



岛津
SHIMADZU

Solutions for Science
since 1875

GC-2010

硬件基本操作

岛津气相色谱仪





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

```

GC Start Sequence  NOT READY
Current File  ◀▶0:FILE0
↓
Start GC  Manual Start
↓
Start Flow
↓
Start Time(min)  0.0
↓
Start Temp/Det  Yes
↓
Detector  On
↓
Auto ignite  On
↓
Clean Up
↓
Stand By  Off

[Start GC] [File] [Clean Up]
  
```

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

```

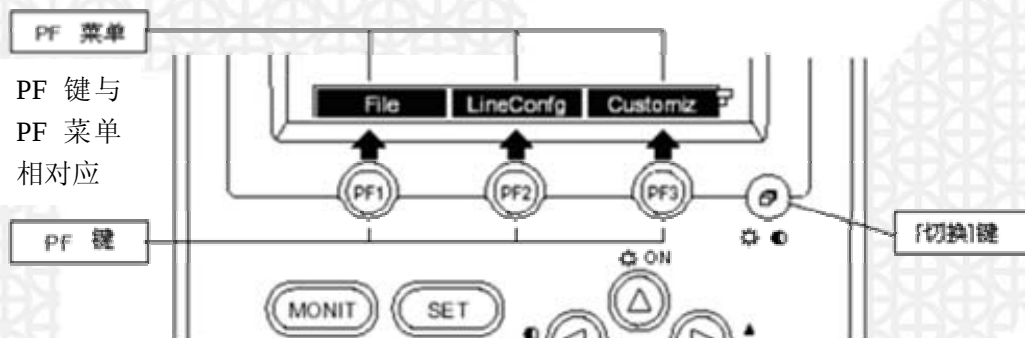
Analysis Settings  READY
FILE 0:FILE0
Column Oven
Temp(°C)  60.0  60.0
Flow
Inlet press(kPa)  100.0  100.0
Column flow(μL/min)  3.85  3.85
Split ratio  20.0  20.0
Split mode  SPLIT
INJ INJ1
Temp(°C)  150.0  150.0
DET DET1
Temp(°C)  150.0  150.0

[File] [LineConfig] [Customiz]
  
```

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

```

Line Configuration
Injector
◀▶1  SPL1
      WBI2
Detector
1  FID1
   TCD2
Option
  A0C1
  A0C2
  HSS
  
```



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

Column	RUN																						
Column	FILE 0:FILE0																						
Temp Monit(°C)	60.0																						
Temp program total(min)	25.00																						
<table><thead><tr><th></th><th>Rate(% min)</th><th>Temp(°C)</th><th>Time(min)</th></tr></thead><tbody><tr><td>Init</td><td>-----</td><td>60.0</td><td>2.00</td></tr><tr><td>1st</td><td>5.00</td><td>120.0</td><td>2.00</td></tr><tr><td>2nd</td><td>10.00</td><td>180.0</td><td>5.00</td></tr><tr><td>3rd</td><td>END</td><td></td><td></td></tr></tbody></table>					Rate(% min)	Temp(°C)	Time(min)	Init	-----	60.0	2.00	1st	5.00	120.0	2.00	2nd	10.00	180.0	5.00	3rd	END		
	Rate(% min)	Temp(°C)	Time(min)																				
Init	-----	60.0	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																							

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

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

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

实测值 设定值

Flow CAR1	RUN
SPL1 <u>LINE 1</u>	Or
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

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）

载气种类选择
He 氦气
N₂ 氮气
Ar 氩气
H₂ 氢气

载气开关

Column | GasSaver On/Off

按 [PF1] 进行柱参数的设定

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

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

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 <u>LINE 1</u>	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



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		$\times 10^{-1}$
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		NOT READY
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。

检测器用气设定

使用的氢气、空气、尾吹气
的流量设置

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		$\times 10^{-1}$
Analog Signal Type		Linear

