GC-14B 气相色谱仪中文说明书

E	
1.	. 概述
	1.1.1 安装环境
	1.1.2 零件号
	1.2 规格
2.	. 安装
	2.1.1 拆封后的 GC 主体外观
	2.1.2 安装
	2.2 色谱柱的安装
	2.3 气化室单元更换或增加的安装
	2.4 汽化室的类型
	2.5 输入输出系统的连接器
3.	. 操作 1
	3.1 操作面板的介绍
	3.2 操作程序的设定步骤
4	. 操作 2
	4.1 按键的分类
	4.2 个别按键的介绍
	4.3 控制参数和默认数值
	4.4 指示灯的提示信息
	4.5 文件功能
	4.6 错误信息,其他
5.	. 操作 3
	5.1 温度设定
	5.2 检测器
	5.3 初始和最终温度的控制
-	5.4 分析状态下的操作
	5.5 时间程序的设定
X	5.6 文件
	5.7 其他操作
	附件1 错误显示
6	. 结构和维护
	6.1 结构
	6.2 柱箱门、后部面板和侧面板的拆卸和更换
	6.3 故障检查和排除
	6.4 维护
7.	. SPL-14 分流/不分流气化室
	7.1 分流/不分流气化室
	7.2 安装
8.	. 流量控制器
	8.1 介绍

˰£ÒÇÃË;Ƽ±±¾© ì13381013207Á®¼Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

8.2 流量控制器组件 8.3 规格 8.4 结构和零件列表 9. 毛细管柱的安装(可选项) 9.1 毛细管柱支架 CLH-14 (P/N 221-32995-91) 9.2 毛细管柱流量组件 9.3 毛细管柱流量组件零件号 10. 可选的输出设备 10.1 连接线 10.2 COS-GC14A **338101**3201并代 10.3 GC-14B 个人电脑工作站 10.4 升温连接器 10.5 附加控制单元 11. 热导池检测器 (TCD) 11.1 简介 11.2 结构 11.3 TCD 的安装 11.4 载气流动图示 11.5 操作 11.6 TCD 的故障检查 12. 氢火焰离子化检测器 (FID) 12.1 简介 12.2 结构 12.3 FID 安装 12.4 操作 12.5 FID 的故障检查 感谢您购买岛津 GC-14B 气相色谱仪。微电脑控制的 GC-14B 是一种多用途、高性能的气相 色谱。GC-14B 在设计方面具有与众不同的的特点,例如:小型安装区域的要求和大系统的 扩充性。 1. 1 安装环境 1.1.1 安装场地 虽然仪器的操作条件范围在 5~40℃相对湿度 20~85%, 但在温度 10~30℃相对湿度 50~60%范围内使用能延长仪器使用寿命并获得更好的分析结果。(操作温度: 5~40℃,规定 温度: 10~30℃) 安装场地 警告:由于仪器后背会有高温气体(400℃)排出,请勿将易燃物体放置于仪器的后侧。严 禁将仪器置于易燃物体处。

仪器安装场地的空间要求:

仪器的外部尺寸

- H: 高 520mm
- W: 宽 400mm

D: 深 475mm

- E: 流量控制器高 70mm
- A: 仪器后侧空余空间 至少 300mm

ÉI°£ÒÇÃË; Æ1/2 ± 3/6° ì 13381013207Á®/J

Ë °£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®¼IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

- B: 可选单元 76mm
- C: C-R7A 积分仪 364mm
- GC-14B 主机重: 大约 40kg

注意:样品一般会经过气化然后传送到到分流器、吹扫器和检测器等等。当分析有毒物质时, 通常需要完善的通风装置,如果必须的话则还需安装回收装置。

1.1.2 电磁波和电源噪声

本仪器不能用于强电磁场中,也不能用于电源噪声很严重的情况下。因为电源噪声会 干扰仪器的分析结果。

1.1.3 电源

115/220/230/240VAC(50/60Hz)额定功率 2.2 千瓦(无其他外设的情况下)。

柱箱	1.3千瓦	
进样单元	150 瓦	
检测器单元	300 瓦	
TCD 单元	200 瓦	XXX
气化室、检测器、	柱箱和辅助设备的功耗总和即为仪器的总功率。	
电源电压范	围 土10%	

	= 107
电源电压要求	$\pm 5\%$

电源线

- 警告: 高压
 - 1. 装完之后在连接电源插头之前请务必将仪器电源开关置于"OFF"处。
 - 2. 供的电源必须安装漏电保护器
 - 3. 在同一个电源插座上不要另外安装大容量的电器。

假设使用 115V 的电源,则最大电流会超过 15A,因此不能使用一般的插座,而要使用 特殊电线的大容量电源插座。为了区分每根电线庆安下表进行标示。

主机电源线的颜色	极	备注
黑色	相线	相对于大地有 115/220V 电压
白色	零线	相对于大地有 0V 电压
绿色	地线	接地

如果使用 220/230/240V 电压,可使用普通的电源插座。额定电压已达印在包装外壳上

了。 1.2 装箱单

- 3. 附件包…………1(注3)
- 注 1. 在包装中,TCD 和 FID 检测器是和主机仪器安装的,ECD 和 FPD 通常是分 开包装的
- 注 2. 检测器的数量和类型依据订购单和合同
- 注 3. 参见附件包的目录表
- 2. 规格

柱箱

柱箱组件尺寸:	
可容纳的规定长度的色谱柱数量	Ċ

 230 (宽) ×140 (深) ×360 (高)

 不锈钢柱
 10m×2

 玻璃柱
 3m×2

 毛细管柱
 100m×1

É °£ÒÇÃË; Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®/IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

温度的设定范围:	温度	-80 ~ +399	1 °C
	升温速率	0~40°C/min	0.1°C
	温度保持	时间 0~655min	
	升温步骤	最多5步	
温度控制范围(电源电压 100V))		
温度线性增加范围	30°C/min	小于 150℃	
	20°C/min	小于 250℃	
	10°C/min	小于 330℃	
	5℃/min	小于 399℃	
最低极限温度:	气化室和检测器温	度为300℃时,高	哥于室温 15℃
	气化室和检测器温	度为150℃时,高	哥于室温 10℃
	增加制冷装置之后	能获得更低的极限	限温度。
冷却速度:	室温 25℃时大约 9	分钟从 399℃冷却	却到100℃
	室温 25℃时大约 1	4分钟从 399℃冷	•却到 50℃
检测器			
温度设定范围:	室温~399℃(最小	分度1℃)	
TCD			
温度设定范围:	室温~399℃(最小	・分度 1℃)	
气化室			
温度设定范围:	室温~399℃		
气化室(以下提供的任何一种)			
单气化室:	用于玻璃填充柱, 一路	与玻璃衬管和柱_	上气化室相连
双气化室:	用于玻璃填充柱,	与玻璃衬管和柱	上气化室相连
X	两路		
毛细管柱气化室:	毛细管专用气化室		
过热保护线路 3 重			
1. 450℃独立过热保护线路			
2. 键盘设定最高上限温度保护线路			
3. CPU 传感器过热保护线路			
检测器连接			
1. 主机检测器舱位最多能同时安装	TCD,FID,ECD,FPI) 中任意的四个检	测器。但个能
同时安装两个 TCD 检测器。			
2. 只有同类型的两个检测器(除了	FTD 以外)能够i	●过一个控制器来	〔进行控制。如
果安装个同的检测器需要另外加	袋检测器控制 甲 元	或是 FTD。	
2. 安装			
	地中中五十人一		サート 티 가운 나는 수수
注息 GC-14B 中约 40 公斤,所じ 情况发生。	A	,, <u>井</u> 且个能有坐着	洛以定碰撞的
2.1.1 拆箱检查主机			
a) 主机	L		

键盘 b)

流量控制器 c)

单通道

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

```
双通道
```

d) 标准附件包

检测器

TCD······与主机一体化 FID······与主机一体化。对于双通道,必须对应不同的通道分开 安装

其他检测器………独立装于各自的检测器盒,另外加装。

流量控制器

流量控制器已包括在主机中。在安装之前请将其置于如下图所示的位置。

2.1.2 安装

1) 至于桌面	Remarks	图示	y
	1. Column oven door	柱箱门	-
	2. Sub door	隔层门	
	3. Operation panel (keyboard) of the	3. 主机的控制面板 (键盘)	
	main body	3.1 电源开关	
	3.1 Power switch	3.2 加热开关	
	3.2 Heater switch	3.3 键盘线接口	
	3.3 Keyboard unit cable		
	connector		
	4. Detecor control section (normally	4. 检测器控制单元(通常	
	TCD)	是热导池检测器)	
	5. Detecor control section (normally	5. 检测器控制单元(通常	
	FID)	是氢火焰离子化检测器)	
	6. Capillary split/splitless injection	6. 毛细管分流/不分流进样	
	system controller	控制系统	
2) 安装键盘	将键盘连接线接口插入主机凹槽中,	如下图所示。将固定螺丝拧	
	紧。		
	7. 将金属支架用螺丝固定在图上箭	f头所示位置就能将键盘安装	
	在隔层门上。		
3) 打开柱箱门, 检查并	8. 温度控制感应器		
确认柱箱内没有外来物	9. 过热保护热电偶		
质	10. 门开关(当柱箱门打开时,加持	热器自动处于关闭状态。)	
	11. 隔层门的安装孔		

4) 达木的现在分词	1 凤启卫法国宫岬处
4ノ 位 互 仪 奋 的 后 部	1. 八個 与丛回足 聯至 在操作之前请卸下风扇固定螺丝。这些螺丝的用途仅仅是在
	运输过程中起到固定的作用,防止搬动时出现震动,操作钱
	请务必卸下。
	2. 用于冷却的排风管
	因为此排风口会排出高温气体,所以请勿将危险物置于柱箱
	背后。(请在柱箱后面留出至少 30 厘米的空间)
	 用于冷却的进风口
	4. 电源线(使用的规格依据当地的电源而定。)在插上电源之前
	请将电源开关置于"OFF"档。
	在电源是 115V 的情况下进行如下连接
	黑色连接至交流电源的相线处
	白色连接至交流电源的零线处
	绿色接地
	确保 115V 的电源有足够的容量。当使用的电源是
	220/230/240V,只需直接插上电源。
	5. 信号线连接接口
	将信号线插入所使用的检测器控制单元的接口中。要卸下信
	号线,首先用螺丝刀或是专用工具拆下固定锁,拔下信号线。
7)导线	6. 专用连接线或是 RS-232-C 信号线
	7. 外部控制线
	8. 附属的外部接口边缘
8)仪器的顶部	2. 顶盖
	3. 气化室/检测器盖
	4. 气化室単元
	当在主机上安装了一个气化室之后就如图上所示(或在插入
日法	□→根玻璃衬管之后)要更换或是改变气化室的类型时,请参见第 □→
	当购头的主机没有安装 TCD 检测器时, 其表面与顶盖是连在
	一起的。
	6. 左面板, TCD 排气孔
9)FID 防护挡板	9. 设定 FID 防护挡板
	在运输之前 FID 防护挡板已经与主机安装在了一起。
	如果之后需要再加装 FID,安装方法如左图所示。
10)	1 流量控制界
10/ 足球抓里肛門的	1. 加里江門留 2 完位螺枠
	 2 答送
	→ 日也 救營之的山口 「法員 「物料型 「約約)」 「「約2月17日 「約2月17日 「約3月17日 「約3月17日11日 「約3月17日11日 「1月17日 「約3月17日 「約3月17日 「約3月17日 「約3月17
	村目「町田中畑八伽里江町留月口町涠八口。官丁取灯以侧
	巴和称小丁以应刀。用订细付百旦细八到利应的细口中。

区分管道

安装色谱柱 ……………………………………请参见第二段"安装色谱柱"

使用的气体和流量控制器的细节 ………请参见仪器使用手册中的流量控制器。

加装气化室单元 …………………请参见更换、加装气化室单元段落

加装检测器………请参见更换、加装检测器单元段落

注意:在TCD 检测器安装完之后严禁在未设定检测器载气之前打开电源。

2.2 色谱柱的安装

2.2.1 玻璃填充柱(柱上型)

- 1) 根据左图所示分别安装玻璃填充柱的输入和输出部件。注意环5后部的朝向(外 径较小的一端联接石墨金属环。)
- 2) 用手轻轻拧紧螺帽 2, 将色谱柱向上退直到色谱柱的底端插入检测器端口拧紧 接头。
- 3) 准确定位好色谱柱位置之后,用扳手拧紧气化室端的接头。

注意: 螺丝拧过头会损坏色谱柱,将肥皂水涂在接口处然后逐渐拧紧螺丝,观察泄漏气体的 程度,直到找到完全密封的螺丝位置。

> 如果在进行此操作时同时观察载气的流量表,当载气是由电子流量计控制时, 一旦泄漏完全停止则所示的流量会突然上升。

	零件号	零件名称
1	221-15563-91	石墨金属环
		螺帽
		垫圈 玻璃柱接头
		弹簧 P/N2251-15561-91
	6	Back ring
2.2.2 玻璃填充柱(玻璃衬管)		

4) 按照相同的方法拧紧检测器出的接头。

2.2.2 玻璃填充柱(玻璃衬管)

色谱柱输入和输出端的长度是不相同的。将趁管插到较短的一头,然后将色谱柱插入气 化室中。拧紧的方法根前面的柱上型的方式是相同的。公司提供两种适用于玻璃柱内径的玻 璃衬管。标准附件提供的玻璃衬管内径为 3.2 Φ

玻璃衬管,	3.2 ^Φ	P/N 221-14093	适用柱内径为 3~3.4 Φ
玻璃衬管,	2.6 Φ	P/N 221-14094	适用柱内径为 2.5~2.7Φ

2.2.3 玻璃填充柱连接 TCD 检测器

TCD 检测器不像其他检测器有一段通路来清除色谱柱的流出物。例如 FID 检测器,色 谱柱中氢气能够清除死体积。

因此对于 TCD 检测器而言,石墨金属环和背环是特殊部件用来密封色谱柱和接口的底 部,以便降低死体积。

TCD 检测器用石墨金属环	一套 P/N 221-10076-91
衬管	P/N 221-10073

警告:色谱柱的金属丝是起固定作用,防止由于载气的压力而造成色谱柱从接口处脱出。如 果色谱柱滑动超过 40 毫米以上会造成检测器 (FID) 处氢气泄漏,产生危险。

警告: O-型环是作为玻璃填充柱接口的垫圈。因此以下几点需引起用户的注意:

1. 对于玻璃填充柱 O-型环安装的方向必须与石墨金属环相反。

2. 虽然 O-型环简单易用,但其耐热性是有限的。根据所分析化合物的性质选用不同类型的 O-型环,以免在洗提时出现鬼峰。(硅橡胶材质的 O-型环………最大 250℃)

2.2.4 不锈钢填充柱

由于不锈钢填充柱的接口不能适用,所以必须另外购买专用的连接器。

不锈钢填充柱连接器可适用于岛津 GC-7A、GC-9A、GC-9M、GC-12A、GC-15A 和 GC-16A 气相色谱上。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

1) 岛津气相色谱用不锈钢填充柱连接器(适	1. 不锈钢填充柱连接	现	
用于 SUS 色谱柱)	P/N221-14087-91 适用于气化室		
	2. 不锈钢填充柱连接		
	P/N221-08882-91	适用于检测器	
	3. 不锈钢填充柱连接	器	
	P/N221-10079-91	适用于 TCD 检测器	
	警告: 当在不锈钢填充	充柱连接器中插入玻璃	
	衬管时,必须如左图	目所示加装环 a(P/N	
	221-15858)。这样可以	以避免由于加热时金属	
	和玻璃导热系数不同而	币造成玻璃衬管损坏。	
	注意:连接不锈钢填充	充柱时,请使用垫圈 b	
	加以紧固。(如果提供	了铝制垫圈,请一并叠	
	在一起安装。)		
	色谱柱垫圈(铝制)	XXX I	
	100个/套 P/N 201-35183		
	色谱柱垫圈(硅橡胶)		
	50个/套 P/N 201-35184		
	4. 对于呆些个镑钢和	羽柱连接器在气化室一端	
	会是用个锈钢管代替玻璃衬管。因此,这		
	一 州 们 官 迫 用 丁 坡 竭 杜 SUS		
	303 巴 后 住 庄 按	命 (仕 上 空) P/N	
2) 田干小部分革寸不矮钢管作为色谱柱的连	A SUS 色谱柱在气	化室一侧的连接器 (柱	
接器。这种连接器话用于岛津具有接头套管	上型)	阳主 因们足该带 (江	
的色谱柱。	色谱柱外径(d)	P/N	
	1/8 英寸	221-22910-32	
	3/16 英寸	221-22910-33	
	1/4 英寸	221-22910-34	
	B. SUS 色谱柱在气作	七室一侧的连接器(玻	
KANT	璃衬管)		
3 BF	色谱柱外径 (d)	P/N	
	1/8 英寸	221-22910-22	
	3/16 英寸	221-22910-23	
	1/4 英寸	221-22910-24	
	C. SUS 色谱柱在检测	器一侧的连接器	
	色谱柱外径 (d)	P/N	
	1/8 英寸	221-22910-72	
	3/16 英寸	221-22910-73	
	1/4 英寸	221-22910-74	
	D. SUS 色谱柱在 TC	D检测器一侧的连接器	
	色谱柱外径(d)	P/N	
	1/8 英寸	221-22910-62	
	3/16 英寸	221-22910-63	
	1/4 英寸	221-22910-64	

2.2.5 安装毛细管柱

一般情况下,如果使用毛细管柱就要用到分流/不分流系统(SPL-14)。GC-14B 毛细管 色谱系统提供了标准 SPL-14 配置。对于 GC-14B 填充柱系统,则 SPL-14 作为可选附件。 毛细管系统请详见第 7 章。

1. 将毛细管柱安装至 SPL-14

	安装毛细管柱上的石墨环
	将石墨环①滑动到毛细管柱的末端,然后
	用螺母②紧固。螺母请用手充分拧紧。
	警告: 严禁使用扳手过度拧紧螺母, 以
	免造成色谱柱的损坏。
	大口径毛细管柱的连接器
	石墨环距离色谱柱末端的距离
	进样器一侧 A 35mm
	检测器一侧 B 75mm
	如果使用的是 FID 检测器,则色谱柱要插
	到喷嘴的中间,其长度要比 B 长 20mm。
检测器一端的连接器	检测器一侧的连接器 P/N 221-33193-91
	3-1 连接器 P/N 221-33193-90
	3-2 Washer WM P/N 201-30051
	3-3 螺母 P/N 201-30008
	注意:正确安装,以便色谱柱能够穿过
	连接器到达喷嘴。
	要插到喷嘴,只需将色谱柱的插入距离 B
	加上大约 10nn 即可。在这种情况下用
X	1.2mm 直径的石英喷嘴代替内径为 0.5mm
x X-X X	能够有利于维持色谱柱和气体流量器的洁
	净。
	1.2mm 直径的喷嘴 P/N 221-33265-02
2.2.6 在普通的填充柱用进样器上安装毛	细管色谱柱和连接器
毛细管连接器 CLH-14	将色谱柱插入带有石墨环⑤的玻璃衬管
P/N 2214-32995-91	④中, 然后将这一套部件从柱箱内插到其
	化室中。用手拧紧连接器⑥。拧紧之后请
	参见下面的图示。
	检测器一侧的连接器使用相同的规格。

2.2.7 安装作为填充柱使用的大口径毛细管柱

某些毛细管柱的内径可以达到 0.53mm (大口径毛细管柱)。这些毛细管柱的分 离能力虽然不如小口径毛细管柱 (0.1mm~0.3mm)。但却拥有惰性固定相(通常是硅) 的优点。大口径毛细管柱与分流/不分流系统的安装方式见 1)。因而大口径毛细管柱 能够使用填充柱的进样器,使得样品能够全部进到色谱柱中并且方法简单成本低。以 下的连接器适用于本方法。

大口径毛细管柱连接器(WBC 附件) P/N 221-29992-91

	P/N	配件名称	数量	
1	221-29676	WBC 连接	1	
		器,		

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

			-	7
		进样器端		
2	221-29757	WBC 连接	1	
		器,检测器端		
3	221-38107	玻璃衬管	1	
4	201-30051	Washer WM	1	
5	201-30008	螺母 MF	1	
6	221-32126-08	石墨环 10 个/	1	
		套		
7	221-32705	螺母	2	
8	221-15563-91	石墨环 4 个/	1	
		套		
9	221-15561-91	玻璃柱连接	1	Z
		器	-	-
			XX 1	

2.3 增加或更换进样器单元的安装方式

GC-14B的进样器和各种检测器安装的位置如下图所示。检测器安装位置是事先确定的, 但进样器的安装位置则根据需要再行重新定位。上面的图是从检测器的俯视图。

安装孔位	用途
$D_1 \sim D_4$	除 TCD 以外的检测器定位孔
T_1, T_2	安装色谱柱-TCD 检测器连接器
T ₃	空闲
Н	柱箱的管道系统
I ₁ ~I ₄	进样器定位孔

2.3.1 进样器的定位

Ⅰ 使用玻璃柱

如图所示,玻璃柱的进口和出口之间的距离是 40mm。要使用玻璃柱时,进样器 必须安装在检测器的前面。如果使用的是 TCD 检测器,使用 T₁和 T₂(参见第 11 章节),T₁用来使进样器连接 I₁或 I₂,T₂用来和 I₂或 I₃起定位作用

L 是用不锈钢柱或毛细管柱

由于这些色谱柱有柔韧性,所以出口和进口的中心位置可以随便扩展,因而没有像玻璃色谱柱那样对进样器有严格的要求。

2.3.2 安装进样器

安装步骤

- 1) 拆下需要安装进样器所在位置的绝缘材料。(根据需要选取前面图中的德 I₁~I₄种的任何 一个)
- 2)将进样器上的六角部件插入柱箱上的六角孔中,将定位螺丝插入安装单元法兰的定位孔中。
- 3) 在以上的个步骤完成之后,将进样器向下安装至如图中所示位置。
- 4) 用绝缘材料(陶瓷纤维)填充进样器周围的空隙。(绝缘材料的厚度大约在 20~40mm。) 注意: 在使用绝缘材料填充之前,对于那些不使用的定位孔请使用提供的铝箔封闭。
- 5)使用玻璃色谱柱时,安装完进样器之后,需要检查玻璃柱是否平稳的插入气化室(拆下时是否顺利)。如果将色谱柱固定住,必须进行细微的调节否则在宁紧连接器时会损坏 色谱柱。
- 6) 更换法兰固定住进样器。

2.4 普通的样品气化室

气相色谱都有样品气化室,一般安装在柱箱上方。拆下所有的样品气化室之后,柱箱上 的空间如图所示。

2.4.1 进样器

进样器	备注
	双进样口单元
	双进样口(填充柱用)
	电源 115V (P/N 221-29280-92)
	220V (P/N 221-29280-93)
	230V (P/N 221-29280-38)
	单进样口
	单进样口(填充柱用)
	电源 115V (P/N 221-31222-92)
	220V (P/N 221-31222-93)
	230V (P/N 221-31222-38)
	分流/不分流进样器
	单分流/不分流进样器(毛细管用)
	电源 115V (P/N 221-32547-92)
	220V (P/N 221-32547-93)
	230V (P/N 221-32547-38)

2.4.2 进样器单元的线路

所有进样器单元的线路引脚配置如下图所示。

在堵住/疏通连接器之前,安装或拆卸进样器单元时必须确保电源开关置于关。如果此 时打开电源,中央处理器会检查到断路,因而会启动保护线路自动将加热器关闭。

注意: 当任何单元都没有使用 AUX-2 的温度控制功能时, 进样器的温度控制可以通过这个 线路来控制。因此这些部分是必需的。

最重要的是依据线路图将加热器、加热传感器和热电偶正确连接至电脑主板上。如果 没有正确连接,温度控制功能则无法正确运行,造成急剧的升温和降温。

注意: 作为标准,安全线路所使用的热电偶安装在整个气相色谱的 4 个温控系统中,另外 增加的热电偶则无法连接。

1) 不连接。温度控制由温度传感器进行过热保护。

2) 如果任何安全线路不能同时随他其他的线路运行,就必须将安全线路上的热电偶拆下 来,换上备用的热电偶。

3) 加装外部过热保护装置(可选)。事实上,温控功能应该至少有四个区域。

2.5 所有输入输出接口

如下图所示这些用户可拆卸的接口是检测器的输出接口。

信号线使用其中的一个接口。

注意:严禁碰触接口针,否则会影响信号的传输。

3. 操作1

本章节主要介绍开机状态下常用的操作和仪器的操作条件设定的方法。

3.1 仪器操作面板介绍

警告:对于 FID、FPD 和 FTD 这一类的检测器,严禁在没有安装色谱柱的情况下使用。否 则氢气会泄漏到柱箱中,造成爆炸危险。

É ° £ ÒCÃË; Æ4/± ± 3/€° ì 13381013207Á®/Ű

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207



北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207



当"READY"灯亮之后按下 START 开始运行程序。当完成最终的恒温时间(2 分钟),仪

Ë °£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®/Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

器会自动降温回到初始温度,等待下一次操作。如果在一系列操作中按下(COOL),则风 扇会将柱箱中热气从后背的排气孔中排出。

- 供电时的显示
 - CITP XX: 这是监视器显示柱箱温度的普通形式。如果供电之后没有按下 START 键, 则系统不会显示确切的温度。一旦按下START键之后,就会显示确切的 温度。
 - ERROR CM: 在关闭电源时记忆体中的内容会变得不可靠,或是在关闭电源之前更改 了设定的条件就会显示此信息。如果显示此信息,请关闭仪器电源,10 秒之后再开启即可解决。
 - 当记忆体中的内容大幅度更改之后,所有文件中的设定条件就必须初始 **INITAIL:** 化,显示此信息。某些情况下,也可以用来重置条件。
 - FAULT: 如果系统程序中有错误,就会显示此信息。如果任何一个单元未能按照设 定的条件工作,请联系供应商。
- 4. 操作2

在本章节中,将会根据功能介绍各种对应的操作键的设定方法。使用这些功能键的操作 举例,请参见第5章,操作3。

- 4.1 键的分类
- 4.1.1 数字键

按下数字键,屏幕上将会显示所按得数字键。如果要将数字输入,则需要在按下数字 ·要 键之后再按下 ENT 键。

7	8 9	CE
4	5 6	

3

ENT

输入和显示的数字范围是小数点之前四位,小数点之后两位。如果输入的整数部分超过 四位,则会显示错误。同样的,如果输入的小数点之后的数字超过2位,也会显示错误。

注意: 1. 零首位在输入时是可行的。(如果在 1234 之前输入 0, 则由于最多只能输入四 位数,因而真正输入的是0123。)

