

岛津气相色谱仪

# GC-2010硬件基本操作



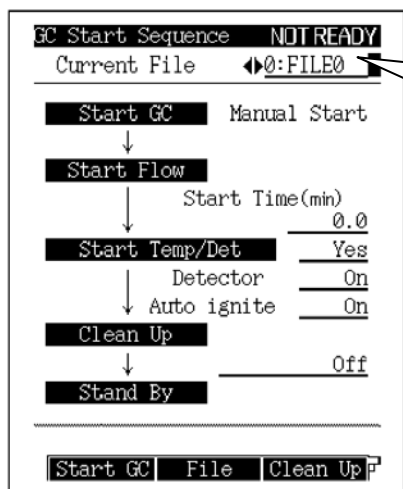


## 目 录

仪 器 操 作.....	1
柱温的设定.....	2
进样口流量的设定.....	3
进样口温度设定.....	4
检测器参数设定.....	5
仪器工作状态监视.....	7
功能键.....	9
仪 器 维 护.....	12
进样垫.....	12
衬管.....	14
石英棉.....	16
毛细柱的安装.....	17
常 见 问 题.....	19

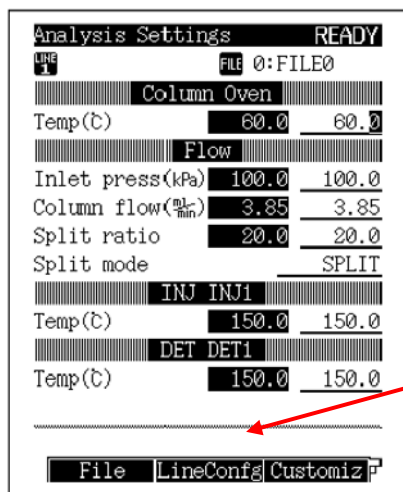
## 仪器操作

仪器电源打开后经过自检出现以下画面

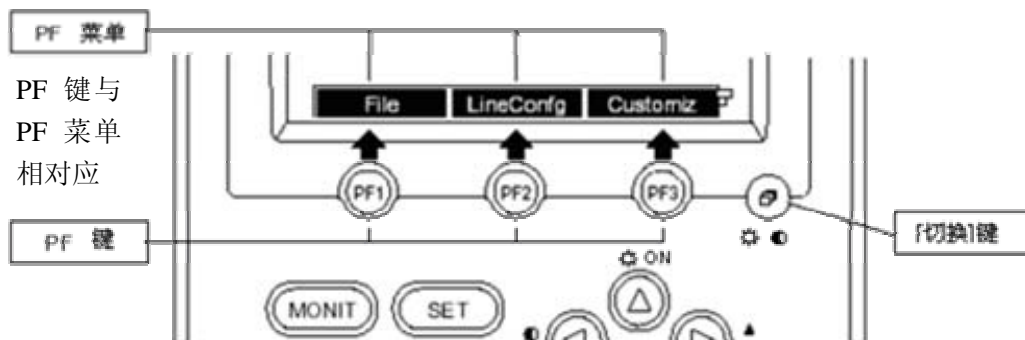
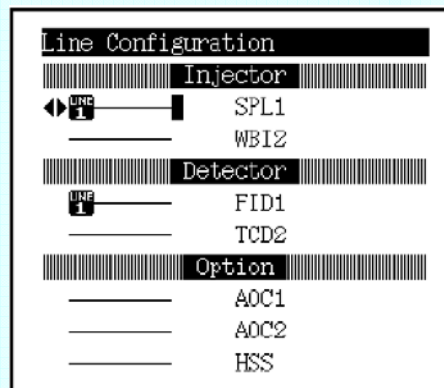


方法一、可按左右键选择方法文件并按 [Enter] 键确认

方法二、按 [SET] 键 出现以下画面输入常用参数



当使用的进样口或检测器发生变化时按 [PF2] (LineConfig) 进行变更



当需要进行详细的参数设定时先配置好需使用的部件然后按 [COL]、[FLOW]、[INJ]、[DET] 进行具体参数设置。

## 柱温的设定

在 GC 上按 [COL] 键出现以下画面，输入适当参数

The screenshot shows the column temperature setting interface. At the top, it displays 'Column RUN' and 'Column FILE 0: FILE0'. Below this, 'Temp Monit(°C)' is set to 60.0, and 'Temp program total(min)' is 25.00. A table lists the temperature program steps: Init (80.0°C, 2.00 min), 1st (5.00% rate, 120.0°C, 2.00 min), 2nd (10.00% rate, 180.0°C, 5.00 min), and 3rd (END). Below the table, 'Equilibration Time(min)' is set to 3.0. At the bottom, there are control options: 'Del Line', 'Ins Line', and 'Fan Off'.

实际柱温显示

柱温条件设定

平衡时间：当所有设定条件都满足后，再等待的时间，到后仪器 STATUS 灯显示绿色

	Rate(% <sub>min</sub> )	Temp(°C)	Time(min)
Init	-----	80.0	2.00
1st	5.00	120.0	2.00
2nd	10.00	180.0	5.00
3rd	END		

Equilibration Time(min) 3.0

Del Line | Ins Line | Fan Off F

## 进样口流量的设定

按 [FLOW] 键进入流量设定画面

三个条件在柱条件固定时成正比关系，设定时三选一即可

柱头压

柱流速

线速度

分流模式（按左右键选择并按 [Enter] 确认）  
 SPLIT （分流）  
 SPLITLESS（不分流）  
 DIRECT （直接进样）

分流比

总流量

载气种类选择  
 He 氦气  
 N<sub>2</sub> 氮气  
 Ar 氩气  
 H<sub>2</sub> 氢气

载气开关

实测值

设定值

总流量 = 柱流量 + 柱流量 × 分流比 + 隔垫吹扫流量  
 一般隔垫吹扫流量为定值，当柱流量确定时，总流量随分流比变化而变化，反之亦然。设定时两者选一

按 [PF1] 进行柱参数的设定

PRESS（压力） 控制系统使柱入口压力维持恒定  
 VELOCITY（线速度） 控制系统使线速度维持恒定  
 FLOW（流量） 仅当进样方式设置成 Direct 时可选择