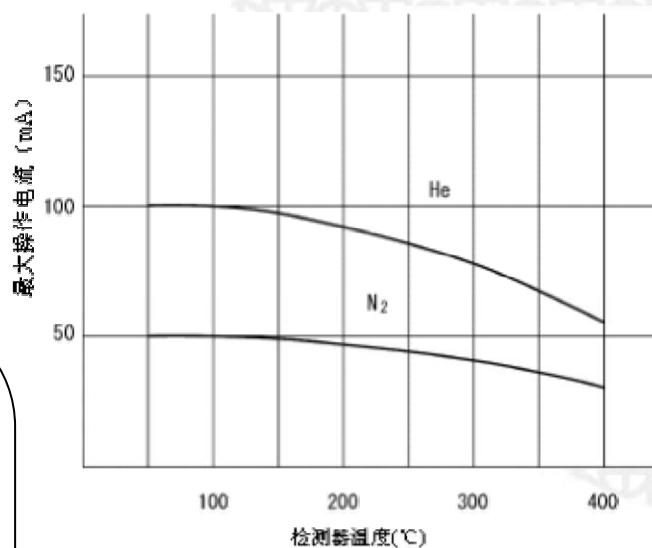
--- Det Gas ---		

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

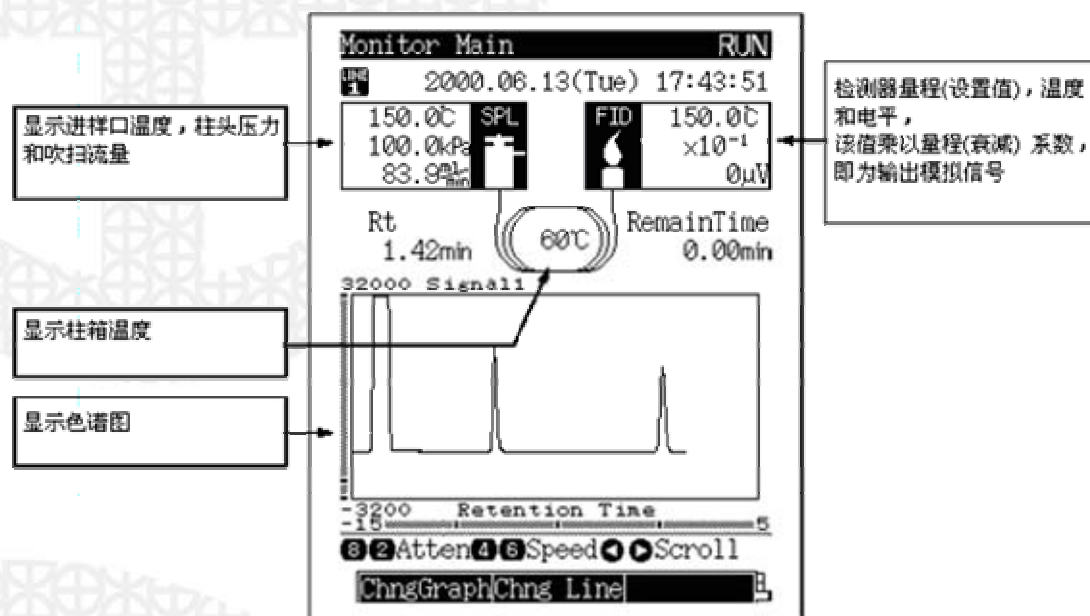
Flow DET #2		NOT READY
TCD 2	MakeUp	LINE 2 On
Press(kPa)	0.0	
Flow($\frac{ml}{min}$)	0.0	8.0
Gas Kind		He

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
Column	Temp(℃)	60.0	60.0
<u>SPL1</u>	Temp(℃)	150.0	150.0
WBI2	Temp(℃)	0.0	25.0
<u>FID1</u>	Temp(℃)	150.0	150.0
TCD2	Temp(℃)	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。