2. 请注意在按键时不要无意中重复按下,以免造成输入的数据错误。

4.1.2 命令键

使用以下 11 个命令键能够完全实现对应的操作。(按下以下命令键时无需加上任何数 字键。)

START STOP ENT CE ESCP HOLD FLM SCAN LOCK SHIFT.D STW 4.1.3 功能键

以下功能键只有在其它按下其他键之后才能生效,比如输入适当的数字(如4.1.1节所 述)和ENT键之后才能生效。

É °£ QÃË; Ƽ±± %© ì 13381013207Á®/IJ

É °£ÒÇÃË; Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®/IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

INIT TEMP INIT TIME PI	ROG RATE FINAL TIME FINAL TEMP
COL INJ TCD-T AUX	KI AUX-2 DET-T
(STRK) (REPT) DET	
RANGE POL CURR FIL	E FUNCE
FLOW HOLD-T EVENT	DEWL COPY
RETN STR-T STP-T	SLP-T
如果按下任何功能键之后	没有按下数字键而直接按下了 ENT 键,则系统在显示器上会
有所提示。	
4.1.4 用于监视的键的意义	
当按下 MONIT 键之后,	显示器上会显示实际温度。如下所示,按下以下键之后再按
下 MONIT 键会显示对应的数	值:
INIT TEMP	柱箱的初始确切温度。
INIT TIME	按下 START 键之后初始温度保持的时间。
PROG RATE	程序升温时柱箱的实际温度。
FINAL TIME	按下 START 键之后最终温度保持的时间。
FINAL TEMP	柱箱的最终确切温度。
COL	柱箱的确切温度。
AUX1	AUX1的确切温度。
INJ	进样器的确切温度(样品进样单元)
TCD-T	TCD 检测器的确切温度。
AUX2	AUX1的确切温度(辅助温度控制单元)
DET-T	检测器的确切温度
S-NO	AOC 的样品数目
PROG	程序升温的数目(时间程序)
STR-T	按下 START 键之后流逝的时间
STP-T	按下 STOP 键之后流逝的时间
RET-T	按下 START 键之后剩余的时间
HOLD-T	按下 START 键之后持续的时间
只要在按下 MONIT 键之	后按下以上的键就会在显示器上显示所需的参数。
DET 设	定检测器类型时使用
FLOW 测	定流量(只有连接流量测定仪附件时才能测定。)
对于以上两个健,进行如	: MONIT DET [1] ENT 的操作,所需要的数据就会显示在显
示屏上;也就是先按下 MONI	T, 然后按下 DET 或 FLOW 和数字键,最后按下 ENT 进行
确认操作。	
4.1.5 交互式功能键	
A. 一旦按下 PROG	,显示屏和其他所有的键都会处于时间程序的状态下,直到按
下 ESCP 键。直到按	下 SHIFT.D 和 7 健, DIALOG 灯亮显示屏提示 TIME ?,
提示时间程序编辑划	法态启动。要推出此状态回到普通状态,只须按下 SHIFT.D 和
$\frac{-}{ESCP}^{\circ}$	

B. 按下 FUNC 键,就进入了 AUX 功能编辑程序,显示屏显示的是与此相关的设定,

É ° £ ÒÇÃË; Æ 1/2 ± 3/6° ì 13381013207Á ®/4 J

˰£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®¼IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

推出时只需按下 ESCP。如果当前显示的内容无需改变,可以按下 ENT 键进入下 一功能菜单,或按下 ESCP 推出 AUX 功能设定程序。如果要改变显示屏上的信息, 只须先按下改变的数字,再按下 ENT 键。显示屏则会接受修改的数字,然后进入

下一个功能菜单(如果有的话)。按顺序按下SHIFT.D和 $\frac{FILE}{FUNC}$ (必须为数字),

DIALOG 灯和所选择的内容将会显示出来,进行提示。

- 4.1.6 一些没有分配特定功能键的功能的设定方法
 - 一下功能可以在按下 FUNC 键之后进行选择。这些功能的意义和相对应的代码列于下

表。

10	
代码	功能
1	选定 AOC 所需要的参数 *3
2	要求色谱图列出时间程序 *1
3	要求色谱图列出 AOC 的参数 *1
4	要求色谱图列出气相色谱的参数 *1
5	设定监测器和进样器的温度上限
6	设定 AUX1 的温度上限 *4
7	设定柱箱的温度上限
8	设定连接装置(连接界面) *1
13	启动子诊断系统(当执行此操作之后,所有用户的设定将会被删除,仪器回到出
	厂的设定状态。)
14	设定数值"K",此常量用于流量的测定。 *2
15	要求色谱图列出程序升温参数

*1。仅在色谱图上使用

*2。仅在连接了流量测定装置时使用。但在某些情况下,由于实际所使用的流量测定方法不同可能无法使用此键。

*3。仅在安装有自动进样器的状态使用。在某些情况下,由于实际所使用的自动进样器的类型不同可能无法使用此键。

分析以下的实例。



此时检测器温度上限设定为350℃。

注意:一旦按下 FUNC 键启动所需要的功能, DIALOG 灯亮起, 在对话系统中所有的后来按下的操作间就会生效。按下 FUNC 键启动的对话状态只有在按下 ESCP 才能退出。

当输入 350℃设定为 AUX1 的温度上限,显示屏将会显示此信息。然后按下 SHIFT.D



ENT 键就能退出 FUNC 状态。

如果用户想要知道某个功能所设定数值,无需反复按下对应的功能代码。

对于如下所示的每一项功能,每次只须按下 ENT 键就能显示对应功能的参数。如果需要更改参数,只需先按下正确的参数,然后按下 ENT 键。然后显示屏上将会显示更改之后的参数。

依次按下 ENT 键,显示屏上将会如下图所示依次显示个功能的参数。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207



然而值得注意的是,要求色谱图列出参数功能和交互式对话功能并不包括在此循环中, 不管用户按多少次 ENT 键都是无法实现的。

如果选中 AOC 的参数设定功能,则只需按下 ENT 键就能循环显示此功能中的所有参 数。

AOC 的参数为以下 10 项。欲知详情,请参见仪器手册中的 AOC 使用章节。

DC 的参数为以	卜 10 项。欲知详情,请参见仪器手册中的 AOC 使用章节。
STRK	自动进样针清洗
ISNO	初始样品号码
FSNO	最终样品号码
REPT	设定样品重复进样次数
WASH	选择清洗液体
WSHT	清洗次数
TWTE	设定等待时间
PROD	分析时间
IJ1T	1号进样器进样次数
IJ2T	2号进样器进样次数
汕键的定义	

4.2 个别键的定义

键	意义	实例
START	 (1) 在开机之后首先按下代表启动各个温度控制区域。(在按下这个按钮之前,各个温控区域处于断电状态) (2) 当启动 GC 之后第二次按下次按钮,表示启动程序升温、时间程序和自动进样器 (AOC)) 	START
STOP	终止上述(2)所述的程序。再次启动上述程序 只需在按一次 START 键。	STOP
INIT TEMP	设定柱箱或是 AUX1 的初始温度。如果没有实 用程序升温,则温度一只会保持在此设定温度。 (恒温分析)	COL AUX1 INIT TEMP 100 ENT 柱温设定为 100℃ SHIFT D COL INIT
		Implication AUX1 TEMP I 0 0 ENT AUX1 AUX1 AUX1 AUX1 初始温度设定为 100℃
INIT	设定柱箱或是 AUX1 的初始温度保持时间。如	
TIME	果升温速率设定为0℃/min,此时设定方式将会 产生错误。	[COL] [TEMP] [1] [0] [ENT] [注箱初始温度保持 10min。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

1			
			$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$
			设定 AUX1 的初始时间为 10min。
	PROG RATE	设定柱箱或 AUX1 的升温速率(℃/min)(最多可以设定五重)。	COL PROG RATE 5
			一阶升温速率为 5.2℃/min。之后输 入的对应的数值将会最为第 2,3 阶 升温速率(如果需要的话)。
	FIANAL	设定柱温或 AUX1 每一次升温最终达到的温	
	TEMP	度。	$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$
			[] [0] <i>ENT</i> AUX1 一阶升温的最终温度为 210℃。之后输入的对应的数值将会 最为第2 3 阶的最终温度(加里雾
			要的话)。
	FINAL	设定柱温或 AUX1 最终温度的保持时间。(每次	
	TIME	程序升温最终温度保持的时间)	COL FINAL TEMP 2 ENT
		230	柱温一阶程序升温最终温度保持时
			间为 20mm。之后输入的对应的数 值收入最为第 2 3 阶最效温度促转
			的时间(如果需要的话)。
	COL	(1) INIT TEMP, INIT TIME, PROG. RATE,	
	AUX1	FINAL TIME 或 FINAL TEMP 等以上所 提及的名称都用于柱温或 AUX1。一旦	$\frac{COL}{AUX1}^*$
	L.	选中随即存储在记忆体中,在选中	任何之后的操作都是对于柱温而
		AUX1 之前一直有效。	言。
X		 (2) 设定程序升温时,设定好 PROGRATE、 FINAL TIME 或 FINAL TEMP 之后将会 回到第一步。 	$\begin{array}{c} \text{SHIFT.D} \\ \hline \hline \\ \hline $
/			任何之后的操作都是对于 AUX1 而
			言。
			*操作完之后都会回到程序的第一
			层菜单。
	INJ TOD T	改正汽化至温度 	TVICIONENT
	ICD-I	反 ア で し の の し の の の の の の	
	DEI		<u>PE1 EN1 </u> 法由2 呈 絵 測 界 - う E 絵 〉 的 粉 植
		加個八的加大致且即走小日前加近中以处于付 机状态的检测器而言。	№ Г 2 5 徑 例 奋, < 口 퀨 八 时 剱 徂
	RANGE	设定所选检测器的衰减	RANGE 2 ENT
			设定所选检测器的衰减为10 ² 。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

POL	设定算选检测器的极性	POL 1 ENT
		设定 FLOW1 处的检测器输出的信
		号为正极。
CURR	设定所选检测器的电流	CURR 10 ENT
		□
		10mA .
FILE	设定的文件呈介于 0.0 之间 加里设完了一个	
TILL	以定的文件与开了 0~9 之间。如不仅足了 一 门前沿方创建过 武具通过 DEI 键删除的文件	
	以前仅有的建过,或定通过 DEE 键删标的文件 日 $$	
	亏, 余统将会打开一个利的仅有初始信息的义	
	件。如果选中的义件专已经存在,仪器将会按	
	照义件的内容米设定条件。因此如果在仪器运	
	行中改变文件号,仪器将会按照改变之后的文	X
	件开设定条件。仪器处于分析时要特别注意这	
	一点。	
STRK	当连接自动进样器时,设定进样的位置(仅在	
	使用程序控制自动进样时才能生效。)	
REPT	连接自动进样器时,设定同一样品重复进样的	
	次数。(仅在使用程序控制自动进样时才能生	
	效。)	
FUNC	1) 设定安装的自动进样器的参数	SHIFT.D FUNC 1 ENT
	2) 当仪器与实时输出系统相连时,可以将仪器	
	的参数输出到显示器或绘图仪上。	
	3) 设定每个挖温区域的温度上限。	
	 4) 自诊断系统 	
	通过显示哭上的交互式提作可以实现以上的损	
	<i>此</i> 2.2.2.5.1.1.1.2.2.3.1.1.1.5.5.5.5.5.5.1.1.1.1.1.5.5.5.5.5	
FIM	1F。 当实状了一个资量测空心后 按下此键计能测	零更预生实状态景测完心 就后按
I'LIVI	当女衣」 机重侧足仪后, 按下此键机能例 完裁与的法导	而安顶几女表孤重侧足仪, 然口按 下 FI OW 和对应的粉字键计能测字
T T	た 软、「口) / L 里。	下FLOW 和利应的数于键矾能侧足 对它次收的次量
DETT	내 변화성 김 상 더 된 반 동안을 가 이번 것이 가지 않는 것 않는 것 같.	<u>利应流路的流重。</u>
REI-T	此键的切能只是监测按下START 键之后的各种	MONITSHIFT.D RET-T
	形式的时间。	
HOLD-T	当对柱温或 AUX1 进行桯序升温时,使用此键	SHIFT.D HOLD-T 3 ENT
	能够保持当前的温度。恒温时间即为此键设定	此时恒温时间为3分钟。
	的时间。	
STW	停止计时功能。第一次按下时,显示器会自动	STW - STW
	从 0.1 秒开始计时,再次按下时,计时会停止。	
	第三次按下时会回到第一次的状态。	
HOLD	停止时间控制。	HOLD – HOLD
	第一次按下时,显示器上会显示恒温的信息。	
	第二次按下时恒温操作会取消,恒温时间将不	
	再显示。	
	一旦 HOLD 功能生效,以下功能将暂时停止:	
	■●●□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□□	
	▲ 程序升温	
		1

	Ⅰ 但扶时问	
	□ 如果 HOLD TIME 处于柱序开温状态	
	时,HOLD TIME 的计算功能将会停	
	⊥L ∘	
	如果程序升温时没有设定保持时间,则温度会	
	一直上升到终温。	
PROG	进入程序升温编辑状态之后,交互式操作程序	SHIFT.D PROG ······ESCP
	启动。直至按下 ESCP 键之后才能推出编辑状	
	态。	
EVENT	可同时控制两台仪器(91,92)	SHIFT.D EVENT 91 ENT
	加装 PRG 电脑板之后,可大大扩展控制信号的	打开91号。如果处于关闭状态的话,
	范围、马达等10个部件。	在输入数字之前要加上前缀。(如果
		在其他状态下而不是程序升温时.
		此时选中的信号路会立即启动。)
S-NO	1) 当安基了白动进氨聚 显示哭上会显示当前	MONIT SHIFT D'S NO
5-140	1/ コメ农」口的起刊前,亚小前上云亚小司則 样品的标号	
	件 m n 小 5。 2)	
DEI	2) 且按编辑下行针吅的你与	
DEL		
	2) 删除当前程序开温中的一个步骤。	3亏又件的内谷将彼删除。
RETN	只能处于程序开温时才能使用。当处于程序开	SHIFT.D RETN 103 ENT
	温时,事先编辑的 RETURN 功能将会使程序计	$\frac{103}{4}$
	温的步骤从所选的文件开始直全回到当前的步	
	骤。当完成重复执行的次数之后,文件号将会	──下一个要执行的文件号码
	变成下一个要执行的文件号码。	(选择范围在 0~9 之内)
	XX	当前文件重复执行的次数
		(选择范围在 1~99 之内)
COPY	复制当前文件	SHIFT.D COPY 4 ENT
		如果当前使用的文件是 2 号,将复
L		制此文件生成新的文件 4。
STRT	设定等待时间,时间延迟完成之后系统将会向	SHIFT.D STR-T 3 ENT
3155	各个加热器供电。剩余时间可以通过此键和	设定等待时间为3分钟。
	MONIT 组合来进行监测。	
STP-T	设定系统向各个加热器断电的时间。一旦此时	SHIFT.D STP-T 3 ENT
	间走完,系统会进入休眠状态。	□ <u>□ □ □ □ □ □ □ □ □ □ □ □ □ □</u> □ □ □ □
SI P-T	设定系统休眠的时间	SHIFT DISTP-TISTENT
	スペータンシュレントレビオトオ 1 0	设定系统的休眠时间为5分钟
LOCK	限制险 START STOR SHIFT D LOCK 婦子	
LUCK		
	2017日19 延时沐日。 丹(八19 下 LOUN 挺之口肌) 能磁耳键舟端	
CON		
SCAN	循坏亚不合个拴温区的头的温度。母个剱值显	phifi.D DCAN
	不两秒钟。	
ESCP	按卜此键能推出处于 FUNC 或 FROG 状态下的	SHIFT.D ESCP
	交互式界面。	
MONIT	用于监测各种参数。	MONIT COL

É °£ÒÇÃË; Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®/Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

		显示柱温的实际温度。
CE	删除显示器上显示的内容。用于纠正按键错误。 (某个部件过热引起过热报警,按下此键就能 关闭报警音。)	
SHIFT.D	使用每个键下面的功能。	
ENT	输入数值或确认每个数值被输入。	

4.3 控制参数和默认数值

下表列出了用来控制仪器的参数对应的特定字符、参数名称、可输入的最大最小值和对 应的单位。这些参数能够通过 RS-232C 连接的工作站或外部控制面板来进行设定(可选)。

参数	含义	最大/小值	单位	默认值
D1RG	检测器1线性	0, 1, 2, 3	10 ²	
D1PL	检测器1 极性	2 (-), 1 (+)		
D1CR	检测器1 电流		mA, nA	
D2RG	检测器2线性		10 ²	
D2PL	检测器2极性			
D2CR	检测器2 电流		mA, nA	
D3RG	检测器3线性		10 ²	
D3PL	检测器3极性			
D3CR	检测器3 电流		mA, nA	
D4RG	检测器4 线性		10^{2}	
D4PL	检测器4 极性	2.2	r	
D4CR	检测器4 电流	0~200	mA, nA	
FLW1	流量 载气1	0~999.8	ml/min	40.0
FLW2	流量 载气2	0~999.8	ml/min	40.0
FLW3	流量 氢气 1	0~999.8	ml/min	30.0
FLW4	流量 氢气 2	0~999.8	ml/min	30.0
FLW5	流量 空气	0~999.8	ml/min	200.0
INJT	汽化室 温度	0~399	°C	200
DETT	检测器 温度	0~399	°C	200
AUXT	AUX2 温度	0~399	°C	200
CITM	柱初温保持时间	0~655	Min	0.0
CITP	柱初温	-99.0~399.0	°C	100
AITM	AUX1 初温保持 时间	0~655	Min	0.0
AITP	AUX1 初温	-99.0~399.0	°C	100
CPR1	程序升温第一步	0~40.0	°C / mi n	0.0
CPR2	程序升温第二步	0~40.0	°C / mi n	0.0
CPR3	程序升温第三步	0~40.0	°C / mi n	0.0
CPR4	程序升温第四步	0~40.0	°C / mi n	0.0
CPR5	程序升温第五步	0~40.0	°C / mi n	0.0
CFP1	柱终温1	-99.0~399.0	°C	100
CFP2	柱终温 2	-99.0~399.0	°C	100

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

CEP3	柱纹担 3	-99.0~399.0	°C	100
CEP4	柱纹温 4	-99.0~399.0	с °С	100
CEP5	柱终温 5	-99.0~399.0	с °С	100
CFM1	<u></u> 杜 效 涅 促 挂 时 间	0~655	Min	0.0
CIMI		0-055		0.0
CEM2	1 柱	0~655	Min	0.0
	2	0-055		0.0
CFM3	2 柱级温保挂时间	0~655	Min	0.0
er wis	3	0 000		0.0
CFM4		0~655	Min	0.0
	4	0 000		0.0
CFM5	柱终温保持时间	0~655	Min	0.0
	5			
APR1	- AUX1 程序升温	0~250.0	°C / mi n	0.0
	第一步	0 200.0		
APR2	AUX1 程序升温	0~250.0	°C / mi n	0.0
	第二步	0 20000	5	
APR3	AUX1 程序升温	0~250.0	°C/min	0.0
	第三步			
APR4	AUX1 程序升温	0~250.0	°C/min	0.0
	第四步	9		
APR5	AUX1 程序升温	0~250.0	°C ∕mi n	0.0
	第五步			
AFP1	AUX1 终温 1	-99.0~399.0	°C	200
AFP2	AUX1 终温 2	-99.0~399.0	°C	200
AFP3	AUX1终温3	-99.0~399.0	°C	200
AFP4	AUX1 终温 4	-99.0~399.0	°C	200
AFP5	AUX1 终温 5	-99.0~399.0	°C	200
AFM1	AUX1 终温保持	0~665	Min	0.0
-KK'V	时间1			
AFM2	AUX1 终温保持	0~665	Min	0.0
	时间 2			
AFM3	AUX1 终温保持	0~665	Min	0.0
	时间 3			
AFM4	AUX1 终温保持	0~665	Min	0.0
	时间 4			
AFM5	AUX1 终温保持	0~665	Min	0.0
	时间 5			
TCDT	TCD 检测器温	0~399	°C	30
	度			
SNO	样品数量	0~50		1
STRK	?	10~80		10

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

FSNO	最后样品号	0~50		49
REPT	重复次数	1~10		1
WASH	清洗液体	0(样品)		1
		1 (溶剂)		
WSHT	清洗时间	1~10		1
TWTE	等待时间	1, 2, 3,, 10		5
PROD	周期	0~655	Min	10
IJ1T	进样器1时间	0~10		1
IJ2T	进样器2时间	0~10		1
FLWK	流量 K	0.01~999.8		500.0
DMAX	检测器温度上限	10~450	°C	450
CMAX	柱温上限	-99~400	°C	400
AMAX	AUX1 温度上限	99~450	°C	400
HLDA	AUX1 保持时间	0~655	Min	0.0
SLPT	休眠时间	0.1~3000	Min	10
STRT	启动时间	0~3000	Min	10
STPT	停止时间	0~3000	Min	10
	连接装置	0~55		0
STTS	状态(打印)			
FILE	文件数	0~9		0
STAR	启动			
STOP	停止			
FIM	刑 定 流 量 ▼			
	AUX 功能 (打			
nom	FIL)	\mathcal{F}		
MONT	些测			
SSTR	SHIFT DOWN			
5511	自动			
SSTP	SHIFT DOWN			
5511	与止 信止			
DET1	厅止 检测哭1(打印)			
DETT	拉氨铅I(打印) 持续时间(打印)			
SCAN	打块时间(11中) 扫描			
COPY	1月1日	0.0		
	又什友则	0~9		
KLUCK	挺盈坝	0(胜坝)		
		1(钡疋)		
CKCM	长调苦和	2(反传)		
	⁻			
	剱祖(打印) 玉光(古口)			
FNC\$	JI能(打印)			
DIGN	目粒			
HOLD	保持功能	0(打开)		
		1(关闭)		

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

		2 (反转)	
ESCP	退出		
EVENT	结果?	0~255	
LPRG	列出程序升温参		
	数		
LAOC	列出自动进样器		
	参数		
LPRM	列出仪器参数		
AOC	自动进样器(打		
	印)		
PROG	程序升温		
TIME	时间		
DELT	删除		
RETN	返回		
LTPR	列出时间程序		

注意: 柱温和 AUX1 温度设定时间包括恒温时间和程序升温时间必须在 655 分钟之内。 4.4 指示灯代表的意义

READY	当柱温稳定在设定温度的±1℃范围内,此灯亮起。时间程序和程序
	升温以及连接的自动进样器都能使此灯亮起。(START 也可能)
(FINAL)	当柱温上升到下一阶段并且保持在程序升温所设定的范围内,此灯亮
	起。在斜坡升温时的温度等价于最终温度。
(RAISE)	柱温上升时此灯亮起。
(INITIAL)	当柱温在初始设定温度的±1℃范围内,或使用时间程序和自动进样
	器时,此灯亮起。
COOL	当柱温完成程序升温之后下降回到初始温度之前,此灯亮起。
- AF	INITIAL 和 COOL 灯同时亮起时,表示程序升温结束,自动进样器
	或时间程序正在执行。
DIALOG	当按下 PROG 或 FUNC 健之后交互式程序启动时,此灯亮起。
S.DOWN	此灯亮起时表示此健按下的下一个是 SHIFT DOWN 模式。
LOCK	此灯亮起时表示所有键盘将被锁定。

注意:当程序升温结束柱温开始冷却时,FINIAL灯熄灭之后 COOL 灯会立即亮起。但是由于时间延迟的原因也会影响等的正常亮灭,这是由于软件的时间共享造成的,并不是软件的错误。

4.5 文件共能

文件号码的可用范围是 0~9,其功能主要是各个温控区的温度设定、程序升温、检测器 条件的设定、流量控制和时间程序。每个文件占用的空间不是固定的,这是因为存储空间是 由文件的大小来决定的。因此如果文件数很多的话,则时间程序将会成长。(比如:将以前 打开过的文件都打开的话,大概将近有 250 步。)

当打开一个新文件,所有的内容将被初始化,时间程序将被赋予空白值。删除当前打开 的文件只需按下 DEL 键。值得注意的是如果当前的文件正在使用,则无法立即删除。如果

按下 SHIFT.D $\frac{4}{DEL}$ ③ ENT, 文件 3 将被删除。

Ë °£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®¼IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

如果需要将当前文件的内容复制成另一个文件,可以使用 COPY 键。如果按下 SHIFT.D

4 COPY
4 ENT, 原文件内容复制成为文件 4。在这种情况下,复制的目标文件不能是已经

打开的文件(也就是说,对于原来的文件史没有任何影响的)。如果要复制到一个已经打开 的文件时,需要先删除此文件的内容,然后再行复制,否则将会对目标文件造成破坏。 (比如) 复制到一个已经打开的文件(4号文件)的操作如下:



当保存文件时超过存储容量时,将会显示"LIMIT"。在这种情况下,需要删除一些⁷用的文件来释放空间。

注意:此时只能指定一个文件。因此要改变文件号码,仪器将会由改变之后的新文件来控制。当温控程序启动了仪器之后,如果用户选错了文件号,仪器将会按照选错的文件来设定温度。为了避免这种错误,文件内容的编辑和浏览都必须在按下 START 键之前进行。 * 打开仪器电源之后,墨人选中的文件号码总是为0。

4.6	错误信息,	其他
1.0		2 N 1124

显示的错误信息	内容
OVER COL	柱温超过温度上限
OVER INJ	气化室或检测器超过温度上限
OVER AUX	AUX1 超过温度上限
ERROR CM	在电源未打开状态下编辑文件内容
ERROR CR	仪器和数据处理机之间数据传输出现错误
ERROR 1	数据传输或接受错误
ERROR 2	无法使用外部流量仪测定流量数据(可选项)
ERROR 3	操作错误;所输入的键值没有对应的功能
ERROR 4	操作错误;输入值超过容许范围
NON	没有安装对应标号的检测器,或对应标号的检测器控制器未打开
CITP.XX	温控器未启动。一般出现在刚刚启动仪器时
SET.LDVC	列出执行的程序时,有设备未赋予对应参数
NOT.LINK	数据传输的输入/输出装置未连接
LIMIT	没有存储空间容纳文件,或程序升温达到6步以上
INITIAL	由于某些原因如快速升温或快速降温而改变已经存储的基本数据
	时仪器将会自动进行初始化
FAULT	只读存储器中发生致命错误。请与供应商联系。