Flow	CAR1	RUN
SPL1	LINE 1	OFF
Inlet press(kPa)	100.0	100.0
Column flow(%)	3.85	3.85
Liner vel(%)	58.0	58.0
Split ratio	20.0	20.0
Total flow(%)	83.8	83.8
Split mode	SPLIT	
Control mode	PRESS	
Carrier gas type	He	
Column	GasSaver	On/Off

Column Diam.	CAR1	RUN
SPL 1	LINE 1	
Column i.d.(mm)	0.32	
Column length(m)	25.0	
Film thickness(μm)	0.50	

### 隔垫吹扫气的设定

从 [FLOW] 键主屏幕按切换键后选择

[Purge] (PF 菜单) 进入隔垫吹扫设定屏幕

注：通常隔垫吹扫气设定为 3ml/min，当柱头压低于 15kPa 时，设定为柱头压 1/5 以下的整数（例如：柱头压为 7.7kPa 时，隔垫吹扫气设定为 1ml/min）。否则仪器可能出现 Carx Purge Leak（吹扫气漏）报警

Septum Purge	CAR1	RUN
SPL1	LINE 1	FILE 0: FILE0
		On
Flow monitor(%)		3.0
Program total(min)		0.00
Rate(%) Flow(%) Time(min)		
Init	-----	3.0 0.00
1st	-----	END

## 进样口温度设定

按 [INJ] 可进入进样口温度设定

Injection Port CAR1 RUN

SPL1 LINE 1 FILE 0: FILE0

ACTUAL SETTING

Temp(°C) 100.0 100.0

Print Next Inj

当前所使用的文件  
当前所有更改都记录在该文件中

进样口温度设定

切换到下一个进样口  
当多次按 [INJ] 键也可切换进样口设定页

## 检测器参数设定

按 [DET] 键进入检测器设定画面

FID 检测器参数设定

```

Detector DET #1      RUN
FID1 LINE 1      ◀▶ On
Temp(C)             300.0  300.0
Flame               On
Filter Time Constant 200ms

-----

Signal Output Port  Ch1
Background sig.save Off
Background sig.comp Off
Det sig subtraction Off
Signal Range        x10-1
Analog Signal Type Linear

-----

Ignite  Det Gas  Ign.Set
  
```

检测器的开关选择

检测器温度设定

需高于柱温所用的最高温度  
10 度以上

信号输出通道

当使用模拟信号输出时设定  
CH1 或 CH2 与仪器的信号输出  
出线位置相对应

灵敏度选择

信号输出类型

Linear (线性输出)  
信号采集用 C-R6A 或国产工  
作站时设定  
Wide (宽量程输出) 信号采  
集用 C-R7A、C-R8A、CBM  
时设定

检测器用气设定

使用的氢气、空气、尾吹气  
的流量设置

### 检测器点火

当检测器处于 On 的状态，同时氢气、空气也处于打开的状态时按 [PF1] 点火，

```

Flow DET #1      NOTREADY
FID 1 H2        LINE 1      On
Press(kPa)      0.0
Flow( $\frac{\text{ml}}{\text{min}}$ )    0.0  47.0

-----

FID 1 MakeUp   LINE 1      On
Press(kPa)      0.0
Flow( $\frac{\text{ml}}{\text{min}}$ )    0.0  30.0
Gas Kind        He

-----

FID 1 Air       LINE 1      On
Press(kPa)      0.0
Flow( $\frac{\text{ml}}{\text{min}}$ )    0.0  400.0

Return Program On/Off
  
```

使用氢气发生器最好先排空管路中的残余空气，  
以免点火困难影响点火线圈寿命。



## TCD 检测器参数设定

```

Detector DET #2      RUN
TCD 2 LINE 2      ◀▶ On
Temp(C)             300.0  300.0
Signal Polarity     +
Current(mA)         75
Filter Time Constant 200ms

-----

Signal Output Port  Ch2
Background sig.save Off
Background sig.comp. Off
Det sig subtraction Off
Signal Range        x10-1
Analog Signal Type  Linear

-----

--- Det Gas ---

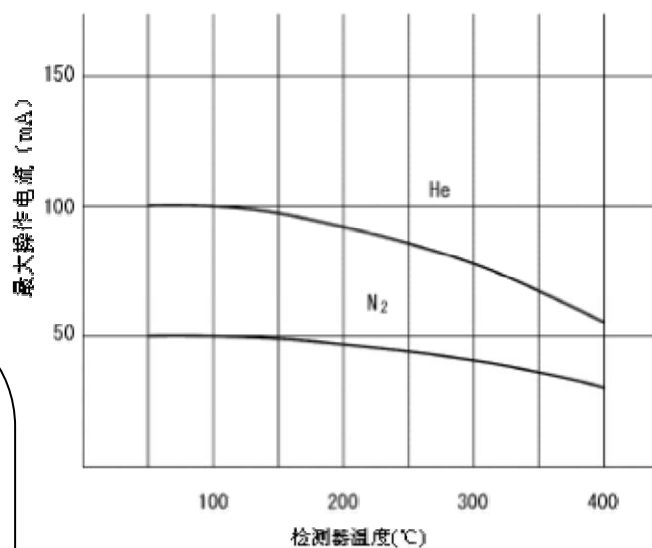
```

