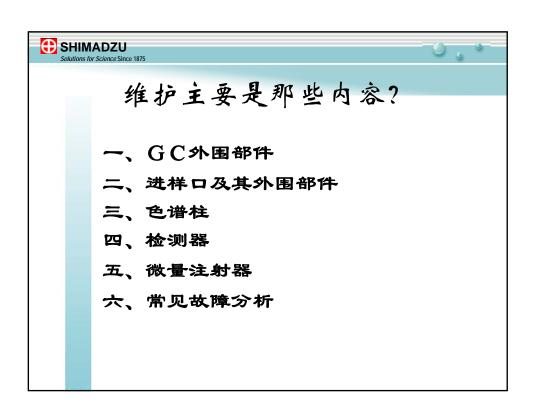
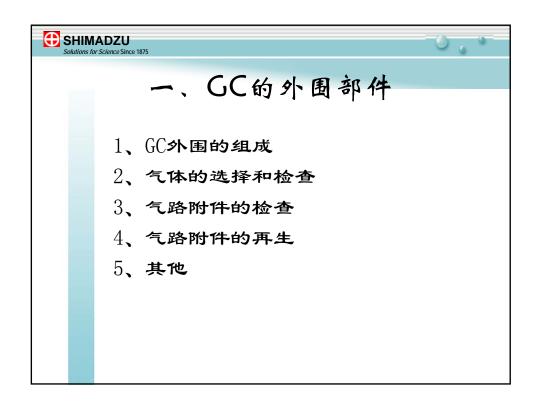
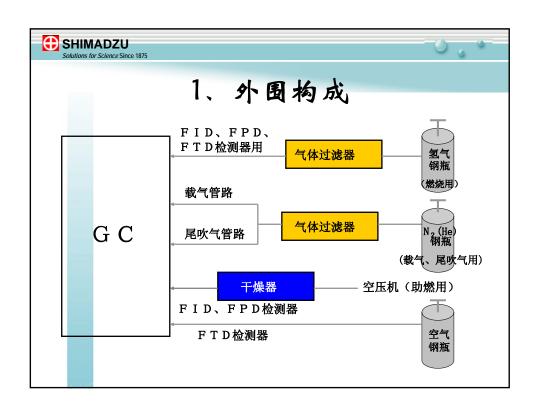
SHIMADZU Solutions for Science Since 1875 G C 的 维护



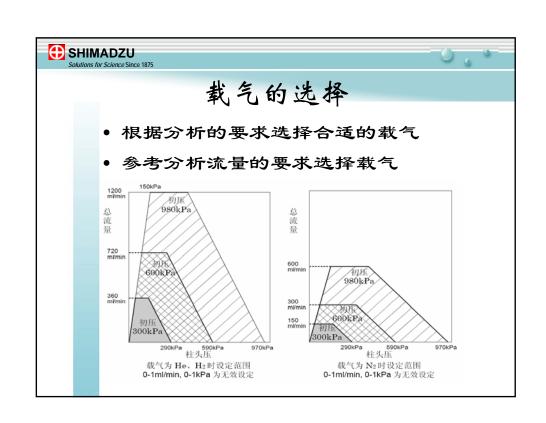






2、气体的选择和检查

- 载气的选择
- 辅助气、尾吹气的选择
- 纯度的选择
- 各气体压力的调整



SHIMADZU

辅助气、尾吹气的选择

- FID、FPD、FTD工作时需AIR、H2辅助
- 使用毛细柱时需在检测器端加上一路尾吹气
- 各类型的检测器所用的尾吹气不同

ECD N_2 Ar+CH4 (15%)

FID N₂

FTD He

· FTD、FPD使用的辅助气均需使用钢瓶,ECD的尾吹气需用高纯气,气路中加装分子筛和氧阱

SHIMADZU Solutions for Science Since 1875

气体纯度的选择

- 因样品分析要求灵敏度的不同对气体的要求也不同。
- 高灵敏度分析需使用高纯度气体。
- · 一般性分析 99.995%以上 高灵敏度分析 99.999%以上
- 高灵敏度分析的情况载气、尾吹气、H₂、空气 需经气体过滤器过滤后使用。