5. 操作3

在此章节中将会介绍操作的一些细节。

5.1 温度设定

目录

5.1.1 概要

- 5.1.2 温度设定步骤
- 5.1.2.1 柱温
- 5.1.2.2 气化室
- 5.1.2.3 检测器
- 5.1.2.4 AXU1
- 5.1.2.5 AUX2
- 5.1.2.6 TCD 检测器
- 5.1.3 如何察看当前温度
- 5.1.4 程序升温
- 5.1.4.1 柱温
- 5.1.4.2 AUX1
- 5.1.4.3 通常的步骤
- 5.1.5 如何察看当前的程序
- 5.1.6 部分编辑程序
- 5.1.7 设定温度上限
- 5.1.1 概要

201月末六 此系统能够同时控制六个控温点,以及对柱温和 AUX1 进行程序升温。

- 5.1.2 温度设定步骤
 - 1. 柱温

柱温的设定范围是-99~399℃

设定柱温为300℃举例如下:

		键盘操作	显示	
	1	$\frac{COL}{AUX.1}$	INJT 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此处 显示的是气化室温度
E	2	INIT TEMP	INJT 200	
X	3	3	3	
	4	0	30	
	5	0	300	
	6	ENT	CITP 300	按下 ENT 之后,参数生效。
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		

当设定温度低于 0℃时,可以如下设定"|-| 5 and 0"

2. 气化室温度

气化室温度设定范围是 0~399℃

(默认设定为 200℃。)

(1) 设定步骤

当设定气化室温度为 350℃时,如下操作:

键盘操作	显示	

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

1	$\frac{COL}{AUX.2}$	CITP 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是柱温
2	3	3	
3	5	5	
4	0	30	
5	ENT	INJT 350	此时气化室温度设定为 350℃

3. 检测器

检测器温度的设定范围是 0~399℃

(默认设定为 30℃)

设定步骤:

当检测器温度设定为100℃时,进行如下操作:

	键盘操作	显示	
1	$\frac{DET - T}{TCD - T}$	INJT 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是气化室温度
2	1	1	
3	0	10	A 5
4	0	100	
5	ENT	DET 100	此时检测器温度设定为 100℃
AUX	1		

4. AUX1

本仪器中,温控单元能够控制两个以上的加热区域,以及另外的柱温、检测器和气 化室。(比如用 AUX1 和 AUX2。)此外 AUX1 的程序升温方法与柱温的设定方法是 相同的。

AUX1 的温度设定范围是-99~399℃

默认设定值为100℃

温度设定步骤:

当要将 AUX1 的温度设定为 150℃,进行如下操作:

P		键盘操作	显示	
	1	SHIFT.D	CITP 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是柱温。当按下 SHIFT.D 键之 后,S.DOWN 灯亮起。
	2	$\frac{COL}{AUX.1}$	CITP 200	SHIFT.D 灯熄灭
	3	INIT TEMP	CITP 200	
	4	1	1	
	5	5	15	
	6	0	150	
	7	ENT	AITP 150	此时 AUX1 的温度设定为 150℃

5. AUX2

当加热器连接到 AUX2 仪器会进行恒温控制,无法进行程序升温。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

AUX2 的温度设定范围是 0~399℃

默认温度设定为 200℃

设定步骤:

要将 AUX2 的温度设定为 150℃,进行如下操作:

		<u>ы</u> —		
	键盘操作	显示		
1	SHIFT.D	INJT 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是气化室温度。当按下SHIFT.D 键之后,S.DOWN灯亮起。	
2	$\frac{INJ}{AUX.2}$	INJT 200	SHIFT.D 灯熄灭	
3	1	1		P
4	5	15		5
5	0	150		
6	ENT	AUXT 150	此时 AUX2 的温度设定为 150℃	
TCD	检测器			
TCD 检测器的温度设定范围为 0~399℃		范围为 0~399℃	10	
默认温度设定值为 200℃		C		
(1) 乃今止爾				

6. TCD 检测器

(1) 设定步骤:

要将 TCD 检测器温度设定为 150℃,进行如下操作:

		键盘操作	显示	
	1	SHIFT.D	INJT 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是气化室温度。当按下SHIFT.D 键之后,S.DOWN灯亮起。
	2	$\frac{DET - T}{TCD - T}$	INJT 200	SHIFT.D 灯熄灭
	3		1	
-	4	5	15	
	- 5	0	150	
2	6	ENT	TCDT 150	此时 TCD 检测器的温度设定为 150℃

5.1.3 如何察看事先设定的温度

如果用户需要察看某个温控区的温度,可以通过如下的键盘操作将数值显示在屏幕上。 (列出预先设定值。)

1. 柱温

	键盘操作	显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	INUT 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此
2	INIT TEMP	INJ I 200	处显示的是气化室温度。
3	ENT	CITP 300	此时显示的就是预先设定柱温,此处设 定的温度是 300℃

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾€°ì13381013207Á®∕IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

2.	气化室			
		键盘操作	显示	
	1	$\frac{INJ}{AUX.2}$	CITP 300	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是柱温。
	2	ENT	INJT 200	此时显示的就是预先设定气化室温度, 此处设定的温度是 200℃
3.	检测器			
		键盘操作	显示	
	1	$\frac{DET - T}{TCD - T}$	INJT 200	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是气化室温度。
	2	ENT	DET-T 30	此时显示的就是预先设定检测器的温度,此处设定的温度是 30℃
4.	AUX1			
		键盘操作	显示	
	1	SHIFT.D		此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是检测器温度。当按下 SHIFT.D 键之后,S.DOWN 灯亮起。
	2	$\frac{COL}{AUX.1}$	DET-T 30	SHIET D 杠槍亚
	3	INIT TEMP		SHIFT.D 对 远久
	4	ENT	AITP 150	此时显示的就是预先设定的 AUX1 的 温度,此处设定的温度是 150℃
5.	AUX2			
7	Z	键盘操作	显示	
L	2	SHIFT.D INJ AUX.2	AITP 150	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是 AUX1 的温度
	3	ENT	AUXT 250	此时显示的就是预先设定的 AUX2 的 温度,此处设定的温度是 250℃
6.	TCD 检	测器		
		键盘操作	显示	
	1	SHIFT.D		
	2	$\frac{DET - T}{TCD - T}$	AUXT 250	此时显示的是前一个操作的结果,在此 处显示的是 AUX2
	3	ENT	TCD-T 200	此时显示的就是预先设定的 TCD 检测 器的温度,此处设定的温度是 200℃

5.1.4 程序升温

程序升温具体来说就是多步骤升温(或降温),但不能超过5步。 5.1.4.1 基本的单阶梯升温



北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207



根据上面输入的多步程序升温的参数,实际的结果如下图所示:

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207



当准备多步程序升温之后,首先按下 COL 键然后再输入第一步的程序升温的参数。至此之后输入的各步程序升温的参数就无需按下 COL 键了。

除非要更改与县设定的功能,否则用户一般只需要输入相关的数字和 ENT 键来调用多步程序升温参数。

一旦输入了错误的参数,就必须重新冲入程序升温的参数。但如果错误是发生最终温度 或是最终保持时间的话,用户只需连续按下 ENT 键中间无需按下数字键直到需要的参数显 示在屏幕上,然后输入正确的数值并按下 ENT 键确认即可。

注意: 程序升温的综合时间不能超过 655 分钟。

- 设定程序升温
- 1. 柱温
 - (1) 设定初始温度

此处的初始温度就是 5.1.2 章节"柱温"中所述。

(2) 设定初始温度保持时间

ÉI°£ÒÇÃË; Æ1/2 ± 3/6° ì 13381013207Á®/J

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

初始温度的保持时间(从按下 START 键之后到开始升温之间的时间。)

设定范围: 0~6	655	分钟
-----------	-----	----

默认值: 0.0 分钟

设定步骤:

当要设定初始温度保持时间为20分钟时,可进行如下操作:

	键盘操作	显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	CITP 100	此处显示的是前 一步操作所显示 的柱温初始温度。
2	INIT TIME		
2	2	2	
3	0	20	ZXX
4	ENT	CITM 20.0	初始温度保持时 问设定为20分钟

\ ____

(3)	设定升温速率					
	升温速率是从前一	阶段升温至后一阶段	的速率。			
	设定范围:	0~40.0				
	默认值:	每个阶段 0.0℃/min				
	设定步骤:					
	举例 程序升温速率	率步骤1 5℃/m	in			
	程序升温速率	率步骤 2 20℃/r	nin			
	程序升温速率	率步骤3 5℃/m	in			
	程序升温速率	率步骤 4 10℃/r	nin			
	程序升温速率	率步骤 5 20℃/r	nin			
		键盘操作	显示			
-				此处显示的是前		
	Y I	COL		一步操作所显示		
-KX		AUX.1		的柱温初始温度		
-155			CITM 200	保持时间。		
		PROG				
	2	RATE				
			_			
	3	5	5			
	4	ENT	CPR1 5.0	第一步骤速率为		
				5 C/min		
	5	2	2			
		Q	20			
	6	ENT	CPR2 20.0	第二步骤速率为		
			_	20.0°C/min		
	7	5	5			
	8	ENT	CPR3 5.0	第二步骤速举为		
				5.0°C/min		

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

0	1	1	
9	0	10	
10	ENT	CPR4 10.0	第四步骤速率为
10	ENI		10.0°C/min
11	2	2	
11	0	20	
12	ENT	CPR5 20.0	第五步骤速率为
12			20.0°C/min

注意: 如果输入数字之后按下 ENT 键之后, 屏幕显示没有变化的话, 则表示输 入的程序升温步骤已经超过仪器的限制了。

(4) 最终温度

此处设定的温度是每次程序升温到达的最终温度。当然此时的最终温度也是下 一次程序升温的初始温度。如果前一阶段的最终温度低于下一阶段的最终温度 也是无关紧要的。

设定范围: -99~399℃

.i 都头 第一阶段最终温度设定为 200℃,其后都为 0℃ 默认值:

设定步骤:

各步骤最终温度的设定方法如下:

最终温度第一步 ……200℃

最终温度第二步 ·······300℃ 最终温度第三步 ……100℃

最终温度第四步 ……250℃

最终温度第五步 350℃

	键盘操作	显示	
一下	$\frac{COL}{AUX.1}$	CPP 5 20 0	此处显示的是前 一步操作所显示 的程序升温速率。
	FINIAL TIME	CFK5 20.0	
	2	2	
3	0	20	
	0	200	
4	ENT	CFP1 200	第一步骤最终温 度为 200℃
	3	3	
5	0	30	
	0	300	
6	ENT	CFP2 300	第二步骤最终温 度为 300℃
	1	1	
7	0	10	
		100	

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

8	ENT	CFP3 100	第三步骤最终温 度为 100℃				
	2	2					
9	5	25					
	0	250					
10	ENT	CED4 250	第四步骤最终温				
10	ENI	CFP4 230	度为 250℃				
	3	3					
11	5	35					
	0	350					
12	ENT	CEP5 350	第五步骤最终温				
12		CI15 550	度为 350℃				
最终温度保持时间							
这个参数是指每阶	段最终温度保持的时	间。					
设定范围:	0~655 分钟						
默认值:	所有步骤 0.0 分钟						
设定步骤:							
最终温度保持时间	的设定步骤如下所示						
第一步30	分钟						
第二步 0 分钟							
第三步							
第四步 0 分钟							
第五步60 分钟							
	键盘操作	显示					

(5) 最终温度保持时间

3	0	30	第一 上
4	ENT	CFM1 30.0	第一步骤最终温 度保持时间设定
			为 30 分钟
5	0	0	
6	ENT	CFM2 0.0	第二步骤最终温 度保持时间设定 为0分钟
7	2	2	
	0	20	

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

		CFM3 20.0	第三步骤最终温					
8	ENT		度保持时间设定					
			为 20 分钟					
9	0	0						
			第四步骤最终温					
10	ENT	CFM4 0	度保持时间设定					
			为0分钟					
11	6	6						
11	0	60						
		CFM5 60.0	第五步骤最终温					
12	ENT		度保持时间设定					
			为 60 分钟					
设定初始温度 初始温度的设定请参见 5.1.2 章节中的 AUX1。 设定初始温度保持时间								
设定范围: 0~655 分钟								
默认值: 0.0 分钟								
设定步骤:								
要设定初始温度保持时间为 30 分钟,可进行如下操作:								

2. AUX1

(1)设定初始温度

(2) 设定初始温度保持时间

设定范围:	0~655 分钟
默认值:	0.0 分钟
设定步骤:	

要设定初始温度保持时间为 30 分钟,可进行如下操作:

		键盘操作	显示	
	1	SHIFT.D		此时显示的是前 一操作所设定的 柱箱初始温度。
		$\frac{COL}{AUX.1}$	CITP 100	
É	3	INIT TIME		
	4	3	3	
		0	30	
	5	ENT	AITM 30.0	AXU1 的初始温 度保持时间设定 为 30 分钟。
(3)	设定升温速率			

设定升温速率 (3) 设定范围:

默认值:

0~250.0℃/分钟

所有步骤都设定为0.0℃/分钟

设定步骤:

如果要设定升温速率如下:

第一步 ……10℃/分钟

第三步-----5℃/分钟


第五步	…10℃/分钟		
	键盘操作	显示	
			此时显示的是前
1	SHIFT.D		一操作所设定的
			AUX1 初始温度。
2	$\frac{COL}{AUX.1}$	AITP 100	
3	PROG RATE		
Λ	1	1	
4	0	10	
5	ENT	APR1 10.0	AXU1 的第一部 升温速率设定为 10.0℃/分钟。
6	2	2	
6	0	20	
	_		AXU1 的第二部
7	ENT	APR2 20.0	升温速率设定为
			20.0℃/分钟。
8	5	5	
	X		AXU1 的第三部
9	ENT	APR3 5.0	升温速率设定为
X			5.0℃/分钟。
	2	2	
10	•	2.	
L'Y	5	2.5	
			AXU1 的第四部
11	ENT	APR4 2.5	升温速率设定为
			2.5℃/分钟。
10	1	1	
12	0	10	
			AXU1 的第五部
13	ENT	APR5 10.0	升温速率设定为
			10.0℃/分钟。

(4) 设定最终温度

默认值:

-99~399℃

设定范围: 除第一部设定为200℃以外,其他的都设定为0℃

设定步骤:

如果要设定各步骤的最终温度如下所示:

第二步 300℃

	第三步•••••• 第四步••••••	····100℃ ····150℃		
	第五步	300℃		
		键盘操作	显示	
	1	SHIFT.D	APR5 10.0	此时显示的是前 一操作所设定的 AUX1 第五步胜 文速率。
	2	FINIAL TIME		
		2	2	
	3	0	20	
		Ō	200	ZXX)
	4	ENT	AFR1 200	AXU1 的第一步 最终温度设定为 200℃。
		3	3	
	5	0	30	
		0	300	
	6	ENT	AFR2 300	AXU1 的第二步 最终温度设定为 300℃。
		1	1	
	7		10	
		Ō	100	
	811	ENT	AFR3 100	AXU1 的第三步 最终温度设定为 100℃。
-KK		1	1	
	9	5	15	
		0	150	
	10	ENT	AFR4 150	AXU1 的第四步 最终温度设定为 150℃。
		3	3	
	11	0	30	
		Ō	300	
	12	ENT	AFR5 300	AXU1 的第五步 最终温度设定为 300℃。

默认值:

设定范围: 0~655 分钟 所有步骤都设定为0分钟

É °£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®⁄J



ÉÏ °£ÒÇÃË;Ƽ± ± %©° ì 13381013207Á®/IJ

ÉÏ °£ÒÇÃË; Æ24/± ± 3/6° ì 13381013207Á®/4Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

13	ENT	AFM5 20.0	AXU1 的第五步 最终温度保持时 间设定为 20.0 分 钟。
----	-----	-----------	---

3. 共同需要注意的问题

COL 和 AUX.1 键

如前所述,不管设定的程序升温是对柱温还是 AUX1 而言,都必须在输入数值之前下按

下 COL 或 AUX.1 键。(设定 AUX1 时需要按下 SHIFT.D 和 COL AUX.1 健。详细操作请参

见柱温和 AUX1 温度的设定章节。)

然而不管是这两个键中的哪一个,只要在按下另外一个之前都会一直生效。如果用户需 要识点始显长温,工蛋有次给入系统时期均下出结,工具需要均工社产的

要设定的是柱温,无需每次输入参数时都按下此键,而只需要按下对应的RATE

	FINIAI TEMP	等键即可。		132.
		键盘操作	显示	
	1	COL AUX.1	AITP 100	此时显示的是前一操作所设定的 AUX1 的初始温度。此功能将会保持, 直到用户按下 SHIFT.D、 COL AUX.1 和 ENT 键之后才会失效。(在此之前,任 何的操作都是对 AUX1 而言。)
11	2	TIME COL ENT		
	4	1	1	
	5	0	10	
	6	ENT	CITM 10.0	设定柱温初始温度保持时间为 10.0 分 钟。
	7	PROG RATE	CITM 10.0	
	8	5	5	
	9	ENT	CPR1 5.0	设定柱温升温速率。
	10	FINIAL TEMP	CPR1 5.0	
	11	2	2	

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

12	0	20		
13	0	200		
14	ENT	CFP1 200		设定柱温最终温度
一旦选择	了柱温或是 AL	JX1 种的任何一个	、,在ì	选择另一个之前,这种状态都不会改变。
	键盘操作	显示		
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	CITP 100	此时	显示的是前一操作所设定的初始柱温。
2	ENT	CITP 100		选择对柱温进行操作
3	INIT TEMP	CITP 100		
4	ENT	CITP 100	很明	显此时设定的初始温度是对柱温而言。
5	INIT TIME	CITP 100		
6	ENT	CITM 5.0	此	;时设定的是柱温初始温度保持时间。
7	MONIT	CITM 5.0		A 3
8	SHIFT.D	CITM 5.0		S.DOWN 灯亮。
9	$\frac{COL}{AUX.1}$	AITP 150	此时	监测的是 AUX.1 的温度。但这并没有处于对 AUX.1 进行操作的状态。
10	PROG RATE	AITP 150		
11	ENT	CPR1 3.0		显示柱温的升温速率。

编辑程序是需要主要事项

比如当要编辑一个程序升温程序,用户可以随意选择 INIT TEMP, INIT TIME, PRO RATE, FINIAL TEMP 和 FINIAL TIME 之中任何一个参数进行设定。

	KX.	键盘操作	显示	
5	1	$\frac{COL}{AUX.1}$	INITTAI	此时显示的是前一操作所设定的初始状态。
	2	INIT TEMP	INTIAL	
		1	1	
	3	0	10	
		0	100	
	4	ENT	CITP 100	初始温度100℃
	5	INIT TIME	CITP 100	

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

			r	
	6	1	1	
	0	0	10	
	7	ENT	CITM 10.0	初始温度保持时间10分钟
	8	PROG RATE	CITM 10.0	
	9	5	5	S.DOWN 灯亮。
	10	ENT	CPR1 5.0	升温速率 15℃/分钟
	11	1	1	
	11	0	0	
	12	ENT	CPR2 10.0	升温速率 2 · · · · · 10℃ / 分钟
	13	FINIAL TEMP	CPR2 10.0	
		1	1	
	14	5	15	
	•	0	150	
	15	ENT	CFP1 150	最终温度 1150℃
	16	2	2	
		Ο	20	
		0	200	00
	17	ENT	CFP2 200	最终温度 2 ······ 200℃
	18	FINIAL TIME	CFP2 200	
	19		1	
		Ō	10	
	20	ENT	CFM1 10.0	最终温度保持时间 1 10 分钟
	21	0	0	
	22	ENT	CFM2 0.0	最终温度保持时间 2 0 分钟
	22	3	3	
	23	0	30	
	24	ENT	CFM3 30.0	最终温度保持时间 3 30 分钟
	25	PROG RATE	CFM3 30.0	
	26	5	5	
	27	ENT	CPR3 5.0	第三步程序升温速率 5.0℃/分钟
	28	FINIAL TEMP	CPR3 5.0	
	20	1	1	
	29	5	15	

É °£ÒÇÃË; Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®/IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

	Ο	150		
30	ENT	CFP3 150	最终温度 3…	••••150.0°C
即使是在積	序升温编辑的	中途插入设定气化	2室温度设定的操作,用	月户仍然可以通过输入
参数继续进	行程序的编辑	。例如通过按下 <mark>F</mark> T	TINIAL 键就能编辑下 EMP	一步的最终温度。然而
值得注意的	」是如果加上 <mark>(</mark>	COL UX.1 这个键之后	,也就意味着之前编辑	的程序将会全部取消,
用户就必须 如果屏幕上	〔重新从第一步 出现了"LIMI	开始编辑。 T"则表示编辑的	程序升温步骤已经超过	打了5步。比如如果按
$\top \frac{FINIAL}{TEMP}$	300 ENT,	而此时已经超过王	五步,屏幕上将会显示	"LIMIT".
然而如果用 会显示"Ll	户在设定完第 MIT",如下所	五步最终温度之后 示:	f直接输入数值并按下	ENT 键,屏幕上将不
		键盘操作	显示	
			381013	
1	5	FINIAL TEMP	CPR5 10.0	之前的显示
2	HEI	300	3 30 300	
3		ENT	CFR5 300	设定第五步的最终 温度为 300℃
4		3 5 0	3 35 350	
5		ENT	350	屏幕上的显示没有 变化,没有提示设定 的数值超过第五步。

5.1.5 如何浏览当前的程序

如果用户需要浏览当前的程序内容,可以按下述操作。

柱温升温程序

(1) INIT TEMP (初始温度)

键盘操作 显示

É ° £ ÒÇÃË; Æ 1/2 ± 3/6° ì 13381013207Á ®/J

É °£ÒÇÃË; Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®/IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

1	$\frac{COL}{AUX.1}$	INJT 200	此处显示的是之前的操作所设定的气化室 温度 200℃
2	INIT TEMP		
3	ENT	CITP 100	显示当前柱温的初始温度

(2) INIT TIME (初始温度保持时间)

	键盘操作	显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	NUT 200	此处显示的是之前的操作所设定的气化室温 度 200℃
2	INIT TIME	INJT 200	
3	ENT	CITM 10.0	显示当前柱温的初始温度保持时间为10分钟
3) 升温	且速率		015

(3) 升温速率

	键盘操作	显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	CITM 100	此处显示的是之前的操作所设定的柱温的 初始温度保持时间为10分钟。
2	PROG RATE		
3	ENT	CPR1 5.0	显示第一步升温速率为5℃/分钟。
4	ENT	CPR2 10.0	显示第二步升温速率为10℃/分钟。
5	ENT	CPR3 5.0	显示第三步升温速率为5℃/分钟。
6	ENT	CPR4 2.5	显示第四步升温速率为2.5℃/分钟。
7	ENT	CPR5 0.0	显示第五步升温速率为0℃/分钟。

如果未经编辑,显示的值为0。

(4) 最终温度

	键盘操作	显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	CPR5 0.0	此处显示的是之前的操作所设定的第五步 升温速率。
2	FINIAL TEMP		
3	ENT	CFP1 200	显示第一步最终温度,此处设定为200℃。
4	ENT	CFP2 250	显示第二步最终温度。
5	ENT	CFP3 150	显示第三步最终温度。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

