

## 气相色谱仪常见问题

**G1/Q1. GCsolution 软件，用户不能编辑批处理表，是什么原因？**

**G1/A1.** 软件可以设置不同用户权限，比如“操作者”权限就不能编辑批处理表。如果是不小心更改了权限，可以在用户管理-组里面，重新设置高等级权限就可以了。

**G1/Q2. GCsolution 软件安装流程及注意事项？**

**G1/A2.** 将 GCsolution 安装光盘放入 PC 中 a、首次安装时先安装 DAO； b、按“Standard Install”，完成； c、打开 GCsolution 软件中“实时分析”→“系统配置”→“可用模块”→“仪器 1”中 RS232C 中设置 COM 口。具体操作流程见 GCsolution 软件安装说明。

**G1/Q3. GCsolution、GCMSsolution、LabSolutions 对电脑系统的要求？**

**G1/A3.** 目前 32 位的 XP/win7 操作系统均可以安装，暂不支持 64 位的 win7 系统。

**G1/Q4. LabSolutions 和 GCsolution 软件的兼容问题？**

**G1/A4.** LabSolutions 采集的数据不能在 GCsolution 上打开，而 GCsolution 采集数据可以在 LabSolutions 上打开并且处理。

**G1/Q5. GCsolution、GCMSsolution 软件操作外标法、内标法的步骤？**

**G1/A5.** 操作步骤如下： a、第一步：打开中间浓度点（多点校正的话）的数据，创建化合物组分表，另存方法文件如 test。 b、第二步：在校准曲线界面，打开方法文件 test，添加标准品的数据文件，保存方法文件。 c、第三步：打开未知样数据，在“文件”中加载 test 方法，查看结果即可。 具体步骤见培训教材或软件视频

**G1/Q6. GCsolution、GCMSsolution 软件操作外标法、内标法时不能保存标准曲线方法，标线数据出现蓝色“R”？**

**G1/A6.** “R”为只读（Read only）标记，表明在其他窗口已经打开该数据文件或方法文件，至相应窗口关闭相应文件，“R”标记消失后即可保存。

**G1/Q7. GCsolution、GCMSsolution 软件操作中未知样数据加载标准曲线方法后样品的浓度为 0？**

**G1/A7.** a、未知样的保留时间发生变化，修改峰鉴别窗口中时间窗的大小即可解决。如保留时间相差太大，建议重新制作标准曲线。 b、如果是双流量系统，注意流路的选择，选择不正确则浓度也为 0。 c、查看

是否有标准曲线，如条件设置不合理无标准曲线，加载之后浓度也为 0。  
d、可能是样品中不含有此目标化合物，或含量低于仪器对于此目标化合物的检测限，也有可能是积分参数设置不合适，目标化合物的峰未被识别没有色谱峰检测出来。 e、样品量或者稀释因子设置为 0，如不涉及稀释则将样品量和稀释因子都设置为 1，如进行稀释则填入真实值。

**G1/Q8. GCsolution、GCMSsolution 软件操作中内标法中内标物浓度设置？内标物是否有标准曲线？**

**G1/A8.** 建议在标样和样品中加入的内标物浓度一样，内标物浓度输入 1 即可。如果在标样和样品中加入的内标物浓度不一样，在进行数据处理时，采用批处理表，在此表中将标样数据和样品数据的内标物的浓度分别输入计算，否则计算结果将出现错误。内标法中内标物没有标准曲线。

**G1/Q9. GCsolution、GCMSsolution 软件操作中内标法中有 2 个以上的内标物是否可以？**

**G1/A9.** 可以，在化合物组分表中将多个内标物类型均设置为“ISTD”，其“ISTD 组”分别设置为 1、2 或 3 以上，目标物的“ISTD 组”根据对应的内标物分别设置为 1、2 或 3。

**G1/Q10. GCsolution 中文版软件为何看不到分离度？分离度与分离因子的差别？**

**G1/A10.** 中文版软件中分离度就是分辨率，英文版中都是 resolution。分离度又称分辨率，为了判断分离物质在色谱柱中的分离情况，常用分离度作为柱的总分离效能指标，用 R 表示。分离因子用  $\alpha$  表示，是柱选择性的量度， $\alpha$  越大，柱选择性越好，分离效果越好。

**G1/Q11. GCMSsolution 能否输出其他格式文件？怎样输出？**

**G1/A11. GCMSsolution 可以输出 AIA (\*.cdf) 格式文件和 ASCII (文本) 文件。文本文件可以在文字编辑器或作图格式里打开编辑；AIA 格式是分析仪器联合会所定义的一种标准文件格式，现代的分析仪器数据系统都支持这种文件格式，因此文件可以在不同的数据系统间读取与编辑。输出 AIA 格式文件的方法为：打开数据文件，在文件菜单内选择“Save Data File As”，在另存数据文件窗口的保存类型栏内选择 AIA file (\*.cdf)，输入文件名保存。输出 ASCII (文本) 文件的方法为：打开数据文件，在文件菜单内选择“Export Data”，在出现的窗口内选择 Output File，在输出项内选择需要输出的项目。**

**G1/Q12. GCsolution 能否输出其他格式文件？怎样输出？**

**G1/A12. GCsolution 可以输出 AIA (\*.cdf) 格式文件和 ASCII (文本) 文件。输出 AIA 格式文件的方法为：在数据管理器 (Data Explorer-data) 中，选择数据文件，点击右键选择“文件转换 (File Convert)”，选择“Data File to AIA ANDI file”，在出现的窗口中点击确定。输出 ASCII (文本) 文件的方法为：在数据管理器 (Data Explorer-data) 中，选择数据文件，点击右键选择“文件转换 (File Convert)”，选择“Data File to ASCII file”，在出现的窗口内选择 Output File，在输出项内选择需要输出的项目，点击确定。**

**G1/Q13. GCMSsolution 自建谱库中如何消除错误的质谱图及信息？**

**G1/A13. 在 GCMS Postrun Analysis 中打开“library edit”→“打开自建谱库”→选中错误的质谱图及信息→在“compound info”中选中“ignore in search result”→确定→在 file 中选择“erase compound ignore in search result”。**

**G1/Q14. GCMSsolution 软件安装过程中带的 GCsolution 与 GC 连接不上？**

**G1/A14. GCsolution 仅作数据处理用，无法与 GC 连接实时采集，要采集 GC 数据的话需要在系统配置里将流路改为 2，配置 GC 与 MS 两个检测器。**

**G1/Q15. GCsolution 软件色谱峰峰面积单位？**

**G1/A15. UV•SEC**

**G1/Q16. GCsolution、GCMSsolution 软件未进样仪器已开始运行程序？**

**G1/A16. 样品信息中瓶号设置为 0 导致不进样直接运行，需改为样品的实际位置或不为 0 的数字。**

**G1/Q17. GCMSsolution 软件中 Scan 和 SIM 扫描是否可以同时进行？**

**G1/A17. GCMS-QP2010 Ultra 及 GCMS-QP2010 SE 型号的仪器可以同时进行 Scan 和 SIM 扫描 (即 FASST 扫描)，且不损失灵敏度。GCMS-QP2010 及 GCMS-QP2010 Plus 型号的仪器也可以同时进行 Scan 和 SIM 扫描，但灵敏度与单独的 Scan 和 SIM 相比灵敏度有所下降。**

**G1/Q18. GCsolution 软件中 FID 检测器采集到的数据出现倒峰？**

**G1/A18. 在实时分析，样品登录窗口中，检查是否选择扣除基线数据文件，如扣除基线数据文件，则 FID 检测器采集数据出现负峰。**

**G1/Q19. GCsolution 软件中基线噪音及漂移如何测定？**

**G1/A19.** 参考气相色谱仪检定规程 JJG700-1999，按照其色谱条件走空针 30min，选择一分钟内的基线，对找纵坐标，看最大值与最小值之间的数值就是基线噪音，30 分钟内，基线最大值与最小值之间的数值就是基线漂移。检定规程中给出的单位是 A，岛津工作站给出的是 mv，利用  $U=IR$ ，R 是检测器的电阻值，岛津的电阻值为 1010，反推出电流值即可。

**G1/Q20.** GCsolution、GCMSsolution 软件如何将报告保存为 PDF 格式？

**G1/A20.** 安装 PDF 打印机即可将报告打印为 PDF 文件。

**G1/Q21.** GCsolution 软件修改报告模板中定量结果的小数点位数？

**G1/A21.** 在 GC Postrun 中打开“Report”→“Quantitative Results”→右键“properties”→点击“Format”→选择“Conc”→点击“Format”，进入窗口输入小数点位数。

**G1/Q22.** GCsolution 软件报告模板中页眉页脚的设置？

**G1/A22.** 在 GC Postrun 中打开“Report”→点击菜单栏中“View”→点击“Header/Footer”设置即可。

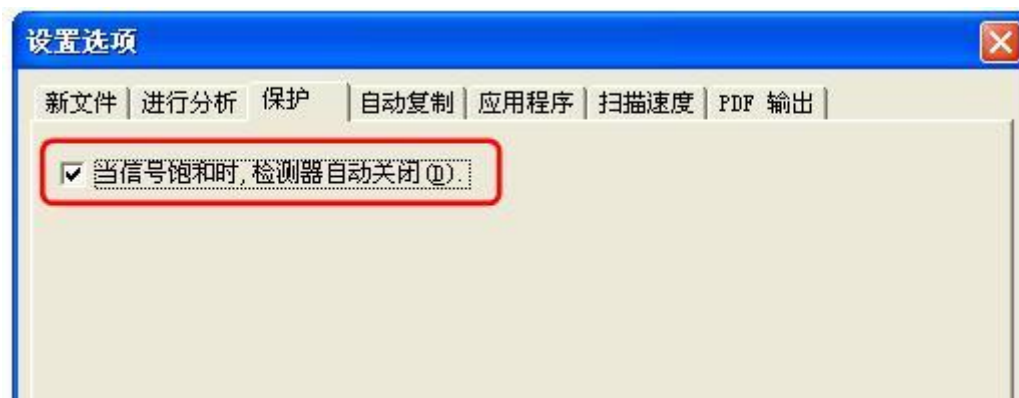
**G1/Q23.** GCsolution、GCMSsolution 软件分流比设置为-1 的意义？