气体压力的调整

载气一般要求压力700-800kPa

GC-2010、GC-2014**可使用**300 — 980kPa 供气压力主要取决于分析需要的压力及流量

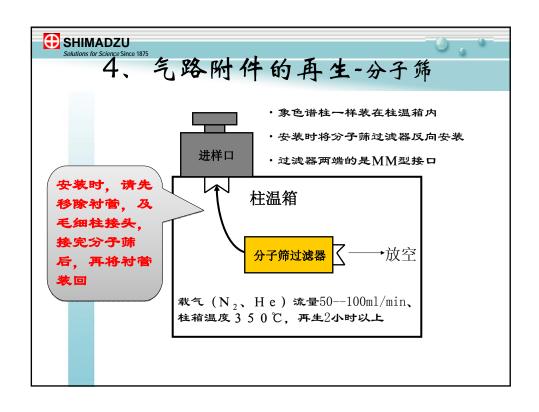
FID、FPD、FTD用H2 300 — 500kPa

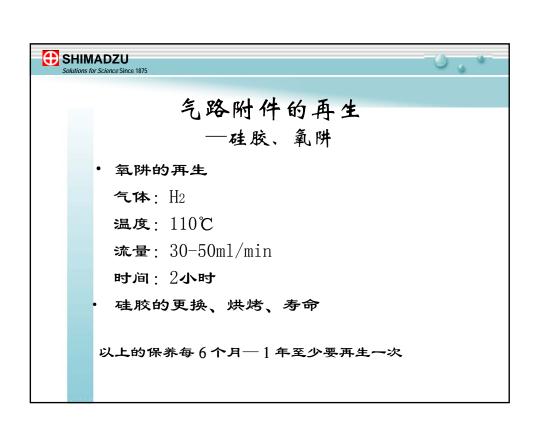
FID、FPD、FTD用空气 300 — 500kPa

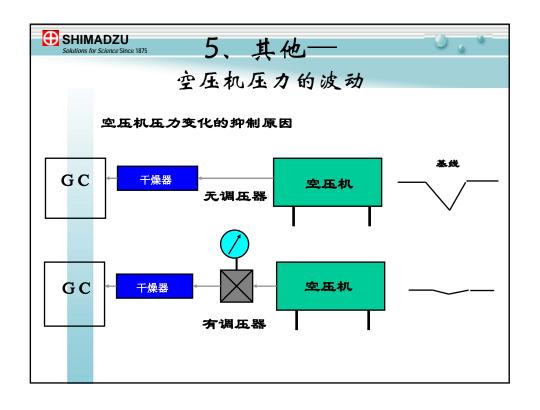
SHIMADZU Solutions for Science Since 1875 3、气路的检查内容

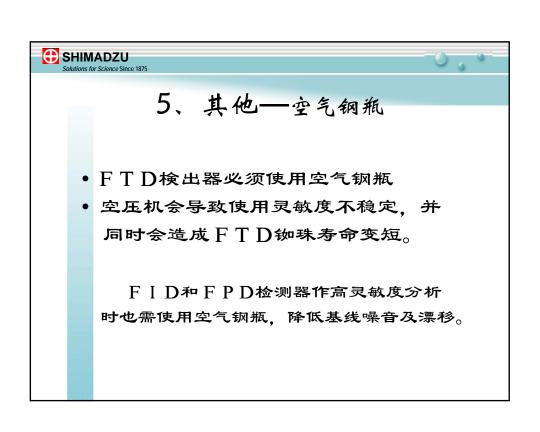
- 检查气体的纯度和供气压力
- 检查气体的气密性
- 检查气路中的过滤器是否需要更换或老化 比如:

空气流路中的干燥硅胶 载气流路中的分子筛和氧阱

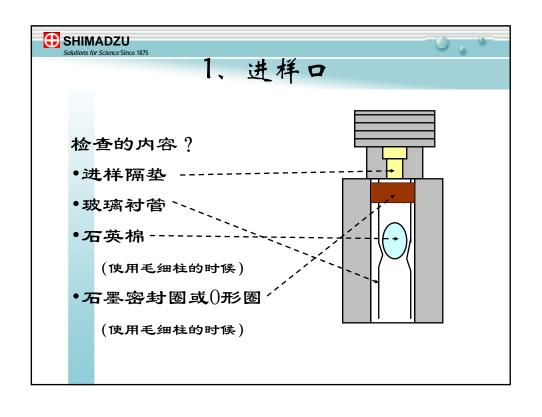








● SHIMADZU 二、进样口及其外围部件 1、进样口检查内容 进样隔垫/称管/○形圈/石英棉 2、进样口常用耗材 3、进样口外围部件的更换





进样隔垫的检查

- ·进样约100次后应更换进样隔垫 (载气漏气会造成保留时间及面积的重现性会变差。)
- 更换进样隔垫后,将进样隔垫螺母拧到底后,回拧 1/4—1/2圈。
- 进样隔垫污染会导致出现鬼峰
- · 增大隔垫吹扫流量, 可減少鬼峰。 (进样口有隔垫吹扫流路的情况下)
- ·不同种类的进样隔垫引起的鬼峰,大小、数量、出峰时间也是不一样的





进样隔垫更换2

进样隔垫更换方法 (GC-2010、2014)

①在GC上按[SYSTEM]键并在PF菜单中选择「INJ Maintenance 」。

进样口自动及柱温箱的温度自动降到50℃以下,然后关闭载气。

②检查GC显示器上是否有"Perform INJ maintenance" 提示出现。





进样隔垫更换4

GC-2010或GC-2014进样隔垫更换后需清除隔垫计数器

- 1、按下[DIAG]键选择屏幕上的
 - "3. Analysis Counter"
- 2、将指针放于 "Counter for Septum" 上,
- 3、在PF菜单上选择 "Reset"将计数器清零。