**TCD 极性**

当出现负峰时可通过  
极性切换使峰变正

**TCD 电流**

TCD 可使用的电流与 TCD  
的温度及使用的气体种类  
有关，关系如下图

**检测器用气设定**

TCD 使用的尾吹气种类与载气相同，一  
般流量 8ml/min

```

Flow DET #2      NOT READY
TCD 2 MakeUp LINE 2      On
Press(kPa)       0.0
Flow(ml/min)    0.0  8.0
Gas Kind         He

-----

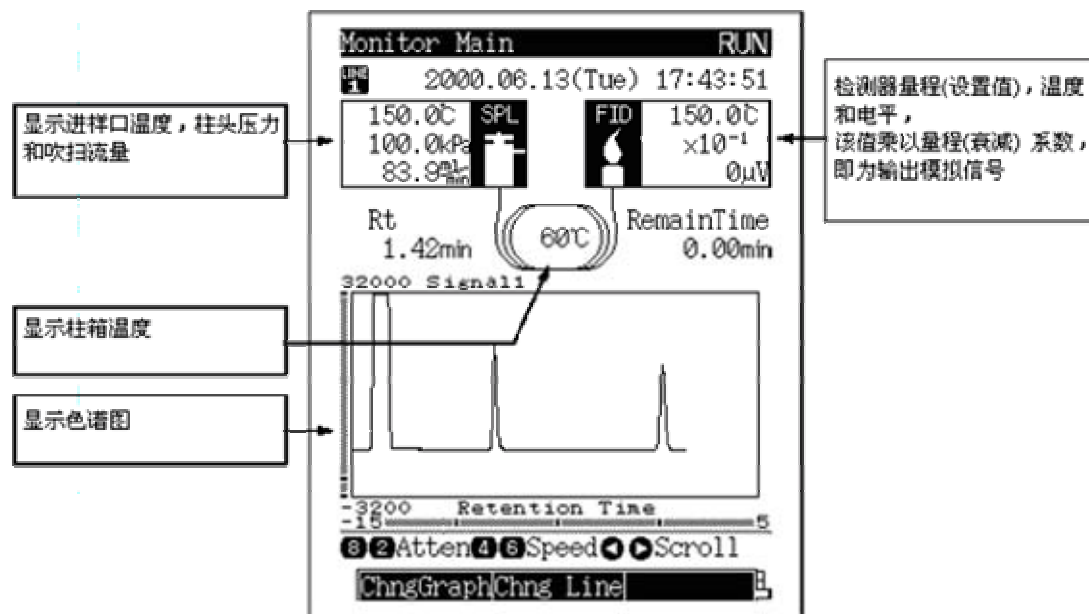
Return Program On/Off

```

注：TCD Filter Time Constant (滤波常数) 通常设为 200ms，当误设成 1S 时可能出现检测调零时，基线不能回零的情况。

## 仪器工作状态监视

按 [MONIT] 进入 GC 监视画面



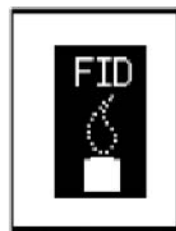
### 检测器状态

FID 或 FPD 检测器点燃状态可在监控屏幕中确认

例如 FID



火焰点燃



火焰未点燃

### 检测器调零

从 [Monit] 键主屏幕按 [Zero Adj] (PF 菜单) 可调整检测器零点

注: FID、ECD、FPD、FTD 检测器调零时, 基线直接回零。TCD 调零时基线会上下摆动再回零。

在 Monitor 画面中选择 Temp Mon 可得到如下画面

在当前分析流路的组件带下划线。

Temp Monitor		RUN	
		ACTUAL	SETTING
<u>Column</u>	Temp (°C)	60.0	60.0
<u>SPL1</u>	Temp (°C)	150.0	150.0
<u>WBI2</u>	Temp (°C)	0.0	25.0
<u>FID1</u>	Temp (°C)	150.0	150.0
<u>TCD2</u>	Temp (°C)	0.0	25.0

