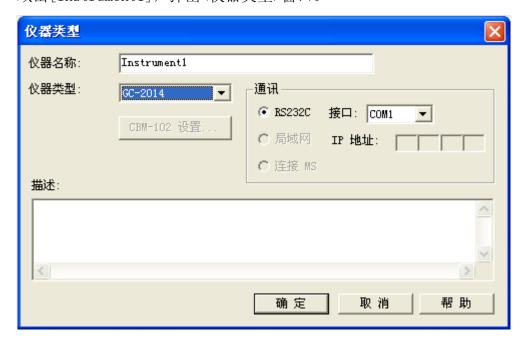


栏中,再点击[系统配置图标]

。弹出〈系统设定〉窗口。

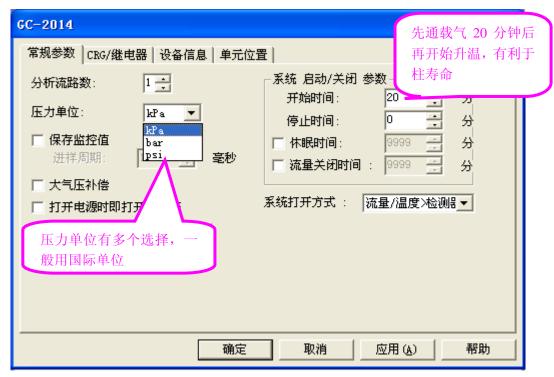


双击[Instrument1], 弹出〈仪器类型〉窗口。



在窗口中可以设定仪器名称。点击仪器类型右侧下拉箭头,可以选择 GC 机型。通讯选择 RS232C,接口根据计算机联接的串口进行设定。完成后点击[确定]按键。

在[系统设定]窗口中双击 [GC-2014] 图标,弹出[GC-2014] 窗口。如果需要双流路分析,可将分析流路数设定为 2。如果选择了[保存监控值],可以将仪器的温度、压力状态记录。



#### 2.2 模块设定

根据仪器实际情况进行模块设定。比如: 仪器现在使用了 AOC-20i 自动进样器、SPL 进样口、DFID 检测器的右侧 FID,使用左侧填充柱进样口控制尾吹气。可在〈系统设定〉窗口左侧[可用模块]中点击[AOC-20i],再点击蓝色向右箭头,将[AOC-20i]放在窗口右侧[模块设定]中。



对进样口和检测器也用相同方法进行设定。如果有需要去除的模块可以在窗口右侧[模块设定]中点击该模块,再点击红色向左箭头,就能删除。



#### 2.3 分析流路模块参数设定

需要对选择的模块设定参数。在模块设定中双击[AOC-20i],弹出〈分析流路模块#1〉窗口。



根据实际情况设定样品瓶、瓶架和进样针的参数。一般使用样品瓶容积为 1.5mL,可以放置 6 个样品瓶的架子为[Short],可以放置 12 个样品瓶的架子为 [Long],通常使用 10uL 的进样针。



然后点击[SPL]标签。这里可以对此进样口名称进行设定,如设为 SPL。需要根据实际使用的载气选择载气的类型,当使用  $N_2$ 时,选择[氦气/空气]。GC-2014进样口的最高温度为 420  $\mathbb{C}$  。初始压力可选择 500-900kPa。

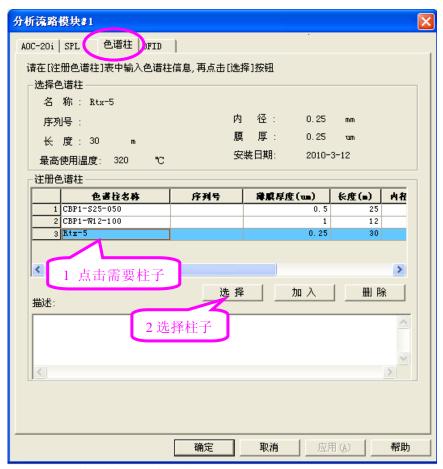


点击[进样口维护]按键,弹出〈系统检测标准〉窗口。

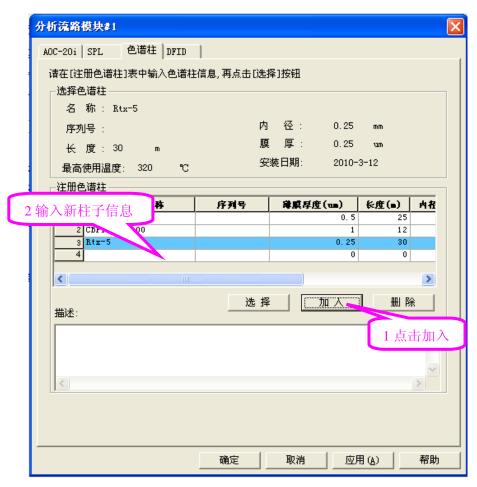


在这里可以设定进样垫和玻璃衬管的最大使用次数。默认值为100。点击[确认]完成设定。

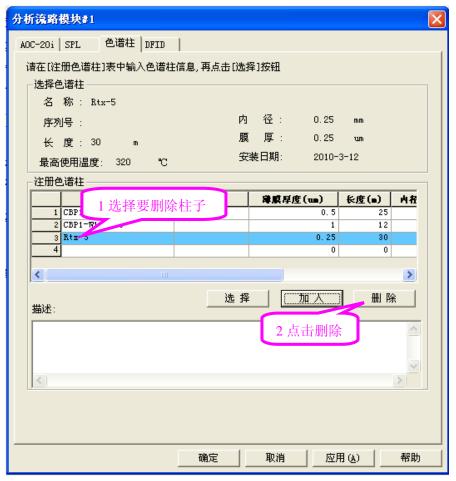
然后点击[色谱柱]标签。在[注册色谱柱]表中点需要使用的色谱柱,再点击 [选择]按键,就可以选择柱子。



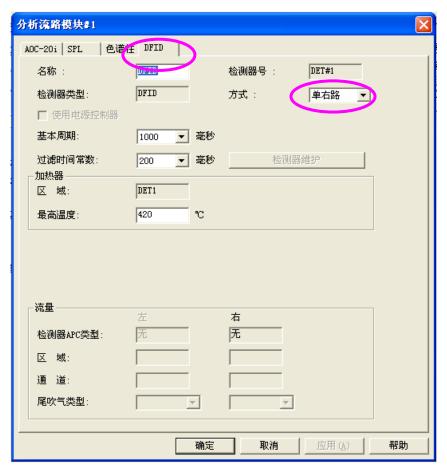
如果[注册色谱柱]表中没有要使用的柱子,则点击[加入]按键,将柱子信息输入表中,再点击[选择]按键。



如果要删除表中的柱子,应先点击该柱子,再点击[删除]按键。



最后点击[DFID]标签。可以设定检测器的名称,这里设为 DFID。使用右侧 FID,基本周期是工作站采集数据的时间间隔,过滤时间常数是噪声过滤的时间间隔,检测器最高温度为 420℃。尾吹气类型通常和载气一样。点击[确定]按键 完成设定。