**G1/A23.** 分流比设为-1，AFC（流量控制器）自动调整分流流量，通常应用在不分流进样方式中，设定载气总流量，在进样时间后开启分流阀，自动调整分流流量。

**G1/Q24.** GCMS 在检测过程中，为什么会出现检测器饱和？怎样关闭检测器饱和？

**G1/A24.** 电子倍增器通常将离子流放大  $10^4$  到  $10^7$  倍，然后信号经放大器放大输出处理。如果样品浓度较高，离子流通过检测器的放大超出检测器的检测上限，就会出现“检测器饱和”的提示信息。出现检测器饱和时，系统会自动关闭灯丝，停止检测。

可以通过软件的设置关闭检测器饱和。在 GCMSsolution 软件中，可以在“工具”菜单下选择“选项”，在“设定选项”窗口中选择“保护”标签，去除检测器自动保护选项，这样在分析样品时将不再出现检测器饱和的提示信息。如下图所示：



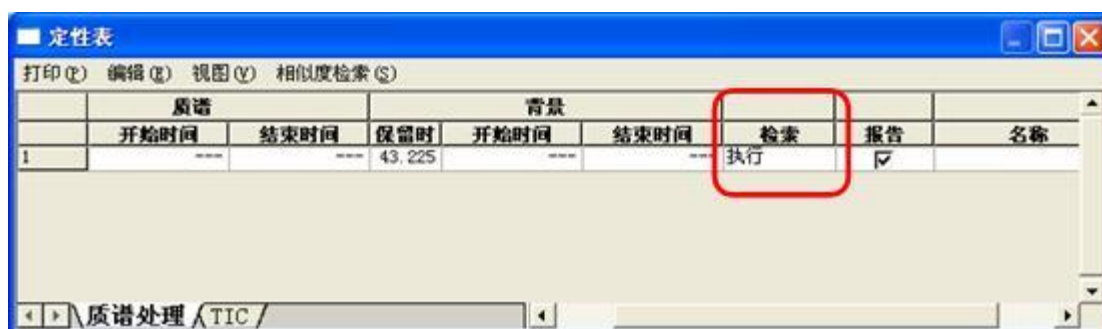
### G1/Q25. GCMS 如何确定溶剂延迟时间？

G1/A25. 使用不同溶剂和不同色谱柱，溶剂出峰时间会有所差异。我们可以通过高、低真空值的变化来确定溶剂出峰的时间。在溶剂出峰时，高、低真空值会急剧下降。等溶剂出峰完毕后，高、低真空值会迅速恢复到原来的数值。因此可以判断出溶剂出峰的时间段，根据溶剂出峰完毕的时间来设定溶剂切除时间。 具体操作可以在分析实际样品前单独进一针溶剂，而不用进行样品注册和启动 GC，MS 分析数据，通过观察高低真空的变化来确定溶剂的出峰时间。

### G1/Q26. GCMSsolution 软件如果需要打印谱库检索结果，怎样只打印谱库检索选定的结果？

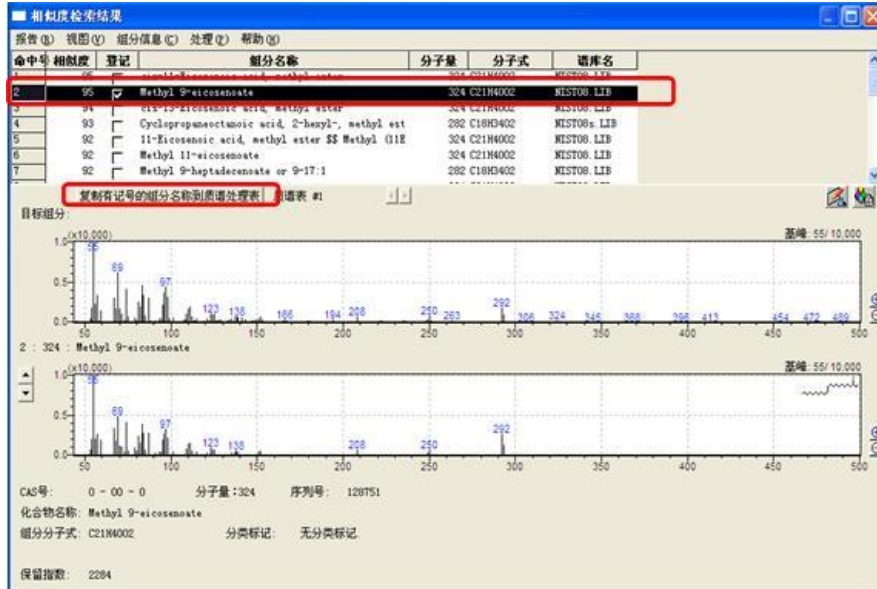
G1/A26. 对未知样品的数据在后处理部分分析时，一般情况我们设定谱库检索最大命中数为 5~25 个。这样在谱库检索结果中，有匹配度从大到小显示数目的检索结果。通常情况下，我们从检索结果中确定目标化合物为某一检索结果，但此检索结果不一定是匹配度最高的结果。如果打印谱库检索的结果，按照以下设置可以只打印检索选定的结果：

a、在质谱处理表中，设定检索参数，谱库检索完成后，在“检索”栏中显示“执行”。双击定性表中的某一行，出现该行的谱库检索结果。



b、在谱库检索结果中，按匹配度由大到小显示检索结果。鼠标左键单击结果中的某一行，该行的化合物标准谱库信息显示在下面的质谱图中，同时“登记”栏中被选定。此时如果按下“复制有记号的组分名称到质谱处理表”键，即确定了“登记”栏为目标化合物的检索结果，同时在质谱处理表的“名称”栏中显示此检索结果名称。





c、在报告中，添加检索结果项。在检索结果项任意处双击鼠标左键，出现 GCMS 谱库的属性设置。在“结果”栏中，选择“仅打印指定的组分”。此时，在检索结果选项中只有确定的检索结果显示，如果打印，也只有确定的检索结果才被打印。



## G1/Q27. GCMSsolution 为什么在定量结果中会显示“参考离子比率不匹配”？

G1/A27. 在对未知样品的数据定量分析时，如果在定量结果表中显示以上的信息，则表明目标化合物的参考离子与目标离子的比例超出允许的偏差值或组分已积分但没识别为目标组分。

ID#	名称	浓度	保留时间	类型
1	Phorate	0.00786	13.443	目标
2	Parathion-meth	0.00421	17.612	目标
3	Fenitrothion	参考离子比率不匹配.		
4	Malathion	0.17863	18.617	目标
5	Chlorpyrifos	0.00987	18.809	目标
6	Parathion	0.01148	19.509	目标
7	Triadimefon	0.17513	19.219	目标

在做标准样品的化合物组分表时，在“组分表向导”的第五步，要设置一个为“缺省离子允差”的参数。这个参数的意义就是记录标准样品中参考离子和目标离子的比例值，比如设置为 70%。当对未知样品定量分析时，如果未知样品的参考离子与目标离子的比例值超过标准样品中比例值的 70%，就会显示以上的信息。所以，“缺省离子允差”的值设置的越小，参考离子与目标离子的比例值（也称为丰度比）允许的偏差越小。

组分表向导 5/7

在每一个级别中输入标样的浓度，使用内标法时设定内标量。如果不使用参考离子，在参考离子栏中输入零。

浓度

标样量 (S):

级别	浓度
1	1
2	2
3	3

内标 (I):

1

离子设置

目标离子 (T):

TIC  MIC  MC

参考离子 (R):

2

质量数的小数位数 (M):

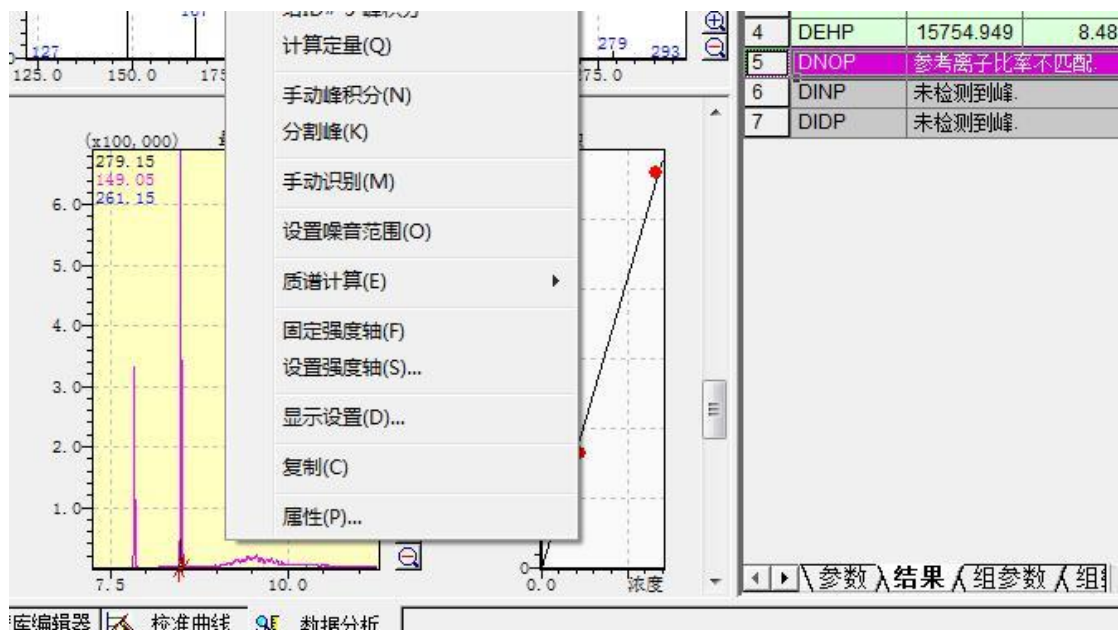
无

缺省离子允差 (A):