Return Flow Mon

选择 Flow Mon 可得到如下画面

显示的项目取决于进样口检测器和流路控制器的类型。

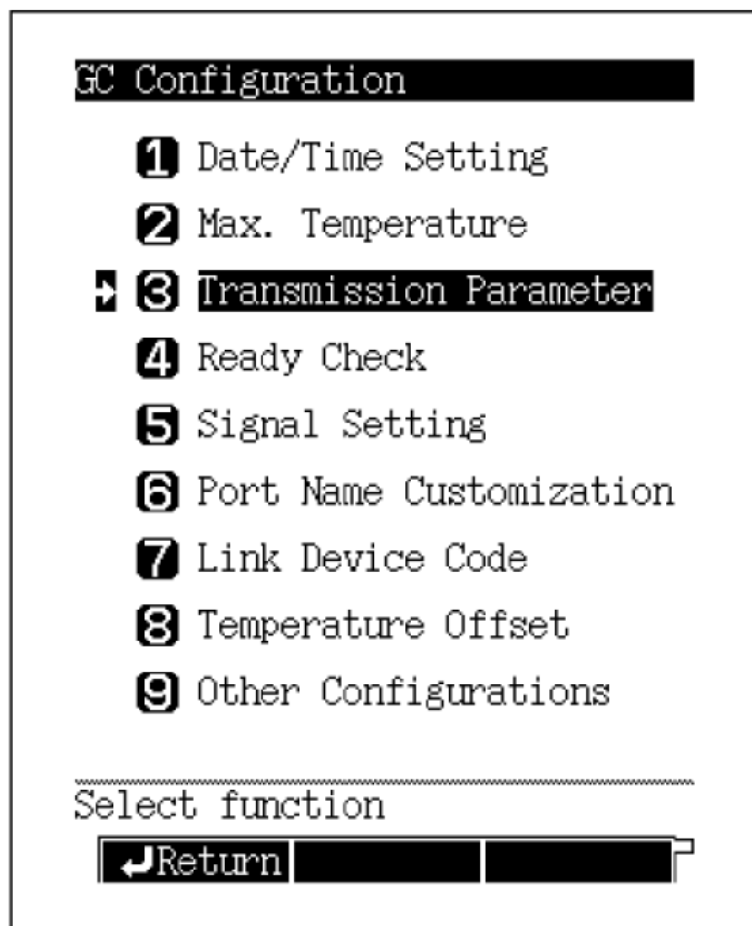
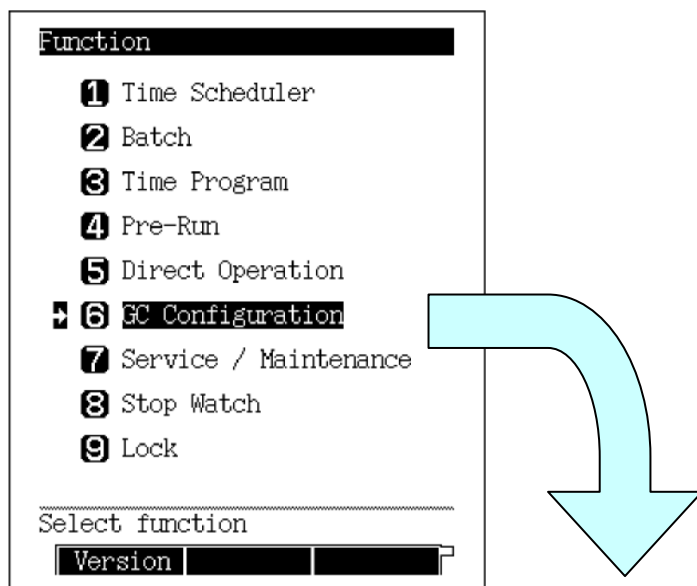
组成当前流路的进样口和检测器名称带下划线。

Flow Monitor		RUN	
		ACTUAL	SETTING
<u>SPL1</u>	Inlet Prs.	100.0	100.0
	Total flow	83.9	83.9
	Purge flow	3.0	3.0
<u>WBI2</u>	Inlet Prs.	-----	100.0
	Total flow	-----	
	Purge flow	-----	3.0
<u>FID1</u>	H2 flow	47.0	47.0
	MakeUpFlow	30.0	30.0
	Air flow	400.0	400.0
<u>TCD2</u>	MakeUpFlow	0.0	30.0

Return Temp Mon

## 功能键

按下[FUNC] | 键出现以下画面，选择 **6 GC Configuration**



## GC Configuration 第一项时间设定

**Date/Time Setting**  
 2000.06.14(Wed) 13:15:50

· Date [yyyy.mm.dd]  
2000. 6. 14

· Time [hh:mm:ss]  
13: 15: 50

---

↵Return

当前时间

## GC Configuration 第二项最高温度设定

**Max. Temperature**

Column	Max. Temp(℃)	<u>400.0</u>
SPL1	Max. Temp(℃)	<u>470.0</u>
WBI1	Max. Temp(℃)	<u>470.0</u>
FID1	Max. Temp(℃)	<u>470.0</u>
ECD1	Max. Temp(℃)	-----
AUX3	Max. Temp(℃)	-----
AUX4	Max. Temp(℃)	-----
AUX5	Max. Temp(℃)	-----

---

↵Return Protect

柱温的最高温度  
由柱种类决定各部件的最高温  
度设定

## GC-2010 硬件基本操作

### GC Configuration 第三项通讯参数设定

```

Transmission Parameter
Protocol          ◀ None
Baud Rate(bps)   _____ 9600
Stop Bit         _____ 1bit
Parity           _____ NONE
                
```

---

```

Return Apply
                
```

有工作站时按左右键选择 LEVEL 3,并按 [Enter] 确认

波特率设定  
连工作站时,设为 115200  
并按 [Enter] 确认

```

Transmission Parameter
Protocol          ◀ LEVEL3
Baud Rate(bps)   _____ 115200
Stop Bit         _____
Parity           _____
                
```

参数设定完成后按 [PF2] 应用

### GC Configuration 第四项仪器状态检查项目设定

```

Ready Check      NOT READY
=====
Temp. Port
Column Temp     ◀ Yes
LINE 1 SPL1     Temp      Yes
WBI2           Temp      Yes
LINE 1 FID1     Temp      Yes
TCD2           Temp      Yes
=====
Carrier Gas
LINE 1 SPL1     Yes
WBI2           Yes
=====
Septum Purge
LINE 1 SPL1     Yes
WBI2           Yes
=====
Det Flow Gas
                
```

---

```

Return Drift
                
```

柱温为必检项目

除柱温外,在流路上的部件不需要检查的项目可设为 No

当分流进样口工作在不分流方式下,手动进样时,此处设为 No,以免启动采集后报错

当 DET Drift 设为 Yes 时可能会造成仪器长时间不能进入准备好状态 (状态灯为黄色)