🐌: 附加流量控制

点击 → MC. L ,弹出[附加流量控制]窗口。选择气体类型。



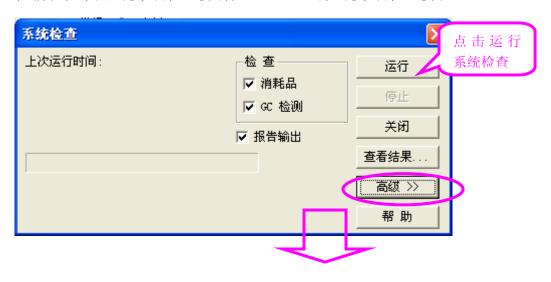
点击〈系统设定〉窗口的[设置]按键,将仪器配置参数传输给GC。



#### 2.4 系统检查

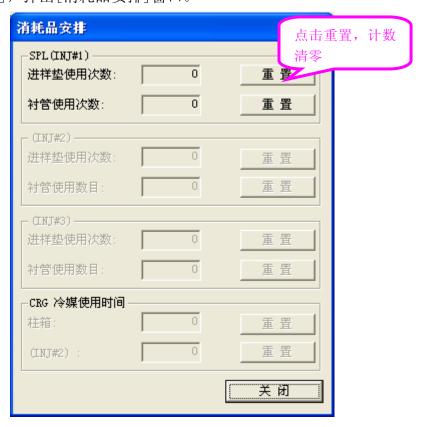
在辅助栏中点击[系统检查]图标 系统检查

弹出[系统检查]窗口。





点击[重置],弹出[消耗品安排]窗口。



3. GC 实时分析窗口介绍 GC 实时分析窗口如下图所示:



3.1GC 实时分析标题栏、菜单栏和工具条 GC 实时分析标题栏会显示当前窗口名称、软件联接仪器名称、登录的用户 ID、 所在子界面名称和调用方法名称等信息。



可以在菜单栏[视图]中点击[工具条]命令,有√时显示,无√时不显示[工具条]。



#### 3.2 辅助栏

辅助栏位于窗口最左侧,按照使用顺序排列了各项命令的图标。此栏有多个层次,可以点击图标进入下一层,同时窗口界面也能随之变化,点击[返回]图标

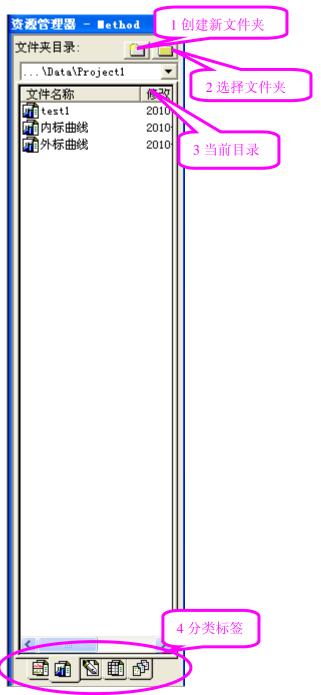


回到上一层。

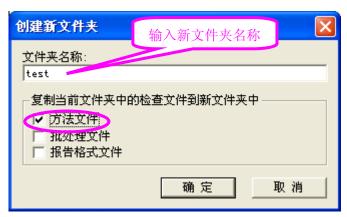


### 3.3 资源管理器

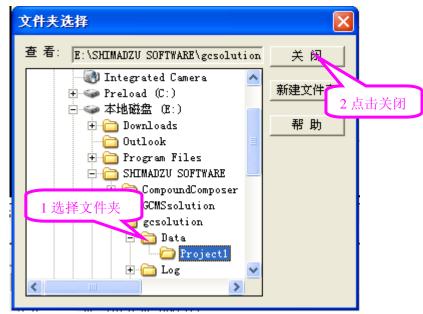
资源管理器与辅助栏相邻。点击[创建新文件夹]图标可以在当前目录的前一级目录下建立新文件夹。



3.3.1 在[创建新文件夹]窗口中输入文件夹名称,如果需要把当前目录下的方法复制到新文件夹中,在[方法文件]前打钩。



3.3.2 如果要选择已经建立的文件夹,则点击[选择文件夹]图标。在树形目录中找到相应的文件夹后点击[关闭]。



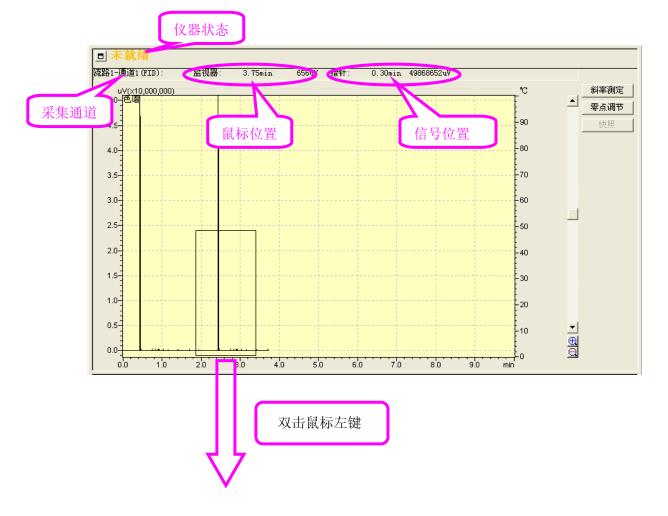
3.3.3 所选择的文件夹会在[当前目录]栏中显示。此目录下的文件可以按照分类显示:数据文件 , 方法文件 , 报告文件 , 批处理文件 和所有文件。

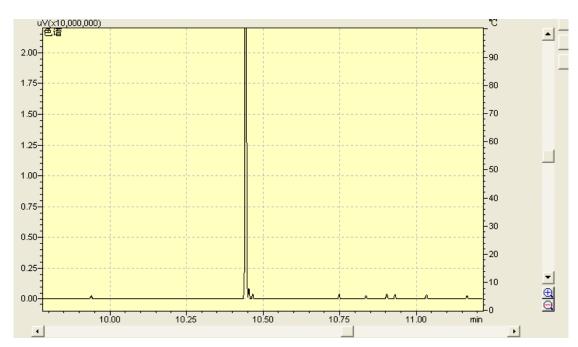
可在菜单栏[视图]中点击[资源管理器]命令,有√时显示,无√时不显示[资源管理器]。



#### 3.4色谱图和仪器参数设置

在窗口中部显示色谱图,此处显示仪器当前状态,信号采集通道,鼠标的位置及信号位置。色谱图随仪器信号实时变化。在图中按住鼠标左键拖动鼠标,可以放大所选择区域内的色谱图。





在色谱图内点击鼠标右键,选择[撤销缩放],可以恢复原来大小。

清除缩放(C)
撤消缩放(U)
重做缩放 ( <u>R</u> )
色谱图显示设置 (1)
色谱图属性 (2)

色谱图右侧和下面有滚动条,点击鼠标左键拖动滚动条上滑块,可以将色谱图上下或左右移动。点击[放大] 图 图标,可以纵向放大色谱图。点击[缩小] 图标,可以纵向缩小色谱图。

仪器参数在设置将在后面详细讲述。

#### 3.5 仪器监视器

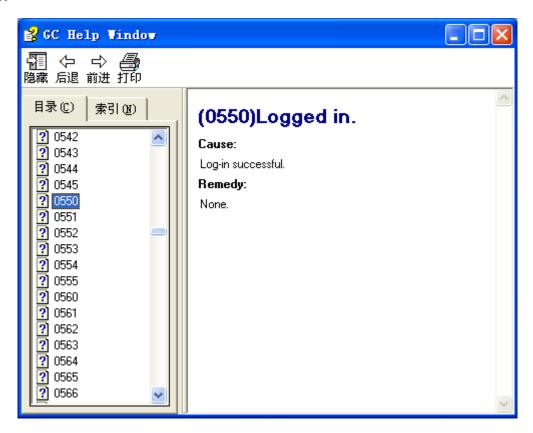
在窗口最右侧是[仪器监视器]栏,当系统打开后,此栏会自动弹出。此栏中将显示仪器参数的设定值和实际值。