70 %

< 上一步 (B) 下一步 (N) > 取消 帮助

SIM 检测方式通常用于定量，同时也有辅助定性的功能。SIM 辅助定性是通过参考离子与目标离子的丰度比和标准样品相应离子的丰度比进行比较，从而确定目标化合物的定性信息。设定“缺省离子允差”值限定丰度比允许偏差的范围，根据检测实际要求的严格程度设定此值。对于组分已积分但没识别为目标组分的情况，可以在质量色谱图中利用“手动识别”识别目标组分。



### G1/Q28. GCMSsolution 为什么定量结果中会显示“在时间窗/时间带范围内没有发现峰”？

G1/A28.在对未知样品的数据定量分析时，如果在定量结果中某一目标化合物的行显示以上的信息，则表明在时间窗（或时间带）的范围内没有检测到目标化合物的峰。有可能是样品中不含有此目标化合物，或含量低于仪器对于此目标化合物的检测限，也有可能是积分参数设置不合适，目标化合物的峰未被识别。

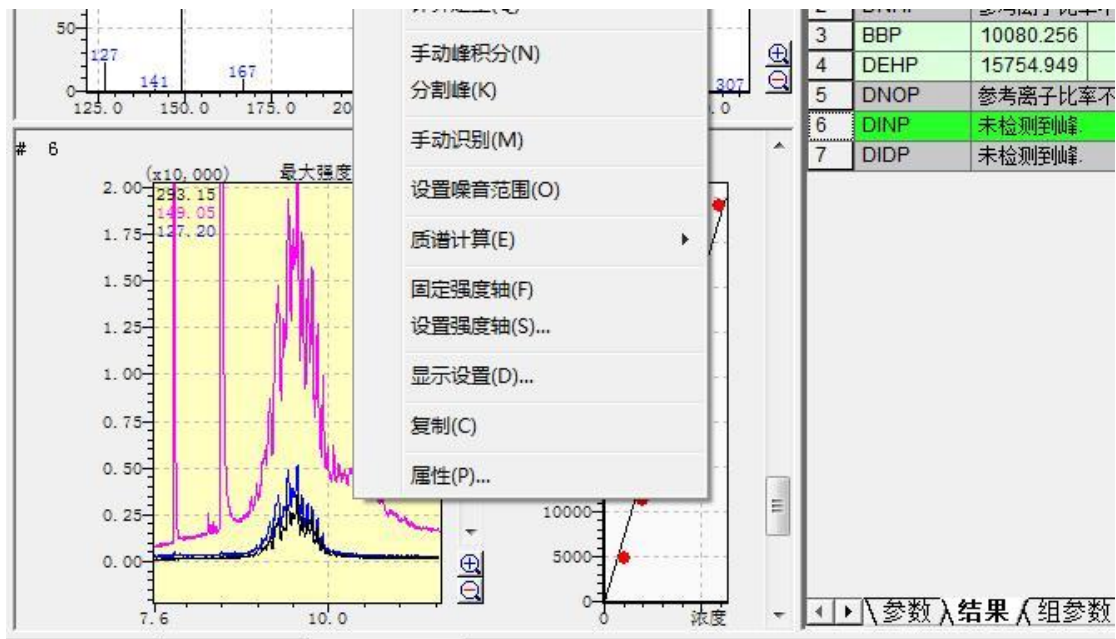
ID#	名称	浓度	保留时间
3	Fenitrothion	0.01920	18.
4	Malathion	0.17784	18.
5	Chlorpyrifos	在时间窗/时间带范围内没有发现峰。	
6	Parathion	0.01155	19.
7	Triadimefon	0.17524	19.
8	Pendimethalin	0.01764	20.
9	Heptachlor-epoxide	1.00000	20.

### G1/Q29. GCMSsolution 为什么定量结果中会显示“未检测到峰”？

G1/A29.在对未知样品的数据定量分析，如果在定量结果中某一目标化合物的行显示以上的信息，则表明在此保留时间内没有检测到峰。有可能是样品中不含有此目标化合物或含量低于仪器对于此目标化合物的检测限。还有可能在此保留时间内检测到目标组分峰，但没积分，可以在质量色谱图中利用“手动峰积分”对目标组分峰积分。

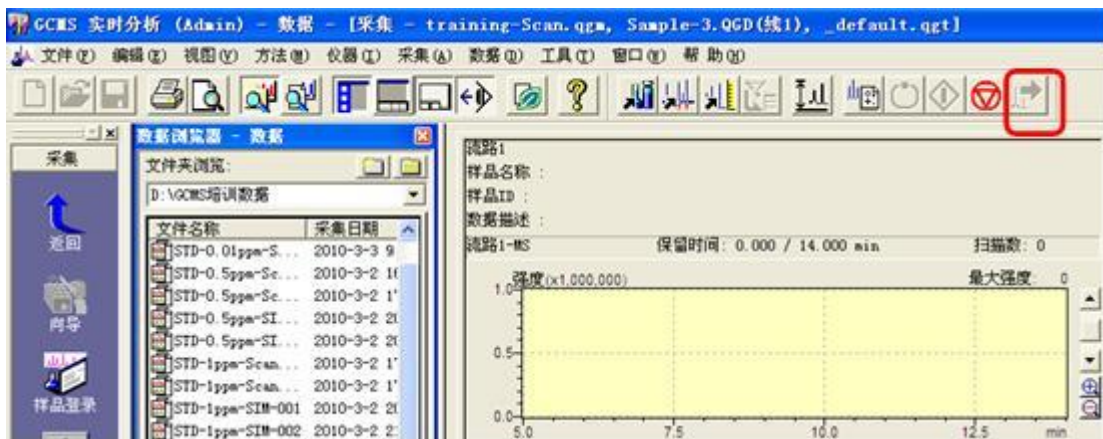
ID#	名称	浓度	保留时间	类型
1	Phorate	0.00872	13.464	目标
2	Parathion-meth	0.00498	17.401	目标
3	Fenitrothion	未检测到峰		
4	Malathion	0.22704	18.616	目标
5	Chlorpyrifos	0.00893	18.816	目标
6	Parathion	0.01758	18.811	目标
7	Triadimefon	0.16677	19.218	目标





### G1/Q30. GCMSsolution 可以在采集数据的过程中延长分析的时间吗？

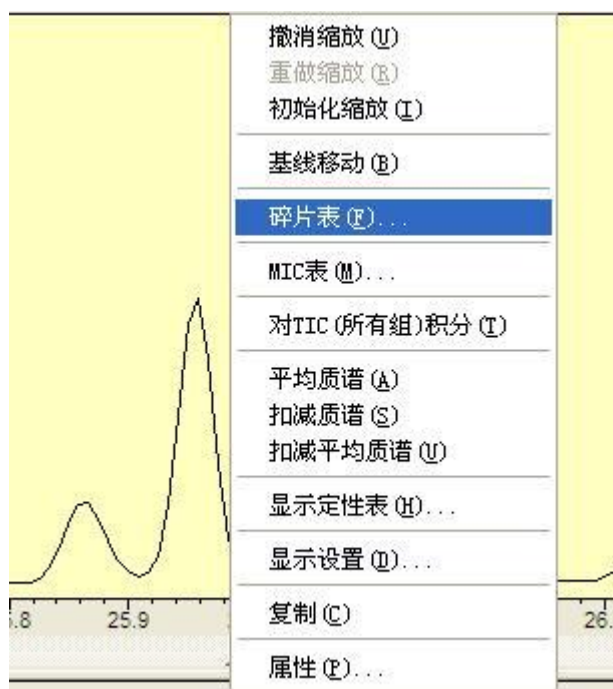
G1/A30. 可以。在采集数据的过程中，如果发现目标化合物还没有流出色谱柱，想延长分析的时间，可以按下最右侧的快捷键“延长”，输入延长的分析时间。



### G1/Q31. GCMS Scan 方式分析完样品后，如果在样品数据中没有发现目标化合物应怎样处理？

G1/A31. 在 Scan 方式分析时，如果在分析的样品中针对地分析某一个或几个目标化合物。分析完样品后，由于目标化合物的浓度低或样品处理后的基质噪音偏高等原因，样品数据中没有发现很明显的目标化合物的峰，可以通过设置处理参数来进一步确定目标化合物是否出现。具体操作步骤为：

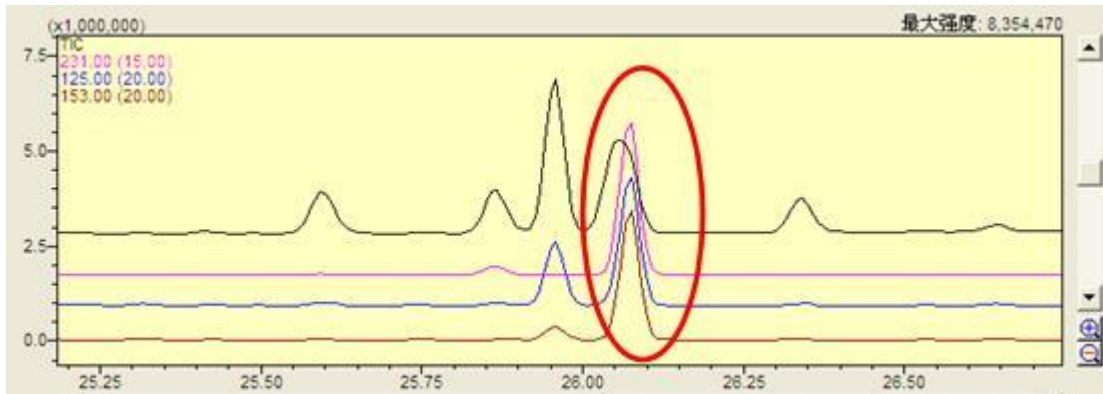
- a、色谱图上点击鼠标右键，在弹出菜单中选择碎片表。



b、在质量色谱图的碎片表窗口中输入目标化合物的特征离子碎片。如果不知道目标化合物的特征离子碎片，可以在谱库编辑器中从标准谱库中查找。



c、总离子流图中同时显示以上输入的质量碎片的色谱图。如果输入目标化合物的几个特征离子碎片同时出现在总离子色谱图的某一位置，此保留时间所对应的色谱峰有可能是要查找的目标化合物，需要查看特征离子碎片的丰度比或进行谱库检索才能确认。