注:这个计数器主要记录进样后按压[START] 的次数。当计数值超过设定的报警限后仪器为显示

"CARx septum counter is over" 错误信息。



进样隔垫类型

- •白色:标准部品 硅橡胶隔垫 201-35584 (20个/包)
- ·蓝色: 长寿隔垫 (LL) 低流失长寿隔垫 221-48972-91(20个/包)
- ・褐色: 高温隔垫 (HT) 高温时比LL型流失更少 221-48398-91(20个/包)
- 緑色: 高温隔垫 (LB-2)

〈非岛津产品〉

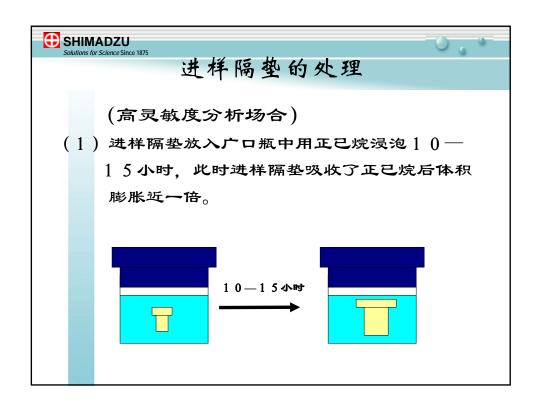
・淡绿色: GLC 低流失, 高感度分析用

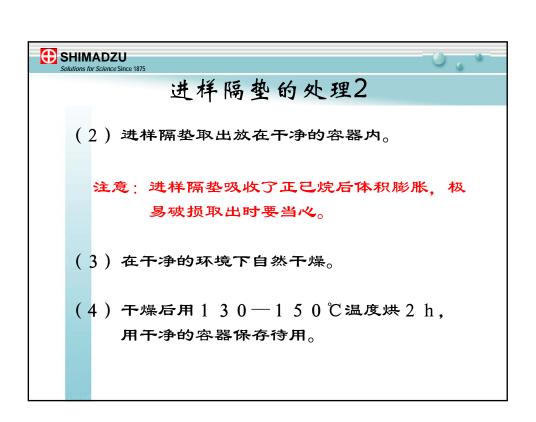
·淡蓝色: Enduro blue Septa

低流失, 质地较软适用于针尖较细的OCI用注射器

增塑剂少, 质地较硬 221-35507-01

不同种类的进样隔垫在色 谱图上反映出结果也不同

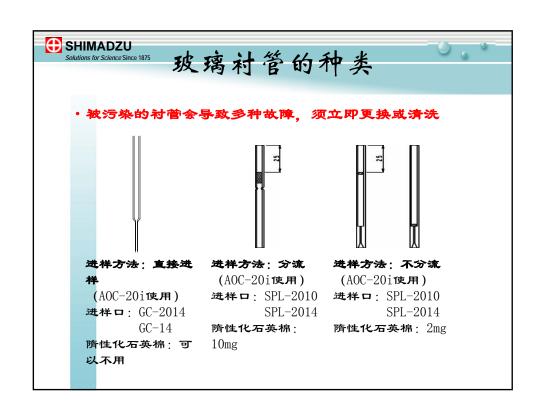


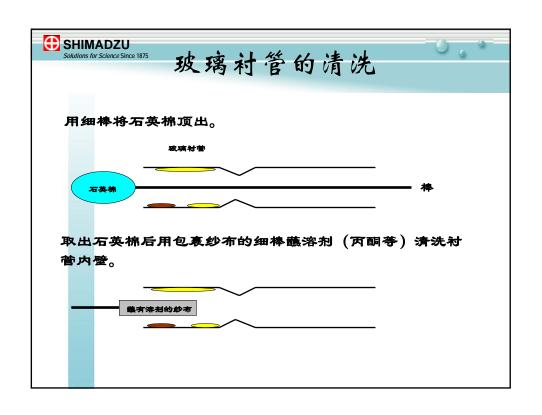


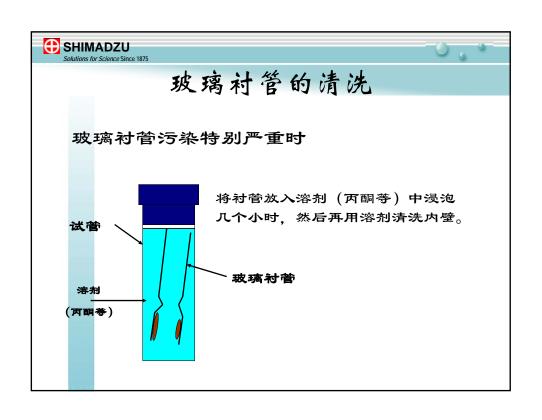
SHIMADZU