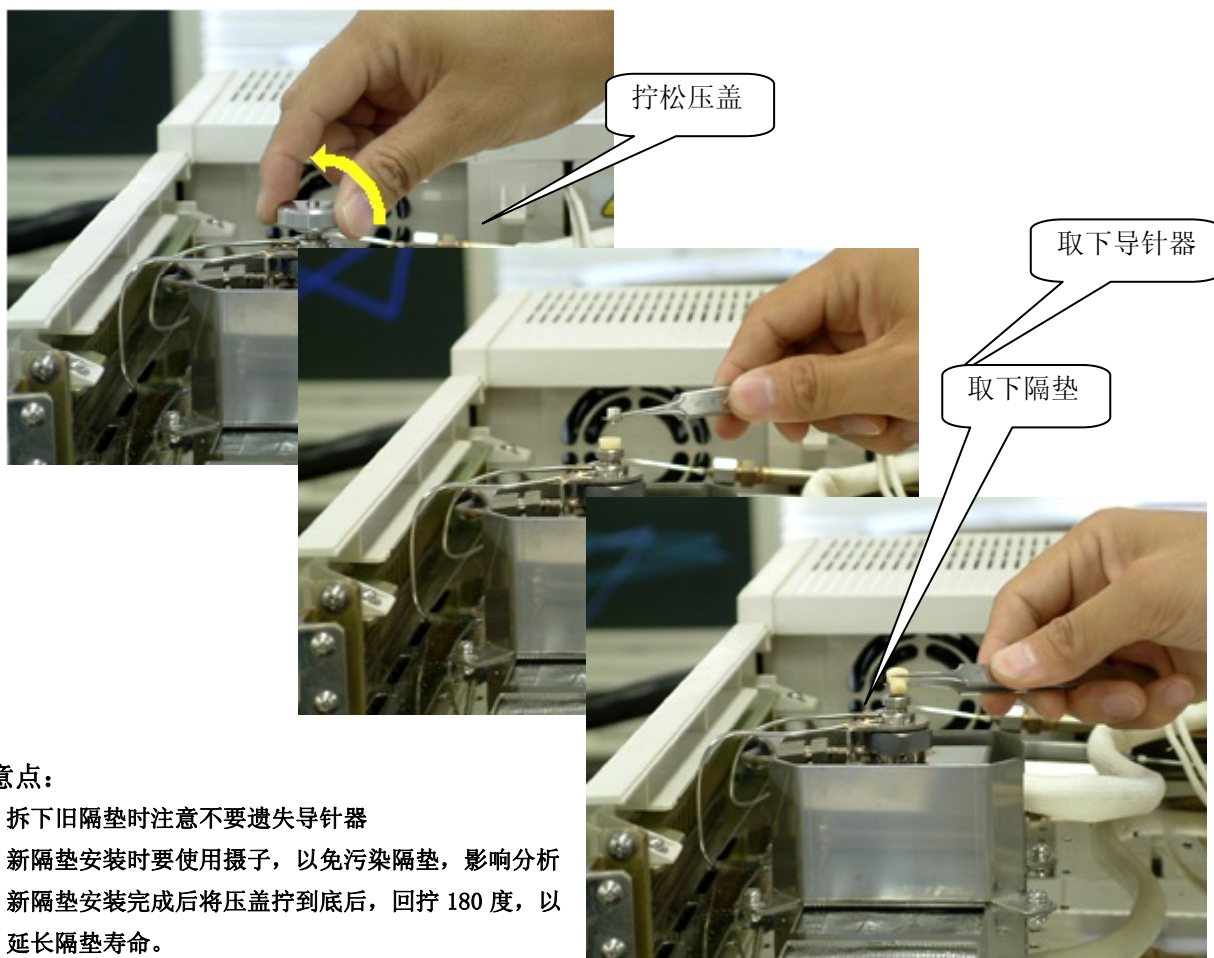
## 仪器维护

### 进样垫

进样垫为常用消耗品，一般使用次数为 100 次，当使用的进样针针头较粗时或较钝时会减少进样垫的使用次数。



更换隔垫（以下为移除隔垫的过程，安装次序反转即可）



#### 注意点:

1. 拆下旧隔垫时注意不要遗失导针器
2. 新隔垫安装时要使用镊子，以免污染隔垫，影响分析
3. 新隔垫安装完成后将压盖拧到底后，回拧 180 度，以延长隔垫寿命。

隔垫计数器清零

按屏幕上方 **DIAG** 键进入对话窗口, 选择 **3 Analysis Counter** 显示以下画面

The screenshot shows the following menu structure:

```

Analysis Counter
SPL1 LINE 1
AOC Wait ◀▶ No
Counter for Septum
Use Counter Yes
Analysis counter 0
Setting to warn 100
Counter for Insert
Use Counter Yes
Analysis counter 0
Setting to warn 100
Return Reset Next
    
```

Callouts and their descriptions:

- 是否使用隔垫计数器**: Points to the 'Use Counter' option for the Septum counter.
- 隔垫报警次数, 设 0 为不报警。当光标处于此位置时按 **PF2** (Reset) 可将隔垫计数器置零**: Points to the 'Analysis counter' value (0) for the Septum counter.
- 是否使用衬管计数器**: Points to the 'Use Counter' option for the Insert counter.
- 衬管报警次数, 设 0 为不报警。当光标处于此位置时按 **PF2** (Reset) 可将衬管计数器置零**: Points to the 'Analysis counter' value (0) for the Insert counter.
- 复位**: Points to the 'Reset' button at the bottom of the screen.