#### 3.6 输出窗口

[输出窗口]在屏幕下方,一般情况下,此窗口不显示。当仪器有报警、错误信息或仪器运行信息时,此窗口弹出。

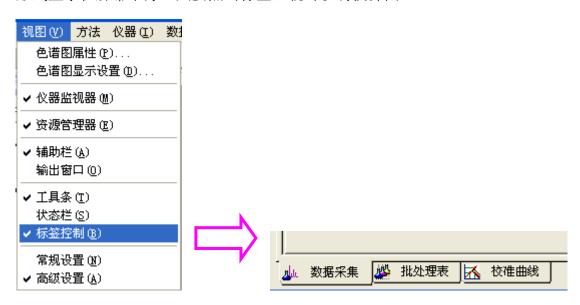
2010-3-12 2010-3-12	15:12:08	0x0550	1.1 .			
2010-3-12		020000	Admin	GC Real Time Analysis		PC-1
2010 3 12	15:12:16	0x0551	Admin	GC Real Time Analysis		PC-1
2010-3-12	15:15:55	0x0550	Admin	GC 实时分析	Instrument1	PC-1
2010-3-12	15:15:57	0x0d09	Admin	GC 实时分析	Instrument1	PC-1
2010-3-12	15:16:25	0x0551	Admin	GC 实时分析	Instrument1	PC-1
2010-3-12	15:17:11	0x0550	Admin	GC 实时分析	Instrument1	PC-1
2010-3-12	15:17:13	0x0d09	Admin	GC 实时分析	Instrument1	PC-1
2010-3-12	15:17:20	0x0551	Admin	GC 实时分析	Instrument1	PC-1
_	2010-3-12 2010-3-12 2010-3-12 2010-3-12	2010-3-12 15:15:57 2010-3-12 15:16:25 2010-3-12 15:17:11 2010-3-12 15:17:13	2010-3-12 15:15:57 0x0409 2010-3-12 15:16:25 0x0551 2010-3-12 15:17:11 0x0550 2010-3-12 15:17:13 0x0409	2010-3-12   15:15:57   0x0409   Admin	2010-3-12   15:15:57   0x0d09   Admin   GC 实时分析   2010-3-12   15:16:25   0x0551   Admin   GC 实时分析   2010-3-12   15:17:11   0x0550   Admin   GC 实时分析   2010-3-12   15:17:13   0x0d09   Admin   GC 实时分析	2010-3-12   15:15:57   0x0d09   Admin   GC 实时分析   Instrument1   2010-3-12   15:16:25   0x0551   Admin   GC 实时分析   Instrument1   2010-3-12   15:17:11   0x0550   Admin   GC 实时分析   Instrument1   2010-3-12   15:17:13   0x0d09   Admin   GC 实时分析   Instrument1

双击相应的信息条,会弹出[GC Help Window]窗口。用户可根据提示解决问题。



#### 3.7 标签控制

在菜单栏[视图]中选择[标签控制],那么实时窗口中的各个节面会以标签的形式显示在屏幕下方。只要点击标签,就可以切换界面。



#### 3.8 状态栏

在菜单栏[视图]中选择[状态栏],会在窗口最下方显示状态栏。此栏内文字

说明软件命令状态。



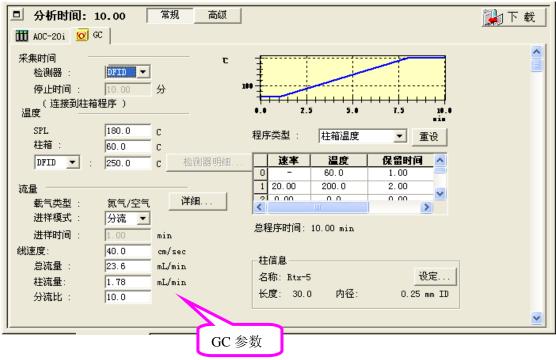
以上介绍的窗口栏目,均可在[视图]中进行选择。资源管理器、辅助栏、输出窗口、标签控制和仪器监视的快捷图标在[工具条]中可以选择。

#### 4 仪器参数设置



[仪器参数]界面有[常规]和[高级]两种。当点击了[常规]时,显示自动进样器 AOC-20i 和 GC 两个标签。GC 的参数集成在一起显示。





当点击[高级]时,GC 部分分成几个单元显示参数。这里分别解释各个单元的参数设定。



进样体积:	1.0 址 (10.0 址. 进样器)
溶剂冲洗次数(进样前):	0
溶剂冲洗次数(进样后):	1
样品清洗次数:	2
柱塞速度(空吸):	◎ 高速  ○ 中速  ○ 低速
粘度补偿时间 :	0.2 sec
柱塞进样速度:	⊙ 高速 (○ 低速 (○ 低速
进样器进样速度:	ⓒ 高速 ○ 低速
进样方式 :	普通
M1+73 M .	
	高级

进样体积: 注入进样口的样品量。当使用 10 此 进样针时,一般进样  $1^{\sim}2$  此,此处设为 1 此。(SPL 进样口最大允许进液体样 2 此)

溶剂冲洗次数(进样前):进样前使用溶剂冲洗进样针的次数。用户可根据样品性质选择一定的次数,也可以不冲洗。此处不冲洗设为0。

溶剂冲洗次数(进样后): 进样后使用溶剂冲洗进样针的次数。用户根据样品残留情况设定次数,不可以不冲洗。此处设为1。

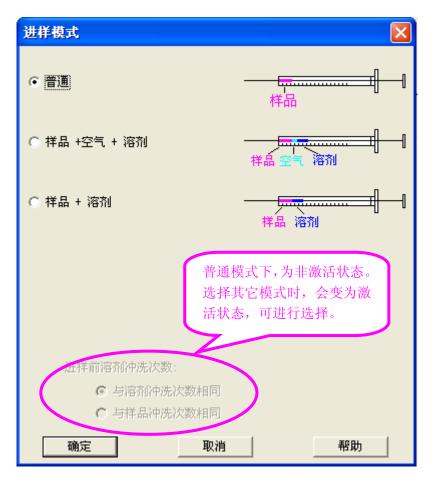
样品清洗次数:取样品前用样品清洗进样针的次数。通常 2<sup>2</sup>3 次。此处设为 2。 柱塞速度(空吸);进样针杆吸液的速度。此处设为高速。

粘度补偿时间:由于液体有一定的粘度,所以吸液时液面上升会滞后于针杆,为了取样准确,需要设定此参数,让进样针在取样后在样品瓶上稍微停留。样品粘度越大,此时间越长。此处设定为 0.2 秒。

柱塞进样速度:进样针插入进样口后,针杆推入速度。为了保证峰形良好,此处设定为高速。

进样器进样速度:进样针插入进样口的速度。为了保证峰形良好,此处设定为高速。

进样方式:有三种选择,点击[设置],弹出[进样模式]窗口。此处选择[普通]模式。为了消除进样歧视时,可选择其它模式。

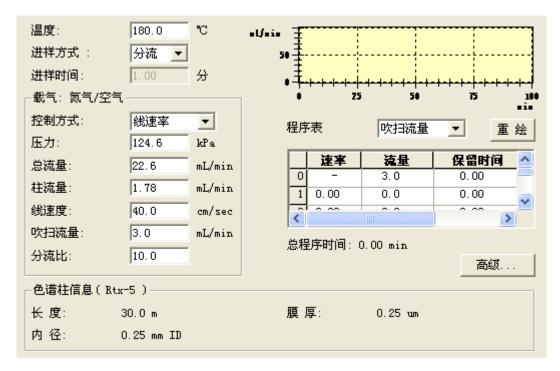


高级:点击[高级]键,会弹出[AOC-20i 高级]窗口。通常可以按图中参数设定。进样口停留时间:进样针在进样后,在进样口停留时间。如果样品中有高沸点组分,可以适当停留一段时间。

端子空气间隙:进样针针尖处是否有空气。一般选择[否],以免将空气注入色谱柱。



## 4.2 SPL 进样口 <sup>**寸**</sup> SPL



温度: 样品气化温度, 此处设定为 180℃。

进样方式:有分流、不分流、直接注入三种方式。毛细管柱进样口通常不使用直接注入方式进样。用户可根据样品浓度选择分流或不分流方式进样。此处设定为分流进样。如果选择不分流进样,则[进样时间]激活,一般设为 0.5~2 分钟。

进样方式: **元分流 ▼** 进样时间: 1.00 分

控制方式:载气有线速度、压力、流量三种控制方式。如果[进样方式]选择了分流或不分流方式,则只能选择线速度或压力控制方式。如果[进样方式]选择了直接注入方式,那么就有三种控制方式可供选择。此处设定为线速度方式。