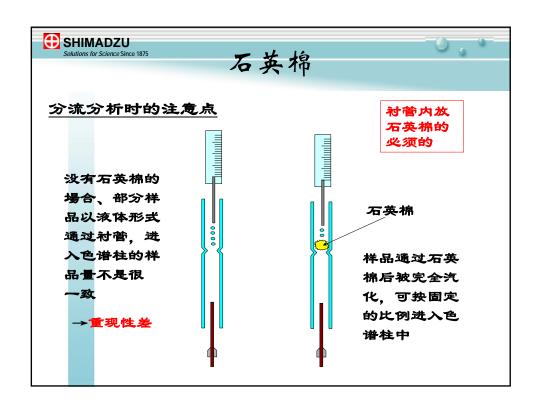
玻璃衬管使用注意事项

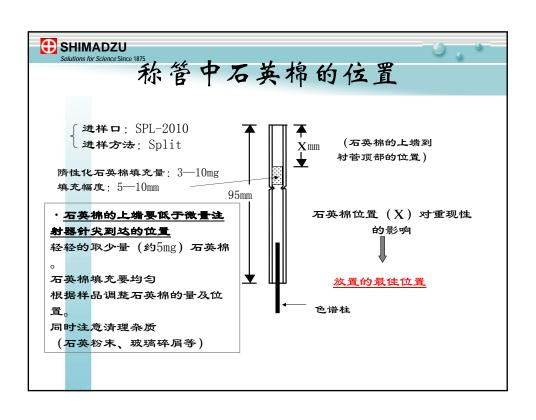
- 衬管、石英棉在干净的环境下保存避免污染。
- 石英棉惰性化处理。
- 衬管最好惰性化处理。
- · 衬管上可能有石英棉残渣或样品的污染,用 之前最好使用溶剂清洗干净。
- · 石英棉的量、位置对重现性灵敏度有很大的 影响。

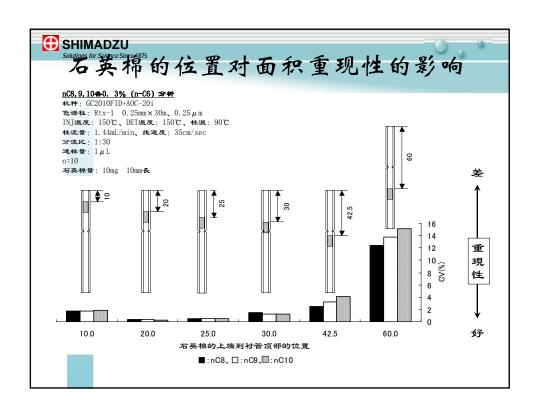










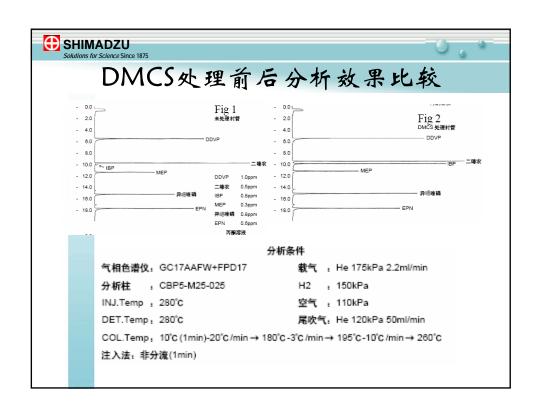


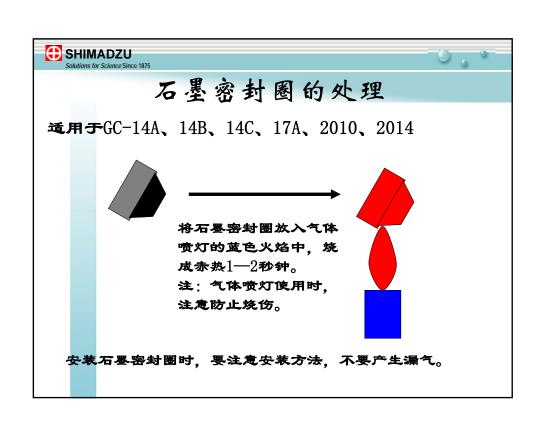
玻璃衬管的DMCS処理 (二甲基硅烷化処理)

現象: 部分农药的峰的重现性差、偏差大吸附、分解峰变小。 原因: 进样口内的玻璃衬管或石英棉活性过高, 产生吸附、 分解。

DMCS処理

- (1) 玻璃衬管、石英棉用丙酮等有机溶剂清洗,晾干后在 5%DMCS正已烷溶液浸泡一夜
- (2) 取出浸泡一夜的玻璃衬管、石英棉, 立即用甲醇清洗 2、3次, 然后再在甲醇中浸一小时左右。
- (3) 从甲醇中取出,晾干后,放在干燥条件下保存。







称管O型圈的更换1

①在GC上按[SYSTEM]键并在PF菜单中选择

[INJ Maintenance].