## 衬管

如果保留时间漂移或重现性变差如果检测到鬼峰出现上述问题时有可能是石英棉的位置移动了或变脏了或可能是玻璃衬管脏了



221-41444-01 分流用 未惰性处理



221-48335-01 不分流用 未惰性处理

以下衬管主要作农残分析或吸附性强的样品



221-48876-04 不分流用 惰性处理

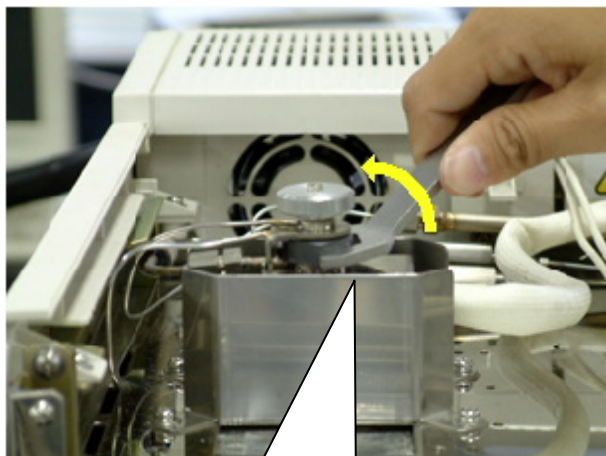
221-48876-05 不分流用 惰性处理(5根/包)



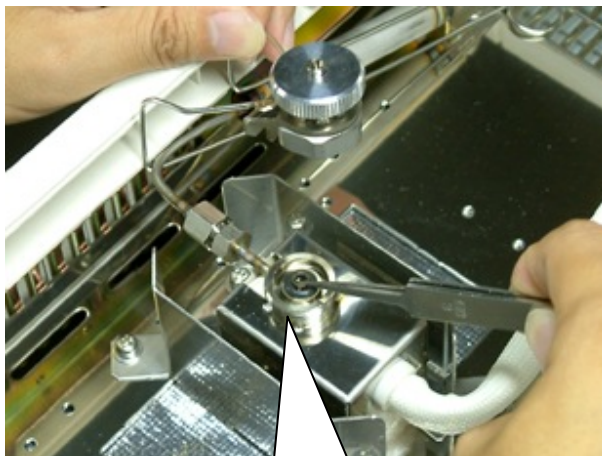
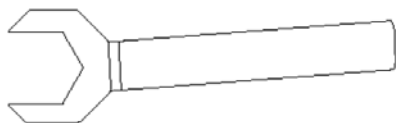
221-48876 不分流用 惰性处理

221-48876-02 不分流用 惰性处理(5根/包)

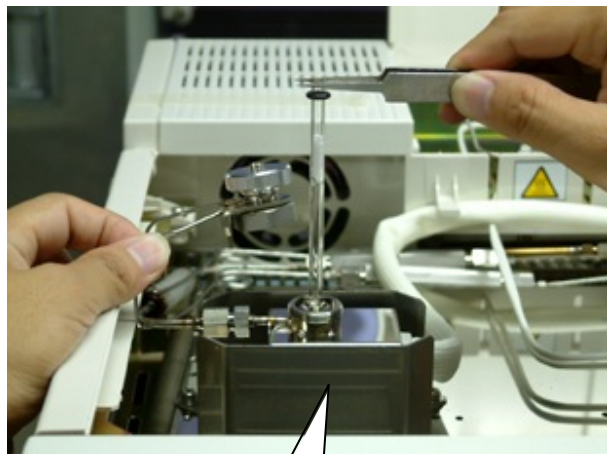
### 衬管更换



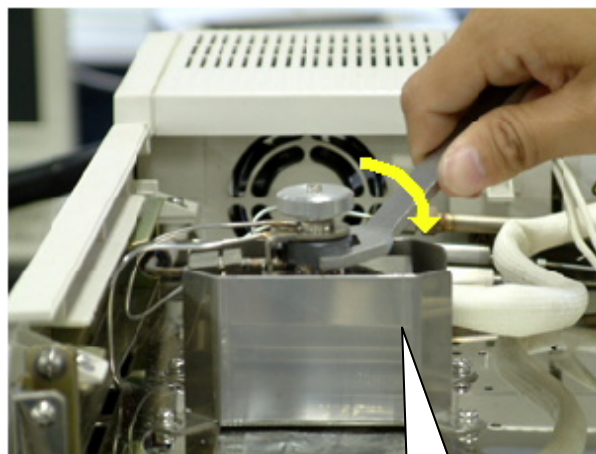
用专用扳手拧松螺母



移开上盖时注意, 先要垂直提起以防衬管跟出折断取出 O 型圈及衬管



更换衬管，重新安装



用手将螺母拧到底,用专用扳手再拧 40 度即可

进样口其它常用消耗品

氟橡胶 O 形环 (5 个)	036-11203-84	标准(最高 450℃)
石墨 O 形环(无分流/WBI)(4 个)	221-47222-91	用于高温 (350℃ 到 450℃)
石墨 O 形环 (分流)(4 个)	221-48393-91	用于高温 (350℃ 到 450℃)
石英棉(2g)	201-48600	填充在玻璃衬管中
分子筛过滤器	221-34121-94	用于除去载气中的杂质
捕集管 (分流流路)	221-42559-92	分流流路样品捕集管 2~4 支/年
捕集管 (吹扫流路)	221-42559-92	隔垫吹扫流路捕集管 1 支/年
铝垫片	201-35183	用于管接头