压力: 柱初始温度下的柱前压力。此处软件会根据线速度和柱初始温度及柱子尺寸自动计算。

总流量: 为柱流量与隔垫吹扫流量和分流流量之和,由软件自动计算。

柱流量: 软件根据设定的线速度和柱内径参数自动计算。

线速度:由于载气控制方式为线速度,所以需要设定此值。此处设定为 40 厘米/ 秒。

吹扫流量:隔垫吹扫流量通常设为3毫升/分钟。

分流比:分流流量与柱流量之比。此处设为10:1。

程序表:可对吹扫流量、压力(当控制方式设为压力时可用)、全部流量(当控制方式设为流量时可用)进行时间程序设定。设定后点击[重绘],能显示程序图。高级:点击[高级]键,弹出[SPL详细设定]窗口。



高压进样: 当进样方式设为不分流时,可点击[自动]启用此功能。此时[压力]和[时间]激活。压力可根据需要进行设定。时间与不分流进样时间一致。



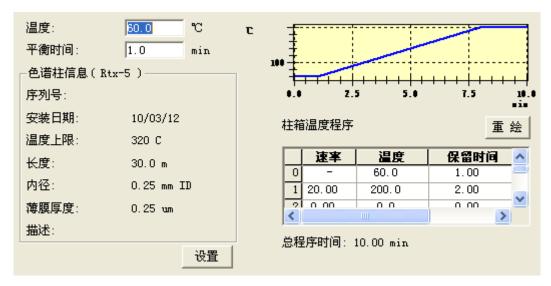
载气节省: 当设定了大分流比时,可选择此项。此时[分流比]和[时间]激活。分流比可设定为 5,以节省载气。时间一般大于 2 分钟,以保证不影响进样。



分流阻尼固定: 当做水样是,可点击[自动]开启此功能。此时[时间] 激活。 分流比时间程序: 可以对分流比设定时间程序,一般不使用。

设定完成后点击[设置]。如果有设置了某个高级功能,GC 状态为"就绪"后, 主机面板上的Flow灯会闪烁,直至功能结束。

## 4.3 柱箱 💆 柱箱



温度:色谱柱初始温度。此处设为60℃。如果需要柱温度程序,可以在[柱箱温度程序]表中设定。

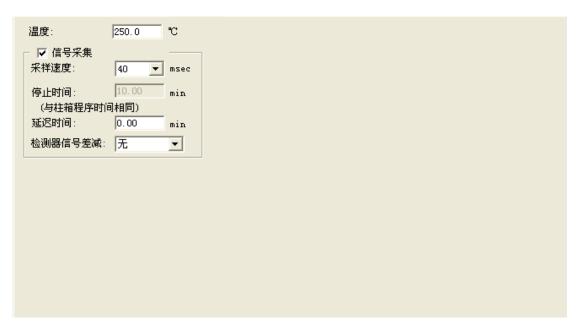
平衡时间: 柱箱达到设定温度后平衡的时间。此参数保证了柱箱内温度均匀稳定。 一般设为  $1^3$  分钟。此处设定为 1 分钟。

柱箱温度程序:在表中设定柱温度程序,点击[重绘],可以把温度曲线显示。柱箱最高温度必须不高于柱子允许的最高温度。此处柱箱从60°C保持1分钟,以20°C/min 速率升温到200°C,保持2分钟。

色谱柱信息:显示在仪器配置时设定的色谱柱信息。点击[设置]可以设置色谱柱。

## 4.4 检测器(氢火焰离子化检测器) FID

在此标签中设置检测器的相关参数。不同的检测器需要设置参数不同,这里以 FID 检测器为例。

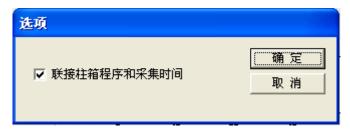


温度:检测器温度,一般检测器温度应比柱箱最高温度高 20~30℃,以免污染检测器。此处设为 250℃。

信号采集:在方框内打钩,检测器才能采集信号,否则不采集信号。

采样速度:通常使用与[基本周期]相同的值。见仪器配置的检测器部分。

停止时间:信号采集的停止时间。建议联接柱箱程序和停止时间。可以在菜单栏 [编辑]中点击[选项]命令,弹出[选项]窗口,在方框中打钩后点击[确定]。



延迟时间:数据采集比 GC 程序开始运行延后的时间。一般设为 0 分钟,即不延迟。

检测器信号差减:点击右侧箭头,可以从下拉菜单中选择另一个检测器。当前检测器信号可以扣除选择的检测器的信号。

4.5 常规参数 **≅ 常规参数** 

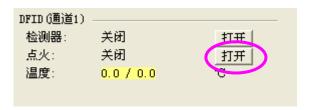


准备就绪检查: 仪器状态变为准备就绪前需要检查相关参数是否达到了设定值。可在此项中设定检查的参数。在需要检查的参数前打钩。

预运行程序: 用来编辑分析前的控制各单元的时间程序。

时间程序:用来编辑分析中的控制各单元的时间程序。

不用选择[自动点火],当检测器温度达到设定值后,手动打开氢气和空气流量并在[仪器监视器]中点火。

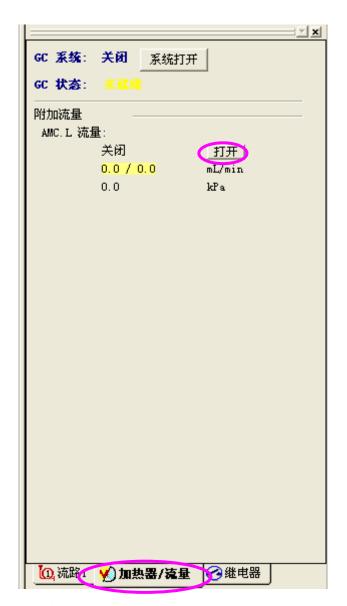


在[准备就绪时自动调零]请打钩,当仪器状态准备就绪后基线会自动调到零点。





输入 30mL/min,此值为尾吹气流量。然后在[仪器监视器]中选择[加热器/流量] 标签,点击[打开]。



#### 4.7 保存方法

方法设定完成后,点击菜单栏[文件]中[保存方法文件]命令。弹出[方法文件另存为]窗口。点击[保存在]右侧的下箭头,选择要保存的目录。在文件名处输入test1,然后点击[保存]。

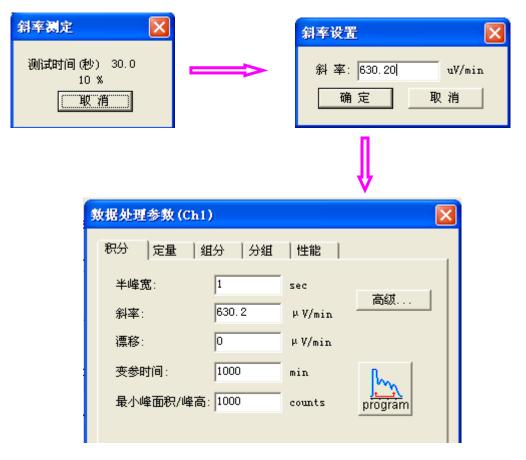


后面可以按照开机方法步骤操作。

#### 5数据采集

#### 5.1 斜率测试

在仪器状态为准备就绪后,可以点击[斜率测定],弹出[斜率测定]窗口,软件会进行一段时间的测试(测试时间=设定半峰宽值×10)。之后弹出结果。点击[确定],软件自动将测得值保存在[方法]菜单中[数据处理参数(Ch1)]的[斜率]参数项中。如果点击[取消],就不保存。



- 5.2 单次分析
- 5.2.1 空白基线采集

在[辅助栏]中点击[单次分析]



<sup>单次分析</sup> 进入下一层,点击[样品记录]