### G1/Q32. GCMSsolution 谱库检索匹配度不高或检索不成功的原因？

G1/A32. 原因如下：

- 样品浓度过低会造成匹配度下降，匹配度低时可适当提高样品的浓度或降低分流比。
- 样品中目标化合物与其他物质没有完全分离，目标化合物的保留时间有其他物质峰与目标化合物重叠。
- MS 参数设定定时是否使用了 Scan 的扫描方式，扫描的质荷比范围是否包含了样品的全部特征离子碎片。
- 目标化合物质谱图处理是否合适，选择目标化合物质谱图有两种方式，峰顶点质谱图和一段质谱图的平均。扣除背景的方法有单点基线扣除和一段基线的平均扣除等方法。请尝试多种获取质谱图的方式，以获得较高的匹配度。
- 标准谱库中不含有目标化合物。
- 在“调谐条件”窗口中选择“初始化”调谐，样品分析时使用最新的调谐文件。



### G1/Q33. GCMSsolution 定量分析时发现找不到质量色谱图？

**G1/A33.**原因如下： a.质量色谱图的界面隐藏了，用鼠标移动一下数据浏览器右边及组分表左边的边界线。 b.在质谱图的下方点击右键显示“设置”，确认在“ID 色谱图”前面打上钩。

**G1/Q34.** LabSolutions 发行时间？

**G1/A34.** 日本发行时间 2010 年 12 月，中国发行时间为 2011 年 7 月

**G1/Q35.** GCsolution、GCMSsolution 导出 AIA 文件和 TXT 文件后导入中药相似度评价软件不成功可能的原因？

**G1/A35.** a、AIA 文件导出前，数据文件没有正确积分。 b、TXT 文件输出项目不正确。需要在输出时选择峰值表和色谱图这两个参数导出。 c、TXT 文件格式编辑不正确。TXT 文件不能直接导入相似度软件，需要进行相应格式编辑，具体编辑方法可以搜索相关操作方法，另外，相似度软件自带 TXT 文件模板，可以把相应参数按照模板进行编辑后，导入。

**G1/Q36.** 目标峰分离效果很好，但是在 GCsolution 报告中显示部分组分的分辨率是 0？

**G1/A36.** 用户发过来的数据部分分辨率显示为 0，通过修改积分参数，即把最小峰面积及斜率 改小，分辨率就可以显示出来了。

**G1/Q37.** GCsolution 数据处理时，两个相邻的色谱峰，保留时间相差 0.4 分钟，不管怎么修改时间窗或时间带，软件只识别一个组分？

**G1/A37.** 用户处 GC 是双塔进样，双流路分析,用两根不同极性的色谱柱，由于柱子极性不同，这两个相邻组分在另一个方法中分离得比较开，在加载方法时用户加载错了流路(即方法)，故不管怎么修改时间窗或时间带,在那个保留时间范围内只有一个组分，因此软件只识别一个组分。

**G1/Q38.** GCsolution、GCMSsolution 更改报告谱图上线条的粗细？

**G1/A38.** 右键单击报告色谱图-属性-常规参数-颜色和线-图表-线-更改磅数。

**G1/Q39.** 如果仪器型号为 GCMS QP2010 SE，没有节能模式，能否自建一个节能模？

**G1/A39.** 可以，具体操作是自己编辑一个节能方法(包括较低的温度，较小的流量)，在分析程序走完后最后调用一下这个方法，下载参数即可。



G1/Q40. GCsolution、GCMSsolution 重装软件后，如果色谱图界面变成了灰色，看不到谱图信息怎么办？

G1/A40. 打开辅助栏-系统配置-仪器-选择流路-确定-设置即可。

G1/Q41. GCsolution 软件调用自建的方法采集数据，没有做曲线，但采集后的数据都有浓度，且浓度都不准确？

G1/A41. 原因是客户在建立分析方法的时候没有新建，在原来的方法上进行的更改，而原来已有的方法内置了原来的曲线，解决的办法是.在新建方法时点击新建，重新做曲线。

G1/Q42. GCsolution 软件中每个数据的斜率都不一样？

G1/A42. 在采样前做斜率测试完成后不要点击确定，否则软件将斜率测试结果自动保存，直接关掉窗口即可。

G1/Q43. GC2014C、GC2010 Plus 仪器的面板如何改为中文显示？

G1/A43. FUNC—6 GC Configuration—9 Other Configuration—Language (Alt)

G1/Q44. 气相分析药物中的 9 种挥发性有机物，其它杂质用甲苯来定量，用户之前的方法是把杂质峰的峰面积加和在一起，再用 Excel 制作甲苯的校准曲线并对杂质峰进行定量，但这种方法很麻烦，不知道能否直接用 LabSolutions 软件操作达到对杂质定量的目的？

G1/A44. 可以用组校准的方法来实现，具体操作如下：

- 在再解析打开数据文件，方法视图点“编辑”，输入积分参数，识别参数；
- 输入定量处理参数（定量处理参数使用组校准）



- 输入组名称“甲苯”，浓度（浓度是甲苯浓度）

组号	组名	浓度(1)	浓度单位	类型
1	甲苯	10		目标

d、输入化合物名称及组号，把杂质峰和甲苯归在同一组，化合物表中杂质及甲苯的浓度可取平均值，定量时杂质和甲苯单组分的浓度是不准的，准确的浓度是组浓度。

方法视图 - 化合物表							视图	编辑
积分	识别	定量处理	化合物	组	性能	定制参数	QC检查	保留指数
ID#	化合物名	类型	保留时间	保留指数	浓度(1)	组号		
1	杂质1	目标	10.198	600	1	1		
2	杂质2	目标	14.586	700	1	1		
3	杂质3	目标	19.688	800	1	1		
4	杂质4	目标	24.921	900	1	1		
5	杂质5	目标	29.978	1000	1	1		
6	甲苯	目标	39.224	1200	1	1		
7	杂质6	目标	47.358	1400	1	1		
8	杂质7	目标	55.096	1600	1	1		
9		目标	0.001	0	1	0		

e、该方法可以直接用软件操作实现对杂质峰的定量。

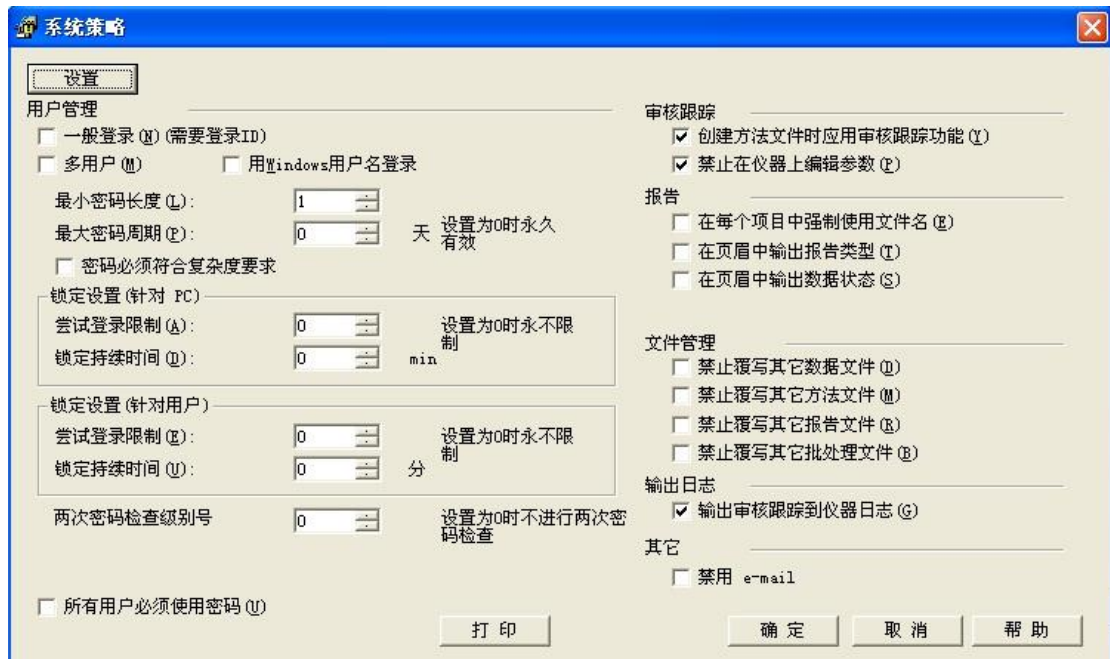
**G1/Q45. GCsolution 软件“系统策略”中设置了“审核跟踪”,但是方法更改时没有提示输出更改的理由,用户觉得“审核跟踪”设置无效?**

G1/A45. 不是无效,是用户在“系统策略”中设置完“审核跟踪”之后,还需在实时分析界面中审核跟踪应用到方法和分析数据中,具体操作如下.