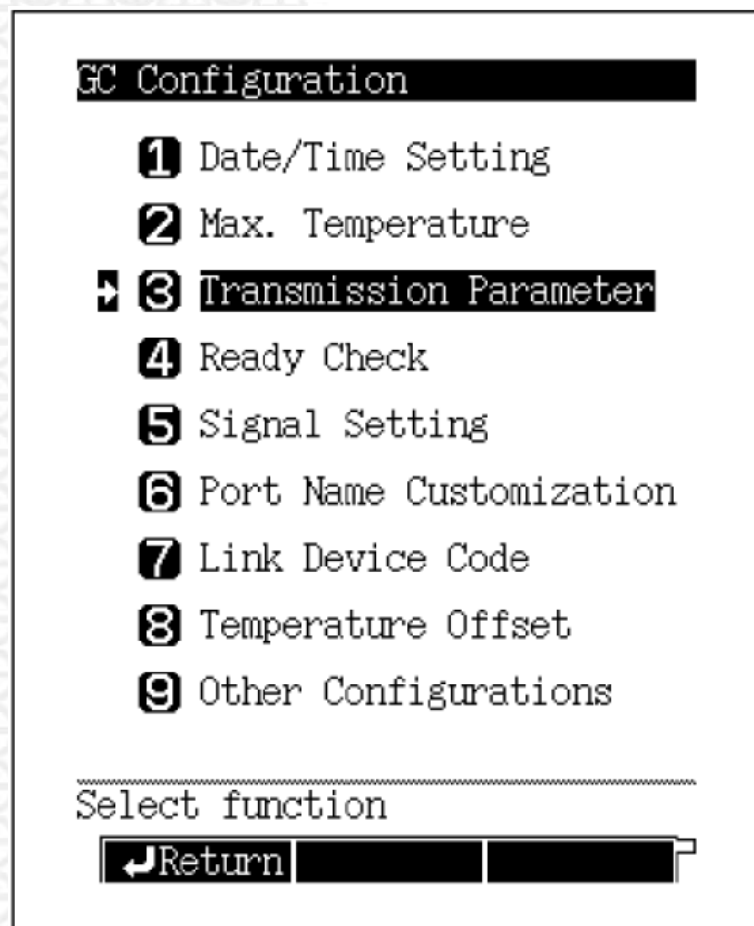
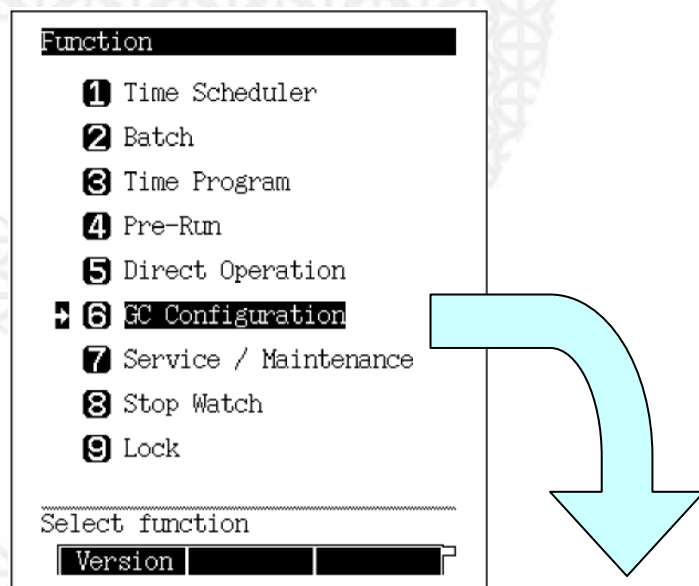
组成当前流路的进样口和检测器名称带下划线。

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
WBI2	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
TCD2	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 Configuration 第三项通讯参数设定

Transmission Parameter

Protocol	None
Baud Rate(bps)	9600
Stop Bit	1bit
Parity	NONE

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

参数设定完成后按 [PF2] 应用

↓Return Apply

Transmission Parameter

Protocol	LEVEL3
Baud Rate(bps)	115200
Stop Bit	
Parity	

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		

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

↓Return Drift

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)