## 石英棉

### 装填石英棉：

通常要在玻璃衬管内装填一定量的石英棉，用于充分混匀汽化样品并防止难挥发的化合物污染毛细柱。

### 石英棉的装填量：

分流和不分流进样系统采用不同类型的玻璃衬管，应根据情况选择正确的衬管及适当的石英棉装填量。

分流方式：10mg

无分流方式/WBI：2mg

注意：

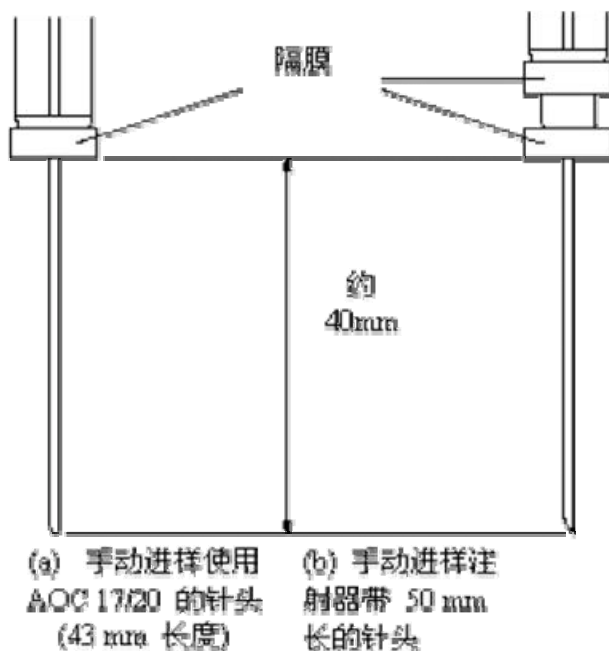
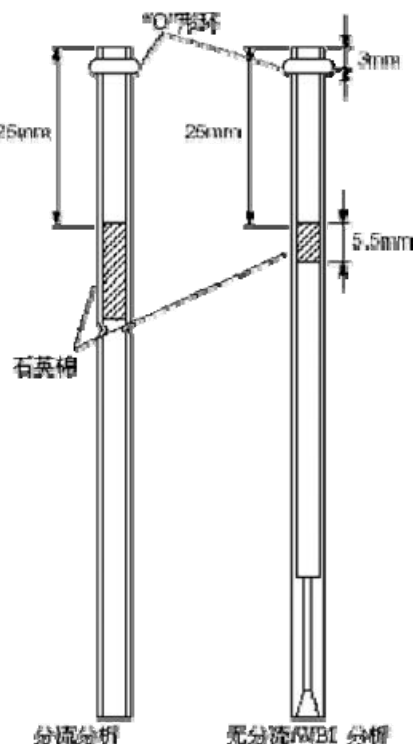
- (1) 对于高吸附性样品，例如农药，减少石英棉的装填量会得到更好的分析结果。
- (2) 对于高汽化热的溶剂，例如水，增大石英棉的装填量会得到更好的分析结果。

### 石英棉的装填位置

石英棉应位于进样针下方1~2mm处，太近或太远都会造成分析结果的重现性变差。

上图石英棉的位置是在使用自动进样器AOC-20i 的场合

在手动进样时针头往往比用自动进样器进样插的深在手动进样时可以不改变石英棉的位置而是在针头上放一个进样垫这样缩短针头长度到约 40 mm(或者手动进样时改变石英棉的位置)



## 毛细柱的安装

在毛细柱两端安装石墨压环

用所配的压环安装夹具将石墨压环装到毛细柱的两端，压环安装夹具上标有“S”或“F”等表明其是进样口还是检测器端的压环安装夹具。

S: 用于测量分流/无分流进样口 (SPL) 端石墨压环的位置;

F: 用于测量FID/FTD 检测器端石墨压环的位置。

T: 用于测量TCD 检测器端石墨压环的位置。

E: 用于测量ECD 检测器端石墨压环的位置。

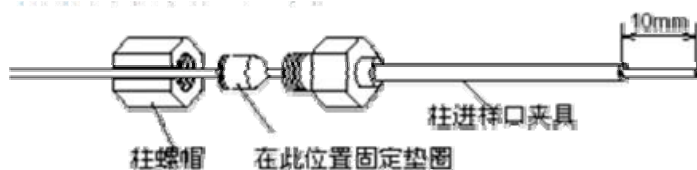
Fp: 用于测量FPD 检测器端石墨压环的位置。

**安装石墨压环:**

- (1) 抽出石墨压环的环芯，将色谱柱穿过压环



- (2) 再将色谱柱穿过压环安装夹具，并在管口伸出约10mm 的长度，将柱螺母拧紧，使石墨环紧紧的卡在色谱柱上。(柱螺母应先用手拧紧，然后再用扳手拧3/4 圈)