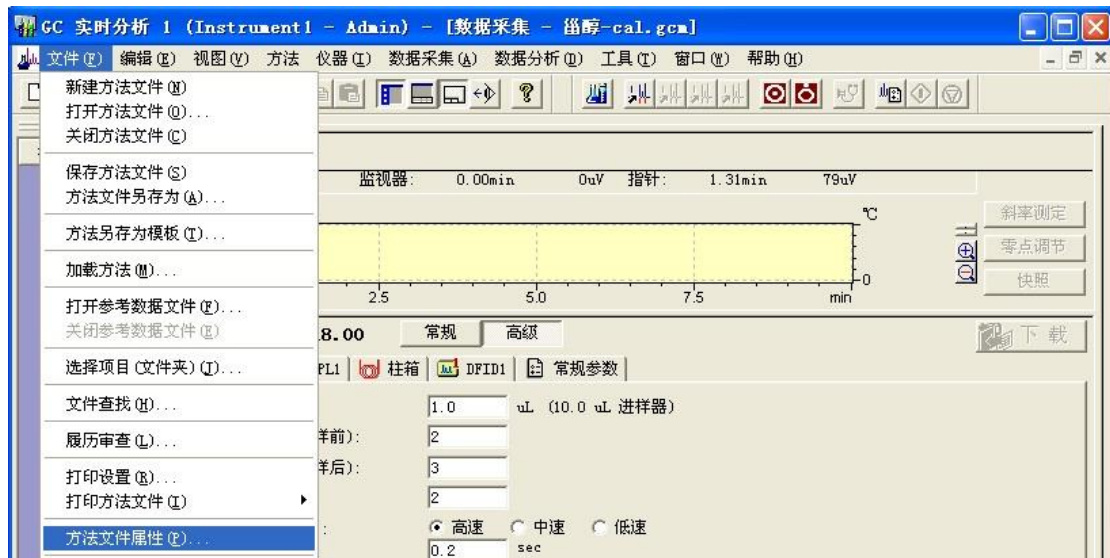
a、双击打开 GCsolution 软件，在“管理”中点击“系统策略”



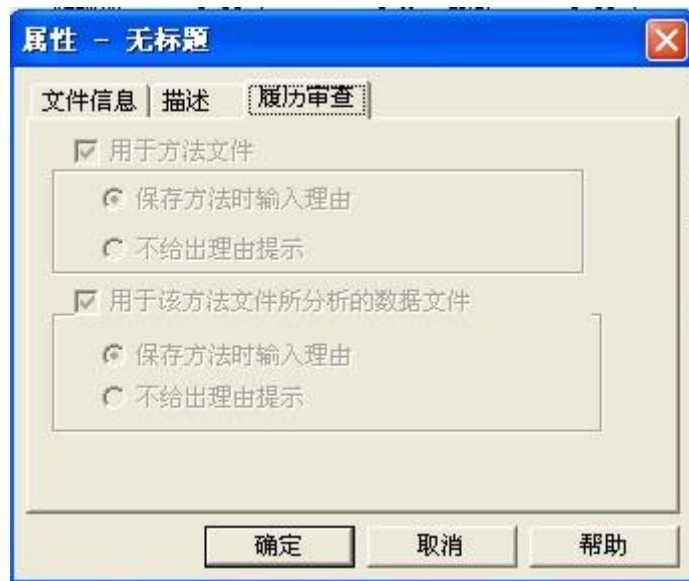
b、在“系统策略”中“审核跟踪”的“创建方法文件时应用审核跟踪功能”前面打上勾



c、在实时分析界面，菜单栏点“文件”，选择“方法文件属性”，点“履历审查”



d、在“履历审查”中“用于方法文件”前面打上勾，并选择“保存方法时输入理由”，若履历审查要用于方法文件所分析的数据文件，请在“用于方法文件所分析的数据文件”前面打勾，并选择“保存方法时输入理由”



e、以上设置“审核跟踪”功能生效。

#### G2/Q1. Room temperature is out of range 房间温度超出范围？

G2/A1. 当仪器放置的环境温度不在 5~40℃ 这个温度范围内时，仪器会报警并拒绝正常工作。仪器最佳工作温度是 18-28 度，可通过空调等设备改善室内温度至合适范围，然后重新开机，即可正常工作。

#### G2/Q2. CAR1 prim is out of range 出现该错误提示通常为载气到仪器处压力超出正常范围？

G2/A2. 解决方法，检查减压阀输出压力，He、N<sub>2</sub>、Ar 为载气时，0.5~0.9MPa，H<sub>2</sub> 为载气时，0.3~0.5MPa，报错后仪器仍能工作，但每次进样时会再次报警。

#### G2/Q3. CARx AFC leaks 载气泄漏（进样口无法到达设定的压力值）？

G2/A3. 原因及解决方法： a、总流量设定值太低，压力上升速度慢导致报警，可先提高总流量，待压力稳定后改回原值。 b、进样口漏气（进样垫、衬管密封、毛细管柱进样口侧不良），更换或拧紧相应的部件。

#### G2/Q4. CARx purge leaks 隔垫吹扫气流路漏气？

G2/A4. 原因及解决方法： a、柱头压设定值太低，隔垫吹扫气无法输出设定的流量导致报警，吹扫流量一般设为 3ml/min，用户也可以根据方法需要调整，但是一般要保证总流量是吹扫流量的 5 倍或者更高。可将吹扫流量改为柱头压力值（单位 KPa）1/5 以下的整数值（例如：柱压为 7.7KPa，则吹扫流量设为 1ml/min）。 b、当 CARx AFC leaks 报警出现后会停止进样口供气，隔垫吹扫气无法输出设定的流量导致报警，待解决进样口漏气后，会恢复正常的。



**G2/Q5. CARx septum counter is over 进样隔垫计数器超出？ CARx insert counter is over 衬管计数器超出？**

**G2/A5. 解决方法：** a、GC 出现此报警时，请更换进样隔垫或衬管，并使计数器清零（GCsolution→Real time Analysis-→配置维护→系统检查→高级→重置中将进样垫和玻璃衬管使用次数清零） b、GCMS 出现此报警时，请更换进样隔垫或衬管，并使计数器清零（在 Detail→Consumables，重置消耗品中将进样垫和玻璃衬管使用次数清零）。

**G2/Q6. CARm is not controlled 载气不能控制？**

**G2/A6. 解决方法：** a、GC 出现此问题，通常是载气处于关闭状态时打开了系统进行加热，引起报警，可在 [FLOW] 中调出使用的进样口打开载气控制。 b、GCMS 出现此问题，通常是流量控制器未打开，点击真空控制（Vacuum control）→高级（Advanced）将流量控制设定为 ON。

**G2/Q7. GCsolution 中 DET#n set temp is low 检测器温度太低？**

**G2/A7. 当使用的检测器温度低于柱的初始温度时出现此报警，提高检测器温度后将不再出现。另注：当柱温程序升温最终温度设定超过检测器的温度时，柱箱温度升至检测器设定温度并不再上升。**

**G2/Q8. GCsolution 中 DET#n ignition failed 检测器点火失败？**

**G2/A8. 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 喷嘴堵塞 e、FID 检测器未打开

**G2/Q9. GCsolution 中 Ignition finished (retried) ？**

**G2/A9. 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)。**

**G2/Q10. GCsolution 中 DET#n flame is out 检测器熄火？**

**G2/A10. 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 喷嘴堵塞（进样后可能熄火）

**G2/Q11. GCMSsolution 中 Ion source temperature can not be controlled normally 离子源温度不能被正常控制？**

**G2/A11. 离子源温度不能被正常控制。在真空控制(Vacuum control)-高级(Advanced)，将离子源加热器打开，重复控制离子源加热器，确定离子源温度是否达到设定值。**

**G2/Q12. GCMSsolution 中 filament1 consumed 灯丝已经耗尽？**

G2/A12. 检查灯丝和离子源是否正确安装，若安装正确则证明灯丝已经耗尽，更换新的灯丝。

G2/Q13. GCMSsolution 中 Detector saturated 检测器饱和？

G2/A13. 样品分析时，检测器出现了饱和，主要可能有以下原因： a、溶剂切除时间不合适，溶剂尚未完全流出色谱柱时打开灯丝和检测器，应延长溶剂切除时间。 b、样品浓度过高，稀释样品或加大分流比。 c、检测器电压设定过高，降低检测器电压到合适值。 d、色谱柱柱流失过大造成检测器饱和，应充分老化色谱柱。 e、样品中杂质含量过高也会造成检测器饱和。

G2/Q14. GCMSsolution 中 Trap current is insufficient 捕集电流不足？

G2/A14. a、确认灯丝和离子源的安装位置是否正确。 b、确认离子源上下两个垫子导入孔清洗是否彻底。 c、灯丝已经耗尽，更换新灯丝

G2/Q15. GCMS 如何判断真空系统是否漏气？如果系统漏气，应该如何解决？

G2/A15. a、如果在峰监测窗口中  $m/z$  28 强度比  $m/z$  18 强度大于 2，则有漏气可能。进一步判断  $m/z$  28 强度和  $m/z$  69 强度比例，小于 2 即不漏气，若大于 2 则有漏气的可能。 b、确认真空启动的时间，一般情况下真空启动 2 小时后才能达到较稳定的状态。如果启动时间小于 1 小时，氮气峰可能会略高。 c、确认系统是否存在漏气 ①如果刚刚更换钢瓶，载气管路中混入空气，在一段时间内造成氮气峰较高，可加大分流比，使总流量加大到 500 mL/min，吹扫 10 分钟后再进行漏气检查。 ②如果刚刚更换载气管路过滤器，在一段时间内造成氮气峰较高，可加大分流比，使总流量加大到 500 mL/min，吹扫 10 分钟后再进行漏气检查。 ③如果载气管路中安装了氮气过滤器，使用一段时间后过滤器会产生饱和而释放氮气，造成峰检测时氮气峰略高，建议更换新的氮气过滤器。 ④氮气纯度不够，杂质中含有部分氮气，在峰监测时氮气峰略高。 d、经过以上判断，若在峰监测时依然漏气，最常见的漏气可能有： ①色谱柱两端的螺母是否紧固。新安装的 Vespel 压环，需要升温至 200-250℃ 保持 10-30 分钟后，降温重新紧固才能完全密封。 ②检查进样口密封垫是否已经超过使用次数，进样口螺母是否拧紧。 ③检查进样口衬管 O 型密封圈是否已经破损，进样口衬管螺母是否拧紧。 ④如果真空室门的密封圈上沾有灰尘，也会造成系统漏气。请关

闭真空后打开真空室门，清除密封圈上的灰尘，重新启动真空，进行漏气检查。

#### **G2/Q16. GCMS 真空无法启动如何解决？**

**G2/A16.** a、检查仪器电源是否打开，工作站与仪器连接是否正常，确认系统处于受控状态。 b、若低真空无法启动，检查机械泵与主机之间的电源连接线是否连接正常。 c、检查色谱柱与 MS 的连接是否正确，以及色谱柱中间是否有断裂。 d、检查色谱柱流量是否设定过大，尤其是使用 0.53 内径色谱柱时应注意将流量设定在 15 mL/min 以下。 e、检查真空室门的 O 型密封圈是否安装正常，真空室门是否拧紧。 f、如果经过以上检查，真空依旧无法启动，请联系岛津公司维修站。