7 ENT CIP50 Garman Strate 7 ENT CIP50 Garman Strate 1 GUA Garman Strate Garman Strate 1 COL Garman Strate Garman Strate 2 FINIAL CFP5 0.0 Garman Strate Garman Strate 3 ENT CFP5 0.0 Garman Strate Garman Strate 3 ENT CFP10.0 Garman Strate Garman Strate 4 ENT CFM2 10.0 Garman Strate Garman Strate 5 ENT CFM3 0.0 Garman Strate Garman Strate 6 ENT CFM4 0.0 Garman Strate Garman Strate 7 ENT CFM3 0.0 Garman Strate Garman Strate 6 ENT CFM4 0.0 Garman Strate Garman Strate 7 ENT CFM3 0.0 Garman Strate Garman Strate 4UX.1 QUA Grade Strate Garman Strate AUX.1 QUA AUX.1 Garman Strate Garman Strate Garman Strate Garman Strate Garman Strate </th <th></th> <th>6</th> <th>ENT</th> <th>CFP4 250</th> <th>显示第四步最终温度。</th>		6	ENT	CFP4 250	显示第四步最终温度。		
$(5) \overrightarrow{W} = \underbrace{W} = \underbrace$		7	ENT	CFP5 0	显示第五步最终温度。		
\overline{U} U	(5	·) 最终	温度保持时间	0110 0			
I \overrightarrow{COL} $\overrightarrow{AUX.1}$ $\overrightarrow{CFP5 0.0}$ \overrightarrow{BCM} \overrightarrow{BCM} 2 $\overrightarrow{FINIDAL}$ \overrightarrow{TIME} $\overrightarrow{CFP5 0.0}$ \overrightarrow{BCS} 			键盘操作	显示			
2FINAL TIMECFP 10.03ENTCFM 10.0 $arr \hat{n} - b a b e e e e e e e e e e e e e e e e e$		1	$\frac{COL}{AUX.1}$	CEDS 0.0	此处显示的是之前的操作所设定的第五步 最终温度。		
3ENTCFM1 0.0 $argamma = backgroup and the second stress and the sec$		2	FINIAL TIME	CFF3 0.0			
4ENTCFM2 10.0 $\overrightarrow{Larghtarmath{\mathbb{R}}}$ 5ENTCFM3 30.0 $\overrightarrow{Larghtarmath{\mathbb{R}}}$ 6ENTCFM4 0.0 $\overrightarrow{Larghtarmath{\mathbb{R}}}$ 7ENTCFM5 0.0 $\overrightarrow{Larghtarmath{\mathbb{R}}}$ AUX.1 程序升温AUX.1 程序升温其浏览方式同上面所述。如果需要浏览 AUX.1, 需要键盘输入 SHIFT.D \overrightarrow{COL} $AUX.1$ 是柱温所对应的 \overrightarrow{OL} $AUX.1$ 。最右的格式和提示同上面所述。AUX.1 新命格式和提示同上面所述。AUX.1 初始温度·································		3	ENT	CFM1 0.0	显示第一步最终温度保持时间,此处设定 为 0.0 分钟。		
5ENTCFM3 30.0 \exists sī \$\mathbf{S} \mathbf{S} \mathbf{A} \		4	ENT	CFM2 10.0	显示第二步最终温度保持时间。		
6 ENT CFM4 0.0 显示第五步最终温度保持时间。 7 ENT CFM5 0.0 显示第五步最终温度保持时间。 AUX.1 程序升温 AUX.1 程序升温 其浏览方式同上面所述。如果需要浏览 AUX.1,需要键盘输入 SHIPTD COL AUX.1 COL AUX.1 是柱温所对应的 COL AUX.1 。 显示的格式和提示同上面所述。 AUX.1 初始温度		5	ENT	CFM3 30.0	显示第三步最终温度保持时间。		
7ENTCFMS 0.0显示第五步最终温度保持时间。AUX.1 程序升温其浏览方式同上面所述。如果需要浏览 AUX.1,需要键盘输入 SHIFT.D $COL AUX.1$ 是柱温所对应的 $COL AUX.1$ 。显示的格式和提示同上面所述。AUX.1初始温度AITP最终温度 1~5AFP1~5初始温度保持时间AITP最终温度保持时间 1~5AFM1~5开温速率 1~5APR1~5需要注意: $COL AUX.1$ $COL AUX.1$ 健如本章节所示程序升温的编辑方法,使用 $COL AUX.1$ $COL AUX.1$ ENT $col AUX.1$ $PROG RATE$ $col AUX.1$ $COL AUX.1$ $col AUX.1$ $PROG RATE$ $col AUX.1$ $PROG RATE$ $col AUX.1$ $COL AUX.1$ $col AUX.1$ $PROG RATE$ $col AUX.1$ $PROG RATE$ $col AUX.1$ <td></td> <td>6</td> <td>ENT</td> <td>CFM4 0.0</td> <td>显示第四步最终温度保持时间。</td>		6	ENT	CFM4 0.0	显示第四步最终温度保持时间。		
AUX.1 程序升温 其浏览方式同上面所述。如果需要浏览 AUX.1,需要键盘输入 SHIFT.D $COL AUX.1$ 量柱温所对应的 $\overline{COL} AUX.1$ 最佳温所对应的 $\overline{COL} AUX.1$ 最子的格式和提示同上面所述。 AUX.1 初始温度 和本章 新聞品度 AITM 最好温度 1~5 新聞品度保持时间 AFP1~5 初始温度保持时间 AFM1~5 开温速率 1~5 APR1~5 第要注意。 $\overline{COL} AUX.1$ 如本章 中所示程序升温的编辑方法,使用 $\overline{OLX.1}$ \overline{INT} 取本章 中所示程序升温的编辑方法,使用 $\overline{OLX.1}$ \overline{INT} 東京 \overline{COL} $\overline{AUX.1}$ \overline{INT} 東京 \overline{COL} $\overline{AUX.1}$ \overline{INT} $\overline{AUX.1}$ \overline{INT} $\overline{AUX.1}$ \overline{INT} \overline{MT} \overline{INT} $\overline{AUX.1}$ \overline{INT} <		7	ENT	CFM5 0.0	显示第五步最终温度保持时间。		
其浏览方式同上面所述。如果需要浏览 AUX.1,需要键盘输入 SHIFTD $COL AUX.1$ $AUX.1$ 而不是柱溫所对应的 $COL AUX.1$ $AUX.1$ 。 显示的格式和提示同上面所述。AUX.1 初始溫度AITP 动始溫度保持时间最终温度 1~5~~~~ AFP1~5 动始温度保持时间 1~5~~~ AFM1~5 力温速率 1-5~~~ APR1~5需要注意 $COL AUX.1$ $AUX.1$ 最终温度保持时间 1~5~~~ AFM1~5 $AFM1~5$ max章节所示程序升温的编辑方法,使用 $COL AUX.1$ $AUX.1$ $INIT ENTENT或COL AUX.1AUX.1ENTREDENTENT就COL AUX.1AUX.1INIT ENTENT式COL AUX.1AUX.1INIT ENTENT式COL AUX.1AUX.1INIT ENTENT式COL AUX.1AUX.1INIT ENTENT式COL AUX.1AUX.1INIT ENTENT式COL AUX.1AUX.1INIT ENTENT1COL AUX.1AUX.1INIT ENTINIT$		AUX.1	呈序升温				
AUX.1 \overline{M} by by \overline{M} by by \overline{M} by \overline{M} by \overline{M} by \overline{M}		其浏览7 是柱温所	方式同上面所认 所对应的 $\frac{CO}{AUX}$	$\underline{L}。如果需要浏览。$	AUX.1, 需要键盘输入 <u>SHIFT.D</u> <u>COL</u> 而不 I提示同上面所述。		
AUX.1 $%$ gram $(2, 1, 2, 3, 1, 1, 1, 1, 2, 3)$ $NDXAll (P)$ gram $(2, 1, 2, 3, 1, 1, 1, 2, 3)$ $NDXAll (P)$ gram $(2, 1, 2, 3, 1, 1, 1, 2, 3)$ $AUX.1$		ALIV 1	<u></u> 初始泪 亩		■		
需要注意: $\begin{bmatrix} COL \\ AUX.1 \\ \\ \hline \\ AUX.1 \\ \\ \hline \\ \\ \hline \\ \\ \hline \\ \\ \hline \\ \hline \\ \\ \hline \\ \\ \hline \hline \\ \hline \\ \hline \\ \hline \\ \hline \\ \hline \\ \hline \hline \\ \hline \\ \hline \hline \\ \hline \\ \hline \hline \\ \hline \hline \\ \hline \\ \hline \hline \hline \\ \hline \hline \hline \\ \hline \hline \hline \\ \hline \hline \hline \hline \\ \hline \hline \hline \hline \hline \\ \hline \hline \hline \hline \hline \\ \hline \hline$		初始温度保持时间·······AITM 最终温度保持时间 1~5······AFM1~5 升温速率 1~5·······APR1~5					
如本章节所示程序升温的编辑方法,使用 $\frac{COL}{AUX.1}$ ENT、 $\frac{COL}{AUX.1}$ ENT 或 $\frac{COL}{AUX.1}$ PROG RATE ENT等键进入编辑模式,回到编辑程序的第一步。因此下面的操 作都是可能的,比如: 1 位 COL AUX.1 显示内容清楚 2 [INIT TEMP] 3 ENT CITP 100 初始温度		需要注意: COL AUX.1 键					
\mathbf{U} \mathbf{PROG} $\mathbf{AUX.1}$ \mathbf{PROG} \mathbf{RATE} \mathbf{ENT} 等键进入编辑模式,回到编辑程序的第一步。因此下面的操作都是可能的,比如:1键盘操作1 \mathbf{COL} $\mathbf{AUX.1}$ 2 \mathbf{INIT} \mathbf{TEMP} 3 \mathbf{ENT} CITP 100初始温度		如z	本章节所示程 月	亨升温的编辑方法,	使用 $\frac{COL}{AUX.1}$ ENT、 $\frac{COL}{AUX.1}$ TEMP ENT		
作都是可能的,比如: 键盘操作 显示 1 COL AUX.1 显示内容清楚 2 INIT TEMP 3 ENT CITP 100 初始温度		或 $\begin{bmatrix} COL \\ AUX.1 \end{bmatrix}$ PROG RATE ENT 等键进入编辑模式,回到编辑程序的第一步。因此下面的操					
键盘操作显示1COL AUX.1显示内容清楚2INIT TEMP3ENTCITP 100初始温度		作都是可	可能的,比如:				
1 COL AUX.1 显示内容清楚 2 INIT TEMP 3 ENT CITP 100			键盘操作	显示			
2 INIT TEMP 3 ENT CITP 100 初始温度		1	$\frac{COL}{AUX.1}$		显示内容清楚		
3 ENT CITP 100 初始温度		2	INIT TEMP				
		3	ENT	CITP 100	初始温度		

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾€°ì13381013207Á®∕IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

4	INIT TIME			
5	ENT	CITM 10.0	初始温度保持时间	
6	PROG RATE			
7	ENT	CPR1 5.0	第一步升温速率	
8	FINIAL TEMP			
9	ENT	CFP1 150	第一步最终温度	Z
10	FINIAL TIME		- ALANA	
11	ENT	CFM1 0.0	第一步最终温度保持时间	
12	PROG RATE		320	
13	ENT	CPR2 10.0	第二步升温速率	
14	ENT	CPR3 5.0	第三步升温速率	
15	FINIAL TEMP	14	50	
16	ENT	CFP2 250	第二步最终温度	
17	ENT	CFP3 150	第三步最终温度	
在此处只	要按下 $\frac{COL}{AUX.1}$	键,程序就重新	所回到第一步。	
$\left[\left\{ \left\{ {,} \right\} \right\} \right]$	键盘操作	显示		
18	$\frac{COL}{AUX.1}$		显示内容清楚	
19	PROG RATE			
20	ENT	CPR1 5.0	第一步升温速率	
21	FINIAL TEMP			
22	ENT	CFP1 150	第一步最终温度	
23	ENT	CFP2 250	第二步最终温度	

5.1.6 程序的部分修改

如果需要部分修改程序,可按照下述方法操作:

比如: 想要将第三步最终温度改成 150℃, 第二步最终温度保持时间改为 2 分钟。

	键盘操作	显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	CITP 100	显示的是上一操作的内容,在此处是柱温的 初始温度。
2	FINIAL TEMP		
3	ENT	CFP1 150	显示第一步最终温度
4	ENT	CFP2 250	显示第二步最终温度。同样的输入所需要的 数值,直至显示出来。。
5	1	1	
6	5	15	
7	0	150	第一步升温速率
8	ENT	CFP3 150	第三步最终温度设定为 150℃
9	FINIAL TIME		32
10	ENT	CFM1 0.0	同样的输入所需要的数值,直至显示出来。
11	2	2	
12	0	20	
13	ENT	CFM2 20.0	第二步最终温度保持时间设定为20分钟。

注意:一旦设定了升温速率,则下一步的升温速率自动设定为0℃/分钟。

如果新设定的升温速率小于前一步的的升温速率,就能避免不需要的温度升高。(如 果升温速率设定为0℃/分钟,则此步不进行升温。)

因此如果要部分改变升温程序,则从需要变更的那步开始直到最后一步都必须重新输入。

5.1.7 设定温度上限

对于柱温和 AUX1 而言, 仪器都能设定其温度上限。如果实际温度超过温度上限, 仪器会自动停止加热。

(1) 柱温的温度上限

柱温的温度上限设定范围为-99~400℃。(默认值为 400℃)如果实际温度超过了温度上限,屏幕上会显示"OVER COL",蜂鸣器发出连续的警告音,加热器停止工作。想要退出警告状态,如果不是用此温度只要按下 CE键,或者将温度上限值设定高于使用温度即可,并按下 CE键。

设定步骤(设定值为350℃)

	键盘操作	显示	
1	SHIFT.D	CITP 300	目云的具上一撮作的内容 左此处具材泪的
2	FILE FUNC		亚尔的定工。操作的内存,在此处定任温的 初始温度为 300℃。 S.DOWN 灯亮。
3	7	7	S.DOWN 灯熄灭。
4	ENT	CMAX 250	屏幕显示温度上限,然后输入需要的数值。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

5	3	3	DIALOG 灯亮。
6	5	35	
7	0	350	第一步升温速率
8	ENT	LDVC 11	此时柱温的温度上限设定为 350℃,显示的 是前面表中的功能代号。
9	SHIFT.D		S.DOWN 灯亮
10	ESCP		显示内容不变, DIALOG 灯熄灭。

注意:除非输入9和10,否则请注意在 DIALOG 状态下的其他部件信息和输入的指令将不 会显示出来。想要退出 DIALOG 状态,请执行上面所述的第9和10步。

(2) AUX.1 温度上限

AUX..1 的温度上限设定范围: -99~450℃。

(默认值: 400℃)

如果 AUX.1 实际温度超过温度上限,屏幕上将会显示"OVER AUX",蜂鸣器持续 鸣响警告。同时加热器停止工作。想要退出警告状态,如果不是用当前的温度可以 直接按下 CE 键,如果需要当前温度就必须重新修改温度上限,并按下 CE 键 比如:如果要设定 AUX.1 的温度上限为 350℃:

	键盘操作	显示	
1	SHIFT.D	AITP 150	此外月三的月上一撮你所设定的 AUX 1 的
2	FILE FUNC		此 <u>处</u> 亟示的是工 操作所 改定的 AUX.1 的 初始温度。 S.DOWN 灯亮。
3	6	6	S.DOWN 灯熄灭。
4	ENT	AMAX 200	
5	3	3	显示反定的 AUX.I 的温度上限。
6	5	35	DIALOG 灯 完。如朱儿而以交的话,且按她
7	Ō	350	枝王弟9少。
8 ENT CMAX 400 设定 AUX.1 的温度上限为 350℃,此处显示的内容是以前的操作。			
9	SHIFT		S.DOWN 灯亮起。
10	ESCAPE		DIALOG 和 S.DOWN 灯熄灭。
第9和	10步可以退出 D	DIALOG 状态,	在执行其他命令之前必须退出此状态。

5.2 检测器

目录

- 5.2.1 概述
- 5.2.2 选择要使用的检测器
- 5.2.3 如何浏览所选检测器的参数

a. 浏览所选检测器的编号

- b. 根据检测器的编号区别检测器的类型
- 5.2.4 衰减、极性和电流
- 5.2.1 概述

本以其能够连接五种检测器,如:FDI、TCD、FTD、FPD 和 ECD。在安装仪器时在 检测器的电脑板中会用编号 1~4 标示检测器,用户可以根据标号来区别所选的检测器。

É °£ QÃË; Ƽ±± %© ì 13381013207Á®/IJ

5.2.2 选择要使用的检测器

选择仪器安装的检测器之一使用。

	键盘操作	显示	
1	DET	CITP 100	此处显示的是上次操作所设定的柱温为100℃。
2	4	4	
3	ENT	DET 4	此时,选中4号检测器。如果4号检测器是TCD 检测器,则此检测器待命。

5.2.3 如何浏览所选检测器

a. 浏览所选检测器的标号

	键盘操作	显示		
1	DET	INUT 200	此处显示的是上次操作所设定的气化室温度为	
1	DET	INJ 1 200	200°C .	2
2	ENT	DET 4	此时显示的是所选检测器的标号,此处所选的是	
Z	ENI	DET 4	4 号检测器。	

注意: 在行进行次操作时,如果屏幕上已经显示了一个数值,此时按下键盘就会立即选中此检测器。为了避免选错检测器,首先需要按下 CE 键清除屏幕的显示内容。

	键盘操作	显示	
1	DET	2	此处显示的是上次操作所遗留的数字 2
2	ENT	DET 2	此时选中2号检测器。

b. 根据标号区别所选检测器的类型(从1~4号检测器中)

	键盘操作	显示	
1	MONIT	INJT 200	
2	DET	INJT 200	
3	2	2	输入检测器的标号
4	ENT	FID	显示2号检测器类型为FID。

5.2.4 衰减、极性和电流

a. 设定步骤

选中需要使用的检测器之后,需要设定检测器的衰减、极性和电流(可用)。

比如:极性

	键盘操作	显示	
1	POL	DET 4	此处显示的是上次操作选定的 4 号检测器。
2	1	1	
3	ENT	D4PL 1	此时,4号检测器的极性设定为"1"。(也就是说, 当样品从1号进样器注入,输出的信号为正。)

注意:如果在键盘操作之后屏幕上仅显示数字,说明设定的参数没有对检测器生效。 在这种情况下首先需要对检测器设定其他参数。

如果设定的参数超过了设定范围(关于这一点请参见检测器章节),屏幕上将会显示 "ERROR 4" 的错误信息,并且保持原来的设定值。

如果设定的线性、极性或电流等参数所对应的检测器未连接或参数不匹配,(参见 检测器章节)屏幕上将会显示"NON",提示参数不匹配或检测器未连接(检测器 开关未打开)。

5.3 启动和停止控温

目录

- 5.3.1 概要
- 5.3.2 启动和停止控温
- 5.3.3 时钟功能
 - (1) SHIFT DOWN START
 - (a) 设定
 - (b) 执行
 - (2) SHIFT DOWN STOP
- 5.3.4 监测休眠时间
- 5.3.1 概要

完成温度设定之后,温控器启动。此时用户可以自行选择启动和停止控温的时间 5.3.2 启动和停止控温

按下 START 键每个温控区的加热和恒温功能自动启动,直至达到设定值。对于柱温和 AUX.1 的控温对应各自的初始温度。当柱温的实际温度在设定温度的±1℃范围内,READY 灯亮起。

5.3.3 时钟功能

利用时钟功能能够实现对温控器的自动控制。

(1) SHIFT DOWN START

当所有温控器都为启动时,经过一定的时间延迟,温控器自动启动。

 (a) 首先设定启动时间,此时间表示的是经过一定时间后温控器自动启动。开机后 未设定时,启动时间默认值为10分钟。启动时间设定范围:0.1~3000.0分钟。
 但需要注意的是屏幕上显示的启动时间只是小数以前的部分,小数之后的部分
 不显示。比如启动时间设定为0.1分钟,屏幕上显示为"0",但实际上启动时
 间为0.1分钟(或6秒钟)。

(如果要设定启动时间为10小时)

		键盘操作	显示	
K		SHIFT.D		此处显示的是以前操作设定的第四步升 温速率。S.DOWN 灯亮起。
	2	$\frac{1}{STRT}$	CPR4 5.0	S.DOWN 灯熄灭。
	3	6	6	
	4	0	60	
	5	0	600	
	6	ENT	STRT 600	启动时间设定为600分钟(10小时)。

(b) 执行

终止已经设定的启动时间之后,通过如下的键盘操作能够重新激活启动时间。

	键盘操作	显示	
1			此处显示的是以前操作设定的柱温初始
1	SULLIN	CITP 100	温度。S.DOWN 灯亮起。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

2	START	SLEEP	屏幕显示内容变为左侧所示,输入等待 时间,即为启动时间。
		* *	当等待时间走完之后,温控器启动。

当温控器启动之后执行了上述的操作,提示的"READY"灯会立刻熄灭,屏幕显示"SLEEP"。之后当屏幕显示"**",温控器会立即启动。

注意: 当升温程序到达恒温阶段进行上述操作,剩余的恒温时间将会延迟执行。要推出此状态,可以按下 HOLD 键,或再次按下 START 键。请注意在完成剩余的升温程序之前, 屏幕会显示 "**"。

(2) SHIFT DOWN STOP

当控温器启动时能够暂时停止其功能,经过一段时间之后重新激活。

(a) 设定

首先设定暂停时间(在此暂停时间内,控温器会延迟工作)。暂停时间的默认值为10分钟,设定范围为0.1~3000.0分钟。设定时屏幕上只显示小数左边的数字,小数右边的数字省略。

	键盘操作	显示	
1	SHIFT.D	CITP 100	此处显示的是以前操作设定的柱温初始 温度。S.DOWN 灯亮起。
2	$\frac{2}{STOP.T}$	CITP 100	S.DOWN 灯熄灭
3	3	3	
4	0	-30	
5	0	300	
6	ENT	STPT 300	暂停时间设定为5小时(300分钟)。

比如:设定暂停时间为5小时

设定下个休眠时间(温控器的延迟时间),默认值为10分钟。休眠时间的设定 范围为0.1~3000.0分钟。设定时屏幕上只显示小数左边的数字,小数右边的数 字省略。

比如:设定休眠时间为12小时

$\langle X$	键盘操作	显示	
1	SHIFT.D	INJT 200	此处显示的是以前操作设定的气化室温度。S.DOWN灯亮起。
2	$\frac{3}{SLP.T}$	INJT 200	S.DOWN 灯熄灭
3	7	7	
4	2	72	
5	0	720	
6	ENT	SLPT 300	休眠时间设定为12小时(720分钟)。

如果用户输入的数值超过设定范围,屏幕上将会显示 "ERROR 4", 之前的设定值将保留。

(b) 执行

以下的键盘操作能够停止和启动温控器。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

	键盘操作	显示	
1	SHIFT.D	CITP 100	此处显示的是以前操作设定的柱温的初 始温度 S DOWN 灯亮起
	STOP	WAIT	信息如左侧显示,温控器运行直至到达
2		STOP SLEEP	你 眠 时 间 。 停止时 间 达 到 之 后 , 显 示 信 息 如 左 侧 ,
2			温控器停止工作。休眠状态中仪器处于 待机状态。
		**	休眠时间完成之后,温控器启动。

如果温控器未启动的话,上述的操作将不会有任何变化。

如果在 WAIT 状态、温控器运行时按下 START 键启动程序,程序会一直执行即 使在程序为完成之前停止时间走完。如果程序完成之后停止时间未走完,仪器 会操控温控器并进入待机状态,READY 灯亮起。如果停止时间走完,温控器 会立即停止工作。

如果当程序升温启动时进行 SHIFT DOWN STOP,此时的状态会与以下所述有 所不同:完成程序之后的停止时间的计算值。因此程序完成之后,温控器会自 动停止。 眠时间

5.3.4 监测休眠时间

当仪器进入休眠状态,用户可以监测休眠时间。

	键盘操作	显示	
1	MONIT	INJT 200	此处显示的是以前操作设定的气化室温 度。
2	SHIFT.D	INJT 200	S.DOWN 灯亮起
3	$\frac{3}{SLP - T}$	SLPT 27	S.DOWN 灯熄灭。

一旦休眠时间到达之后温控器会自动启动,但即使温控器启动之后屏幕上的显示内容仍然保持不变。

如果在等待时间内进行了 SHIFT DOWN STOP 操作来完成温控器的操作,屏幕上将会显示停止时间。(然而请注意屏幕上显示的是 "SLPT."。)当停止时间走完之后温控器自动停止,屏幕显示内容回 "0",进入休眠时间计数。

5.4 分析状态下的操作

目录

- 5.4.1 概述
- 5.4.2 启动分析
 - (1) 启动(1)
 - (2) 启动(2)
 - (3) AUX.1 升温的情况

5.4.3 测量时进行操作

- (1) 监测每个温控区的温度
- (2) 保持
 - a. 恒温
 - b. 恒定延迟时间

- c. 恒定 AUX.1
- (3) 监测延迟时间
- (4) 检测程序
- (5) 其他

5.4.1 概述

当所有关于分析的参数包括: 柱温、程序升温、检测器的设定等等设定完成之后, 就 可以进行分析了。在进行分析时也可以进行操作。

5.4.2 启动分析

(1) 启动(1)

按下 START 键,温控器启动。

	键盘操作	屏幕显示		
1	START	**	启动温控器	

注意: 当显示内容正在作为停止时钟时, 仪器将不断计算停止时间, 但温控器仍将运转。然而当仪器处于 DIAOLOG 状态时进行程序编辑、浏览或其他等(DIALOG 灯亮起), 即使按下 START 键, 温控器仍然处于停止工作状态。

按下 START 键之后,柱温(AUX.1 如果连接的话)将上升直至初始温度。气化室和检测器(TCD 或是 AUX.1 也是同样,如果选择的话)温度也将上升至设定温度。

当柱温到达设定温度的±1℃范围内,READY 灯将亮起。柱温在稳定阶段会引起 READY 灯熄灭几次,待稳定之后即会一直常亮。

(2) 启动(2)

再次按下 START 键,程序升温启动,分析开始。

		键盘操作	屏幕显示	
	1	START	RT. 0.00	显示运行时间,单位"分钟"
~1				

升温的情况

如果在柱温没有到达初始温度之前进行操作,升温程序和/或时间程序将会在普通温控器的情况下启动。

如果按下 START 键,即使在检测器没有到达设定温度时,程序升温仍然会启动。 为了避免这种麻烦,就需要在分析之前检查检测器温度器是否到达了设定温度。 程序升温的进程能够通过仪器面板上的灯来监测;当刚开始进行程序升温,柱 温保持在初始温度时,READY 会熄灭 INITIAL 灯亮起。当进入升温步骤时, RAISE 灯亮起,到达最终温度程序升温结束后 FINIAL 灯亮起。当进入下一个 升温步骤时,RAISE 灯再次亮起,到达最终温度时 FINIAL 灯亮起。

升温步骤的次数由程序编辑而定。如果在升温步骤中,前一步骤的最终温度高 于下一步骤的初始温度,RAISE 灯会一亮之后立即转为 FINIAL 灯亮起,温度 立刻下降。(就如之前在程序升温章节中所述,最终温度保持时间在此时设定。 所以此步骤的最终温度保持时间需要设定的足够的长以便能够温度能够稳定在 设定温度值。)

当程序升温结束(如果下一步的升温速率设定为 0.0℃,即作为程序升温的终 点。),COOL 灯亮起柱温下降至初始温度。同时运行时间计算结束,温度到达 初始温度之后 READY 亮起。

即使当最后一步的最终温度要低于柱温的初始温度,COOL 等仍然会亮起,但此时柱温上升直至到达初始温度。

(3) AUX.1 的升温情况

升温的情况和柱温相同,但是无法像柱温那样能够简单的监测,也没有提示灯。 5.4.3 测量时的操作

(1) 监测温度

在测量时每个温控器的温度都能进行监测。

	键盘操作	屏幕显示	
1	MONIT	RT. 5.36	此处的是上一步的操作所显示 的运行时间。
2	$\frac{COL}{AUX.1}$	CITP. 122	此时的柱温以"CITP"来显示, 但这并不是设定的初始温度,而 是实际的温度。两种表示能够通 过 CITP 和温度值之间的点号来 区分。

			区分。		
	键盘操作	屏幕显示	2		
1	MONIT	CITP. 122	此处的是上一步的操作所显示		
			的柱温。	/	
2	$\frac{INJ}{AUX.2}$	INJT. 199	此时的气化室实际温度。		

	键盘操作	屏幕显示	
1	MONIT	INJT. 199	此处的是上一步的操作所显示 的气化室温度。
2	$\frac{DET - T}{TCD - T}$	DETT. 50	此时的 TCD 检测器的温度。

	- 71 4	键盘操作	屏幕显示	
K	1	MONIT	DETT. 50	此处的是上一步的操作所显示 的检测器温度。
-14	2	SHIFT.D	DETT. 50	S.DOWN 灯亮起
	3	$\frac{COL}{AUX.1}$	AITP. 100	AUX.1 当前的温度。 S.DOWN 灯熄灭。

	键盘操作	屏幕显示	
1	MONIT	AITP. 100	此处的是上一步的操作所显示的 AUX.1 的温度。
2	SHIFT.D	AITP. 100	S.DOWN 灯亮起
3	$\frac{INJ}{AUX.2}$	AUXT. 150	S.DOWN 灯熄灭。 显示当前 AUX.1 的温度。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

	键盘操作	屏幕显示	
1	MONIT	AUXT. 150	此处的是上一步的操作所显示的 AUX.2 的温度。
2	SHIFT.D	AUXT. 150	S.DOWN 灯亮起
3	$\frac{DET - T}{TCD - T}$	TCDT.200	S.DOWN 灯熄灭。 显示当前 TCD 检测器的温度。