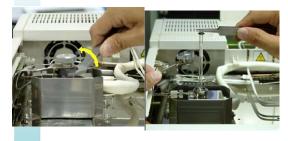
进样口自动及柱温箱的温度自动降到50℃以下, 然后关闭载气。

②检查(()显示器上是否有

"Perform INJ maintenance" 提示出现。

SHIMADZU Solutions for Science Since 1875

O型圈的更换2

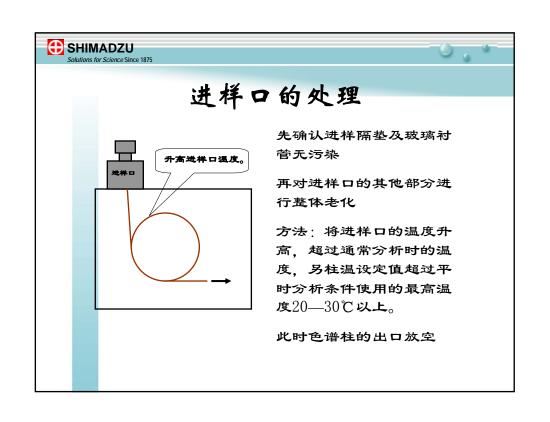


③用玻璃衬管扳手 ④用镊子取出玻璃卸下玻璃衬管螺母。衬管。

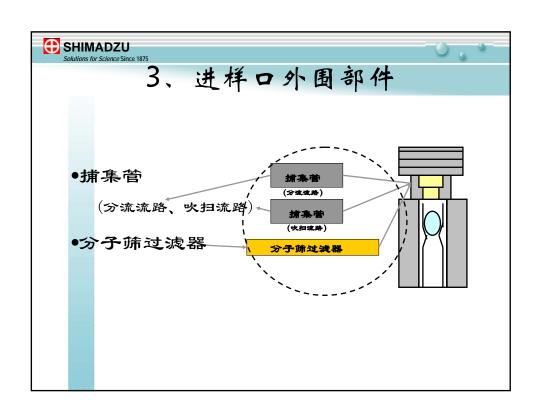
⑤在玻璃衬管上安 装()形环, 填充合适 数量的石英棉。 氟橡胶()形环只能用

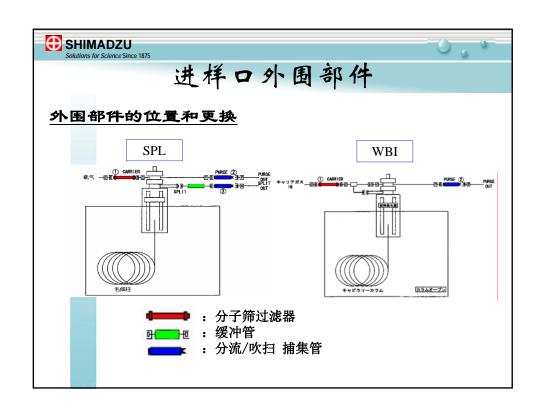
于400℃以下的温 度,400℃以上则推 荐使用石墨0形环。





Solutions for Science Since 1875 2、进样口的常用消耗品						
音	 B品名称	部品编号	备注			
	进样隔垫	201-35584	标准			
	进样隔垫	221-35507-01	高温用			
	0形图	036-11203-84	GC2010, 2014 (固定玻璃衬管用)			
7	B 密封图	221-46403-92	GC14A(B),17A (固定玻璃衬管或玻璃填充柱用)			
	分流衬管	221-41444-01	GC2010			
	分流衬管	221-41444	GC-2014, 17A			
不分	流/WBI 村菅	221-48335-01	GC2010, 2014			
填充柱用	月 村菅 (φ 3.2mm)	221-14093	GC2014, 14A(B) 填充柱用			
惰性1	と玻璃棉 (2g)	221-48600	通用			







SHIMADZU

进样口外围部件 - 捕集管

捕条管的检查 (GC-2010、GC-2014)

- ①吹扫流量设为0ml/min或关闭。
- ②色谱柱取下(柱取下后使用堵头将进样口柱接头处堵上。)
- ③进样方式设为SPLIT。
- **4社头压力=0kPa、总流量=400m1/min。**
- 5 查看柱头压力的实际显示值。

如柱头压实际显示值大于<u>50kPa以上</u>、分流及吹扫流路的排集管都要更换。

SHIMADZU

进样口外围部件 - 分子筛过滤器

分子筛过滤器的老化及更换



基线不稳或噪音变大,可能是因为分子筛 过滤器吸附载气中的杂质太多,饱和造 成,需要老化或更换分子筛过滤器来改 善。



进样口外围部件

捕集管、分子筛过滤器的更换

- ① 在GC上按[SYSTEM]键并在PF菜单中选择 [INJ Maintenance]. 进样口自动及柱温箱的温度自动降到50℃以下 关闭载气。
- ② 检查(C)显示器上是否有 "Perform INJ maintenance" 提示出现。