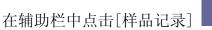
弹出[样品注册]窗口。



按照图中所示进行设定后,点击[确定],在辅助栏中点击[开始]



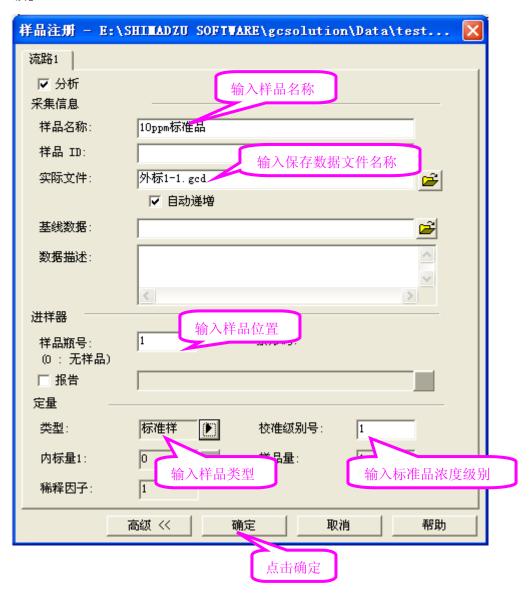
- 5.2.2 样品采集
- 5. 2. 2. 1 标准样品





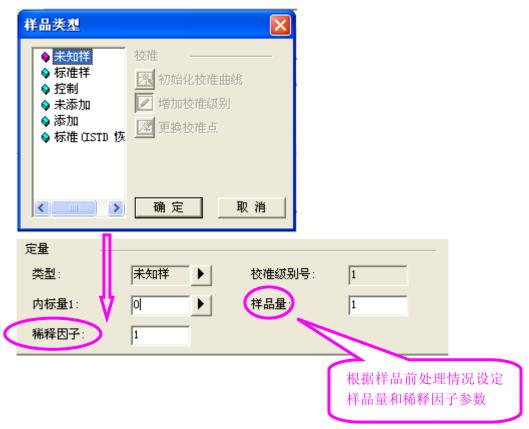
,弹出[样品注册]窗口。在窗口中点击[高

# 级门。



# 5.2.2.2 未知样品

如果要进未知样,可以点击类型框右侧的箭头,弹出[样品类型]窗口,选择"未知样"。然后输入样品量和稀释因子值。



#### 5.2.2.3 扣除基线数据

如果数据文件需要扣除基线数据,可以如下操作。



弹出[选择基线数据文件]窗口

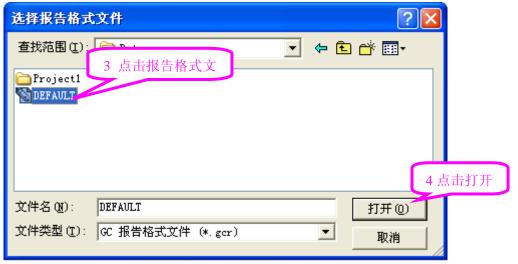


那么在数据采集后会自动扣除"空白1"数据。

# 5.2.2.4报告输出

如果需要在采集完成后即输出打印报告,可按照如下操作。



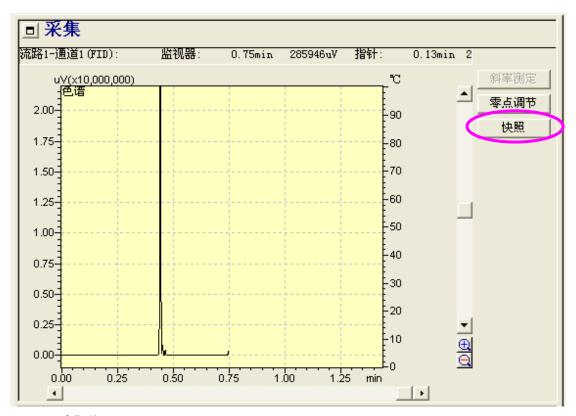


如果只希望在数据文件中有报告,而不需要打印,只要把[报告]前的勾去除即可。5.2.3 待机

样品注册完成后,点击辅助栏中[开始] 并始 ,软件会把参数下传到仪器,软件显示为待机状态。

# 5.2.4 采集

待样品注入进样口后,点击 GC 面板上 START 键,就触发 GC 程序运行并进行采集。如果是自动进样器,进样完成后会自动触发 GC 程序运行并进行采集。 在采集过程中点击[快照]可以打开[GC 再解析]窗口显示临时文件。

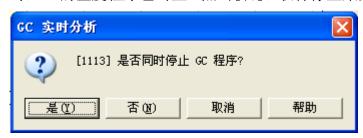


# 5.2.5 采集停止

 $\bigcirc$ 

当时间达到[采集停止]时间时,软件会停止采集;达到GC程序运行时间时,GC会自动降温到初始温度。如果在采集中要停止,可以点击辅助栏中[停

此] 图标。会弹出[GC 实时分析]窗口。点击[是],在软件停止采集的同时,GC 的温度程序也终止。点击[否],软件停止采集,但GC 温度程序继续运行。



#### 5.3 批处理分析

当用户有自动进样器且需要分析大量样品时,一般建议使用批处理功能。

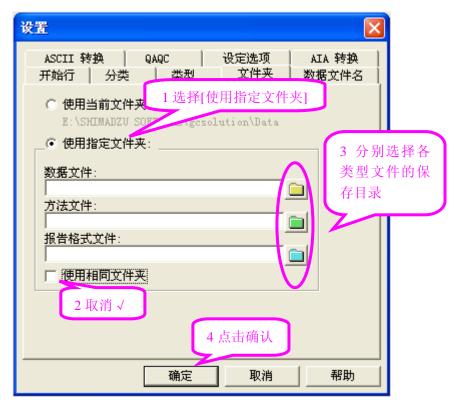
# 5.3.1 批处理表的目录

1请注意表格上部的目录,如果这个目录不是预期建立批处理并保存数据的目录, 应当先在[资源管理器]中选择需要的目录,再点击工具条中[新建] 图标。 这样批处理文件就会建立在所选择的目录下,数据文件也会默认存在此目录中。



2 如果数据文件、方法文件、报告格式文件不在同一目录下,可以点击辅助栏中

[设置] 图标,选择[文件夹]标签,按照下面进行设定。



5.3.2 通过[批处理表向导]建立批处理文件

点击辅助栏[批处理向导] 图标。弹出[批处理表向导]窗口。这里以外标方法为例。此例子中,做3浓度外标曲线,每个浓度重复进样3次,未知样品一个,重复进样3次。



# 5.3.2.1 标准样品位置



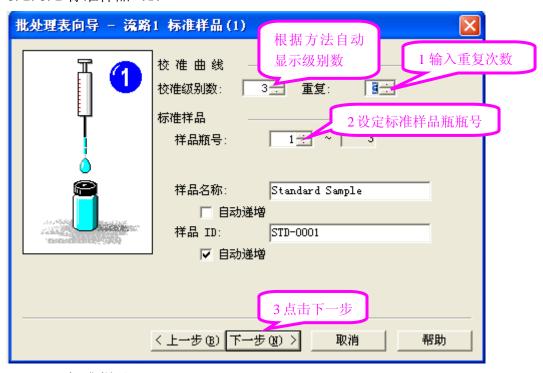
注意:如果选择[支架校准],样品组编号应当选择2或以上。支架类型有三种, [重叠]在批处理表全部执行完成后再进行定量校准。

[连续]使用在样品组前后的标准样品数据进行定量校准。

[平均]使用在样品组之前的所有标准样品数据进行定量校准。



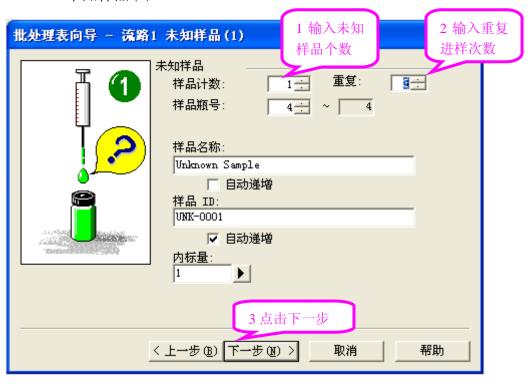
5.2.3.2 标准样品(1)