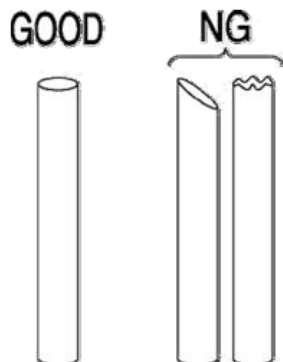


- (3) 在色谱柱穿过石墨压环孔心时，柱口可能进入一些石墨粉，需要将压环安装夹具中伸出的毛细柱用毛细柱切割刀截去。

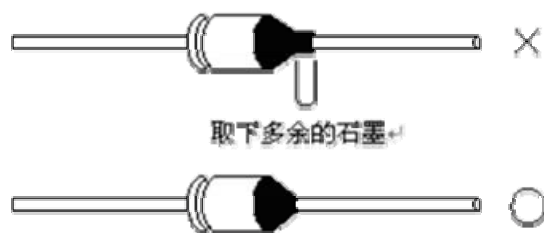
- (a) 压环安装夹具的管口应与截去后的色谱柱端口平齐。



- (b) 毛细管色谱柱的切口应平滑，不能粗糙不平。



(c) 用镊子取下多余的石墨此时要小心切勿损坏毛细管柱

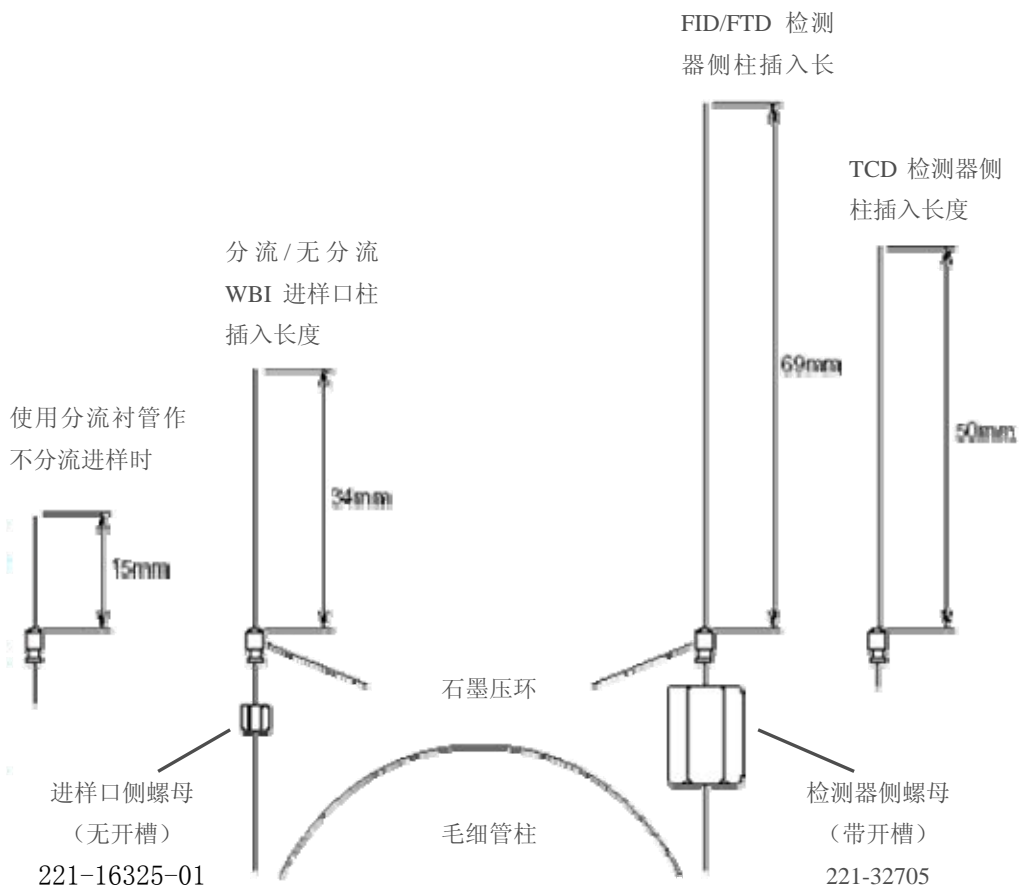


取下多余的石墨

注：必须除去残留在调节器上的石墨如果残留下来石墨可能堵塞毛细管适配器

### 石墨压环的位置

沿压环安装管的管口切去预留的一小段毛细柱后，即可卸去压环安装夹具。石墨压环位置如下图



ECD 检测器侧插入长度 37mm

FPD 检测器侧插入长度 82mm

### 石墨压环种类

1. 内径 0.5mm (221-32126-05) 对应于  $\Phi 0.32$  及  $\Phi 0.25$  的毛细柱
2. 内径 0.8mm (221-32126-08) 对应于  $\Phi 0.53$  的宽口径毛细柱



10. DET#n ignition failed 检测器点火失败

当以下情况时可能出现点火失败

- a. 色谱柱未安装
- b. 空气或氢气不良
- c. 点火线圈坏
- d. FID 喷头堵塞
- e. FID 检测器未打开

11. Ignition finished(retried)

仪器点火超过 1 次才点着（可能开始进入仪器的氢气不纯造成）

12. DET#n flame is out 检测器熄火

通常出现以下情况时可能产生此故障

- a. 空气或氢气气源不良（气体不纯、气压不足、或气源被关闭等）
- b. FID 喷头堵塞（进样后可能熄火）

仪器出现报警后，状态灯可能会变红色，此时屏幕上出现错误内容在这个错误的下测有两个选项

[Reset] （重置）选择这个选项时功能恢复，需排除故障后使用

[Ignore] （忽略）选择这个选项时忽略这个错误

两个选项选择后，错误报警窗口会消失，但当错误再次被检测出时报警窗口也会再次出现。



ISO 9001:2008 U006611Q0476R1M

分析仪器的售后技术服务管理体系

通过了ISO9001:2008标准认证

## 岛津企业管理(中国)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

### 北京分公司

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14F  
电话: (010)8525-2324/2373/2374

### 上海分公司

上海市淮海西路570号红坊E楼  
电话: (021)2201-3601/3602/3603

### 沈阳分公司

沈阳市和平区南京北街161号嘉润·东方香榭里大厦C座14层  
电话: (024)2383-2209

### 四川分公司

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼B座12层  
电话: (028)8619-8421/8422/8423

### 武汉分公司

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦I座41层4116室  
电话: (027)8555-7910

### 重庆分公司

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702室  
电话: (023)6380-6057

### 深圳分公司

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号  
电话: (0755)8330-5967

### 广州分公司

广州市流花路109号之9达宝广场703-706室  
电话: (020)8710-8631

### 西安分公司

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座  
电话: (029)8838-6127

### 乌鲁木齐分公司

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座  
电话: (0991)230-6272

### 昆明分公司

昆明市青年路432号天恒大酒店908室  
电话: (0871)315-2987

### 南京分公司

南京市中山南路49号商茂世纪广场23层A1座  
电话: (025)8689-2490

### 河南分公司

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室  
电话: (0371)8663-2981/2983

用户服务热线电话: 800-810-0439

400-650-0439 (手机用户)