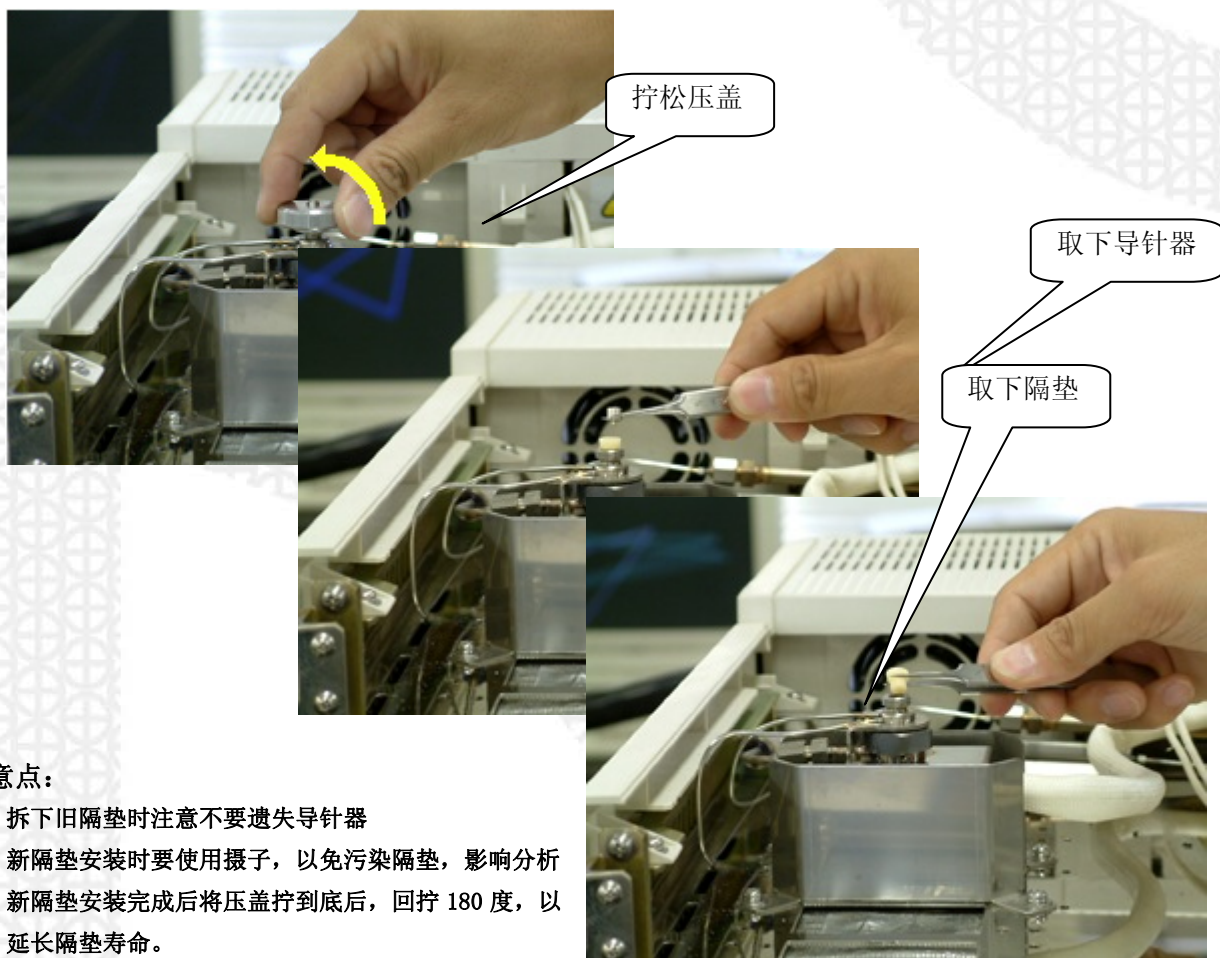
仪器维护

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

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

复位

是否使用隔垫计数器

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

是否使用衬管计数器

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

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