#### **G2/Q17. 色谱柱不使用时应该怎样保存？**

**G2/A17.** 色谱柱不使用时，应该将色谱柱两端堵死。例如，可将色谱柱的两端插入废弃的进样垫中，使色谱柱管内与外部空气隔离，避免空气破坏色谱柱内部涂层。

#### **G2/Q18. 怎样判断钢瓶减压阀和载气管路是否漏气？**

**G2/A18.** 更换新的减压阀、载气管路或者使用一段时间后，应该检查减压阀和载气管路是否存在漏气。检查的方法是：首先停止真空，关闭仪器电源，打开钢瓶总阀。调节减压阀使分压表刻度到 700KPa；然后拧紧钢瓶总阀，并完全松开减压阀，此时记录总压表以及分压表的刻度值。经过一段时间后（如过夜），观察记录的刻度值有无变化。如果分压表刻度下降到零或下降一定刻度则表明分压表到仪器间的载气管路漏气，如果总压表刻度下降到零或下降一定刻度则表明总压表到钢瓶总阀之间漏气。用检漏液仔细检查，确定漏气的部位，或更换新的减压阀。

#### **G2/Q19. GCMS 多长时间不使用仪器建议停机？**

**G2/A19.** 如果两天以上没有待测样品，建议可以停止真空，关闭主机电源。由于停止真空时放空阀开启，外界空气进入真空腔体，所以重新启动真空后，建议半小时以后才能打开灯丝，两小时后真空相对稳定，能够得到更加准确的分析结果。

#### **G2/Q20. 自动进样器的错误信息提示的原因与解决方法？**

**G2/A20.** a、自动进样器显示-01 确认自动进样器的样品架是否放置好，请重新安装。若已经正确放置，则为样品架传感器污染，请及时清洁。 b、自动进样器显示-02 进样针未回到初始状态，原因可能为自动进样

器的金属导轨存在较大污染，请清洁导轨并适当润滑。 c、自动进样器显示-03 进样针的针杆未能回到初始位置，请将进样针取下，清洗针杆。 d、自动进样器显示-011 自动进样器安装不稳定，重新安装 AOC-20i，并确认自动进样器是否存在晃动。若存在较大晃动，调整自动进样器左前侧支架，确认四个支架的支撑点在同一平面上，使 AOC-20i 无晃动。 e、自动进样器显示-014 自动进样器的废液瓶没有正确放置。

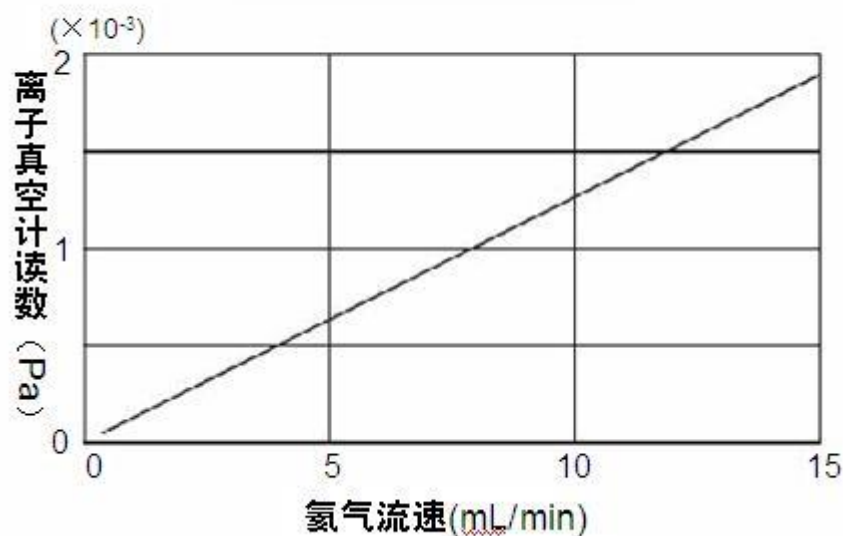
**G2/Q21. GCMS 为什么检测器电压不断升高？什么时候需要更换检测器？**

**G2/A21. 岛津 GCMS 检测器使用的是电子倍增器，电子倍增器具有一定使用寿命，会随着使用时间的延长而逐渐衰减。当自动调谐检测器电压大于 1.8kV 时需要更换新的电子倍增器。**

**G2/Q22. GCMS 柱流量与真空度之间的关系？**

G2/A22. 真空度主要取决于三个因素：真空泵的排气性能、真空腔体及腔体内的部件所脱附出的气体、流入真空腔体的载气。对于一个型号的质谱仪，真空泵的排气性能是相对稳定的，真空启动一段时间后，真空腔体内的残留气体以及所脱附出的气体被真空系统排出，这时的真空度主要取决于流入真空腔体的载气。载气流速越大，真空度会越差，此时的真空度近似正比于载气的流速。如下图所示：

**载气流速与真空程度**



**G2/Q23. 不分流衬管只可用于不分流进样吗？**

**G2/A23. 不分流衬管是 GCMS 分析中最常用的一种衬管，不仅可以用于不分流进样方式，也可用于分流进样方式，但当使用较大分流比（如大于 20: 1）进样时，建议使用分流衬管。**

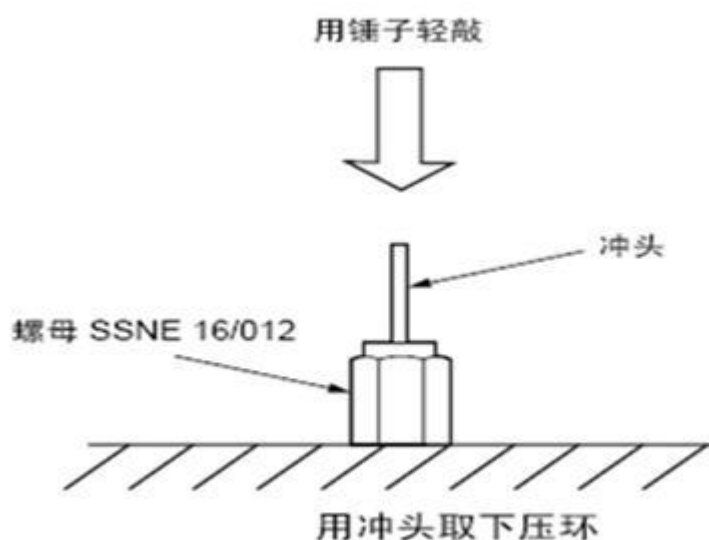
**G2/Q24. GCMS 仪器中影响灯丝使用寿命的因素？**



**G2/A24.** a、真空度是否良好。一般情况下真空启动半小时后才能打开灯丝，如真空度不好时打开灯丝，会加快灯丝消耗。 b、真空是否存在漏气，如果真空漏气会加快灯丝的氧化和消耗。 c、样品浓度会影响灯丝的寿命，如果长期分析高浓度样品会加快灯丝消耗。 d、灯丝与离子源应安装在正确位置，如果位置有偏差，会导致灯丝变形而缩短寿命。 e、如果溶剂切除时间设置不合适，在出溶剂时打开灯丝，会加快灯丝消耗。 f、如果清洗离子源时离子源上下两个电子导入孔清洗不干净，会导致电子导入效率降低，从而加快灯丝消耗。

**G2/Q25.** GCMS 仪器中怎样将 Vespel 压环从色谱柱螺母中取出？

**G2/ A25.** Vespel 压环经过柱温箱长期高温烘烤后被烧结在柱螺母中而无法重复使用，将 Vespel 压环从柱螺母中取出的办法是：利用随机附件中的标准工具冲头以及锤子等工具，按下图方法取出。



**G2/Q26.** GCMS 仪器中调谐无法通过如何解决？

**G2/A26 a、**确认真空启动的时间和真空度，真空一般启动两小时后才达到比较稳定的状态。使用常规色谱柱时，真空度应小于  $3 \times 10^{-3}$  Pa 后才能达到比较稳定的调谐结果。 b、进行自动调谐前，需在峰监测窗口中确认系统是否漏气。 c、调谐无法通过时，是否显示“灯丝已经耗尽”的错误信息。若有则需更换新的灯丝后再调谐。 d、检查离子源、灯丝的安装位置是否正确。 e、检查离子源是否污染，如果长时间未进行离子源清洗，先清洗离子源后再调谐。 f、仪器使用年限较长的情况下，检查 PFTBA 剩余量是否过少。少于 20%时需要添加 PFTBA，添加后调谐液

量不要超过 70%。 g、检查色谱柱伸入 MS 接口的长度是否与标尺一致。 h、如果通过上述检查依然无法解决问题,请联系岛津公司维修站。

**G2/Q27. GCMS 仪器中更换玻璃衬管和进样垫是否需要停止真空?**

**G2/A27. a、**对于 GCMS-QP2010 Ultra 和 SE 机型, 可以用 Easy sTop 不停机进样口维护功能。 **b、**对于 GCMS-QP2010 和 Plus 机型, 在真空启动期间, 如急需更换隔垫和衬管, 可以将进样口的温度降低到 50 度, 关闭流量控制系统, 更换完毕之后, 再打开流量控制系统。

**G2/Q28. GCMS 灵敏度性能指标?**

**G2/A28. GCMS-QP2010 Ultra 灵敏度性能指标是 1 pg 八氟萘全扫描信噪比为 500: 1; GCMS-QP2010 SE 灵敏度性能指标是 1pg 八氟萘全扫描信噪比 200: 1; 测定灵敏度的方法条件采用仪器本身自带的灵敏度测试条件。**

**G2/Q29. GPC-GCMS 单独使用 GCMS 的注意事项?**

**G2/A29. a、**更换常规色谱柱, 连接 SPL 进样口; **b、**打开 GC 主机, 在面板上点击 FUN/6 GC configuration/9 other configuration: Polarity in ready: OPEN; **c、**安装自动进样器, 更改相应信号线。