键盘操作生效之后,屏幕上会显示所选测量的温度,并随实际温度而变化, 直至输入下一次的键盘操作。

注意: 要区别显示的温度是所选测量点还是其他测量点,只要观察显示的温度的字符和温度值之间有无点号即可。

按下 SCAN 键,既可连续监测六个控温点的实际温度,每个间隔两秒钟滚动显示。

	键盘操作	屏幕显示	
1	SHIFT.D	CPR1 0.0	此处的是上一步的操作所显示的柱温升温速率1。S.DOWN灯
2	SCAN	CITP. 100	元起。 显示当前的柱温,S.DOWN 熄 灭。
		AITP. 200	当前 AUX.1 的温度
		INJT. 200	当前的气化室温度。
		DETT. 200	当前检测器的温度。
		AUXT.150	当前 AUX.2 的温度。
	×	TCDT. 40	当前 TCD 检测器的温度。
	Y.	CITP. 100.1	当前的柱温
	AFX	7	
R			

注意: 各个区域的实时温度的显示次序如上所示,因此当用户按下 SCAN 键时是无法知道此刻显示的是哪个温度。屏幕会滚动显示各个区域的温度,直至用户进行键盘操作。如果要 退出此状态,只需按下 CE 键,或进行其他的键盘操作。

这些温度都可以进行监测,与是否安装 AUX 或 TCD 无关。如果仪器没有安装这些部件,屏幕上将会显示 AITP –105、AUXT –5 和 TCDT –5 诸如此类。

(2) 恒温 (HOLD.T)

(a) 恒温

在执行程序升温时,要延迟加热时间的操作方法请参见相关的章节。

	键盘操作	屏幕显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	CITP. 100	此处的是上一步的操作所显示 的柱温。
2	SHIFT.D	CITP. 100	S.DOWN 灯亮起。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

3	HOLD.T	CITP. 100	S.DOWN 灯熄灭。
4	1	1	
5	0	10	
6	ENT	HLDC 10.0	当按下 ENT 键之后,柱温将在 此温度保持 10 分钟。

注意: 当进行上述的操作之后(当升温亮起时),柱温将会恒定在第六步时的温度(在上述的例子中,恒温时间为10分钟),直至恒温时间结束之后开始加热,而此时运行时间仍然进行计算。

如果在升温程序还未开始之前进行此操作(比如: INTIAL 或 READY 灯中有一个亮起),柱温将首先恒定在初始温度,然后在升温到达下一阶段之前在设定的温度处恒定设定的时间。

或是如果在处于最终温度时进行此操作,柱温将在进行下一次程序升温之前在最终温度恒定设定的时间。如果没有下一届的升温程序,柱温将在最终温度恒定设定时间后回到初始温度。

请注意以下的情况,如果按照下述的方法进行操作,恒温时间将会按照最近的值再设定一次。

-			
	键盘操作	屏幕显示	
1	$\frac{COL}{AUX.1}$	RT. 0.00	此处的是上一步的操作所显示 的运行时间。
2	SHIFT.D	RT. 0.00	S.DOWN 灯亮起。
3	HOLD HOLD.T	RT. 0.00	S.DOWN 灯熄灭。
4	ENT	HLDC 2.00	显示上次设定值,并使用此值在 此设定。

) 恒定运行时间

在进行测定时有时需要恒定运行时间。按下 HOLD 键,可以暂时 停止运行时间。再次按下 HOLD 键可以继续运行时间。

	键盘操作	屏幕显示	
1	HOLD HOLD.T	HOLD	停止运行时间

	键盘操作	屏幕显示	
1	* HOLD HOLD.T	RT. 3.67	继续进行运行时间

* 也可使用 START 键来代替

如果在柱温处于初始或最终温度时执行此操作,柱温和运行时间都会恒定,直至退出恒 定状态。退出恒定状态之后,程序会从恒定点开始继续执行。

如果在柱温上升时执行操作,柱温会上升至最终温度并恒定。当恒定时间结束之后,柱 温会回到程序升温的最后一步的温度,继续执行程序升温。也就是说,恒定时间结束之后, 柱温将会根据最终温度保持时间加以恒温,然后进入下一次的升温。

Ë °£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®¼IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

即使在执行程序之前就进入了恒定状态,只需要按下 **START** 键无需其他的操作就能退 出恒定状态。

如果用户无法确定仪器是否处于恒定状态,进入恒定状态之后显示内容将会随着键盘操 作而改变,通过下一章节介绍的操作方法观察运行时间加以判断;如果出于执行程序的状态 下,显示的运行时间将会不断增加。

(c) 恒定 AUX.1 的温度

就如柱温一样,AUX.1的程序也能延迟进行,以便AUX.1的温度 能够恒定在设定值,到达恒定时间之后程序又能继续进行。

	键盘操作	屏幕显示		
1	SHIFT.D	AITP. 219	此处的是上一步的操作所显示的 AUX.1 的温度。S.DOWN 灯 亮起。	
2	$\frac{COL}{AUX.1}$	AITP. 219	S.DOWN 灯熄灭。	
3	SHIFT.D	AITP. 220	S.DOWN 灯亮起。	
4	HOLD HOLD.T	AITP. 220	S.DOWN 灯熄灭。	
5	1	1		
6	0	10		
7	ENT	HLDA 10.0	当第七步生效时 AUX.1 的温度 将在此测定温度恒定 10 分钟, 10 分钟之后程序将继续运行。	

(3) 监测运行时间

按下 **START** 键之后, 屏幕上就会立即显示运行时间。如果屏幕上显示了监测温度之后, 仍需要显示运行时间, 可以按下述方法进行:

		键盘操作	屏幕显示	
	1	MONIT	CITP. 100	此处的是上一步的操作所显示 的柱温。
XX	2	SHIFT.D	CITP. 100	S.DOWN 灯熄灭。
	3	STW RET.T	RT. 5.37	显示运行时间。S.DOWN 灯熄 灭。

如果在程序未启动之前就进行此操作,屏幕上将会显示 "RT.0.00"。如果进入恒定状态,运行时间将会停留在恒定状态生效的时候。

(4) 监测时间程序

使用此功能能够显示下一步要执行的程序号。进行下面的键盘操作,下一步要执行的升温程序号会显示以能够区别的方式加以显示。(显示的下一步升温程序号能够显示在 CRT 显示器和色谱图上。)

	键盘操作	屏幕显示	
1	MONIT	CITP. 100	此处的是上一步的操作所显示 的柱温。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

2	SHIFT.D	CITP. 100	S.DOWN 灯熄灭。
3	$\frac{7}{PBOC}$	PROG. 5	S.DOWN 灯熄灭。显示下一步要 执行的升温程序号。在此处第四
	PROG		办开温程户已经结束,按下未安 执行的是第五步升温。

处于监测状态时,显示内容将会随着执行的升温的进程而改变。 如果在没有调用时间程序的情况下进行如此操作,屏幕上将会显示"PROG

0",表示此时没有执行程序。 或是如果在未打开温控器的情况下进行如此操作,显示内容为"PROG. × ×"。

(5) 直接使用 EVENT 键来进行操作

下面列出了在无须任何时间程序的情况下使用各种数字键和 EVENT 键 连用的例子。

EVENT 0 ························撤销

EVENT -0 ······所有的事件关闭

EVENT 1~8 ……相应的触发三极管关闭

EVENT 91.92 ···········对应输出的继电器(安装在 GC-14A)打开。

	键盘操作	屏幕显示	
1	SHIFT.D	CITP. 150	此处的是上一步的操作所显示的柱温。S.DOWN灯亮起。
2	8 EVENT	CITP. 150	S.DOWN 灯熄灭。
3	1	1	
4	2	12	
5	ENT	EVNT 12	以上第五项完成之后, EVENT12 输出打开。

如果 EVENT 已经在先前的操作中打开,再进行以上的操作屏幕上将会显示同样的内容,设定值也将不变。

以下的操作能够关闭 EVENT。

X	X	键盘操作	屏幕显示	
	1	SHIFT.D	CITP. 100	此处的是上一步的操作所显示的柱温。S.DOWN灯亮起。
	2	$\frac{8}{EVENT}$	CITP. 100	S.DOWN 灯熄灭。
	3	-	-	
	4	2	-2	
	5	ENT	EVNT -2	EVENT2 输出关闭。

如果 EVENT 已经处于关闭状态,再进行以上的操作,虽然屏幕上的显示 内容如上所示,但并不会改变其状态。

选择 EVENT 0 将会使所有的触发三极管或输出继电器处于开的状态转换 为关闭状态,而关闭的状态转换为开。EVENT -0 将会使所有的触发三极 管或输出继电器从打开状态转换为关闭状态。

Ë °£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®¼IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

EVENT 输入值必须是整数。如果输入了不正确的数值(小于-255 或是大于 255 的数值),屏幕上将会显示"ERROR 4"并保留原县的设定。 输入数值时请注意,以免输入错误如下:

	键盘操作	屏幕显示	
1	SHIFT.D	CITP 40.0	此处的是上一步的操作所显示的柱温。S.DOWN灯亮起。
2	8 EVENT	CITP 40.0	S.DOWN 灯熄灭。
3	ENT	EVNT 40.0	如果没有输入数值就直接按下 ENT 键,则屏幕上原先显示的数 值会被作为输入值而输入,此处 输入的是 40.0。

与其他操作不同的是, 仪器不提供对 EVENT 打开和关闭的监测

(6) 其他

另外,如果使用自动进样器的话,仪器也可提供对样品号的监测。(参见自动进样器章节。) 中的选项 程序 计间程序 程序

5.5 时间程序

目录

- 5.5.1 概述
- 5.5.2 时间程序中的选项
- 5.5.3 编辑时间程序
- 5.5.4 如何浏览时间程序
- 5.5.5 更改时间程序
- 5.5.6 如果时间程序过大则无法进行存储
- 5.5.7 启动和终止时间程序
- 5.5.1 概述

时间程序一系列的程序参数和程序启动之后的时间。仪器能够对时间程序进行编辑。 5.5.2 程序中的选项

(a) 线性、极性、电流

灵敏度、检测器的极性和检测器的电流都能进行设定。

比如: "DIRG 2" 设定灵敏度为 10²。

(b) EVENT 91, EVENT 92

这两个命令是用来控制外部控制器开关的命令。

"EVENT -91": EVENT91 关闭

(c) 其他可选的 EVENT

通过增加电脑控制板(PRG 板)能够增加八个不同的触发三极管。

"EVNT 1" EVENT 1 打开

(d) RETN

使用此功能能够重复执行程序。

当一个程序重复执行了设定的次数后,文件号将会变为当前执行的文件号。

比如,如果设定"RETN 102"首先当前的文件将会被重复执行 10 遍,之后执行 2 号文

件。

- (e) INJ 更改气化室温度。
- (f) AUX.2 更改 AUX.2 温控区的温度。
- (g) STRK

更改自动进样器的进样量

"STRK 60"满载进样量的 60%

(h) REPT

更改自动进样器重复进样的次数。 "REPT 5" 重复进样 5 次

(i) DET

自参教 用于i 比如: (j) STOI 使用」 5.5.3 编辑	数无意义 设定检测器的线性、 DET [] ENT RANC P 比键暂时停止程序运 时间程序(时间的i	极性和/或电流参数。 5E2ENT 行。 没定范围最多不能超过百	位)
	键盘操作	显示内容	
1	SHIFT.D	CITP 100	此处显示的是上次操作所显示的 柱温。S.DOWN灯亮起。
2	$\frac{7}{PROG}$	TIME ?	DIALOG 灯亮起,首先提示输入程 序运行的时间。S.DOWN 灯熄灭。
3	1	1	
4	0	10	设定为启动之后运行 10 分钟
5	ENT	FUNC VL ?	询问此时需要进行何种操作。
6	SHIFT.D	~	
7	8 EVENT		
8	1	1	
9	ENT	TIME ?	EVENT1设定为开。执行下一步 时提示时间。
10	1	1	
11	5	15	
12	ENT	FINC VL ?	启动之后运行 15 分钟。
13	SHIFT.D		
14	8 EVENT		
15		-	
16	1	-1	
17	ENT	TIME ?	启动之后 15 分钟关闭 EVENT 1。 执行下一步时提示时间。

É °£ÒÇÃË; Ƽ±±¾© ì 13381013207Á®¼Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

				_
18	1	1		
19	5	15	同一步骤同一时间能够执行多步 程序。	
20	ENT	FUNC VL ?		
21	RANGE			
22	1	1		
23	ENT	TIME ?	衰减设定为 10 ¹ 。	
24	5		实际执行程序的时间可能有轻微 的出入。	
25	ENT	FUNC VL ?		
26	RANGE			
27	2		设定衰减为 10 ² 。	
28	ENT	TIME 10.0	虽然下一步执行的时间和上一步 相同,用户仍可在此条件下编辑程 序。	
29	3			
30	0			
31	ENT	FUNC VL ?		
32	SHIFT.D			
33	$\frac{5}{RETN}$	23		
34	5	- 5		
35	0	50		
36	ENT	TIME ?	此时间程序重复执行 5 次(当然是 按下 5 次 START 重复执行 5 次), 然后回到 0 号文件。	
37	SHIFT D		S.DOWN 灯亮起。	
38	ESCP		S.DOWN 和 DIALOG 灯熄灭, 仪 器退出 DIALOG 状态。	

5.5.4 如何浏览已经调用的时间程序

首先调用需要的文件。(FILE FUNC 图 ENT)请注意如果在温控器启动的情况下调用文

件的话,仪器温度将会以新调用文件的温度为设定值。

	键盘操作	显示内容	
1	SHIFT.D	INJT 200	此处显示的是上次操作所显示的 气化室温度。S.DOWN 灯亮起。
2	$\frac{7}{PROG}$	TIME 5.00	显示第一步升温时间。
3	ENT	DIRG 2	时间的相关参数。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

4	ENT	TIME 10.00	操作方法如上。
5	ENT	EVENT 1	
6	ENT	TIME 15.00	
7	ENT	EVNT-1	
8	ENT	TIME 15.00	
9	ENT	DIRG 1	
10	ENT	TIME 30.00	
11	ENT	REPT 50	
12	ENT	TIME ?	提示到达时间程序的末端。如果需 要的话,回到最上面输入需要的数 值。可对程序进行编辑,仪器将自 动调用程序。
13	SHIFT.D		S.DOWN 灯亮起。
14	ESCP		S.DOWN 和 DIALOG 灯熄灭。

5.5.5 编辑时间程序

如果需要对调用的程序进行编辑的话,可在显示对应的"TIME?"或"TIME ××")(××表示任何数值),或添加新的参数。

如果需要删除部分时间程序,可按照下述方法操作:

		键盘操作	显示内容	
	1	SHIFT.D	CITP 100	此处显示的是上次操作所显示的 柱温。SHIFT.D 灯亮起。
	2	7 PROG	TIME 5.00	DIALOG 灯亮起。
	3	ENT	DIRG 2	按下 ENT 键浏览下一个参数。
	4	A HILL		
	- 5-	SHIFT.D		按下 SHIFT.D 之后
K	6	$\frac{4}{DEL}$	TIME 30.00	删除此项之后,屏幕上显示下一 项。
	7	SHIFT.D		如果无需删除,则按下 SHIFT.D
	8	ESCP		(SHIFT.D 灯亮起)和 ESCP 键退出交互式系统(DIALOG 和 SHIFT.D 灯都熄灭)。

5.5.6 时间程序的存储空间

如果在编辑时间程序时提示"TIME?",输入任何值之后都显示"TIME 0.00"表示仪器已经没有空间存储此程序。请删除闲置的文件释放磁盘空间。

5.5.7 时间程序的启动和终止

程序升温时,按下 START 就能启动时间程序。(参见程序升温章节。)

按下 **STOP** 键就能使执行中的时间程序中途停止。完成时间程序之后用户是无法继续执行程序升温的。

5.6 文件

目录

5.6.1 概述

5.6.2 设定

5.6.3 如何浏览使用中的文件号

5.6.4 复制文件内容

5.6.5 删除文件

5.6.6 空间不足时的文件存储。

5.6.1 概述

仪器能够存储 10 个文件。每个文件可包括时间程序、仪器参数、程序升温和自动进样器参数。然而值得注意的是,除了自动进样器的四个选项(IJ1T、IJ2T、STRK 和 REPT)以外,其他的参数可适用于所有的文件。

每个文件的大小不同, 仪器提供专用的空间便于存储。当单个文件较小时, 仪器可存储的文件数目可以超过 10 个, 反之则有可能小于 10 个。

仪器开机之后会自动调用 0 号文件(比如,没有进行设定过),未选定文件的所有程序都保存在 0 号文件中。

6.6.2 调用文件

按下述方法能够在编辑时间程序、仪器参数和升温程序之前调用所需的文件。(默认文 件为0号。)

比如:要调用4号文件:

	键盘操作	显示内容	
1	FILE FUNC	CITP. 200	此处显示的是上次操作所显示的 柱温。
2	4	4	
3	ENT	FILE 4	选中4号文件,仪器按照调用的4 号文件进行设定。

6.6.3 浏览当前使用的文件号

		键盘操作	显示内容	
Y	-1	MONIT	CITP 100	此处显示的是上次操作所显示的 柱温。
	2	FILE FUNC	FILE 4	显示当前使用的文件号,此处为4 号文件。

6.6.4 复制文件

当前使用的文件能够复制生成新文件。如果复制到的文件已经打开,推荐用户首先删除目标文件,然后再行复制。(参见第 6-5 节。)

	键盘操作	显示内容	
1	SHIFT.D	INJT 200	此处显示的是上次操作所显示的 气化室温度。 S.DOWN灯亮起。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

2	$\frac{6}{COPY}$	FILE 4	S.DOWN 灯熄灭。
3	3	3	
4	ENT	COPY 3	当前文件复制生成新的3号文件。

6.6.5 删除文件

删除使用中的文件。删除步骤:

比如:删除3号文件

	键盘操作	显示内容		
			此处显示的是上次操作所显示的	
1	SHIFT.D	TCDT 30	TCD 检测器温度。	F
			S.DOWN 灯亮起。	
2	$\frac{4}{DEL}$	TCDT 30	S. DOWN 灯熄灭。	
3	3	3		
4	ENT	DELT 3	删除3号文件。	

6.6.6 如果没有空间存储文件

如果用户存储文件时, 仪器显示 "LIMIT", 表示空间限制无法保存。此时需要删除一些闲置的文件, 释放空间。

即是没有空间保存文件,仪器也有额外的空间来容纳时间程序和程序升温。

注意: 同一时间只能使用一个文件。同样的,更改当前文件的号码,仪器将会受新文件控制。当仪器的温控器打开时,选择新的文件,即使是新文件的内容和旧文件相同,仪器也会在不知不觉中由新文件控制。因此需要浏览或设定新的文件必须在打开仪器之后未按下 START 键之前。

Ⅰ 打开仪器之后,默认选中的文件号为0号文件。

6.7 其他操作

目录

6.7.1 交互式功能

6.7.2 列表

6.7.3 外部数据处理系统的连接

6.7.1 交互式功能

(1) 交互式功能

一旦进行此操作,不管仪器的内存中是否有文件,都会自动对参数进行初始化。

(2) 交互式系统的步骤

	键盘操作	显示内容	
1	SHIFT.D	INJT 200	此处显示的是上次操作所显示的 气化室温度。 S.DOWN灯亮起。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

2	FILE FUNC	INJT 200	S. DOWN 灯熄灭。
3	1	1	
4	3	13	自交互式系统提供 AUX 功能 13。
5	ENT	CITP. ××	如果没有异常的话,显示内容如左 所示。如果有异常情况,将会显示 异常发生的部件。

(3) 注意

请注意如果进行以上的操作,所有的设定值将返回仪器的默认值。如果在温控器打 开的情况下进行此操作,温控器将会停止运转。

- 7.7.2 列表
- (1) 仪器提供在外部设备(数据处理器,等等)上列出自动进样器参数、程序升温和文件的色谱参数。
- (2) 列出选中输出装置号码的方法同 7.7.3 节仪器的连接装置。列出所选文件号的方法同 仪器文件设定章节。

7.7.2.1 列出时间程序

		键盘操作	显示内容	
				此处显示的是上次操作所显示的
	1	SHIFT.D	CITP 100	柱温。
				S.DOWN 灯亮起。
	2	FILE FUNC	CITP 100	S. DOWN 灯熄灭。
	3	2	2	
	4	ENT	I IST D	DIALOG 灯亮起,提示进入
	4		L131.1	DIALOG 状态。
	5	5	1	当列出的所要的内容时,键入的
			I	"1"。
	-153			列出程序时,DIALOG 灯仍然亮。
X	6	ENT	LIST. P	程序输出完毕之后 DIALOG 灯熄
				灭,表示退出此状态。

7.7.2.2 列出自动进样器参数

	键盘操作	显示内容	
1	SHIFT.D	CITP 100	此处显示的是上次操作所显示的 柱温。 S.DOWN灯亮起。
2	FILE FUNC	CITP 100	S. DOWN 灯熄灭。
3	3	3	
4	ENT	LIST. A	DIALOG 灯亮起。
5	1	1	当列出所要的参数时,键入"1"。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

6	ENT	LIST. A	开始列出参数。参数输出完毕之后
			DIALOG灯熄火。
7.7.2.3 列	出仪器参数	I	
	键盘操作	显示内容	
			此处显示的是上次操作所显示的
1	SHIFT.D	CITP 100	柱温。
			S.DOWN 灯亮起。
	EILE		
2	$\frac{FUNC}{FUNC}$	CITP 100	S. DOWN 灯熄灭。
3	4	4	
4	ENT	LIST. GI	DIALOG 灯亮起。
5	1	1	当列出所要的参数时,键入"1"。
			开始列出参数。参数输出完毕之后
6	ENT	LIST. GI	DIALOG 灯熄灭。
7.7.2.4 列	出程序升温		
	键盘操作	显示内容	
			此处显示的是上次操作所显示的
1	SHIFT.D	CITP 100	柱温。
			S.DOWN 灯亮起。
2	FILE	CITP 100	S. DOWN 灯熄灭。
2	FUNC		
3	1	1	
4	5	15	列出的程序升温对应 AUX 功能

4	5	15	列出的程序升温对应 AUX 功能 15。
5	E	LIST. GP	DIALOG 灯亮起。
6		1	当列出所要的参数时,键入"1"。
7	ENT	LIST CD	开始列出参数。参数输出完毕之后
-KX	ENI	LIST. GP	DIALOG 灯熄灭。

(3) 当不需要列出时:

当不需要列出时,键入"0"而不是"1"。此时没有内容列出,DIALOG 灯熄灭,并 退出此状态。用户也可以按下 SHIFT.D 和 ESCP 键退出此状态。

(4) 错误显示

当用户需要列出的内容显示错误信息时,表示某些必要的设定错误。如果显示任何 错误信息,仪器将退出 DIALOG 状态。

"SET LDVC"

没有指明连接装置(打印机,显示器等等)时,显示此错误信息。此时需要输入对应的装置代码。(参见 7.7.3 连接装置。)

"NOT LINK"

当外部装置没有和仪器建立正确的连接时显示此错误信息。此时将外部装置与仪器 建立正确的连接(比如: "OPEN TRS 1", 等等)。见下文。

7.7.3 连接外部数据处理机

通过加装信号线仪器能够由外部的数据处理机来进行控制。使用合适的数据处理机能

够扩充仪器的功能。

数据处理机的操作细节请参见第10章"其他连接",或数据处理机的使用手册。

- 1. 设定外设装置
- (1) 外设

如果需要将时间程序、自动进样器参数、仪器参数等等输出到外设装置,就必须在使用之前对外设进行编号。外设的编号范围为0~55,默认值为0。

	200		
	键盘操作	显示内容	
1	SHIFT.D	CITP 100	此处显示的是上次操作所显示的 柱温。 S.DOWN灯亮起。
2	FILE FUNC	CITP 100	S. DOWN 灯熄灭。
3	8	8	外设的辅助功能号为8。
4	ENT	LDVC 0	显示外设。DIALOG 灯亮起,进入 此状态。
5	1	1	
6	1	11	
7	ENT	STRK 10	外设编号设定为11,并列出下一项 参数。
8	SHIFT.D	STRK 10	设定完成之后,键盘操作退出 DIALOG 状态。S.DOWN 灯亮起。
9	ESCP	STRK 10	DIALOG 和 S.DOWN 灯熄灭。仪 器退出 DIALOG 状态。

(2) 设定步骤

(3) 错误的设定

如果输入错误在没有按下 ENT 键之前,可以按下 CE 键清除数值,然后输入正确值。如果已经按下 ENT 键,可以继续按下 ENT 键重新显示 LDVC 后输入正确的数值,或退出 DIALOG 状态之后重新进入再行输入。 用户必须在完成设定之后立即退出 DIALOG 状态。否则就不能进行任何其他的操作。

/	(4) 初见以足且		
	键盘操作	显示内容	
1	SHIFT.D	CITP 100	此处显示的是上次操作所显示的 柱温。 S.DOWN灯亮起。
2	FILE FUNC	CITP 100	S. DOWN 灯熄灭。
3	8	8	
4	ENT	LDVC 11	显示外设。DIALOG 灯亮起。
5	SHIFT.D	LDVC 11	S.DOWN 灯熄灭。请立刻退出 DIALOG 状态。

(4) 浏览设定值

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

ć	ESCD	LDVC 11	S.DOWN 和 DIALOG 灯熄灭。仪
0	ESCP	LDVCII	器退出 DIALOG 状态。

(5) LDVC 的意义

LDVC 代表外设的编号,用来区分不同的外设比如: CRT 外部装置(数据处理机)或绘图仪。编号为两位数以内;十位数用来设定当前检测器输出信号的通道。(如果连接1和2通道,则设定为"3"。)个位数用来设定 CRT 或绘图仪外设。如果连接的是 CRT,则设定为2,反之则为1。LDVC 22 表示将2号通道的检测器信息列于 CRT 上。

附录1 错误显示

以下的错误信息是由用户的错误操作、仪器的反常情况等等造成的。

"OVER COL"

柱温超过温度上限,屏幕显示错误信息,蜂鸣器持续鸣响。同时柱箱的温控器停止工作

如果柱温的温度上限设定低于实际的使用温度,请重新设定温度上限。如果实际柱温异常升高超过温度上限,请立即关闭仪器,并查找原因。

想要退出警告状态,只需在柱温低于温度上限之后按下 <u>CE</u>键即可。然后蜂鸣器关闭,可对仪器进行操作。

"OVER INJ"

如果气化室温度超过 450℃或检测器温度超过温度上限,屏幕显示错误信息,蜂鸣器持续鸣响。由于气化室的温度设定值不能超过此温度,这是明显的错误。

同样的,检测器也存在这样的问题。如果显示错误信息,温控器停止工作。

"OVER AUX"

如果 AUX.1 的温度超过温度上限,屏幕显示错误信息,蜂鸣器持续鸣响。

"ERROR CM"