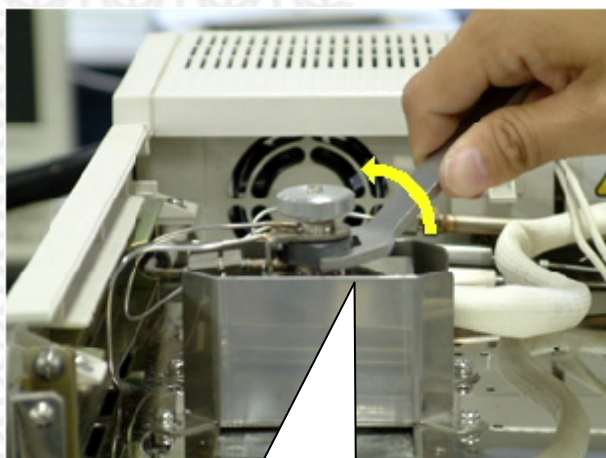
221-48876-05 不分流用 惰性处理 (5 根/包)



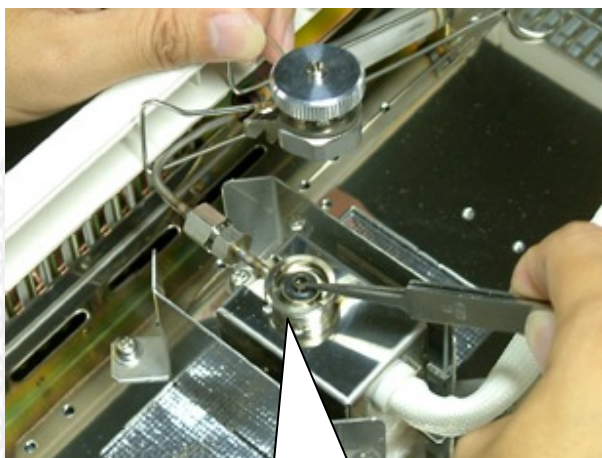
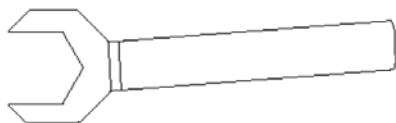
221-48876 不分流用 惰性处理

221-48876-02 不分流用 惰性处理 (5 根/包)

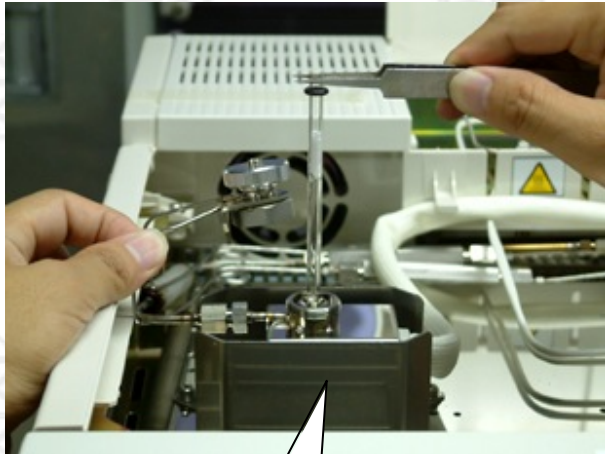
衬管更换



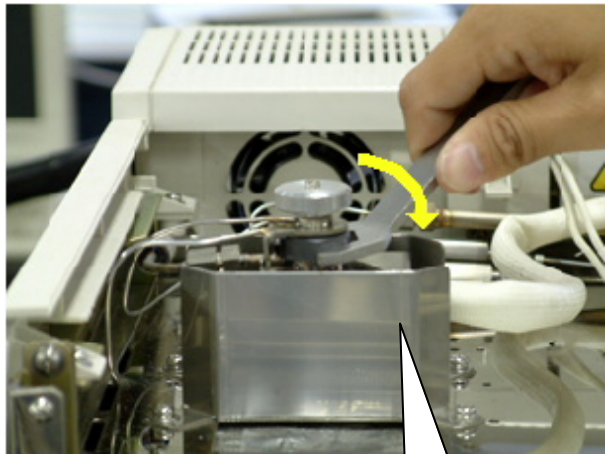
用专用扳手拧松螺母



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:

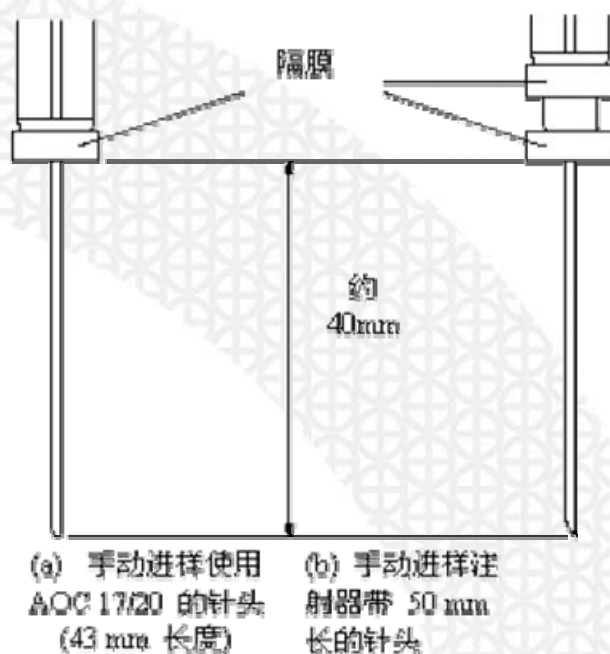
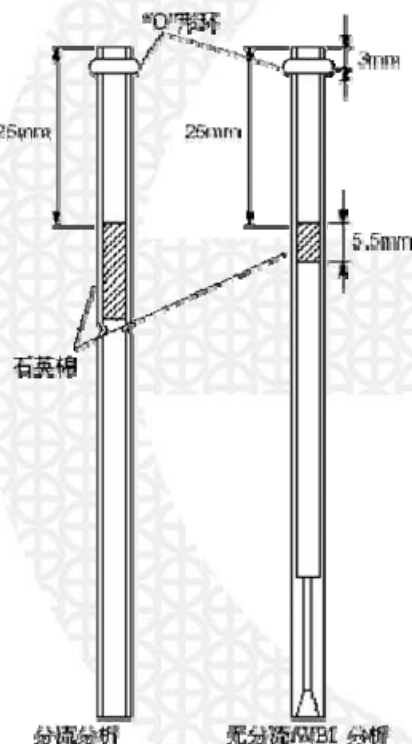
- (1) 对于高吸附性样品,例如农药,减少石英棉的装填量会得到更好的分析结果。
- (2) 对于高汽化热的溶剂,例如水,增大石英棉的装填量会得到更好的分析结果。