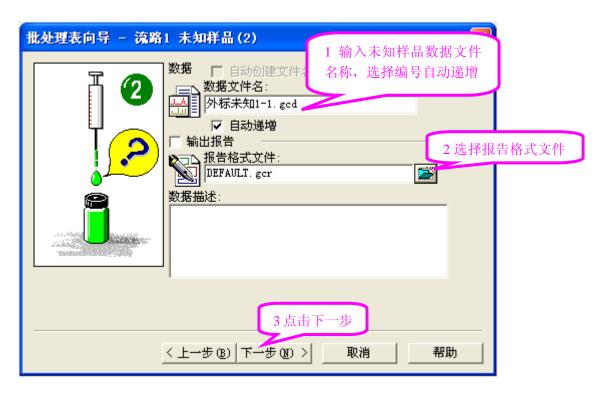
5.2.3.3 标准样品(2)



# 5.2.3.4 未知样品(1)



5.2.3.5 未知样品(2)



5.2.3.6 概要报告

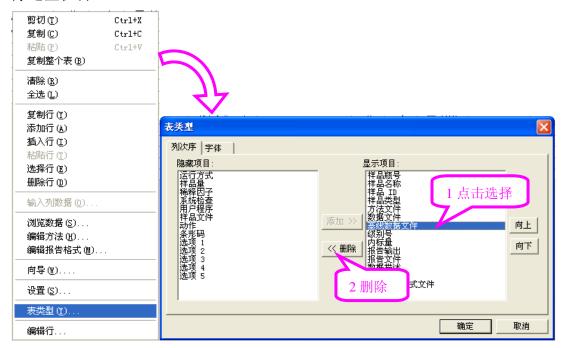


5. 2. 3. 7 批处理表修改

软件根据前面的设置生成如下批处理表。



可以看到表中有一些栏目无需显示,例如:基线数据文件、内标量即数据描述等,可以在表中点击鼠标右键,在弹出菜单中选择[表类型],弹出[表类型窗口],删除这些栏目。

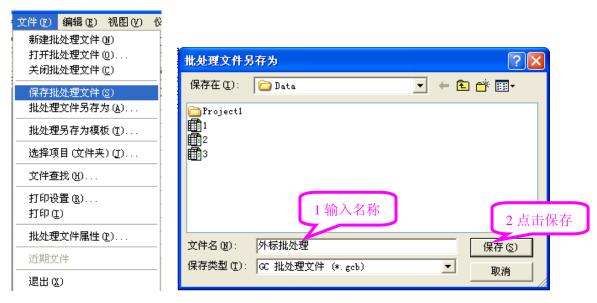


可以在表中手动修改数据文件名称。



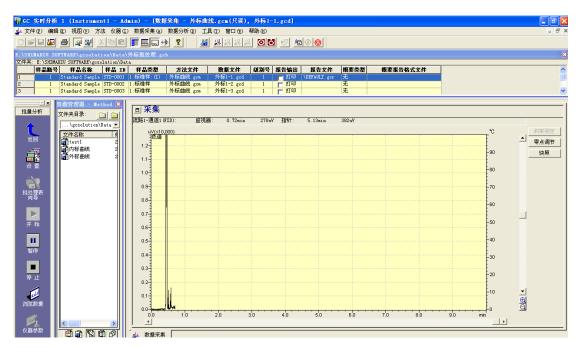
5. 2. 3. 8 批处理表保存

在菜单栏中点击「文件」,选择「保存批处理文件」,弹出「批处理文件另存为]窗口。



至此, 批处理表编辑完成。

# 5.3运行批处理表



5.3.1 暂停批处理表

在批处理运行中如果要重新编辑批处理,可以点击辅助栏中[暂停] 标,退出采集界面。这时可以对尚未运行的行进行编辑,例如:改变方法文件名

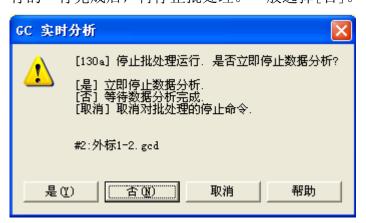
称、修改数据文件名称、插入或删除行等等。需要注意:正在调用的方法是不能在暂停时修改的。修改完成后可以再次点击[暂停]图标,会弹出[GC 实时分析]窗口。选择[保存]。软件会返回采集界面。在暂停时,不影响已经运行的批处理行的执行。



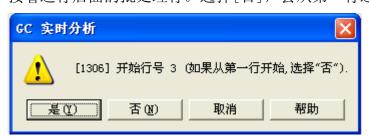
5.3.2 停止批处理表

当批处理表所以行运行完成后,会自动停止。仪器处于准备就绪状态。

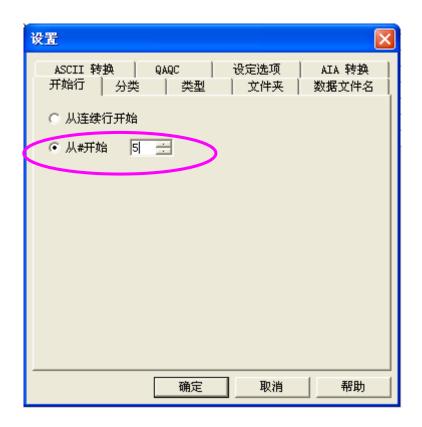
如果运行中需要终止,可以在辅助栏中点击[停止] 图标,弹出[GC 实时分析]窗口。选择[是],会立即停止数据分析。选择[否],软件会等待正在运行的一行完成后,再停止批处理。一般选择[否]。



如果要重新运行,再点击开始即可,会弹出[GC 实时分析]窗口。选择[是],会接着运行后面的批处理行。选择[否],会从第一行运行。



如果要从其它行运行,需在辅助栏中点击[设置]图标,在[开始行]标签中设置。

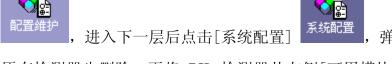


# 附录 1

TCD 检测器使用

#### 1 仪器配置

如果用户有 TCD 检测器,使用前请先进行仪器配置。点击辅助栏[配置维护]



弹出[系统设定]窗口。将

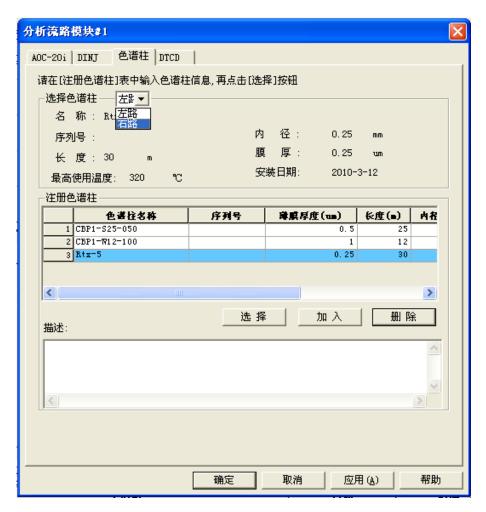
原有检测器先删除,再将 TCD 检测器从左侧[可用模块]选择到右侧[模块设定中]。