如果在电池放电或点火造成断电时更改文件内容,将会显示错误信息。文件内容发生混乱。

"ERROR CR"

如果仪器和数据处理机之间信号传输发生问题,将会显示错误信息。在此情况下,关闭 仪器和数据处理机的电源,重新建立连接。

"ERROR 1"

数据传输或接受错误。

"ERROR 2"

「信息提示流量计无法检测到气体流量或流量小于设定值。(可选)

"ERROR 3"

普通的错误信息。输入的功能实际不存在时显示此信息。

"ERROR 4"

普通的错误信息。输入值不在设定范围内显示此信息。

" NON"

信息提示所选的检测器未连接。

"NON "

信息提示没有此种类型的检测器,因为输入值不在1~4内。

"CITP. $\times \times$ ", "INJT. $\times \times$ ", "PROG. $\times \times$ "

如果温控器未启动时,而进行温度或程序的监测就会显示此种假错信息。按下 START 键启动温控器之后,××就会变成对应的数值。

"SET LDVC"

如果没有设定外设的编号,在列出程序等内容时就会显示此信息。

"NOT LINK"

如果没有跟外设建立正确的连接的话,在输入输出系统之间进行信号的传输/接收时就 会出现此信息。

其他显示

"**"

表示温控器启动。

"LINK OK"

当与外设建立了正确的连接之后,蜂鸣器鸣响两秒,显示此信息。

"LIMIT"

如果没有空间保存文件或建立的升温程序超过6步的话,显示此错误信息。

"INITIAL"

内存中发生致命的错误,显示此信息,所有参数进行初始化。此情况下需要重新设定

数。

"FAULT"

如果仪器的集成电路(ROM)发生损坏,显示此信息。在此情况下,请不要再使用仪 1013 器,并与供应商联系。

- 6. 结构和维护
- 6.1 结构
- 1. 仪器基座 P/N 221-44388-91
- 2. 电路接头 P/N 221-44403-92 (115V 电源)

P/N 074-80642-15

221-44403-93 (220V, 230V, 240V 电源)

- 3.5V 电源
- 4. TCD 电源控制器 P/N 221-32896-96
- 6. PCB 开关 P/N 221-44193-91
- 7. 键盘 P/N 221-31772-96
- 8. 电源线 P/N 221-43318-93
- 9. 自动冷却装置 P/N 221-32068-91
- 6.2 拆卸和更换柱箱门、后面板和侧面板
- 6.2.1 拆卸柱箱门和挡板
 - 要拆卸柱箱门,只需打开门并向上提起即可拆卸柱箱门。

要拆下柱箱挡板,只需提起挡板,然后向用户的方向拉出即可。

警告: 高压危险,可能造成电击。只有授权的工程师才能允许拆下后方和侧面挡板。

6.2.2 拆下后挡板

要拆下后侧挡板,首先要断开检测器控制器的练线和可选的电路板。 用螺丝刀拆下图示的 11 个螺丝,就能轻而易举的卸下挡板。 按照的相反的次序重新装上挡板。

为了确保安全,清在拆卸之前断开电源。

6.2.3 拆卸侧面板

要卸下侧面板,需要先拆下侧面的4颗螺丝和后面的三颗螺丝。然后就能轻松的拆下 面板了。小心顶部的突出物。

按照相反的次序重新安装侧面板。

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾€°ì13381013207Á®∕IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

基本的组建结构和备件如	如下所述:
-------------	-------

至平的温建珀特作曲[[头			
结构	备件		
柱箱	1. 柱箱加热器(1.3kw)		
	电源 115V 221-28919-92		
	电源 220~240V 221-28919-93		
	加热绝缘层 221-28919-05		
	绝缘层衬垫 221-32897		
	2. Pt 感应器 221-41059-92		
	3. 热电偶 221-32977-92		
气化室,单/双	1. 单通道气化室加热器(80W)		
	电源 115V 221-32877-01		
	电源 220~240V		
	1. 双通道气化室加热器(1150W)		
	电源 115V 221-29281-01		
	电源 220~240V 221-29281-03		
	2. Pt 感应器 221-44685-91		
	3. 热电偶 221-32977-92		
	4. 电热丝 221-32964-91 (115V, 220V, 240V)		
	-38 (230V)		
	4'. AUX2 控温用电热丝 221-32964-93(115V, 220V, 240V)		
	-30 (230V)		
	1. 检测器加热器 (200W)		
检测器	电源 115V 221-32980-91		
	电源 220 [°] 240V 221-32980-93		
	2. Pt 感应器 221-44685-92		
	3. 热电偶 221-32977-92		
电子系统和相关的部件	参见电子系统线路图)		
结构			
终端和外围设备	参见第 6-7 页的保险丝信息		
开关	门开关 221-19781-91		
	电源开关 064-14021		
	灯开关 064-54604-06		
基本电路板	锂电池 074-73307-01		
	使用寿命5年		
保险丝信息			
终端保险丝			
保险丝名称	话用电压 保险丝等级和类型 零件号		
F1, F2	115V 交流 250V 15 安培, 陶瓷体 072-01665-36		
F1, F2, 2	20,230,240V 交流 250V 8 安培, 陶瓷体 072-01665-33		
F3. F4	115V 交流 250V 10 安培, 陶瓷休 072-01665-34		
F3. F4 2^{7}	20. 230. 240V 交流 250V 5 安培, 玻璃休 072-01065-54		
F5. F6	115V 交流 250V 5 安培, 玻璃休 072-01064-23		
F_{5} , F_{6}	20. 230. 240V 交流 250V 3 安培 072 01664 20		
1 ⁻ ,	10, 250, 240 / 文加 250 / 5 久垣 072-01004-50		

6.3 故障检查和维修

在检查仪器的内部电路之前,为确保安全,请先断开仪器的电源。

主机故障的解决步骤

现象	起因	检查和维修
1. 不工作	a. 交流 100V 不适用。	A. 详细检查
	b. 保险丝熔断。	B. 详细检查
	c. 为打开电源。	C. 详细检查
2. 加热开关无法开。	a. 加热器开关损坏。	a. 检查
3. 各个部件无法升温。	a. 加热器损坏。	a. 断开连接器进行检查。
	b. 热敏感元件损坏。	b. 屏幕显示 "OVER" (反常
	c. 热电偶启动过热保护。	的温度),蜂鸣器持续鸣响。
	d.	断开终端进行检查。
	e. 所用的电源损坏	c. 用仪器终端的发光二级管
	f. 温控器损坏。	检查保护系统的效能。
		d. 用示波器检查触发三极管
		的输出情况。
		e. 详细检查
		f. 维修或更换。
4. 柱箱无法升温。(至少要	a. 柱箱门无法关上。	a. 详细检查。
符合以上3项。)		
5. AUX.2 无法升温。(至少	a. 终端上的 AUX.2 的短销没	a. 详细检查。
符合以上3项。)	有关上。	
6. 各部件温度无法稳定。	a. 热敏元件损坏。	a. 断开终端详细检查。
	b. 触发三极管损坏。	b. 用示波器检查。
	c. 温控器损坏。	c. 修理或更换。
7. 测量值与设定值不同。	a. 热敏元件损坏。	a. 断开终端详细检查。
	b. 仪器损坏。	b. 调节,修理或更换。
8. 无法进行键盘操作。显示	a. 键盘和主机连接错误。	a. 检查连接位置是否正确。
反常内容。	b. 开关损坏。	如果不正确,修正。
	c.5V电压输入错误。	b. 正确连接。
	d. 仪器损坏。	c. 检查。
		d. 维修或更换。

热敏元件的电阻正常情况下为100+0.4×热敏元件的温度(℃)Ω。

6.4 维护

定期维护和检查仪器能确保分析结果的准确。共有一下几项:

- 1. 过热保护系统。
- 2. 清理柱箱。
- 3. 玻璃衬管。
- 4. 进样垫。
- 5. 石墨垫圈
- 6. 毛细管柱。
- 7. 氢火焰离子化检测器 (FID)
- 6.4.1 过热保护系统

每六个月检测一次该系统。

检查程序:

Ë °£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì 13381013207Á®¼IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

- (1) 拆下色谱柱
- (2) 设定柱温温度上限为90℃(功能7)
- (3) 设定柱温为100℃
- (4) 确认过热保护系统正常,温度下降。
- (5) 同时检查各个温控器
- 6.4.2 清理柱箱

清理柱箱时使用蘸了水或溶剂和中性洗涤剂的软布擦拭。如果有污染物或人为的东西 遗留,进行清除。在使用任何除了推荐的方法以外的清洁或去污法之前必须考虑此方法是否 会对仪器造成伤害。

6.4.3 玻璃衬管的维护

小心			
高温			
玻璃衬管的清洗必须在其温度下降到室温之后才能进行。如果高温时拧下气化室,会造成损			
坏。			
注意:玻璃衬管的操作参见"第七章 分流/不分流进样器"			
何时进行维护和检查			
(a) 在进行一系列的分析之前			
(b) 重复分析时,锋面积变小			
(c) 出现鬼峰			
检查的内容			
(a) 玻璃衬管的类型(如果使用了不匹配的衬管,将会产生不好的结果)			
(b) 衬管是否损坏(影响重复性)			
(c) 衬管中的玻璃棉(填充太多会影响重复性)			
(d) 衬管壁上污染程度或进样垫的使用情况(污染会影响重复性产生鬼峰)			
清洗衬管			
注意:清除衬管中的污染时,要更换石墨衬垫。石墨衬垫吸附溶剂会产生鬼峰。			
1. 从衬管中取下玻璃棉			
用细棒顶出玻璃棉。更换玻璃棉之前要清洗衬管。			
2. 清除玻璃衬管壁上的污染物			
取出玻璃棉之后,用蘸有溶剂(丙酮等等)的纱布擦去污染物。			
3. 如果污染很严重			
将污染部分浸入溶剂(丙酮等等)中数小时。然后清洗内部的溶剂。某些方法需要对玻			
璃衬管进行去活处理。			
6.4.4 进样垫的维护			
小心			
高温			

气化室的维护必须在温度下降到室温之后才能进行。同样的,高温下拆卸气化室会造成损坏。

注意: 进样垫的操作参见"分流/不分流进样器"

何时进行维护和检查

- (a) 在进行一系列的分析之前
- (b) 重复操作时峰形变差
- (c) 出现鬼峰
- (d) 大约一百次进样之后

检查的内容
北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

- Ⅰ 气体的泄漏(最明显的是保留时间变化)
- 讲样垫污染(最明显的是出现鬼峰或多余的峰。) L
- 硅橡胶进样垫的处理

当进行高灵敏度的分析时,硅橡胶进样垫中的杂质会产生鬼峰。

在这种情况下,可以对硅橡胶进样垫进行如下处理。

推荐有条件的话都进行这种处理。如果处理之后的进样垫长时间不用,仍然会有杂质吸 附。

- (1) 将进样垫浸入正己烷中保持 10~15 小时。进样垫吸收正己烷之后开始膨胀。准备一 个广口有盖的容器。
- 将进样垫至于干净的容器中。进样垫吸收的正己烷开始向外排出。拿取时要小心。 (2)
- (3) 至于自然干净的空气中风干。
- (4) 风干之后至于柱箱中 130~150℃放置大约 2 小时。

6.4.5 石墨衬垫的维护

小心 高温

石墨衬垫的维护必须在气化室、柱温和检测器温度都回到室温之后才能进行。同样的高温时 拆卸气化室会造成损坏。 381017

石墨衬垫所使用的位置

进行维护和检查的时间

(a) 当更换新的石墨衬垫时

- (b) 当分析时出现鬼峰时
- (c) 当分析时出现基线漂移

检查的内容

气体泄漏(泄漏的载气会造成石墨的老化影响重复性)

石墨中的杂质。当衬管和色谱柱的连接处有杂质的话会产生鬼峰。(在分流进样时由于载气 的流路问题,则石墨衬垫的杂质很少会产生鬼峰。)如果在色谱柱和检测器连接端出现杂质, 会造成基线漂移。

石墨衬垫的处理

如果石墨衬垫中的杂质产生问题, 就必须使用以下的方法进行处理。处理要在分析之前。不 进行分析时,处理是很必需的。

1. 用气焊枪处理

将石墨衬垫至于蓝色的火焰上加热大约 30 秒。

- |小心|用镊子或金属丝夹住石墨衬垫。
- 2. 在柱箱中的处理

将其置于柱箱中加热到 399℃持续 2~3 小时。

6.4.6 毛细管柱的维护

小心
高温
小心
高温
毛细管柱的维护必须在气化室、柱温和检测器温度都回到室温之后才能进行。同样的高温时
拆卸气化室会造成损坏。
<u>注意</u> 毛细篇色谦壮的细节诺贝位器使用毛典

注意: 毛细管色谱柱的细节详见仪器使用手册。

维护和检查的时间

É °£ QÃË; Ƽ±± %© ì 13381013207Á®/IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

(a) 更换新的石墨衬垫或是长期没用。

(b) 出现鬼峰

(c) 基线不稳定

检查的内容

(a) 基线(如果杂质吸附于毛细管柱的固定相中,将会造成基线不稳,出现鬼峰)。

(b) 毛细管柱的目测检查

毛细管柱的老化

- 改变载气流速 在进行毛细管处理时,无需改变原来用于分析时设定的载气流速。载气的流速也能 通过分流比的调节来进行恒定。
- 2. 设定柱温

柱温的设定值要稍高于分析要求温度 30℃。但不要超过色谱柱的使用温度上限。

- 气化室和检测器的温度设定。
 无需改变气化室温度。检测器的温度设定值稍高于柱温大约 30℃。
- 4. 老化时间
 - 一般进行 2~3 小时,依据具体情况而定。

注意: 某些柱的固定液很容易损坏。请注意使用温度上限和老化时间。另外,如果载气中含有氧气,将会严重损坏色谱柱。

6.4.7 FID 检测器的维护



- (b) 检测不到峰
- (c) 严重的噪音
- (d) 峰形反常

检查的内容

堵塞(堵塞会造成点火失败或检测不到峰。)

污染(污染会引起噪音。)

损坏(损坏会引起峰形失真)

清洁喷口

如果喷口堵塞,拆下 FID 的喷口参见第 12 章,插入一根细棍进行清洁。

7. SPL-14 分流/不分流进样器

本章节中将会介绍仪器的进样系统。GC-14BSC 将 SPL-14 分流/不分流进样器最为标准 配置。

7.1 分流/不分流进样器

毛细管进样系统需要搭配分流/不分流进样器。为了避免在进行痕量分析时由于硅橡胶 进样垫中的杂质而产生鬼峰,就需要使用专用的净化进样垫,称为"流线进样垫"。 分流流量控制电阻(针形阀)前面的电磁阀用来调节流量的开关。

另外每个流路中都过滤器,保证这些部件面授有机物的侵蚀。

以下将简要的解释一下分流和不分流进样方法的原理。

- 7.1.1 分流进样法
- (1) 可使用的载气类型有三种;其中经常使用的是氦气,因为它能提供很好的分离能力 和较短的分析时间。对于填充柱和大口径毛细管柱载气的流速一般都控制为恒量。 对于毛细管柱通常使用恒压法,因为在调节分流比时不稳定的流速就能保持恒定, 如下所述。
- (2) 毛细管柱的输入端插入气化室内的玻璃衬管中,而载气分成两路;毛细管柱和分流器。假设这两路载气的流速为 v_1 和 v_2 [ml/min],则分流比为 $\frac{V1}{V1+V2}$ 。
- (3) 分流比可在 1/20~1/200 之间选择。使用分流器的原因是要将进样的绝对量降低到毛 细管柱能够完全分离的限度内。同样的,当分流比设定为 1/50,则 1/50 的样品量进 入毛细管柱,其余部分通过分流器放空。(如果样品的浓度非常的低或高就需要非常 仔细的控制,分流比一般设定为 1/50 或 1/100。)
- (4) 要是毛细管柱达到很高的分离能力就必须选择正确地载气流量。如果使用氦气作为 载气的话,使用大约 40cm/s 线速度。最佳线速度的选择使用 H-V 图如图 7.2 所示。 毛细管柱的载气流速可以通过柱前压来调节。有两种方法可以用来测定流速;(1) 直接用皂膜流量计测定柱后流速(2)将毛细管柱连上检测器,注入甲烷样品通过测 定甲烷的保留时间就能测定载气的线速度。
- (5) 毛细管柱的出口端与检测器相连,同时在接口处通入尾吹气,一般流量为60ml/min。 使用尾吹气的原因是;(1)达到检测器最佳灵敏度所需的载气流速(因为毛细管柱 中的载气流量很低);(2)增加载气流速,避免在接口处出现峰变宽。
- (6) 在进行分流进样时,一旦毛细管柱的流量、分流比和尾吹气流量确定之后,之后的操作与普通的填充柱分析的操作是相同的。这种方法(分流进样)主要用在样品浓度较高的情况下。但在样品浓度较低时,就应该是用下面所述的不分流进样。



7.1.2 不分流进样法

此种进样法主要用在样品浓度较低时(比如小于 10ppm),且使用分流进样法无法准确 测定时。此方法(也称为 Grob 法)也可与分流进样法互换使用。使用此方法的样品会受到 溶剂稀释的影响。

为了避免出现鬼峰(由杂质造成),需要使用处理过的硅橡胶进样垫。位于分流电阻器(针形阀)之前的电磁阀 SV1 用来控制气流的开-关。

(1) 电磁阀 SV1 安装在分流气路上,一旦进样立即关闭。

由于载气的流量是由压力调节器来控制,因此柱前压即使在螺线管打开或是关闭时 都是保持恒定的。所以毛细管中的载气流量始终保持恒定。

气化室中的载气流速可以比较低,测定值一般在 1~2ml/min (电磁阀关闭时), 也可以增加到 50~100ml/min (分流必设定为 1: 50)。

- (2) 样品进入气化室电磁阀关闭,汽化之后进入毛细管柱。如果进样量大约为 0.4ml 载 气流量为 1~2ml/min,则样品完全进入色谱柱需要 0.5~1 分钟。如果在这种情况下进 行分析,将由于溶剂的扩散和在气化室中滞留产生严重的拖尾。为了避免出现这种 情况,就必须打开电磁阀 SV1 增加气化室的载气流量,将残余物通过分流气路吹扫 出系统。因此使用 Grob 法能够减小溶剂拖尾效应。
- (3) 柱温的初始温度一般低于气化室的温度。通常认为适宜的温度是低于溶剂沸点 10~40℃。理由是如果将温度保持在这个范围内,溶剂进入毛细管柱之后会立即在柱 内壁上形成液膜作为固定相对组分进行浓缩,因此各个沸点相对比较低的组分就能 被捕集在这一狭窄的区域避免了峰变宽的现象。(对于那些沸点比溶剂还要低的组分 是没有效果的,因为无法捕集。)这种效果叫作"溶剂效应",与冷阱是有区别的。 因此要分析相对地沸点的组分,就要选择适宜的溶剂和柱温的初始温度的设定尤为 重要。仪器使用此方法只能分析从气化室进入色谱柱某一时段的组分。因此高沸点 的无法气化的样品就无法用色谱柱进行分析。
- (4) 选择合适的载气种类、柱内的载气流量、分流比和尾吹气速度的方法和分流进样法 是相同的。唯一不同的是分流进样法的柱温初始温度需要随样品溶剂的沸点而改变, 分析需要在温度达到要求之后才能进行。
- 7.1.3 范围

方法:	Grob 法
温度范围:	室温~399℃

7.2 安装

1. 组件的详细情况

分流/不分流进样器(SPL-14)主要由以下部件构成。如果仪器使用的是毛细管方式,则 在运输之前将安装部件1)和2)。

1) SP/SPL 进样器 零件号 2/

221-32547-91(100V用) 221-32547-92(115V用) 221-32547-93(220,240V用) 221-32547-38(230V用) 221-32420-91

2) SP/SPL 流量控制器

3)标准附件包 221-32750-91

名称	P/N	数量
石墨垫圈(玻璃衬管用)	221-15563-91	1(4个/包)
石墨垫圈 G, 0.5(毛细管柱用)	221-32126-05	1(10个/包)

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

色谱柱固定螺母(w/slit)	221-32705	2
管子 MN2W-GN2W L700	221-33462-70	1
分叉管, 尾吹气用	201-48386	1
毛细管柱连接器,检测器端	221-33193-91	1
毛细管柱支架	221-31567-91	1
铝制包装	221-32543	1
铝制垫圈(色谱柱用)	201-35183	1
管子插口,G6	201-36364-01	1
风扇, 6×8	086-03003	1
O形环,硅 P12	036-11013	1
玻璃衬管,分流型	221-37574-01	1
玻璃衬管,不分流型	221-32544	1
无定型石墨夹具(MM5)	221-32510	1
无定型石墨夹具 (环)	221-12105	1
无定型石墨夹具(螺母)	221-32790	1
无定型石墨夹具(轴)	221-35549	1
扳手 SPL,用于气化室	221-34123	1
毛细管柱用 FID 喷嘴	221-37304-03	1

2. 仪器的组装

(1) 安装分流/不分流进样器

安装方法如左图所示,进样器的左下角安装在仪器的检测器的前面。 插入插销。拧紧法兰。外围填充隔热材料。将六角螺母插入毛细管柱连接器面板上的 六角孔中。

(2) 安装 SPL 流量控制器

拆下控制单元的前面板(参见第六章,结构,拆卸右侧面板),将流量控制器安装在最 上方的位置。

(3) 连接进样器和 SPL 流量控制器

SPL 流量控制器中的分子筛与分流出口和气化室吹扫出口相连。分流器出口请连接一个缓冲管。

接口的安装

C. 载气进口——连接载气控制器

S. 分流出口——连接分流气路中的分子筛管

P. 吹扫出口——连接吹扫气气路中的分子筛管

在安装缓冲管和过滤器时请使用主机标准附件包中的铝制夹具。过滤器是用来保护控制分流比的电磁阀和针形阀。进样 50~100 次之后清拆下过滤器检查污染情况。要清除污染时,可以将柱温升至高温(大约 300℃),载气可以带走污染,或者重新填充分子筛。

(4) 连接载气和尾吹气的支管

如果使用毛细管分流/不分流进样模式,将会采用恒压控制法,也就是控制柱前压。连接气化室和尾吹气的气路如下图所示。

* 在安装尾吹气支管之前,请检查和读取 P₁压力值和 P₁出口的尾吹气量。(当压力为 50kPa 时,使用载气为氮气时流量为 40ml/min。)

(5) 安装玻璃衬管

拧下螺母 4,向上拔出密封圈 5。然后露出 O 型环。如果损坏的话,更换。用镊子向

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

上拔出石墨固定环。在主机的气化室中插入装有石墨垫圈的玻璃衬管。详情参见气化室 SPL-14 结构的零件号。反向上述的步骤进行安装,并仔细确保石墨固定环 7 安装在正确位 置(凹槽处于正确位置)。用于吹扫出口的管子必须安装在此凹槽中。要更换气化室的进样 垫 3,卸下螺母 2 更换新的即可。小心地推进玻璃衬管直到其末端到达气化室的底端。如果 玻璃衬管没有插到底的话,则其上缘将会碰到橡皮阀。这将造成吹扫气流堵塞产生鬼峰。 安装石墨垫圈 8

使用标准附件包中的夹具按下面的方法安装石墨垫圈。

如上所示,將石墨垫圈套入轴上,用扳手拧紧六角螺母。然后取出石墨垫圈,将其安装 在玻璃衬管上。石墨衬垫的标准尺寸是 O 型环的厚度为 2mm。孔道到顶端的厚度为 2mm。 要测定孔道的直径可以使用石墨粉。

如果孔道的直径小于 2mm,可以用镊子刮去一些内部的石墨粉,直至到达尺寸。调解 孔道载气垂直进入进样器的垂直位置和垫圈固定环的位置是很重要的。

(6) 玻璃衬管的类型

SPL-14 提供了两种不同类型的玻璃衬管;一种是分流型,另一种是不分流型。

对于使用分流分析法需要使用内径较大的,以便能够得到较大进样量。对于不分流分析, 需要使用内径较小的,以便增加线速度。

在衬管中填充玻璃棉能够防止高沸点的物质进入毛细管柱,并能使混合样品更易气化。 玻璃棉的填充的理想位置是距离进样器针尖 1~2mm 为好。如果距离过远,则重复性较差。

玻璃棉的填充位置(图中的 A 为长度)取决于进样针的长度和是否使用自动进样器。 不同情况下玻璃棉的位置列于下表。

通常短的一侧朝上。如果要使用较多的玻璃棉时,可以将长的一侧朝上。3~5mg 玻璃 棉填充长度为 5~10mm。 不要将玻璃棉糅紧。 请注意不要将玻璃棉弄毛。端面 要平整。

	AOC-14 自动进 样器。 AOC14/17 自动 进样器的进样针 的长度为 43mm	AOC-17 自动进 样器。 AOC14/17 自动 进样器的进样针 的长度为 43mm	使用 AOC14/17 手动进样 进样针长度为 43mm	使用 50mm 手动 进样针
玻璃棉的位置 (A, 单位 mm)	20	23	27	35

表校

注意: 以上说述都是玻璃棉的标准填充位置和用量。在特殊情况下就需要根据下面所述来 改变玻璃棉的用量才能获得较好的分析结果。

1. 比如对于某些农业化工产品(具有很强的吸附性),就需要减少玻璃棉的用量。

 对于某些溶剂,比如水,这些含有较大的气化潜热的物质就需要增大玻璃棉的用量。
 注意: 在更换进样垫或色谱柱之后由于载气流量的变化会使玻璃棉的位置发生变化。所以 在更换进样垫或色谱柱时,必须要使柱前压恢复到常压。更换之后要慢慢的将压力恢复到设 定值。

注意: 当使用 AOC-14/17 (玻璃棉的位置要调节到适合的位置)手动进样时,请使用 AOC-14/17 的进样针。要使用 AOC-14/17 进样针手动进样并且玻璃棉的位置在对应位置时, 在进样时必须在进样针底部加上一块进样垫。

- (7) 安装毛细管柱检测器端连接器
- 1. 安装毛细管柱检测器(FID)端连接器(零件号: 221-33193-91)。 毛细管接口的连接是金属之间的接触(无需任何的夹具)。

然而由于重复的拆卸安装会造成接口出现裂纹失去密封性, 就需要使用铝制夹具 (可选 附件,零件好: 221-16053-91,每包含有 50 个)夹在此位置(A)来弥补裂纹。

2. 更换毛细管柱用 FID 专用喷嘴(零件号: 221-37304-03)