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。（柱螺母应先用手工拧紧，然后再用扳手拧3/4 圈）

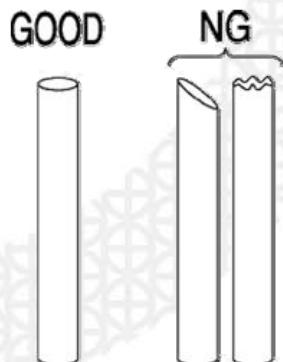


- (3) 在色谱柱穿过石墨压环孔心时，柱口可能进入一些石墨粉，需要将压环安装夹具中伸出的毛细柱用毛细柱切割刀截去。

- (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。



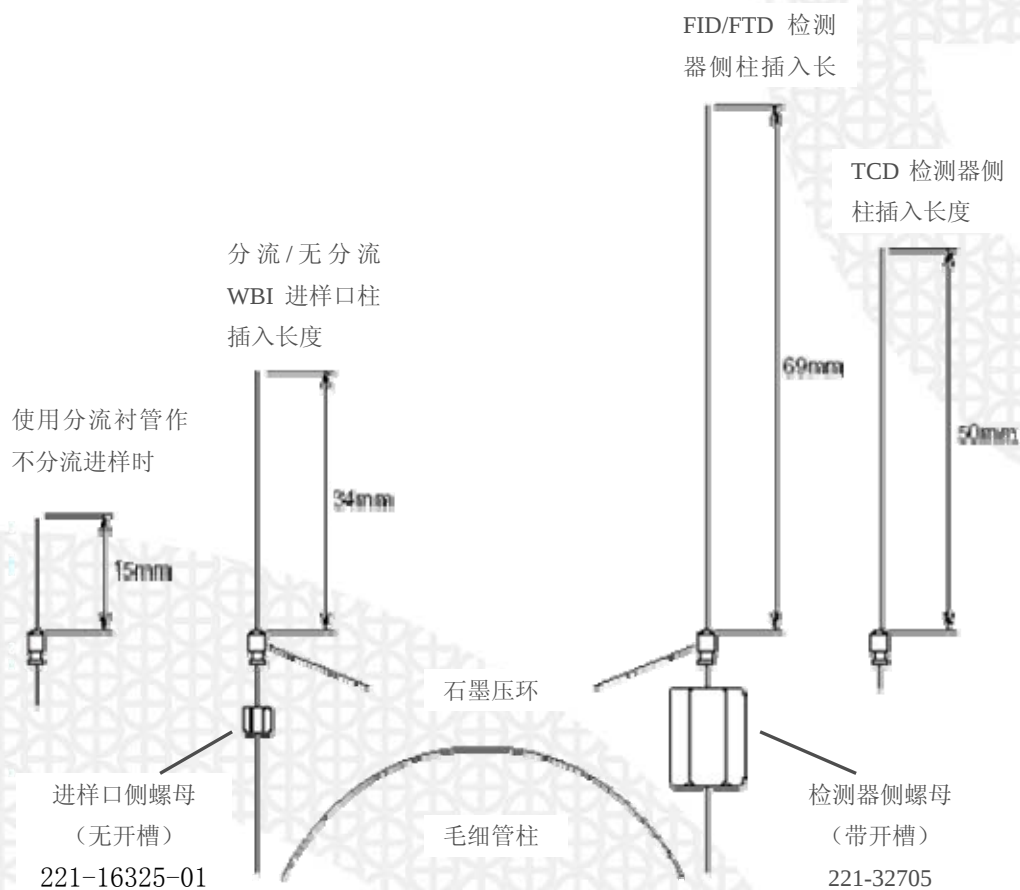
(c) 用镊子取下多余的石墨此时要小心切勿损坏毛细管柱



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

- 第 19 页 共 20 页

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。



QMS

分析仪器的售后技术服务管理体系
通过了 ISO9001:2000 标准认证

岛津国际贸易（上海）有限公司

用户服务热线电话：

800-810-0439

400-650-0439（手机用户）

北京分公司

北京市朝阳区朝外大街 16 号 中国人寿大厦 14F

邮政编码：100020

传 真：010-85252326

分析中心：010-85252415

维修电话：010-85252424

广州分公司

广州市流花路 109 号之 9 达宝广场 703-706 室

邮政编码：510010

传 真：020-87108698

分析中心：020-87108613, 87108699

维修电话：020-87108630, 87108631, 87108633

上海分公司

上海市淮海西路 570 号红坊E座

邮政编码：200052

传 真：021-22013600

分析中心：021-22013645

维修电话：021-22013601 22013608

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楼

邮政编码：110001

传 真：024-23836378

分析中心：024-232555775转8033

维修电话：024-23836735

成都办事处

成都市西御街 77 号国信大厦 6 层 F 座

邮政编码：610015

传 真：028-86198420

维修电话：028-86198422, 86198421

岛津公司中文网址

www.shimadzu.com.cn