**G2/Q30. GCsolution 软件上的吹扫流量达到 200ml/min 的原因?**

**G2/A30. 更改吹扫流量参数, 如果实际值一直是 200ml/min, 说明 AFC 损坏。**

**G2/Q31. GC 仪器上柱流量设不上去, 柱前压很高?**

**G2/A31. 可能是流路中的某一段有堵塞, 需要逐一排查, 如分子筛、色谱柱、捕集阱等。**

**G2/Q32. 利用 GC-FPD 检测器测定有机磷农药时出现负峰?**

**G2/A32. 原因如下: a、**出现负峰可能是基线过高引起, 检查氢气、空气的纯度及比例; **b、**对仪器的进样系统和检测器部分进行维护; **c、**如做溶剂标样时正常, 基质加标时出现部分负峰, 需要做好前处理净化。

**G2/Q33. 利用 GC-FID 测定同一样品时, 样品的测定值与之前相比发生变化?**

**G2/A33. 确定分析方法及数据处理方法没有问题, 连续进三针重现性良好, 了解到用户的标样时三年前购买, 考虑标品失效。**

**G3/Q1. 色谱柱的选择问题?**

**G3/A1. a、**选择与目标化合物极性相近固定相 (“相似相溶”原则), 分析非极性化合物选择非极性柱 (e.g. Rtx-1); 分析极性化合物选择极性柱 (e.g. Rtx-WAX)。

**b、**按照分析目的选择固定相, 当组分沸点差异大时, 选择非极性柱 (e.g. Rtx-1); 当组分沸点差

异不大时（如异构体），选择极性柱（e.g. Rtx-WAX）。

c、按所需分离状况选择，需要高分离时，选择[内径：细、长度：长]柱；当分离已足够，要缩短分析时间时，选择[内径：粗、长度：短，膜厚：薄]柱。

d、按分析目的选择，分析低沸点化合物时，选择[长度：长、膜厚：厚]柱；分析高沸点化合物时，选择[长度：短，膜厚：薄]柱。

e、分析气体时，多用 PLOT 气体分析柱。

f、选择色谱柱最简单的方法是参考相应的国标或者文献。

下表是色谱柱固定相的典型应用。

序号	名称	固定液名称	应用领域 (Restek GC 应用数据集)
1	Rtx-1	100% dimethyl polysiloxane	空气样品、芳香族化合物、氯氟烃类化合物、香精油类、脂肪酸、香味挥发物、香味化合物、烃类、有机磷农药、氧化物（醚、醇等）、臭氧前体、溶剂、含硫化物、挥发物醇类、联苯胺类、丁基锡类、消毒副产物、氯代烃类、有机氯农药、柴油中有机物、成瘾药物、香精油类、汽油中有机物、卤代乙酸、卤代醚类、烃类（易燃物）、亚硝胺类、硝基芳香烃类、PCBs、基本药物、酚类、多环芳烃、邻苯二甲酸酯类、硅氧烷、溶剂、类固醇类
2	Rtx-5	95% dimethyl/ 5% diphenyl polysiloxane	
3	Rtx-624	6% cyanopropylphenyl/ 94% dimethyl polysiloxane	挥发性化合物
4	Rtx-1701	14% cyanopropylphenyl/ 86% dimethyl polysiloxane	丙烯酸酯、甲醛、有机氯农药、香味化合物、有机磷农药、药物（酸性/中性）、基本药物、溶剂
5	Rtx-WAX	polyethylene (PEG)	glycol 醛类、芳香族化合物 BTEX、香精油、FAMES（酸酯顺反化合物）、二醇类、溶剂
6	Stabiwax-DA	CarboWAX polyethylene glycol	脂肪酸（游离）、香味挥发物、有机酸、溶剂

### G3/Q2. 气相色谱检测器的选择问题？

G3/A2. 常用检测器及应用见下表：

检测器	载气种类	测定浓度	应用
氢火焰离子化 (FID)	氮气、氦气	数 ppm 以上	有机化合物
电子捕获 (ECD)	氮气	数 ppb 以上	有机卤素等化合物
火焰光度 (FPD)	氮气、氦气	约 0.1ppm	硫、磷化合物
火焰热离子 (FTD)	氮气、氦气	数 ppb 以上	氮、磷化合物
热导 (TCD)	氮气、氢气、氦气、氩气	50ppm 以上	无机气体、有机化合物

注：电子捕获检测器（ECD）也可以选择用氦气做载气，但尾气必须为氮气。

例如：在农残中分析微量的有机氯农药采用 ECD 检测器，分析有机磷农药采用 FPD 检测器，分析无机气体或者水分采用 TCD 检测器。

### G3/Q3. 气相色谱常见故障分析—基线噪音？

**G3/A3. a、使用气体纯度的确认 b、色谱柱老化 c、FID 喷嘴检查 d、更换气体过滤器 e、更换分子筛过滤器 f、更换变色硅胶**

**G3/Q4. 气相色谱常见故障分析—基线波动？**

**G3/A4. a、基线跟着空压机启动变化的情况下，安装调压器 b、空气使用钢瓶气 c、更换分子筛过滤器 d、色谱柱老化 e、石墨压环老化 f、有脉动的情况下检查 H<sub>2</sub>、尾吹气使用的减压阀**

**G3/Q5. 气相色谱常见故障分析—峰面积重现性差？**

**G3/A5. a、更换进样隔垫 b、检查玻璃衬管上的 O 形圈 c、检查色谱柱两端石墨压环 d、衬管内石英棉的装填量及装填位置 e、衬管惰性化处理 f、更换分流/吹扫流路捕集阱 g、维护微量进样针 h、使用适合目标组份极性的色谱柱 i、适当调整目标组分浓度**

**G3/Q6. 气相色谱常见故障分析—保留时间重现性差？**

**G3/A6. a、更换进样隔垫 b、检查玻璃衬管上的 O 形圈 c、检查色谱柱两端石墨压环 d、使用适合目标组份极性的色谱柱 e、更换老化色谱柱 f、更换或清洗衬管 g、适当调整目标组分浓度**

**G3/Q7. 气相色谱常见故障分析—鬼峰？**

**G3/A7. a、更换进样隔垫 b、更换或清洗玻璃衬管 c、老化石墨压环 d、更换分流流路捕集阱 e、清洗缓冲管 f、老化/切割色谱柱（进样口部分） g、更换或清洗微量进样针**

**G3/Q8. 气相色谱常见故障分析-峰形不正常？**

**G3/A8. a、前延峰：样品浓度过高造成色谱柱过载或者进样口温度设置低。 b、分叉峰：载气不纯或两个组分不能分离。 c、拖尾峰：样品浓度过高，柱温太低，进样口温度低，衬管损坏，色谱柱与目标组份极性不匹配，进样口或色谱柱污染。**

**G3/Q9. GCMS 通常可以检测样品的浓度范围是多少？**

**G3/A9. a、Scan 方式一般测定样品浓度范围是 1~100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  (ppm)。通过浓缩、稀释样品或更改分流比使样品在上述浓度范围内检测。 b、SIM 方式的灵敏度比 Scan 方式灵敏度高一个数量级以上，可以分析浓度更低的样品，比如 ppb 级别的样品。**

**G3/Q10. 分析重现性不良的原因有哪些？**

**G3/A10. a、确认样品是否完全溶解，在常温下是否稳定，玻璃衬管和石英棉对样品是否有吸附。 b、检查自动进样器进样针是否正确安装，进样针是否堵塞，进样杆推动是否顺畅，进样时针内是否有微小气泡。**



c、检查进样口是否泄漏，进样隔垫是否已经超过使用次数，衬管 O 形圈是否已经破损，进样口螺母是否拧紧。 d、检查玻璃衬管是否破损或严重污染，及时更换或清洗。 e、进样口温度设定是否合适，保证样品可以完全气化且无分解。 f、检查色谱柱两端的伸入长度是否与标尺一致，色谱柱的接头是否拧紧。 g、GCMS 仪器质谱部分确认真空启动的时间及真空度，真空一般在启动两小时后达到稳定的状态。 h、GCMS 仪器离子源存在污染会造成重现性不良，应及时清洗离子源。 i、在峰监测窗口检查是否存在漏气。 j、GCMS 仪器 CI、NCI 模式下进行样品分析时要保证反应气稳定，才能得到良好的重现性。

### G3/Q11 如何确定一个标准曲线是否可以正常使用？

G3/A11. 方法很简单，同样分析建立标准曲线时的标准样品（确保此标准样品没有分解或被浓缩、稀释等），用标准曲线对其定量分析，看定量结果与标准含量是否偏差过大，如偏差不大（在允许偏差范围内，一般建议为小于 10%）标准曲线可以继续使用，如偏差过大，建议重新建立标准曲线。

### G3/Q12. 样品不出峰有那些原因？

G3/A12. a、确认自动调谐能否通过，调谐结果是否正常。 b、检查色谱柱的连接是否正常，色谱柱连接过紧可能会使柱子阻塞甚至断裂，造成样品无法达到离子源，因此无法出峰。 c、检查色谱柱接入检测器的长度是否合适，选择的色谱柱是否适合分析此样品。 d、检查玻璃衬管是否填充石英棉，以及填充的量是否合适。 e、如样品具有较高的吸附性，应使用去活衬管和石英棉。 f、GCMS 与其他设备联用时，检查其它设备运转是否正常。 g、检查样品前处理是否合适，样品是否稳定。 h、检查仪器参数设置是否合适：SIM 模式下选择的特征离子是否正确，Scan 模式下扫描范围是否包含样品的特征离子。 i、改为不分流的进样方式、加大进样量、使用高压进样、采用 SIM 的采集方式、加大检测器电压都可以提高分析的灵敏度。

### G3/Q13. GCMS 仪器在样品分析中发现污染物，主要来自于哪里？

G3/A13. a、样品瓶密封垫上的物质被溶剂溶解，确认样品瓶密封垫是否正确安装在进样瓶盖上。  
b、进样垫在高温下出现流失，温度高于 350 度时应使用高温进样垫。  
c、进样口被高沸点物质污染，及时清洗玻璃衬管并更换石英棉。  
d、进样针未清洗干净会造成对样品的污染，增加清洗次数或洗针溶剂的种类。  
e、载气不纯或钢瓶出口处有污染，更换钢瓶时应注意载气纯度并对钢瓶出口认真清洁。  
f、手印及指纹也会造成系统的污染，注意真空室门时不可以直接用手触摸真空腔内的任何部件，必须戴手套。