SPL-14 附件包中提供了一个毛细管柱用喷嘴。使用此类喷嘴,毛细管柱末端能够插到 喷嘴中。由于直型喷嘴使用的是硅管,所以只要毛细管柱末端伸入喷嘴及时较小的移位也不 会影响性能。不同峰的拖尾和组分的吸收都能通过色谱柱安装方法的改进来避免。

如果不使用专用的毛细管柱喷嘴,较大柱径(大约 0.5mm)的色谱柱顶端会碰到喷嘴 的底端。由于安装往往达不到所需的灵敏度,最后产生拖尾现象,所以推荐使用毛细管专用 FID喷嘴。

(8) 安装色谱柱支架

色谱柱支架也包括在标准附件包中,分成两部分,一是零件11和17,另一部分是零件 18 和 20。要将色谱柱安装到柱箱中,首先要在金属网上插入定位螺栓 20,如下图所示,用 蒲公 提供的扳手拧紧螺丝。

	令件与: 221-51507-91	
	名称	零件号
11	固定臂	221-31568
12	导杆	221-31569
13	固定螺丝	221-31570
14	螺母	221-31571
15	螺杆	221-31572
16	垫圈	023-77050
17	制动器	026-66204
18	定位槽	221-31573
19	金属网	221-32145
20	螺丝, M4×8	020-46535
21	螺丝	221-34015

色谱柱支架零件 電供見 201 215(7.01

将其安装在柱箱的中央,比如风扇马达的中央,然后紧固。

当色谱柱安装到支架上之后,剩下的零件11和17用螺丝15固定在定位槽18上。固定 臂 11 (如果安装的话)的尺寸可以在 100~200mm 的范围内任意改变。

(9) 安装色谱柱

3. SPL-14 进样器的结构

SPL-14 进样器的结构如作图所示。其构造是气化室中的玻璃衬管能够从进样器一侧取 出。

注意:如果玻璃衬管向上移位的话,将会造成吹扫气路安装不正确产生鬼峰。所以需要将玻璃衬管插入气 化室底部。

注意: 拧紧螺母4保持此区域干净。如果此流路缩短的话, 将会降低吹扫效率。

	名称	零件号
1	进样针导向槽	221-34579
2	进样垫支架 A	221-32538
3	进样垫	201-47435
4	螺母	221-32539
5	密封圈	221-32540
6	O 型环	036-11013

É °£ QÃË; Ƽ±± %© ì 13381013207Á®/IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

7	垫圈支架	221-32541
8	石墨垫圈	221-15563-91
0	玻璃衬管-分流型	221-37574
9	玻璃衬管-不分流型	221-32544
10	垫圈	221-32543
11	色谱柱金属接口	221-32542
12	主机的气化室	221-32535-91

4 SPI 流量控制器的结构

4. DIL 加重工师相目知何		
编号	名称	零件号
1	GF-MF 管	201-48560-50
2	分子筛过滤器	201-36992-91
3	MM-MF 管	201-48557-30
4	电磁阀 US-5M-37	040-50271
5	M5-MF 管	221-32428-91
6	针形阀,分流	221-17482
7	针形阀, 吹扫	221-26995
8	GL-MF 管	221-31298-91
10	GF-GF 管	201-48562-20
11	缓冲管	221-34121-91
12	分子筛过滤器	221-34121-93
13	M5-GF管	221-32428-92
14	GF-GF 管	201-48562-25
5. SPL-14 的操作	X	

1) SPL-14 的控制部件如上图所示

当打开仪器的电源之后并且"进样-分析"开关处于"进样"端,电磁阀供电提示灯亮 起。此时分流气路关闭。

当使用分流状态进行分析时,在全部分析时间内都必须把开关至于"分析"。

如果使用不分流状态进行分析时,在进样时开关应置于"进样",然后走完一段时间之 后设定到"分析"。

根据下面的方法安装色谱柱之后需要进行如下操作。

2)顺时针旋转选扭,并观察载气(P₂)压力表慢慢的调节到设定值。根据表中毛细管柱的 ▶ 内径和长度的数值将压力设定到最佳值。(表中所列数值适用于使用氦气作为载气的情况。)

柱内径\柱长	25m	50m
0.20mm	150kPa	300Kpa
0.25mm	130kPa	250kPa
0.30mm	100kPa	200kPa
0.50mm	50kPa	100kPa

当压力设定到正确值后,毛细管柱内的载气线速度也会到达正确值。以上面的数值为基础, 用户可以作适当的调节。

- 3) 将开关至于"分析"。(提示灯熄灭。连接皂膜流量计,不断调解压力旋钮直到吹扫气路 和分流气路的流量分别为 5~10ml/min 和 40~80ml/min。)
- 4) 设定进样器的温度

气化室的温度对策定会产生很大的影响。过低的气化室温度会延长分析时间,降低高沸

É °£ QÃË; Ƽ±± %© ì 13381013207Á®/IJ

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

点物质的回收率。相反的过高的气化室温度会可能会在进样针尖引起蒸馏效应,降低重 复性。因此气化室温度需要根据所针对的高沸点物质和所用的溶剂来设定。一般情况下 气化室温度设定在 200~300℃范围内。

5) 设定柱温初始温度

对于不分流进样法柱温的初始温度是非常重要的。为了能充分利用溶剂效应,所以柱温 初始温度一般设定低于溶剂沸点 10~40℃以下范围内。对于某些高沸点不需要使用溶剂 效应的物质,柱温初始温度可以设定在 150~200℃稍低于所针对组分的沸点。

6) 测定等待时间

分析重复性所依赖的另一个重要因素是等待时间,也就是从进样开始直到打开分流电磁 阀之间的时间。将开关至于"进样"端进行进样之后,经过一段预先测定的时间之后才 将开关至于"分析"端。如果等待时间太短,将会损失高沸点组分,但太长的等待时间 又会造成低沸点物质的峰变宽。通过观察峰面积随时间的变化的情况,可以清楚的知道 高沸点组分进入毛细管柱的确切时间。

要克服这个问题,就需要进行适当的测定选择合适条件,比如:延长等待时间、增加载 气流量或者升高气化室温度。

通常等待时间一般在 0.5~2 分钟之间。

为了获得较好的分析重复性,每次分析时保持等待时间一致是非常重要的一点。

7) 确定尾吹气流量

如果组分流出毛细管柱之后用 FID 进行检测,加入尾吹气能够获得较好的灵敏度。就如 载气一样,氦气也能作为尾吹气。同样的区别于载气,氮气也作为尾吹气也能达到同样 的效果。使用氮气要比氦气的灵敏度稍搞一些。

如果使用其他除 FID 以外的检测器,就必须使用尾吹气,否则由于毛细管柱和检测器的 连接问题会产生峰变宽。使用的尾吹气和流量则由具体所使用的检测器和分析方法来决 定。(比如: ECD……N₂, FTD……He, FPD……N₂或 He)

8) 进样速度

当使用不分流进样时,进样时的载气流量非常的慢,一般在 1~2ml/min。因此如果将一 液体样品注入一个相对较大的空间中,样品就会立即气化并快速膨胀而朝载气流向相反 的方向移动,并滞留在载气流路的管壁上。在不分流进样方法中,使用普通的进样速度 时的进样量一般大约在1µl。如果一定要进大体积的样品,就必须进行一些浓缩,比如: 减慢进样速度和增加载气流量。

9) 选择溶剂

当分析高沸点物质时,就能够选择相对较高沸点的溶剂,比如癸烷(C₁₀)或正十四烷 (C₁₄)。如果使用这类溶剂时,即使进样速度很慢,在进样针尖上也几乎不会发生蒸馏 效应,能够获得很好的测量重复性。此外柱温的初始温度能够设定得稍微高一些,缩短 分析时间。

如果要分析一个具有多组分的宽沸点的样品,则使用的溶剂就必须低于欲分析组分的沸点。在这一类分析中,使用小体积快速进样往往能获得较好的重复性和准确度。

通常来说最好是选择直链烷烃或丙酮等等能够延长毛细管柱固定液寿命的物质作为溶剂,避免使用芳香类或强极性溶剂。

(10) 操作程序(不分流进样法)

一旦最佳分析条件决定之后(比如流量、温度条件、进样速度和等待时间),即可按照 下面的步骤执行分析操作:

- (1) 确认柱温稳定在初始设定温度。
- (2) 将开关置于"进样"处。

- (3) 使用微量注射器进样。
- 开始升温^{*}和数据的执行。 (4)
- **等待一段预先测定的时间。(直到样品移动到色谱柱。) (5)
- **将开关置于"分析"端。 (6)

必须进行设定使得柱温的初始温度保持时间要比等待时间长。

** 对于 SPL-14 这些操作都能通过时间程序来完成。(参见下面的 12。)

11) 使用分流器

更换使用于分流的玻璃衬管(3.4mm内径,一头缩小到1.2mm内径),将开关置于 "分析"端进行进样。分流比能够通过分流气路上的针形阀的旋钮来调整。在排放口连 接皂膜流量计测定分流比。

12) 使用时间程序操控 SPL-14 的电磁阀

SPL-14 使用的电磁阀连接电子线路图如下所示。

当电磁阀由主机的时间程序控制,开关置于"分析"端时,电磁阀可以根据 EVENT9 来进行开关。此时提示灯将会监视阀的运行情况。也就是说当提示灯亮起时提示仪器处 于"进样"状态,灯熄灭时提示仪器处于"分析"状态。标准时间程序的键盘操作如下 3201 图所示:

- 1. SHIFT.D PROG ENT
- 2. 2 ENT
- 3. SHIFT.D EVENT -91 ENT
- 4. SHIFT.D ESCP

通过以上的键盘操作,在进样并按下 START 键之后,仪器进入2分钟的自动分析状态。 同样的,要恢复到"进样"状态就必须进行如下的键盘操作。(也可由时间程序实现。)

- EVENT 91 SHIFT.D ENT
- 13) 操作注意事项
- (1)更换新的玻璃衬管之后,可能由于衬管表面污染或其他因素产生鬼峰。为了避免此 情况,要在分析之前进行空白试验。
- (2)沉积在衬管中的样品残余物应尽可能的用合适的溶剂除去。
- 在不分流进样时,柱温在进样时比气化室温度稍低,进行分析时应会立即升温。如 (3)果使用这种分析方法,相关部件的 PEG 材料将会由于突然升温而损坏。
- (4) 如果柱温的初始温度过低,固定液就有可能被样品溶剂溶解而流失。
- 如果分析一个宽沸点的样品,进样技术水平会对测量结果产生很大的影响。 (5)通常来说,"冷针进样法"足够适应日常的分析。(首先将进样针中的空气赶出。再 将进样针插入进样垫,按下活塞进样。5秒或进完样品之后拔出进样针。)
- 7.5 维护

日常维护

- (1)为了保护气路控制器中的针形阀,请使用分子筛过滤器。每月检查一次过滤器。
- (2) 经常用合适的溶剂清洗玻璃衬管。
- 在进行高灵敏度分析时,检查石墨垫圈。 (3)
- 某些溶剂会损坏色谱柱的固定相。 (4)
- (5) 色谱柱的前端由于重复的不分流进样往往会造成固定相流失,导致峰形变差。此时 可以将柱的前 50cm 切去,或在柱前再接一段色谱柱。

故障排除

征兆	对策
低沸点物质峰形扩展	降低柱温初始温度

Éϰ£ÒOÃË;Æ4/±± 3/6° ì 13381013207Á®/Ű

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®¼Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

	选择高沸点溶剂代替	
	换柱	
	延长运行时间	
言) # 上梅氏山坡亦 1	升高气化室温度	
局滞 品 彻 质 出 峰 受 小	增加载气流速	
	毛细管柱插入气化室的位置过深	
	增加分流比	
溶剂峰拖尾	增加吹扫流量	
	减慢进样速度	
	检查石墨垫圈	
	增加吹扫流量	
出现鬼峰	清洗玻璃衬管	
	清洗载气流路	
	在载气流路中加装分子筛	

8. 流量控制器

GC-14B的流量控制是由分开的几个部件来控制的。以下将作详细地描述。

8.1 概述

氢气和空气用来满足火焰离子化检测器的燃烧,载气用来满足仪器的需要。载气流量的 准确度直接影响到分析结果的准确性,所以流量控制器是气相色谱中的重要部件。

作为外设的流量控制器能够允许用户对对流量进行调节以便达到最佳分析结果,另外也 能有更好的扩充性。

8.1.1 1X 益所使用的气泡	8.1.1	仪器所使用的气体	木
------------------	-------	----------	---

检测器	气体种类	纯度
热导池检测器 (TCD)	载气	99.99%
热导池检测器是利用载气和样品气	氦气(最佳)	
体的热传导系数的不同进行分析的,	氢气(小心操作)	
所以必须选用与样品不同的载气。	氮气 (可以使用,但灵敏度较低)	
氢火焰离子化检测器(FID)	载气	99.99%
除载气外还需要氢气和空气,载气与	氮气(最佳)	
氢气混合,然后在空气的环境下燃	氦气 (可用)	尽可能使用高纯
烧。	燃烧气	度气体。空气去
	氢气	水后,应通过无
	空气	油处理。
火焰光度检测器(FPD)	同 FID	
火焰热离子检测器(FTD)	载气	是用钢瓶装的空
	氦气(最佳)	气
	氮气 (可用)	
	其他同 FID	
电子捕获检测器(ECD)	氮气	99.999%

8.1.2 高压气体钢瓶的注意事项

高压气体钢瓶可作为气体的来源。操作时请参照供应商提供的注意事项和使用手册,以 免发生危险。

(1) 请将钢瓶置于室外通风处,避免阳光直射,用管子连接到室内使用。在某些国家使 用液化气体就必须强制按照相关标准操作。

- (2) 气体钢瓶的温度必须保持在 40℃以下。必须远离明火 2 米以上。
- (3) 使用高压钢瓶时,载气启动仪器之前请先确保钢瓶通风良好,并用皂膜检查是否有漏气。在可燃气体(比如:乙炔、氢气和丙烷)或助燃气体(比如:氧气、氧化亚氮)5米范围内严禁吸烟和明火。准备灭火器。
- (4) 安装护栏或类似装置以免钢瓶翻倒。液化气体钢瓶(乙炔、丙烷、液化碳酸、氧化 亚氮等等)严禁横卧。
- (5) 氧气钢瓶必须使用无油减压阀。确保管子和其他接触氧气的部分无油。
- (6) 使用完毕之后立刻关闭钢瓶总阀。
- (7) 至少每三星期检查一次压力表。
- (8) 本公司专门制作了一块铝片用来提醒用户使用氢气时的注意事项。如果用户需要的话,可以联系我们。我们免费赠送。
 请注意查询用户当地的高压钢瓶的使用法规。存储器体的总量或压力上限都是有限的。

使用氢气时请注意以下的事项。

警告: 使用氢气时的警告

- (1) 使用完毕之后请关闭钢瓶总阀,并确保钢瓶不漏气。
- (2) 检查从钢瓶到仪器的所有管路和接口,确保没有漏气现象
- (3) 请将氢气钢瓶置于通风良好没有明火的防暴场所。)
- (4) 完成操作之后立即关闭氢气钢瓶,在进行下一步操作之前关闭其他附件的电源。
- (5) FID 检测器不用时,在色谱柱和检测器之间安装屏蔽帽。

8.2 流量控制器的组件

流量控制器能够分开调节每一路气体的流量。以下型号的流量控制器都能够对内部的气路进行调节。

a. CFC-14PM

此类型的流量控制器提供一个总的载气流量计和一个载气调节器,两个 FID 用气体压力调节器,每路气体都设有一个压力表。

b. CFC-14P

此类型的流量控制器提供两个载气调节器,两个 FID 用气体压力调节器,每路气体都 设有一个压力表。

c. 其他类型

其他型号的描述参见第 8.2.3 节

1kPa = 1.02×10^{-2}

 $1 \text{ kgf/cm}^2 = 98.1 \text{ kPa}$

8.2.1 CFC-14PM 型流量控制器

此类流量控制器能够控制载气的流速(流量控制),最适用于单流路的填充柱。

应用实例一——填充柱

当载气的流速调节到恒定值时(流量控制),进入检测器的载气流速必须稳定在恒定值, 否则检测器的灵敏度会随着柱箱程序升温柱压改变而变化。

如果不使用程序升温的话,可以直接调节载气的压力(通过压力调节器),因为在分析时柱温保持恒定载气流速不变。压力调节最适合改变柱内体积的情况比如:柱上的气体进样阀。通过调节阀的开关能够改变压力,另外压力对基线波动的影响也是很小的。

应用实例二——填充柱和 TCD 检测器

TCD 检测器参比气路的排布可按下面的方法进行

- 参比气路通过与主压力调节器的支管相联接的 A 部件连接到参考柱。某些情况下,设定的压力值在 P₁的读数应比 P₂ 高至少 50kPa。
- 2. A 部件处的支管与部件 H 相连,参比气路与部件 B 和 C 相连,利用 FID 氢气的压力控制器。
- 3. GC-14A 的仪器为 TCD 检测器提供了参比管(零件号: 221-33431-91)作为参比柱的代替。参比柱在 50kPa(氦气)的压力下的流量为 40ml/min。

应用实例三——双流路和双柱

安装了双流路双柱系统之后,就需要并联使用两个 CEC-14PM 流量控制器。这样才是一个完整的双流路双柱系统。

8.2.2 CFC-14PP (零件号: 221-41805-91) 型流量控制器

此类流量控制器能够控制载气的压力(压力控制),最适用于毛细管柱分析。 注意:载气压力控制器 P1 的出口安装了一个参比管(与氢气流路中的相同)。气体从出口

到达参比管,如果使用氮气 50kPa 的压力的流量为 40ml/min。

应用实例一——毛细管柱

CFC-14PP 型载气流量控制器提供一个压力调节器和尾吹气压力调节器。气体入口采用分开设计。如果使用的载气和尾吹气气体相同,就可以使用提供的支管将气体一分为二成为载气和尾吹气。

如果使用 FID 检测器,尾吹气将和 FID 的氢气在流量控制器或是色谱柱的出口混合。 当然两种情况效果相同。尾吹气能够减少接口处的死体积,混合体积将会随着接口的大小而 改变。

8.2.3 其他类型的流量控制器

其他类型的流量控制器的连接方式与压力调节型或流量调节型在出口处的区别在第 8.2.1 和 8.2.2 中有述。这些流量控制器为可选零件,可以作为第 8.2.1 和 8.2.2 中的控制器的 替代品。(FPFC-14 流量控制器是 FPD 检测器的标准配置。)

- (1) CFC-14型载气流量控制器,零件号 221-32233-91 本控制器包含了一个主压力控制器和两个流量控制器。仪器也另外提供了一个空闲 位置用于安装一个压力控制器和压力表。
- (2) FID 流量控制器 FFC-14 零件号 221-32234-91 用于 FID 的空气和氢气调节器。
- (3) FPFC-14 型流量控制器,零件号 221-32235-91

FPD 的流量控制器只有氢气和空气的调节器。

8.3 规格

> 总体尺寸

气体进出口部件的尺寸

压力调节器

名称	压力调解范围	最大输入压力	准确度	最大流量
2K 压力调节器	10,2001	2001/De		
零件号 221-18150-91	10~200kPa	SUOKPa	絵》匡力波动小王 10/	11 /min
6K 压力调节器	10.6001 D ₂	2001-Da	制八压刀扳列小丁1%	
零件号 221-18150-92	10~000kPa	ouukPa		

流量控制器	输入压力	准确度	最大流量
零件号 221-32238-91	500kPa	80% 压力波动小于	200ml/min
		1%	

˰£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®∕Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

8.4 结构和零件表

流量控制器外壳

1	221-31746	外壳
2	221-31747	底盘
3	020-37043	M3 螺丝
4	221-31748-09	面板,CFC-14PM
	221-31748-08	面板,CFC-14PP
	221-31748-04	面板, CFC-14
	221-31748-05	面板, FFC-14
	221-31748-06	面板,FPFC-14
	221-31748-01	面板,平板

压力调节器和流量控制器流路部件

压力调节器流路 零件号 编号 零件名称 1 221-18150-92 6K 压力调节器(载气用) 221-18150-91 2K 压力调节器(载气用) 2 670-18558-14 1000kPa 压力表 670-18558-13 600kPa 压力表 670-18558-12 300kPa 压力表 200kPa 压力表 670-18558-11 3 221-31739-93 PG-MF-MF 管 MF-MML-17 管 4 221-09864-18 5 201-30211-02 垫圈 螺母 201-46833 6 7 缓冲管插槽 221-31745 缓冲管 8 221-19502-08 9 201-35584 (20pc/包) 橡胶垫(可利用进样垫) 10 201-48386 支管

流量控制器流路部件

	零件号	零件名称
1	221-32238-91	流量控制器和过滤器

缓冲管9和橡胶垫9只在氢气和尾吹气流路中才使用。

FID 和 FPD 空气流路压力控制器

编号	零件号	零件名称
1	221-18150-91	压力调节器(2K)
2	670-18558-11	200kPa 压力表
3	221-31738-92	PG-MF-MF- ∲2 管
4	221-09864-18	MF-MML-17 管
5	201-30211-02	垫圈
6	201-46833	螺母
7	221-31745	缓冲管插槽
0	221-19503-08	缓冲管(用于 FID 空气)
0	221-19502-06	缓冲管(用于 FPD 空气)

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

9	201-35584(20pc/包)	橡胶垫(可利用进样垫)
10	016-31350-07	硅橡胶管 1×3×250mm
11	221-32848	轴
12	201-30248	弹簧
13	221-32849	销

9. 毛细管柱的安装(可选)

9.1 毛细管柱支架 CLH-14 (零件号: 221-32995-91)

9.1.1 概述

CLH-14 毛细管柱支架能够将装备填充柱的仪器(GC-14B、GC-15A/16A)改变为分流/ 不分流毛细管柱配置。此支架能够安装小口径(0.1mm)、中口径(0.22mm)、半大口径 (0.33mm)和大口径(0.53mm)的熔融弹性石英毛细管。可安装的最大外径的毛细管柱为

兼杰

 $0.8 mm_{\,\circ}$

9.1.2 规格

(1) 最大色谱柱盘绕直径: 22cm

(2) 最大柱长: 50m

(3) 最大柱外径: 0.8mm

(4) 柱类型:含有定位圈的熔融弹性石英毛细管柱

(5) 适用仪器: 岛津气相 GC-14B、GC-15A、GC-16A、GC-12A 和 GC-7A。

9.1.3 结构

此支架包括:分流器、分流比调节器和色谱柱连接组件。所有组件分别列于图一和表一中。

	编号	零件名称	零件号	数量	备注
	1	气化室玻璃衬管 0.8	221-32998-01	1	
	2	石墨垫圈 5mm	221-15563-91	1	注1
	3	▲ 分流器接口	221-32480-91	1	注2
分流器	4	石墨垫圈 0.5	221-32126-05	1	注3
17	5	毛细管柱接口螺母 (开槽)	221-32705	1	注4
-K-X-V	6	色谱柱支架	221-31567-91	1	
-155	7	针形阀支架面板	221-33001	1	
	8	缓冲器	221-32997	1	
	9	MS-5A 过滤器	221-32996-91	1	
	10	螺母	201-46833	1	
	11	垫圈	201-30211-02	1	
公流比调若哭	12	针形阀	221-17482	1	
刀がにレいり日前	13	旋钮	037-02401-01	1	
	14	SUS 螺钉 M4×16	020-46511	4	
	15	石墨垫圈 4mm	221-23160	1	
	16	边环	221-21922	1	
	17	背环	221-23161	1	
	18	螺帽 M4	201-30008-04	1	
检测器连接器	19	玻璃衬管(检测器用)	221-33000	1	

CLH-14零件列表(221-32995-91)

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®¼Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

康杰

	20	石墨垫圈 5mm	221-15563-91	1	注1
	21	分流器接口	221-32480-91	1	注2
	22	石墨垫圈 0.5	221-32126-05	1	注3
	23	毛细管柱接口螺母 (开槽)	221-32705	1	注4
	31	MF-MM 250 管	201-48557-25	1	
CC 14D 由 如 细	32	GL-MF	221-31298-91	1	
GC-14B 內前组 併	33	螺母	201-48464	1	
14	34	MF-MM 700 管	201-48557-70	1	
	35	CLH-14 面板	221-33464	1	

注1: 作为标准配件,提供一套5mm石墨垫圈②和4个(20)。

注 2: 作为标准配件,提供两个分流器接口③和(21)。

注 3: 作为标准配件,提供一套 0.5mm 石墨垫圈④和(22)。

注4:作为标准配件,提供2个毛细管柱接口螺母⑤和(23)。

9.2 毛细管柱流路组件	
以下组件均用于毛细管柱流路。	
零件名称 (零件号)	用途举例
(1) 毛细管柱转接器, 221-32480-91	使用标准填充柱气化室连接毛细管柱时就必 须在玻璃衬管末端使用转接器。
 (2)毛细管柱用石墨垫圈(1套含十个) G-0.5 221-32216-05 G-0.8 221-32126-08 	附于玻璃衬管上的石墨垫圈 A 的零件号为 221-15563-91(一套含四个)
(3)毛细管柱螺母 开槽(大) 221-32705 不开槽 221-16325-01	
(4) 双柱转接口, 221-32485-91	可同时安装两根毛细管柱。参见下面的安装 实例。
(5) SPL-14 用双柱转接口, 221-33487-91	如果 SPL-14 进样器的毛细管柱接口 (221-32547-91) 换成此类型转接口,则一个 气化室能够同时安装两根毛细管柱,参见 (4)。
(6)C-MM-MF转接口连接器, 221-32489-91	此转接口允许用户加装一根 5mm 外径的玻 璃管。玻璃柱连接器, 221-15561-91。
(7) C•C-MM-MF 转接口连接器 221-32491-91	
(8)检测器端支管连接器, 221-32515-91	毛细管柱出口的支管连接器连接到两个检测 器。支管中也可通尾吹气。
(9)MM 螺母, 221-32510	外径 5mm 的玻璃管。玻璃柱用石墨垫圈。毛 细管柱转接口。
(10) C-MM 转接口连接器, 221-32490-01	无吹扫气得转接口连接器(6)和(7)连接
(11)C•C-MM 转接口连接器, 221-32491-92	5mm 玻璃管和毛细管柱。
(12) C-MM 喷嘴转接口, 221-32509	此接口适用于毛细管柱
(13) C-GN 喷嘴转接口, 221-32508	

8.3 毛细管柱流路组件

8.3.1 并联毛细管柱流路组件

SPL-14 毛细管柱系统

双柱零件系统(用于 SPL-14)零件号: 221-33293-91

编号	零件号	零件名称	数量
1	221-33487-91	双柱转接口	1
2	221-32543	铝制垫圈	1
3	221-16325-01	螺母	4
4	221-32126-05	石墨垫圈 G0.5	1(10片)
5	221-33193-91	检测器端转接口	1
6	201-48386	尾吹气支管	1