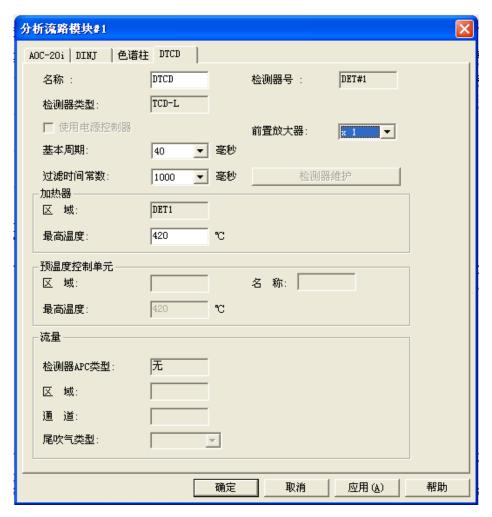
双击 DINJ 图标, 打开[分析流路模块#1]窗口, 设置进样口参数。



点击[色谱柱]标签,分别对左路、右路色谱柱设定。



在[DTCD]标签下对 TCD 检测器的参数进行设置。GC-2014 机型的 TCD 检测器最高 温度为  $420^{\circ}$ 0, 其它参数可用默认值。



设定完成后点击[确定],在[系统设定]窗口中点击[设置]。仪器配置完成。

# 2 仪器参数

自动进样器、柱箱单元的参数设置可以参考前面 FID 检测器配置时的设定。这里主要介绍 DINJ、TCD 参数。点击仪器参数界面中的 DINJ 图标,设置左右两路的流量。

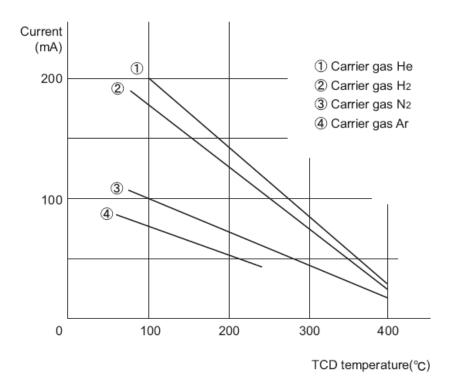


点击[DTCD]标签,设定参数。



温度: TCD 检测器的温度应当比柱箱最高温度至少高  $20^{\circ}30$  ℃,这样可以避免污染检测器。本例中柱箱最高温度为 200 ℃,则 TCD 的温度至少为 220 ℃。

电流: TCD 检测器的桥电流。为了避免对检测器热阻元件的损伤,电流从 0mA 开始,一般通载气 20 分钟后再开始增加电流。检测器能加多大的电流请参考下图。



电流应当逐渐增大。比如分析时使用 45mA 电流,那么应当从 0 升到 15mA,稳定一段时间后再升到 30mA,再稳定一段时间,最后升到 45mA。

在分析工作结束后,应当先把电流设为 0mA,再关闭仪器。

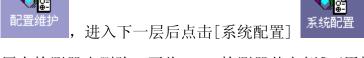
极性: 当选择+时, 左路进样, 右路参比。当选择-时, 右路进样, 左路参比。

# 附录 2

### ECD 检测器使用

# 1 仪器配置

如果用户有 ECD 检测器,使用前请先进行仪器配置。点击辅助栏[配置维护]

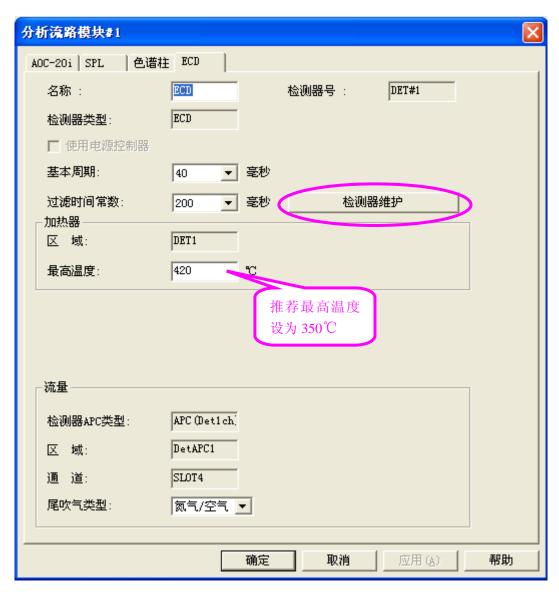


弹出[系统设定]窗口。将

原有检测器先删除,再将 ECD 检测器从左侧[可用模块]选择到右侧[模块设定中]。



双击 ECD 图标,弹出[分析流路模块#1]窗口,点击[ECD]标签。ECD 检测器的最高温度推荐设为 350℃,如果有特别需要可以使用到 400℃,但寿命受到影响。 尾吹气类型一般与载气相同。



点击[检测器维护]图标,弹出[检测器维护(ECD)]窗口。ECD 频率的默认值为 40kHz。进行系统检查时,此值用来判断 ECD 池是否污染。



ECD 参数设定后,点击[确定],在[系统设定]窗口中点击[设置]。仪器配置完成。 2 仪器参数 自动进样器、SPL 进样口、柱箱单元的参数设置可以参考前面 FID 检测器配置时的设定。这里主要介绍 ECD 参数。

仪器启动前,先将进样口、柱箱温度设为室温。点击仪器参数界面中的 ECD 图标。



温度: ECD 检测器的温度最好比柱箱的最高温度高 50℃。本例中柱箱最高温度为 200℃, 所以检测器温度设定为 250℃。

电流: ECD 检测器的电流范围为  $0^{\sim}$ 2nA,一般在 1nA 以下使用。在满足了检测灵敏度的要求时,使用越小的电流对检测器的寿命越有利。

尾吹流量: 推荐填充柱为 2mL/min(10kPa), 毛细管柱为 60mL/min(130kPa)。





图标,然后点击[开

启系统] FE

图标。等待检测器温度达到设定值后,再将进样口和柱箱温度

设定为分析条件后升温。这样可以避免对检测器的污染。

# 附录 3

FPD 检测器使用

#### 1 仪器配置

如果用户有 FPD 检测器,使用前请先进行仪器配置。点击辅助栏[配置维护]

展看维护, 进入下一层后点击[系统配置] 系统配置 ,弹出[系统设定]窗口。将原有检测器先删除,再将 FPD 检测器从左侧[可用模块]选择到右侧[模块设定中]。





设定完成后点击[确定],在[系统设定]窗口中点击[设置]。仪器配置完成。

# 2 仪器参数

自动进样器、SPL 进样口、柱箱单元的参数设置可以参考前面 FID 检测器配置时的设定。这里主要介绍 FPD 参数。点击仪器参数界面中的 FPD 图标。



温度: FPD 检测器的温度应当比柱箱最高温度至少高  $20^{\circ}30$  ℃,这样可以避免污染检测器。本例中柱箱最高温度为 200 ℃,则 FPD 的温度至少为 220 ℃。 氢气流量和空气流量的设定可以参照下表。

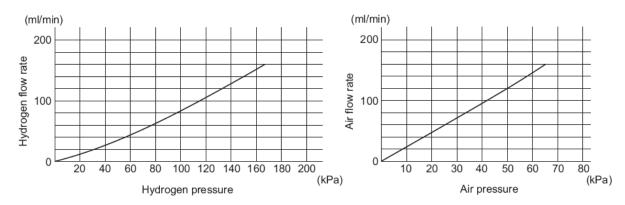
# 填充柱:

	氢气流量	空气流量	
FPD	130mL/min	160mL/min	
P-mode	135kPa	65kPa	
FPD	90mL/min	80mL/min	
S-mode	105kPa	35kPa	
FPD	90mL/min	80mL/min	
Sn-mode	105kPa	35kPa	

# 毛细管柱:

	氢气流量	空气流量	
FPD	80mL/min 130mL/min		
P-mode	95kPa	55kPa	
FPD	90mL/min	80mL/min	
S-mode	105kPa	35kPa	
FPD	100mL/min	120mL/min	
Sn-mode	110kPa	50kPa	