- g、溶剂的杂质会在分析中造成杂峰，建议使用纯度为色谱纯或以上级溶剂。
- h、色谱柱前端残留高沸点物质，一般需要切断 10-20cm，视柱流失情况和污染情况适时老化色谱柱。
- i、样品前处理过程中，所使用的器皿（比如塑料器皿等）或溶剂对样品的污染。
- 以下为常见污染的质量数及来源：

质量数	化合物分类	可能来源
18, 28, 32, 40, 44	空气	H <sub>2</sub> O, N <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> , Ar, CO <sub>2</sub>
31	溶剂	伯醇
43, 58	溶剂	丙酮
77	溶剂	苯, 二甲苯
85	溶剂	氟利昂
91, 92	溶剂	甲苯
105, 106	溶剂	二甲苯
22, 73, 147, 207, 281, 295, 355, 429	二甲基聚硅氧烷	进样垫/柱子
41, 45, 55, 57, 71, 85, 99	烃类	指印/泵油
149	邻苯二甲酸酯	增塑剂

### G3/Q14. 使用 CI/NCI 时，反应气的量对分析结果有何影响？

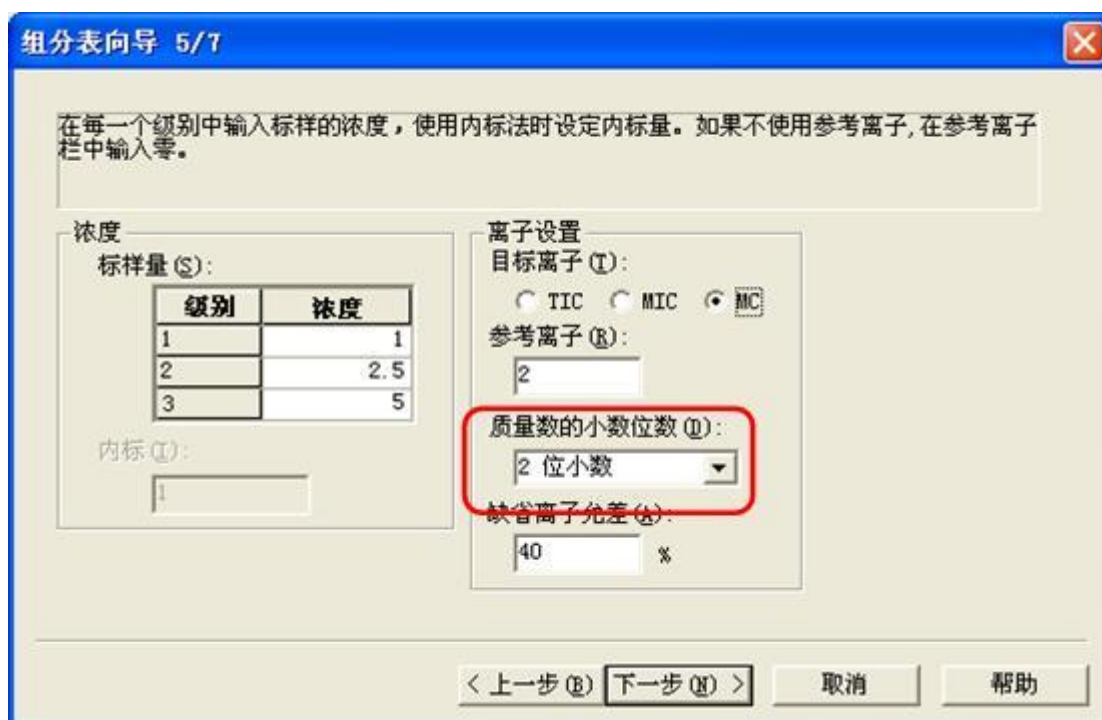
**G3/A14. a、**使用 CI/NCI 时，通入反应气的量会影响到离子化效率。在一定范围内，通入反应气的量越大，离子化效率越高，灵敏度越高。反应气应该控制在一定范围内。使用甲烷气时，CI 方式钢瓶减压阀的二次压力应控制在 100KPa 到 300KPa，NCI 方式钢瓶减压阀的二次压力应控制在 200KPa 到 300KPa。 **b、**使用 CI/NCI 时，反应气量的稳定性对分析重现性起至关重要的作用，需要保证钢瓶减压阀二次压力稳定在某一数值。

### G3/Q15. 在分析的目标化合物中，如果有高质量数端的碎片（如 PPDBE 样品），分析中应注意哪些事项？

#### G3/A15.

##### a、注意高质量数的漂移：

- ①一般情况下无需进行高质量数的调谐，一方面进行高质量数调谐非常麻烦，另一方面高质量数调谐结果难以维持长久。
- ②选取的质量碎片设为两位小数，不要选整数质量。



③在使用精确质量的前提下，经常用扫描数据修正高质量数，才能获得稳定的分析结果。

b、设置合适的气相条件：

①如果样品在衬管中停留的时间长，八溴联苯醚、十溴联苯醚将会出现一定程度的降解。但如果在衬管中停留的时间太短，就有可能产生歧视。因此，可以采用高压进样，帮助改善进样口的表现。15m×0.28mm 的

柱子可使用 150KPa, 15m×0.25mm 的柱子可使用 200KPa。②由于十溴联苯醚遇热会分解, 因此, 进样口温度不可高于 300 度。可使用冷柱头进样, 避免十溴联苯醚分解。但该技术要求很好地净化样品, 否则, 色谱柱前端容易污染。③在样品制备的过程中, 十溴联苯醚有可能遇光 (特别是紫外光) 分解。在进样的过程中, 十溴联苯醚有可能遇热分解。④由于十溴联苯醚遇热会分解, 因此选用的色谱柱必须是短柱, 避免十溴联苯醚在色谱柱停留太长的时间。一般选用 15m 的色谱柱, 膜厚一般选用 0.1 $\mu$ m, 这样可以尽量缩短十溴联苯醚在色谱柱中停留的时间。⑤应该使用高度惰性的玻璃衬管, 在衬管内, 应加少量去活石英棉。经验显示, 使用硅烷化衬管和石英棉, 样品分析较稳定。

c、为了得到稳定的定量结果, 其他所需注意的要点: ①在设置自动调谐参数时, 将质量数分辨率设为 0.7~0.8 (FWHM), 灵敏度调节使用 m/z 614。②GCMS 应放置在恒温的环境中。因为环境温度的变化也会带来质量数的漂移, 特别是高质量数, 这种影响就更加明显。避免风直接吹到仪器上。③在分析前检查 PFTBA 质量碎片的位置。如果质量数 502 偏移 0.2 amu 以上, 需重新执行质量数的校准。④因为分析的目标物沸点较高, 因此, 离子源温度一定要设定比较高的温度。GCMS-QP2010 Ultra, GCMS-QP2010 SE, 防止高沸点的物质黏在离子源上。⑤对于 PBDE 分析, 曲线类型可选二次, 不强求线性。

G3/Q16. 用 GC-FID 分析药物中的环氧氯丙烷, 0.1 $\mu$ g/L 的环氧氯丙烷响应非常低?

G3/A16. 环氧氯丙烷结构中含有氯元素, 而且限量比较低, 用 FID 分析不太合适, 因为 FID 的灵敏度本来就不高, 建议用户用 GC-ECD 进行分析

G3/Q17. 在检测电子材料中多溴联苯醚的前处理中需要用到甲苯和丙酮, 购买时注意哪些事项?

G3/A17. 甲苯和丙酮归属于第三类易制毒化学品, 购买时需要依据《易制毒化学品安全管理条例》中第 17 条规定, 购买前向当地公安机关备案, 并办理相应的申办材料。

G3/Q18. 静态顶空和动态顶空有什么区别? 动态顶空出峰峰宽较大, 怎么调整?

G3/A18. 静态顶空和动态顶空的区别在于有没有使用 trap, 静态顶空没有 trap, 而动态顶空使用 trap。与静态顶空相比, 使用动态顶空后, 峰相应值会增加, 峰宽也会增加, 可以缩短解析时间和增加分流比减小峰宽。

G3/Q19. 白酒样甲醇, 乙酸乙酯检测的前处理方法?

**G3/A19.** 白酒样里面甲醇和乙酸乙酯等物质的检测可以直接进样，不需要前处理。

**G3/Q20.** 气相色谱法分测定水中 N,N-二甲基甲酰胺含量，峰拖尾很严重，如何改善峰形？

**G3/A20.** N,N-二甲基甲酰胺是极性比较强的化合物,用户用 Rtx-5 的色谱柱进行分离,不太合适,建议用户用 Rtx-wax 色谱柱进行分离。

**G3/Q21.** 如何测无水乙醇（分析纯）中微量水分，用 GC 还是 GCMS？

**G3/A21.** 根据国标 GB/T678-2002 化学试剂-乙醇（无水乙醇），无水乙醇（分析纯）中水分质量分数 $\leq 0.001\%$ ，可以参考国标 GB/T2366-2008 化工产品中水含量的测定-气相色谱法，使用 GC-TCD 检测器。GCMS 并不适合。

**G3/Q22.** HS-20 与 GC 连接时，进样口温度如何设定？

**G3/A22.** HS-20 与 GC 连接时，进样口部分只提供载气气路，旁边有传感器，进样口温度设定为 25℃ 即可。

**G4/Q1.** 岛津 GC-2014 及 GC-2010 Plus 的配置？

**G4/A1.** a、GC-2010 Plus 可以配置三个进样口、四个检测器：SPL（分流不分流进样口，连接毛细管柱）、WBI（宽口径进样口，通过转换头连接填充柱）、OCI/PTV（冷柱头进样口/程序升温进样口）；配置的检测器：FID、ECD、FPD、FTD、TCD、BID。 b、GC-2014 可以配置三个进样口、四个检测器：SPL（分流不分流进样口，连接毛细管柱）、DINJ（双填充柱进样口，连接填充柱）；配置的检测器：FID、ECD、FPD、FTD、TCD。

**G4/Q2.** GCMS-QP2010 SE 型号的仪器是否可以配 CI/NCI 源？

**G4/A2.** GCMS-QP2010 SE 型号的仪器标配 EI 源，不可配 CI/NCI 源。