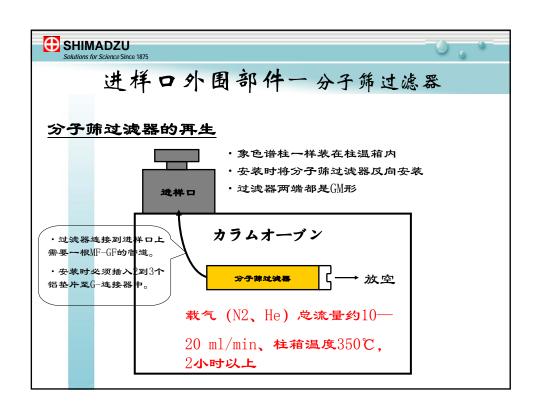




底部的接头

4)用扳手在合适的位置 安装新的过滤器。

安装时必须插入2到3 个铝垫片至①-连接器



SHIMADZU Solutions for Science Sine此样口外围部件消耗品							
.用于GC-2010、GC-2014							
部品名称	部品编号	用途					
捕ዱ管 (分流)	221-42599-92	分流流路用					
排条管 (吹扫)	221-42599-92	吹扫流路用					
缓冲管	221-48441-91	分流流路用					
分子筛过滤器	221-34121-94	除去载气中杂质					
管路, M N2-GN2 L-500	201-48560-50	分子筛过滤器联接进 样口用配管					
铝垫片	201-35183	配管联接用					

三、色谱柱

色谱柱出现问题时表现

- 基线漂移变大
- 基线噪音变大
- 峰形异常 (峰分叉等)
- ・分离度变差

SHIMADZU Solutions for Science Since 1875

色谱柱

毛细柱的维护

- 1. 色谱柱老化
- 2. 色谱柱切割
- 3. 溶济清洗
- 4. 色谱柱的使用方法
- 5. 色谱柱的安装
- 6. 消耗品



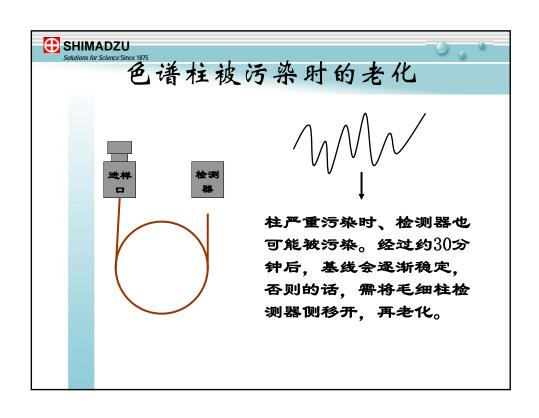
色谱柱的老化

柱温箱温度逐渐上升到色谱柱的最高使用的温度, 高沸点成分被汽化后释放。

(这个过程大约需要 1 — 2 小时、色谱柱接在检测器上来观察基线变化。)

注意: 1. 监测时最好使用FID检测器

- 2. 检测器的温度必须要远高于柱的使用温度。
- 3. 当污染很严重时,色谱柱老化时检测器一侧 最好放空。



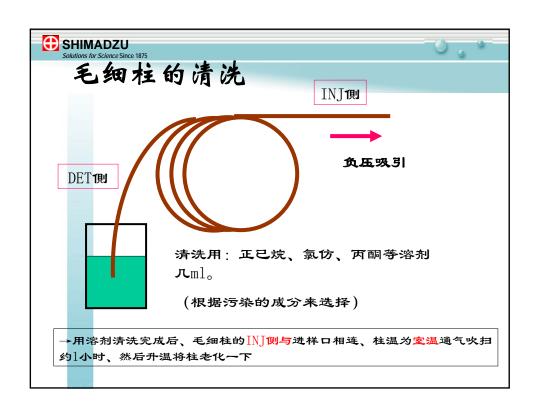
②、色谱柱的切割 2、色谱柱的切割 难挥发的样品碳化,用 老化的方法不能除去时,将 进样口侧的色谱柱切除 5 0 c m—1 m。 (使用专用的毛细柱割刀可以将柱切口切平。)