由于检测器的灵敏度受到氢气、空气流量较大影响,应根据每台仪器的压力-流量曲线图进行仔细调节,以达到最优状态。



注:每台仪器的曲线不同。所以应当保存好随机的曲线卡片。

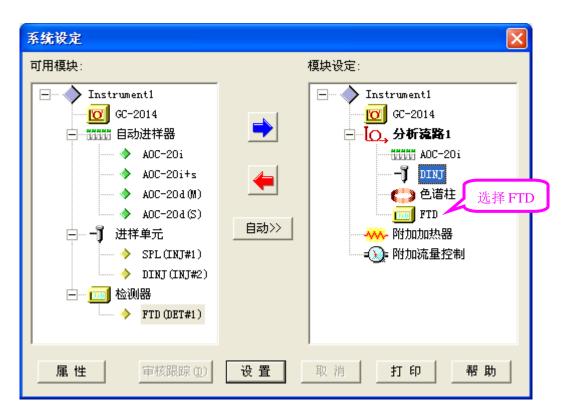
# 附录 4

FTD-2014 检测器使用

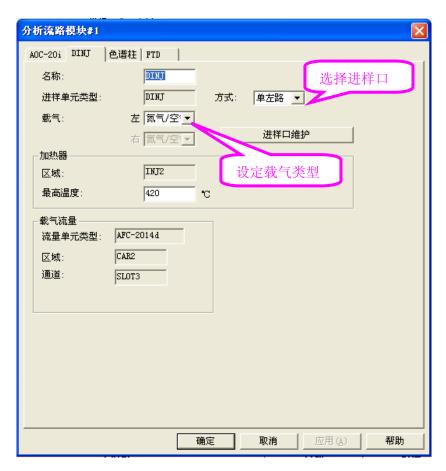
# 1 仪器配置

如果用户有 FTD-2014 (填充柱型) 检测器,使用前请先进行仪器配置。点击辅

助栏[配置维护] ,进入下一层后点击[系统配置] 系统配置 ,弹出[系统设定]窗口。将原有检测器先删除,再将 FTD 检测器从左侧[可用模块]选择到右侧[模块设定中]。



双击 DINJ 进样口图标,弹出[分析流路模块#1]窗口。可以按下图设定。



点击 FTD 检测器图标,弹出[分析流路模块#1]窗口。可以按下图设定。

分析流路模块#1			×
AOC-20i DINJ   色谱标	<u></u> FTD		
名称:	FTD	检测器号 : DET#1	
检测器类型:	FTD		
☑ 使用电源控制器			
基本周期:	40 ▼ 毫秒		
过滤时间常数:	1000 🔻 毫秒	检测器维护	
加热器	DET1		
最高温度:	420 °C		
流量 <i></i>			
检测器APC类型:	无		
区域:			
通 道:			
尾吹气类型:	<u>v</u>		
	确定	<b>取消</b> 应用(A)	帮助

设定完成后点击[确定],在[系统设定]窗口中点击[设置]。仪器配置完成。

2 铷珠老化及仪器参数

# 2.1 铷珠老化

将柱温、进样口设定为室温,检测器设为正常使用时的温度,空气及氢气设为正常使用时的压力,氮气为 20mL/min。电流控制器关。检测器温度到达设定温度后等待 10 多分钟以除去铷珠上可能吸附的水分。



电流控制器 ON, 电流设为 O, 等 10min, 让铷珠慢慢变红。



将 FTD-2014 电流调至 5 pA, 保持 10min 后阶段升至 100pA, 在 30min 内完成。(注:电流越小时,保持的时间应越长。)

将电流调至 200pA, 保持 5min。

将电流调至 80pA, 老化 1 小时, FTD 基线呈锯齿状。(当工作电流为 40pA 时, 在 80pA 下进行老化,即老化电流为工作电流的 2 倍。)

将电流调至 40pA(工作电流),点击[调节]右侧的[运行],稳定 30~60min 后将调整状态强制改为分析状态,即点击[停止]。



升高柱温箱和进样口的温度,基线稳定后即可进样分析。

# 注意:

①对 FTD 来说,老化时间越长,P 的灵敏度越高。但 FTD 检测器以测 N 方式为多。

②以上老化步骤适合于长时间未使用 FTD 的情况。如果每天使用 FTD, 直接电流设置 40pA, 调整 30 分钟, 然后升高柱箱和进样口温度。

# 2.2 仪器参数

氢气、空气和尾吹流量可以参考下表。

	氢气流量(mL/min)	空气流量(mL/min)	尾吹流量(mL/min)
FTD	3-4	80-160	_
(填充柱)	50-65kPa	30-60kPa	
FTD	3-4	80-160	30mL/min
(毛细管柱)	50-65kPa	30-60kPa	80kPa (He)

# 3 关机

将进样口、柱箱温度设为室温。检测器电流设为 0pA, 关闭电源控制, 关闭检测器。待进样口、柱箱温度降至室温后,将检测器温度设为室温,降温。必须待检测器温度降到 100℃以下后才能关闭载气。

# 附录 5

FTD-2014c 检测器使用

#### 1 仪器配置

如果用户有 FTD-2014c (毛细管柱型) 检测器,使用前请先进行仪器配置。点击





辅助栏[配置维护]

进入下一层后点击[系统配置]

弹出

[系统设定]窗口。将原有检测器先删除,再将FTD 检测器从左侧[可用模块]选择 到右侧「模块设定中]。



点击 FTD 检测器图标,弹出[分析流路模块#1]窗口。可以按下图设定。

分析流路模块#1			×
AOC-20i DINJ   色谱科	± FTD		
名称:	FTD	检测器号: DET#1	
检测器类型:	FTD		
▽ 使用电源控制器			
基本周期:	40 ▼ 毫秒		
过滤时间常数:	1000 🔻 毫秒	检测器维护	
- 加热器	DET1		
最高温度:	420 °C		
┌流量 ───			
检测器APC类型:	无		
区 域:			
通 道:			
尾吹气类型:	V		
	确定	取消 应用(4)	帮助

设定完成后点击[确定],在[系统设定]窗口中点击[设置]。仪器配置完成。

2 铷珠老化及仪器参数

# 2.1 铷珠老化

将柱温、进样口设定为室温,检测器设为正常使用时的温度,空气及氢气设为正常使用时的压力,氮气为 20mL/min。电流控制器关。检测器温度到达设定温度后等待 10 多分钟以除去铷珠上可能吸附的水分。



电流控制器 ON, 电流设为 O, 等 10min, 铷珠不会变红。



将 FTD-2014 电流调至 1 pA, 保持 10min 后阶段升至 6pA, 在 30min 内完成。 (注: 电流越小时, 保持的时间应越长。)

将电流调至10pA,保持5min。

将电流调至 6pA, 老化 1 小时, FTD 基线呈锯齿状。(当工作电流为 3pA 时, 在 6pA 下进行老化,即老化电流为工作电流的 2 倍。)

将电流调至 3pA(工作电流),点击[调节]右侧的[运行],稳定 30~60min 后将调整状态强制改为分析状态,即点击[停止]。



升高柱温箱和进样口的温度,基线稳定后即可进样分析。

# 注意:

①对 FTD 来说,老化时间越长,P 的灵敏度越高。但 FTD 检测器以测 N 方式为多。

②以上老化步骤适合于长时间未使用 FTD 的情况。如果每天使用 FTD, 直接电流设置 3pA, 调整 30 分钟, 然后升高柱箱和进样口温度。

# 2.2 仪器参数

氢气、空气和尾吹流量可以参考下表。

	氢气流量(mL/min)	空气流量(mL/min)	尾吹流量(mL/min)
FTD2014c	1-2mL/min	140-150mL/min	10-30m1/min
N-mode	20-35kPa	50-55kPa	35-80kPa (He)
FTD2014c	3-6mL/min	140-150mL/min	10-30m1/min
P-mode	50-95kPa	50-55kPa	35-80kPa (He)

# 3 关机

将进样口、柱箱温度设为室温。检测器电流设为 0pA, 关闭电源控制, 关闭检测器。待进样口、柱箱温度降至室温后,将检测器温度设为室温,降温。必须待检测器温度降到 100℃以下后才能关闭载气。