注意: 如果要在单通道的 GC-14B 中安装此流路, 就需要为 2 号检测器加装 CFC-14PP (221-41805-91) 或 CFC-14PM (221-41806-91) 流量控制器。

CLH-14 毛细管柱系统

双柱零件系统(用于 CLH-14) 零件号: 221-33494-91

编号	零件号	零件名称	数量
1	221-32485-91	双柱转接口	1
2	221-15563-91	石墨垫圈(色谱柱用)	1(4片)
3	221-16325-01	螺母	4
4	221-32126-05	石墨垫圈 G 0.5	1(10片)
5	221-33000	玻璃衬管(检测器用)	1
6	201-48557-70	MF-MM 700 管	1

注意: 如果要在单通道的 GC-14B 中安装此流路,就需要为 2 号检测器加装 CFC-14PP (221-41805-91)或 CFC-14PM (221-41806-91)流量控制器。

8.3.2 双检测器流路

毛细管柱用

检测器端支管零件号: 221-33495-91

	编号	零件号	零件名称	数量
		221-32515-91	支管接口,检测器	1
	- 2	221-33193-91	检测器端转接口	2
	3	221-16325-01	螺母	6
X	4	221-32126-05	石墨垫圈	1(10片)
/	5	221-25964-02	FQ 管	2m,切取适当的长度使用
	6	221-32508	C-GN 转接口	1
	7	201-30006	GF 螺帽	1
	8	201-30050	WG 垫圈	1
	9	201-48563-70	GM-MF 管	1

尾吹气流路

1. 安装毛细管柱时应保证柱伸出转接口大约 2mm。

2. 使用氢气的检测器可使用氢气作为尾吹气减少死体积。

- 3. ECD 检测器必须使用尾吹气。
- 4. 尾吹气由支管提供,吹扫毛细管柱末端的接口。

5. 如果尾吹气过小无法达到检测器的最佳灵敏度,可以在氢气流路中增加尾吹气。(参见

使用手册中第7章的7-7页。)

- 热导池检测器(TCD)
 本章节将主要介绍TCD检测器的结构和操作。
 此检测器集成于主机中,在运输之前已经调试完毕。
- 11.1 概述
- 11.1.1 操作原理

载气通常是氦气流过热导池里的加热的热丝,由于样品的导热系数比载气来的小,因此 样品带走的热量要比载气来的小。色谱仪测定由于温度升高所造成的热丝电阻值的变化而获 得色谱图。

11.1.2 主系统组件

GC-14B的TCD检测器的组成如左图所示。

	~
V)////	
KXK-	
V)	
	V) V)

标准附件

	零件号	数量
SUS 色谱柱转接口 气化室端	221-14087-91	2
SUS 色谱柱转接口 检测器端	221-10079-91	2
石墨垫圈(×10)	221-10076-91	1
色谱柱接口	221-10078-91	2
缓冲管	201-48560-70	1

11.1.3 性能参数

检测器: 铼钨丝 (大约为周围环境温度的 100 Ω 倍)。4-元素半散射载气类型不同亦有 区别。

温度上限: 399℃

电源: 根据控制器类型而定

电流: 0~2mA (步进 1mA)

极性选择:(如果使用氦气,进样器选择1时极性选择 INJ1 (+)。)

零点调节:组调和细调

内建的热丝保护系统

灵敏度: 大约 6000mV•ml/mg(因样品和操作条件而异)

注意: 以上参数适用于内建在仪器内部的并且在厂内已经调试完成的检测器。

11.2 结构

TCD 池体:

TCD 池①位于温控的铝壳中。TCD 的输入端由导向管和色谱柱的出口的转接口⑤相连。 出口连接主机左侧的管道④。

1	TCD 池体	201-40034	提供四元素热丝
2	TCD 加热器 100V	221-32974-91	
	220V	221-32974-93	
3	铂感应器	221-06625-93	

Éϰ£ÒQÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®¼Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

4	TCD 排放口	221-13964-91	
5	色谱柱接口 FLOW1	221-32577-91	
	FLOW2	221-32577-92	
6	衬套	221-23552	
7	垫圈	201-30211-02	
8	螺母	201-46833	

TCD 控制器:

① 开关: TCD 开关

② 零点调节: 粗调

③ 零点调节:细调

3381013201前标 ④ 零点提示灯: 当零点位于大约+10m/以内,此灯亮起。

⑤ 过流保护提示灯:当过流保护系统启动时,此灯亮起。

⑥ 极性提示灯:色谱图由 FLOWI 端输出,则为 INJ1 (+)

⑦ 连接终端: 1~4: TCD 信号输入

5,6:温控铂感应器

7,8:触发三极管驱动信号

- ⑧ 输出连接器
- ⑨ 主机连接器
- ⑩ TCD 电源连接器
- 温控触发三极管,变压器
- ① 温控触发三极管, 221-32896-96 TCD 加热器电源控制部件
- ② TCD 变压器, 221-32253-30 (230V)

221-32253-91 (其他电源

TCD 控制器电源变压器

11.3 TCD 检测器的安装

TCD 检测器在出厂运输之前已经集成于主机上。此处所示的安装程序适用于以后的日 常维护。

11.3.1 安装 TCD 池体

TCD 池体安装于柱箱上的检测器单元的后部。此检测器通过感应细微的温度差异来获 得色谱图。检测器需要仔细的安装确保隔热。

安装程序:

- (1) 拆卸检测器的外壳和隔热材料,显露出铝制加热器。参见图上的A。
- 将 TCD 池体 C (连同提供的色谱柱连接管) 定位于柱箱上的检测器单元的右手边。 (2)(为了使此操作简单,可以从柱箱上拆下安装底板 D 并将其装于后面板处。)
- 将色谱柱接口F装入检测器孔E中,从柱箱侧安装衬套、垫圈和螺母。 (3)
- (4) 用管夹夹住检测器,使得管道系统能够靠近检测器。用铝箔(也可用烹调铝箔)覆 盖检测器,填充隔热材料。
- 11.3.2 安装 TCD 控制系统

TCD 控制系统位于柱箱右侧的控制单元处。通常情况下安装在第一位置。

步骤:

- (1) 卸下控制单元的前盖,侧面板和后面板。从用户一侧插入控制系统将其装在上部, 用 M4 螺丝固定前面板和垫圈。
- (2) 连接 40P 信号线。

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

小心: 当电源打开时未连接 40P 信号线,将无法进行控制。TCD 将会发生过载。

- (3) 连接从变压器输出的导线。
- (4) 将终端插入后方的插槽。
 - * 如果将控制系统安装在第二位置,在进行高灵敏度分析时信号将会受到风扇马达的店 噪声的影响。(在 TCD 电流在 200mA 时脉冲噪音约为 5μV。)
- (5) 根据图 11-7 将接地线连接到后面板上。
- 11.3.3 安装 TCD 电源变压器和温控触发三极管

TCD 的触发三极管安装在后面板处,变压器则安装在安装平台的后面板里。

11.4 载气流路

由于 TCD 是浓度型检测器,所以进入 TCD 的载气流量必须恒定。程序升温必须与流量 控制器连用。

流路示意图如下

一下的方法1或2都能建立TCD的参考流路。

- 1. 将压力调节器后的 short-circuit 管 A 连接到参考柱*。在此状态下, P₁ 的压力必须高于柱 进口压力 P₂50kPa 以上。
- 2. 将 short-circuit 管 A 连接到 H,则参考流路从 B 开始利用了 FID 检测器的氢气压力调节 器。
- * 当使用选择性参考柱之后则可使用填充参考管, 221-33431-91。

在双流路或双柱条件下,就需要两个 CFC-14M 流量控制器才能建立。

- 11.5 操作
- 11.5.1 温度设定

要设定 TCD 检测器的温度,只需先按下 S.DOWN TCD 键,输入所需的温度,最后按 下 ENT 键。此检测器的温度上限为 399℃,实际使用温度不能超过此数值。请确保检测器 的设定温度高于柱温 20~50℃(高于柱温的最高温度)。

如示意图所示,TCD分析单元分别控制气化室温度和柱-检测器温度。想要设定气化室 温度,只需先按下 INJ 键输入需要的温度值之后按下 ENT 键即可。想要设定柱-检测器温度, 只需先按下 DET.T 键输入需要的温度值之后按下 ENT 键即可。

11.5.2 桥电流的设定

TCD 热丝的桥电流值可由键盘进行设定。由于 TCD 检测器通常安装在 4 号检测器位置,则键盘操作如下 DET 4 ENT CURR 100 ENT。(此时桥电流设定值为 100mA。)

桥电流的设定范围是 0~100mA,间隔 1mA。桥电流的使用上限因载气的导热系数而不同,如左图所示,实际设定时清参考。

灵敏度:

检测器的灵敏度随电流的大小而变化。如果灵敏度较小,可以在使用范围内适当提高桥 点流值*。

注意过高的桥电流会增加热丝的温度、缩短其寿命,产生噪音或基线漂移。

*如果在分析时改变桥电流,则需要一段时间才能使仪器稳定。

11.5.3 极性的选择

当使用1号进样器进样时,输入1就能直接记录对应的信息,选择2号进样器也相同。

DET	4	ENT	POL	1	ENT
DET	4	ENT	POL	2	ENT

11.5.4 零点的调整

通过旋转 TCD 控制器面板上的两个旋钮来进行基线零点的调整。

11.5.5 检测器的开/关

当不使用 TCD 检测器时,请关闭检测器这样就能保证热丝无电流通过。

如果 TCD 检测器打开,在启动仪器时过流警告灯会亮起。此时可以按下 CE 键,使用 键盘输入正确的桥电流。

11.5.6 TCD 热丝保护系统

在更换进样垫或钢瓶时会有部分的空气进入 TCD 检测器,保护系统会停止供电防止热 丝烧毁。此时屏幕显示"OVER TCD",过流警告灯亮起。此时请用合适的载气并将皂膜流 量计连接到 TCD 排放口检测流量,使用 CE DET 4 CURR 100 ENT 重新输入桥电流。如 果以上的操作仍未能使过流警告灯熄灭,则需要减少桥电流。

注意: 当过流警告灯亮起:

此时桥电流自动变为0mA,请用户重新输入桥电流。按下CE键能够取消过流警告灯, 但对桥电流无影响。

n 设定桥电流:

确认输入的桥电流在检测器的容许范围内。

停载气: n

在更换进样垫或色谱柱等情况下需要停载气时,必须将桥电流设定为0mA。 改变载气类型: n

在检测器供电之前更换载气类型。

	现象	可能的原因	检查和修正
	1. 没有桥电流	a. TCD 控制器开关未打开。	a. TCD 控制器开关打开
		b. 过流警告灯亮起。	b. 找出起因重新设定桥电流。
		c. 热丝熔断。	c. 断开终端的导线, 进行检查。
		d. 控制单元损坏。	d. 修理或更换。
	2. 不出峰	a. 没有载气通过。	a. 检查 TCD 排放口。
		b. 气体泄漏。	b. 进行气体泄漏检查。
		c. 信号超过满量程。	c. 调零。
		d. 灵敏度太低。	d. 检查桥电流值, 和样品的进
		e. 样品被吸附。	样量。
	[]	f. 无法进行数据处理。	e. 重复进样。
	= KEL		检查分析条件。
			f. 检查信号传输和操作命令。
	3. 基线不稳定	a. 使用的电源电压不稳。	a.使用仪器和示波器进行检测。
		b. 无法进行数据处理。	b. 检查输入信号和命令操作是
_		c. 信号线连接错误。	否有误。
		d. 气体泄漏。	c. 摇晃信号线。
		e. 检测器污染。	d. 进行气体泄漏检测操作。
		f. 管污染。	e. 用溶剂清洗。
		g. 柱污染。	f. 更换管。
		h. 气化室污染。	g. 更换或老化色谱柱。
		i. 载气的纯度。	h. 溶剂清洗。
		j. 流量控制器(或压力调节器)损坏。	i. 更换或清洗过滤器。
		k. 受空调影响。	j. 更换流量控制器(或压力调
		1. 流路净化系统失效。	节器)。
		m. TCD 池体损坏。	k. 关闭空调。

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®¼Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

	n. TCD 控制器损坏。	1. 更换净化系统。
		m. 更换。
		n. 维修或更换。
4. 产生噪音	a. 电源噪音	a. 更换电源或加装稳压器
	b. 数据处理失败	b. 检查输入信号和命令操作是
	c. 灵敏度过低	否有误。
	d. 零点调节器损坏	c. 检查桥电流和进样量
	e. 强电磁场干扰	d. 更换
	f. TCD 热丝污染	e. 将仪器移至他处安装或排除
	g. 仪器摇晃	干扰源
	h. 数据处理受到强电磁场干扰	f. 清除污染或更换
	i. TCD 池体损坏	g. 检查风扇马达
		h. 排除干扰源
		i. 更换
5. 峰变宽	a. 载气流量过小	a. 增加载气流量
	b. 柱温过低	b. 升高柱温
	c. 存在死体积	c. 检查色谱柱的接口
	d. 柱效变差	d. 更换或老化色谱柱
	e. 选错柱(类型或柱长)	e. 更换色谱柱
	f. 气化室或检测器温度过低	f. 升高气化室或检测器的温度
6. 峰变尖	a. 载气流量过大	a. 减小载气流量
	b. 柱温过高	b. 降低柱温
	c. 柱效变差	c. 更换或老化色谱柱
	d. 选错柱(类型或柱长)	d. 更换色谱柱
7. 峰拖尾	a. 玻璃衬管损坏	a. 更换
	b. 进样量过大	b. 检查桥电流和进样量
	c.选错柱	c. 更换色谱柱
- 1	d. 气化室污染	d. 溶剂清洗
8. 出现鬼峰	a. TCD 池体损坏	a. 更换 TCD 池体
	b. 上次分析时遗留物质出峰	b. 老化色谱柱
388	c. 样品分解(反应)	c. 检查分析条件和样品存储方
× 1×-	d. 玻璃衬管污染	法
	e. 进样垫穿孔	d. 清洗衬管和气化室
1		a 再拖进栏执

12. 氢火焰离子化检测器 (FID)

本章节将集中介绍 FID 的结构和操作。此检测器在工厂或安装时已经集成在主机中。

- 12.1 概述
- 12.1.1 运行原理

当有机化合物在氢火焰中燃烧时,会产生离子。通直流电的电极捕获这些离子,并用电位计进行测定。

12.1.2 主要系统组件

GC-14B的 FID 检测器主要包括以下组件。

A: FID 控制单元(电位计),零件号 221-23820-96 (230V)

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®∕Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

			221-23820-9	92 (115, 220, 240V)				
	B:FID 池伯	体,零件号	221-32361-91(包括安装部件)				
	C: 高压电	缆,零件号	221-23710-94					
	注意: FID 控制	Ⅰ单元 "A"	需要单独对 FID 池体标号"B	"和"B'"进行控制。要测定 FID				
	池体信号 B 和 E	3'的差异,	清将信号线连接到 FID 控制器	A上。				
	标准附件:							
	点火器	f 670	-12584 1					
	电池	1 074-70010 1						
	SUS 色	• 谱柱转接[口,检测器端 1(双通道需要问	两个)				
	12.1.3 规格							
	FID 池体							
	气化室	:	玻璃衬管型/柱上型					
	FID (氢火焰离子	化检测器)					
	收集极	k:	圆柱形	Zita				
	极化电	1压:	$\pm 200 V$					
	最低检	测量:	3×10 ⁻¹² g/sec(联苯)					
	线性范	围	10 ⁷					
	操作温	l度上限:	400°C					
	点火器	: ;	热丝外置,适用于各个气路					
	喷嘴:		石英					
	电位计		C					
	范围:		10^0 , 10^1 , 10^2 , 10^3					
	极性选	择:	INJ1 (+), INJ2 (+)					
	粗调零	之位:	$\pm 6.4 \times 10^{-10}$ A					
	基线提	示灯:	$\pm 10 \text{mV}$					
	最大灵	敏度:	1×10 ⁻¹² A/mV(全比例)					
	线性:	A)	10 ⁵ 分钟					
	背景补	、偿:	NORM 位置 ±8×10 ⁻¹⁰ A					
	L'I		EXT 位置 不相关范围内 1	024 衰减±80%				
	键盘设	定:	范围、极性选择					
_	电位计	设定:	粗调零位,开关					
X	FID 开	关:	在关闭开关之前关闭状态尤法	进行输入和维护设定。				
	12.2 结构							
-	12.2.1 FID 池体		L-11.	7.4.5				
-	编号		名称	零件号				
	1		帽	221-22830				
	2	1	信号线	221-21912-92				
	3	甲	极(包括2、4 和 5)	221-21906-94				
-	4		収集极	221-21911				
-	5		地球物	221-21910				
-	6		局 <u></u> 」出現	221-21925-92				
-	7		喷嘴	221-21920-91				
	8		喷嘴基座	221-21917-94				

12.2.2 电位计

(1)	~ 位调节:	± 6.4	$\times 10^{-10}$ A		
2	开关:	关闭即	寸无法输)	l l	
3	基线提示灯:	在±1	0mV 范围	内亮起	
4	衰减提示灯:	10^0 , 10^1 ,	10^2 , 10^3		
5	极性提示灯:	INJ1	(+)	使用1号进样器时	
		INJ2	(+)	使用2号进样器时	
6	40 针连接线	: 控制作	言号		
\overline{O}	信号输入:	连接到	到 FID 池位	本的收集极	
8	高压输出:	经过	FID 和高日	E电源线连接到 FID 的电	极上
9	背景选择开关	矣: ↑NO	RM↓EX	Г	
(10)	饱和提示灯:	输出走	迢过 1V 时	亮起	
		名利	尔	零件号	备注
	VR	7276M	100K	054-22850	用于零点调节
	SW2	KSD1-2-0	-LL-DC	064-50641-13	用于开关 SW
		LED GL	.3PR2	061-78037-07	用于提示灯(红色)

10

LED 用于提示灯 (黄色) 061-78039-02 LED 3HY2 用于背景选择 SW 划块 SW1 064-16035-02 Κ 衰减选择 弹簧继电器 065-63426-02

12.3 安装 FID 检测器

FID 池体的安装

安装步骤:

1) 卸下检测器外壳和隔热材料,安装绝缘套管①,从上部插入 FID 池体。

2) 用色谱柱一侧的固定套管②、垫圈③和螺母④固定住池体。

3) 将氢气和空气的输送管穿过隔热材料①的凹槽,并使管道从检测器后部穿出。

4) 将高压电极与检测器加热器分开, 在加热器外部填充隔热材料。

5) 填充隔热材料。此时要避免 FID 的电极被灰尘污染。

6) 安装电极

注意:如果将 FID 安装在左侧第二个位置将会干扰 TCD 检测器,此时需要更换绝缘套管①, 零件号 221-32978。(TCD 标准附件)

安装零件

- ① 绝缘套管, 221-22542 ④ 螺母, 221-46833
- ② 套管, 221-23552 ⑥ 池体帽, 221-22830
- ③ 垫圈, 201-30211-02 ⑦ 保护器, 221-32362

安装 FID 控制器

安装步骤:

1) 拆下仪器右侧电子控制单元的顶盖、侧和后盖,从上面进行安装并用 M4 螺丝和垫圈进 行紧固。

2) 将 FID 控制器的接地线(终端后面的绿色线)连接到后面板上。

3) 插入40 针板卡。

4)将 FID 信号输出线(如果使用单 FID,则只需要连接一根线)连接到高压线上。高压线 的末端分成1和2号。当使用单FID时只需要连接1号,选择极性1时此处就会输出信号。 12.4 操作

12.4.1 FID 控制单元

(1) 范围的设定

用键盘选择电位计的灵敏度。

将峰放大 10 的次方倍。灵敏度将按下面的次序逐渐变小 1→10¹→10²→10³。从键盘 输入需要的指数。例如需要使用 1 号检测器范围为 10 时,可以按顺序输入 DET [] ENT
RANGE [] ENT。要设定范围为 1,可以输入 0。一旦选中 1 号检测器,如果没有重新选择 检测器的话,之后的操作都对应 1 号检测器。如果没有输入 DET [] ENT 而是直接输入
RANGE [3] ENT 改变范围或极性的话,1 号检测器的范围将变为 10³。设定将显示在检测器 控制面板上。如果需要在键盘面板上进行显示,只需要按下 RANGE 键。

当 FID 检测器输出信号超过 1V 时,饱和提示灯亮起。此时的输出信号则限制为 1V。 因此在这种情况下定量是无法进行的。如果需要进行定量,就需要选择合适方法比如:稀释 样品或改变分流比。

(2) 极性的设定

可以通过键盘输入来设定极性。使用1号柱则应选择极性1,反之则选择2号。比如:输入DET [] ENT (如果已经选择了DET1,就无需输入)POI [] ENT,则接收从1号检测器输出的信号。设定的情况可以通过FID 控制器面板上的提示灯来显示。INJ1 (+)灯亮起代表信号从1号输出。如果需要在显示屏上显示设定,只需输入POI ENTER。

(3) 背景状态选择

背景状态选择器安装在 FID 控制器的 PC 板上。如果 FID 背景值过大以至于无法通过零 位调节来进行调零,请将背景状态选择开关置于"EXT"来测定不稳定的程度。此时由于色 谱柱老化时间不够或气路污染将会使输出信号非常大。

12.4.2 氢气和空气的流量设定

检测器的灵敏度取决于载气(氮气)、氢气和空气的混合比。最佳的混合比能够获得最大的灵敏度。

3mm 内径的色谱柱流量设定如下:

- 载气 (氮气) 60ml/min (40~60ml/min)
- 氢气* 50ml/min (30~60ml/min)
 - 500ml/min
- * 氢气压力请勿超过 100kPa。

氢气和空气的流量可以通过压力旋钮来调节。下面的压力一流量曲线可以在设定载气时 用来换算。(空气 50kPa→500ml/min,氢气 60kPa→47ml/min)

12.4.3 流量测定

空气

氢气和空气的流量可以通过外接的流量计来测定

12.4.4 FID 的点火

在氢气和空气混合比例符合分析时不易点火。要点火可先将空气流量调小,点火完成之 后在调节空气流量到需要值。

当点火器接近 FID 帽外不时(如图所示),按下点火键。

注意: 点火时, 点火器会产生响声。

点火时,请勿将点火器触碰 FID 外帽或收集极。请远离以上部件 5mm 以上。在分析时请勿使用点火器。

12.4.5 减小空气流量

当按下点火按钮之后,卸压阀打开降低 FID 内部的助燃气流量,因此 FID 较易点燃。 此时按照上述方法点火。

点火完成之后,松开点火按钮 FID 池体内的空气压力回到压力控制器的设定值。

12.4.6 确认点火

点着火时会听到轻微的"嘭"。FID 点着火后,将镜子或金属光泽的物体至于 FID 池体

排放孔上,能够观察到物体表面有水蒸气。

12.4.7 喷嘴的清洗

如果 FID 点不着火或是不出峰,则 FID 喷嘴需要清洗。首先关闭仪器电源拆下 FID 收 集极。插入细棒清洗喷嘴内部。

<可选>

1

使用 FID 喷嘴专用清洗丝(221-24165-91)更加方便。

12.5 FID 故障检修

故障	可能的原因	检查和修理
1. FID 无法点火	a. 载气、氢气和空气比例不	a. 用流量计检查
	正确	b. 升高检测器温度
	b. 检测器温度过低	c. 清洗或更换
	c. 喷嘴堵塞	d. 使用合适的方法检查
	d. 空气卸压阀损坏	e. 更换
	e. 氢气气路堵塞	25
2. 不出峰	a. 火焰未点燃	a. 重新点火
	b. 喷嘴未连通高压电源	b. 用电表检测
	c. 气体泄漏	c. 进行气体检漏
	d. 检测器偏转超过满量程	d. 检查零位调节旋钮
	e. 灵敏度过低	e. 检查衰减和进样量
	f. 样品吸收	f. 重复分析, 检查分析条件
	g. 输出处理失败	g. 检查输入信号和操作的命令
3. 基线不稳定	a. 电源不稳定	a. 用电表和示波器检查
	b. 信号线接触不良	b. 紧固信号线
	c. 气体泄漏	c. 进行气体检漏
	d. 检测器污染	d. 拆除,清洗
	e. 管道污染	e. 更换
3	f. 色谱柱污染	f. 更换或老化
	g. 气化室污染	g. 溶剂清洗
	h. 载气的纯度	h. 更换或加装过滤器
	i. 流量控制器(压力旋钮)	i. 更换
	损坏	j. 维修或更换
	j. FID 控制器损坏	
4. 出现噪音	a. 电源噪音	a. 更换电源或加装稳压器
	b. 零点调节旋钮损坏	b. 更换
	c. 喷嘴污染	c.拆除清洗
	d. FID 控制器损坏	d. 维修或更换
	e. 数据处理失败	e. 检查输入信号和操作的命令
	f. FID 信号线接触问题	f. 拆下清洗接口
	g. 空气被硅油污染	g. 更换
	h. 强电磁场干扰	h. 将仪器移至别处或移去干扰
5. 峰变宽	a. 载气流量过小	a. 增加载气流量
	b . 柱温过低	b . 升高柱温
	c. 有死体积	c. 检查柱接口
	d. 柱效能下降	d. 更换或老化

Éϰ£ÒÇÃË;Ƽ±±¾C°ì13381013207Á®¼Ü

北京科竞仪器设备有限公司---色谱技术专家 廉杰 13381013207

	e. 选错柱(类型或长度)	e. 更换柱
	f. 气化室或检测器温度过低	f. 升温
6. 峰过尖	a. 载气流量过大	a. 降低载气流量
	b. 柱温过高	b. 降低柱温
	c. 柱效能下降	c. 更换或老化
	d. 选错柱(类型或长度)	d. 更换柱
7. 峰拖危	a. 玻璃衬管损坏	a. 更换
	b. 进样量过大	b. 检查衰减和进样量
	c. 选错柱(类型或长度)	c. 更换
	d. 气化室污染	d. 溶剂清洗
8. 出现鬼峰	a. 进样垫引起鬼峰	a. 净化进样垫
	b. 样品分解(或反应)	b. 检查分析条件和样品制备方法
	c. 以前分析遗留的峰	c. 老化色谱柱
	d. 玻璃衬管污染	d. 清洗玻璃衬管和气化室
	e. 讲样垫漏气	e. 更换
		0.
	1.5.	
	5.45	
	后长长 3	
<	目标社会	
121	制标料状	
K	副标补状	
- FFFN	制标料	
- HELLY		
HELKY		
HELKY		
A A A A A A A A A A A A A A A A A A A		