SHIMADZU Solutions for Science Since 1875

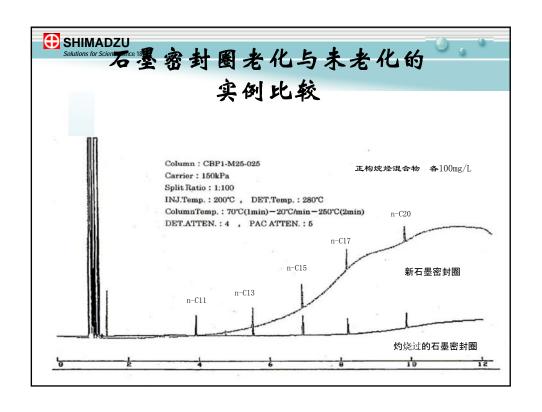
色谱柱的清洗

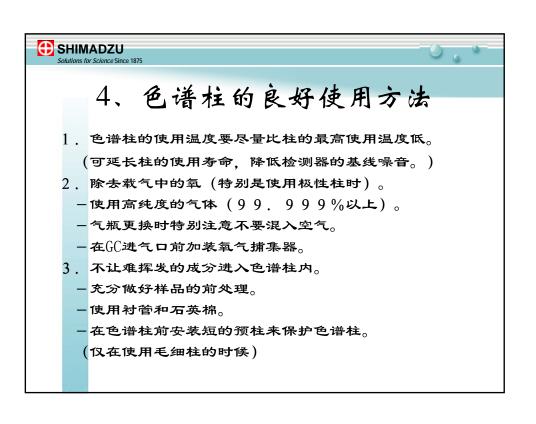
少量有机溶剂流过色谱柱,以溶解高沸点的成分。(溶剂流动的方向为柱的检测器侧流向进样口侧。溶剂通常为正已烷、氯仿、丙酮等,需几ml)

注意:毛细柱内的固定相的化学交联通常不到90%,清洗的时候会将未键合的固定相除去,保留时间或分离度有可能会发生变化。

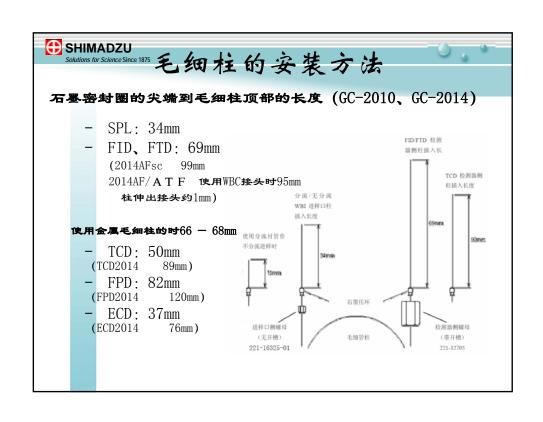












⊕ SHIMADZU Solutions for Science Since 1935 6、色谱柱常用消耗品

适用于GC-2010、GC-2014

部品名称	部品编号	备注
石墨密封圈0.5	221-32126-05	内径0.32mm以下毛细管 柱用
石墨密封圈0.8	221-32126-08	内径0.53mm宽口径毛细 管柱用
石墨密封圈	221-15563-91	玻璃柱及WBC使用
硅橡胶0形圈 (20個 / 包)	201-47614	安装玻璃柱用 (柱温250℃以下用)
铝垫片 (500片)	201-35183-84	安装不锈钢柱用

SHIMADZU Solutions for Science Since 1875

mulions for Science Since 1875 四、检测器-FID

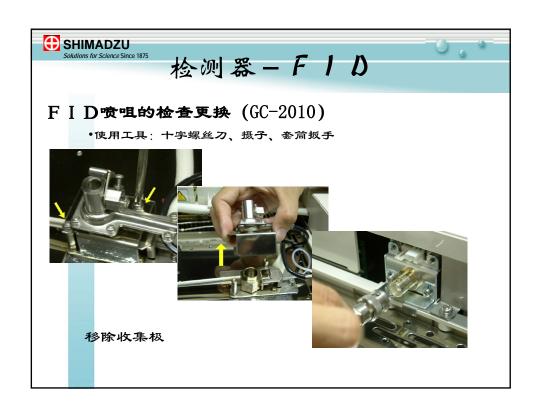
F I D喷咀的检查更换 (GC-2010)

FID检查维护之前确认以下项目

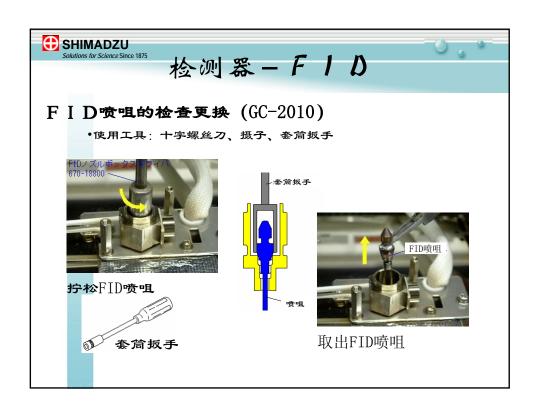
- 1. FID 检测器熄火, 关闭氢气
- 2. 检测器温度降到40℃以下
- 3. 关闭GC电源并拨出电源插头
- 4. 移除FID侧色谱柱

<警告> F I D高温时做维护时当心烫伤。

<注意>FID高温时拆卸螺母可能会损坏螺纹。

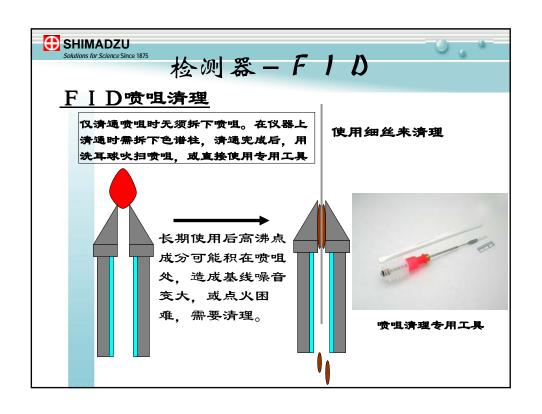








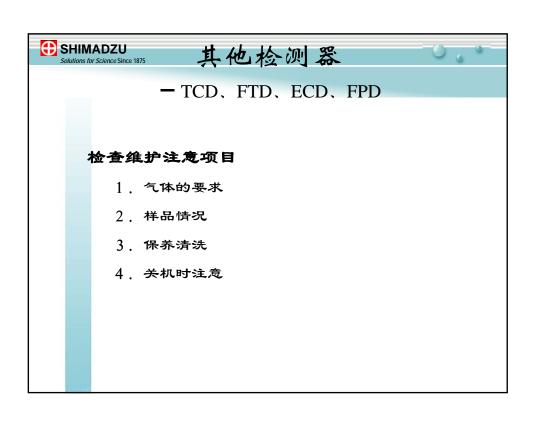




● SHIMADZU Solutions for Science Since 1875 检测器-FID

FID検出器の保守部

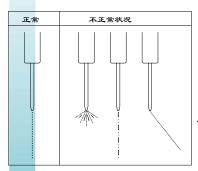
部品名称	部品编号	用途
FID喷咀(GC2010标准)	221-48258-91	标配
FID喷咀(GC2010填充柱)	221-48885-91	填充柱分析用
FID喷咀(GC2010水分析用)	221-49373-91	水分析用
FID喷咀 (GC2014 标准)	221-70162-95	GC-2014标配
FID喷咀(GC2014毛细柱用)	221-70162-93	毛细柱分析用
FID喷咀(GC2014水分析用)	221-70162-94	水分析用
套筒扳手	670-18800	喷咀更换用
喷咀清理工具	221-38172-91	喷咀清通用





五、微量进样针的维护

• 重现性差的原因及对策



- 使用后用溶剂清洗干净
- 推杆应该很顺畅
- · 样品应该连续的垂直的 从进样针头喷出

SHIMADZU Solutions for Science Since 18

微量进样针的维护

首先用有机溶剂清洗微量进样针的内部。

确认针杆的灵活性,针杆拉到满刻度 ,将针杆推回,如很涩或时紧时松时, 無清洗针杆。

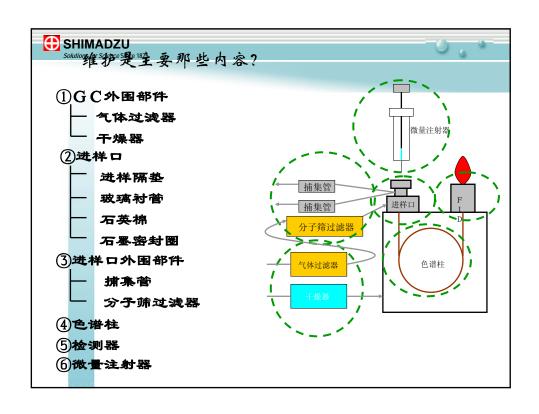


拨出针杆用软布沾有机溶剂擦拭针杆。



将进样针针头浸入有机溶剂内, 然后来 回拉动针杆, 直到针杆可以灵活顺畅移 动, 如有细小颗粒洗出, 请更换溶剂后 再次清洗。





六、常见故障分析-基线噪音

- 使用气体纯度的确认
- 气体过滤器再生
- 更换变色硅胶
- 分子筛过滤器再生
- ・色谱柱老化
- FID喷咀检查

SHIMADZU Solutions for Science Since 1875

常见故障分析 - 基线波动

- · 基线跟着空压机启动变化的情况下,安装 调压器
- 使用空气钢瓶
- 分子筛过滤器再生
- 色谱柱老化
- ・石墨密封圏老化
- ·有脉动的情况下检查 H_2 、尾吹气使用的减 压阀

常见故障分析 - FID点火困难

- 更换变色硅胶
- · FID喷咀的检查 (清通、更換)
- 色谱柱接口確認

注: 当完全不能点火时请检查点火线圈

SHIMADZU Salutions for Science Sine

常见故障分析 - 重现性差

- ・更換进样隔垫
- ・检查玻璃衬管上的密封圈
- 色谱柱安装部件检漏
- 衬管内石英棉的量及位置优化
- 衬管惰性化处理
- 更换分流/吹扫流路捕集管
- 维护微量进样针

常见故障分析 - 鬼峰

- 更换或处理进样隔垫
- 清洗或更换玻璃衬管、石英棉
- 老化石墨密封垫
- 更换分流/吹扫流路捕集管
- ・色谱柱 老化・切割・清洗
- 清洗微量进样针

SHIMADZU Solutions for Science Since

常见故障分析 - 峰形不良

- 载气漏气检查
- 衬管内石英棉的量及位置优化
- 衬管和石英棉惰性化处理
- ・色谱柱 老化・切割・清洗
- · 出前延峰时,减少进样量或提高柱温及进 样口的温度

