VARIAN CP-3800

气相色谱仪使用说明书

2009年11月20日修订

(入门用前必读)

青岛科技大学化工测试中心

2003-10-01

在操作之前阅读

重要的安全指导



新的气相色谱仪用户经常忽略下列的内容。这些内容会提醒你注意,以免对仪器设备造成损坏。

- 在加热柱温箱之前色谱柱必须有载气通过。细心注意如果色谱柱被损坏,是否发生过没有载气通过并从色谱柱流出的情况。加热色谱柱以前,一定要保证进样器中装有隔垫,以及有正向的载气气流通过色谱柱。
- 在 GC 的键盘和气路面板上进行进样器和检测器选项的位置和性质识别的设定,使它 们形成一个整体。例如,决定对你想要使用的进样器进行物理位置的配置(前面,中间 或者后面)。并且确定与之联系的特定气路控制或者电子流量控制。同样地,对想要使 用的检测器也要进行物理位置的配置,并且为这台检测器确定特定的气路控制。
- 如果没有载气或尾吹气体通过 ECD 的检测池而加热 ECD,可能破坏 ECD 的检测室。 在 ECD 不是处于使用状态中时,尤其可能漫不经心地错误就发生了。由于这一点, 提倡保持一较低的流量的载气或尾吹气在任何时候都通过 ECD。

关于 3800 操作的注意要点

- 在编辑一个激活的方法以后,在运行下一个分析之前必须再激活编辑的方法。如果你 计划马上运行那个方法,一定记住激活刚才编辑过的方法。
- 注意 GC 的控制键(Control)允许访问显示屏的顶端的激活的方法的状态和在中间的 当前可以编辑的方法。如果你想要编辑激活的方法,你必须使它成为当前编辑的方法。 当前激活的方法和当前可编辑的方法在 3800 显示屏的顶端显示。
- 如果潜在的错误被发现,诸如热失控,3800 将会关闭相关的组成部分并且报告有错误。
 在纠正错误之后,关闭 3800 的主电源,然后再打开,就可以恢复正常的操作。

囙	录		

1
16
16
41
43
55
57

第一章 3800 键盘和显示屏的快捷指南

3800GC 的键盘



翻页和光标箭头键用于在 3800 屏幕和屏幕之间移动。按压 PAGE UP 键可以回到前页;按压 PAGE DOWN 键进到下一页。光标箭头键可以把光标从一区域移动到另一个区域。

要想选择菜单项目,光标要设定在该项目上,然后按压输入键, 如果菜单项目中有数目可供选择,相同的菜单项目可以在按压了相应的数字键 以后按压输入键。

因为相关的信息不可能总在一个屏幕就可以显示,有时使用多页的信息显示。 如果使用多页显示,在显示屏的标题部分总是会有所指示,例如,Column Oven,, Page1 of 2。



如果你修改诸如温度程序表或时间事件表,TABLE EDIT 键可以用来 增加一行到表格中,从表格中删除选中的一行,或者清除除了项目初 始缺省条件以外的所有项目。

键盘的 ENTRY 部分包含数字键(0-9,十进制的小数点,负号,以及 无穷大),增加(INCR)和减少(DECR),帮助键,和取消键。INCR 与 DECR 键用于有数值范围中选择一个预设值或者用于数值的增加或 减少。按压取消键将会取消最后一次的编辑行为。如果在当前的区域 内一个数值没有存入,按压输入键可以使光标前进至下一参数。或者 如果新的数值输入了,按压输入键可以更新参数。在后一种情况下, 输入键必须再一次被按压,光标才会进到下一参数。在一个参数值被 改变了以后,更方便的使光标在一个区域移动到另一个区域的方法是

使用光标键。



按压 HELP 键可以对光标所在位置的参数给出解释。

INSTRUMENT(仪器)和 GC CONTROL(控制) 部分是最常 会接触到的。在仪器部分 3800 按照安装了的选项和可以操作的参 数完成配置, 仪器的状态也可以查看。按压 SETUP 键可以访问 仪器的配置信息, 按压 STAUS 键可以查看仪器的状态信息。



方法的建立在 GC CONTROL 部分。用户可以建立和编辑多 至 8 个方法。方法按照根据在 3800 上安装的和在 SETUP 中 定位了的组件来建立。

下列是关于 3800 的 SETUP、STATUS 和 GC CONTROL 功能的更详尽的信息。

设置 仪器设置使你可以查看或者修改气相色谱仪的硬件配置。注意 3800 气相色谱 仪在工厂中就已经配置好的,对于用户只需要做一些修改。在安装的时候,一般用 户 在修改当地时间和日期时,在修改 EFC 显示参数和柱参数时,或者修改 GC 的配置 时,需要访问到 SETUP 菜单。如果仪器的配置做了改变,例如做了增加了现场升 级套件,必须进入菜单修改设置。

选择 VIEW 或者 EDIT,你可以得到相同的屏幕。然而只有选择进入 EDIT 选项,你才能改变菜单屏幕上的内容。

下面的显示的屏幕在仪器设置中有5个可选择的菜单。

ACTIVE METHOD	EDIT METHOD	CTRL RUN TIME	END TIME
Nethod 1	Method 1	0.40	50·0D
	EDIT INS t ri	JNENT SETUP MENU	编辑仪器设置菜单
	EL] Edit Time ar E2] Edit Heated E3] Edit EFC E4] Edit Column E5] Edit Valves	nd Date Zones Parameters	编辑时间和日期 编辑加热区 编辑EFC 编辑色谱柱参数 编辑阀
	Save	and Exit	保存和退出
0		0	0

时间和日期用于建立当地的日期和时间

加热区确定3800上各个加热区上的设备的类型,这些设备的加热温度上限,它们的位置,如果有的设备安装了强制冷却,就包括它们的类型。柱温箱总是占据一个加热区。其他可用的加热区被编号1-6,可以由以下设备之一占据:1079进样器,1041进样器,1061进样器,TCD,FID,TSD,ECD,PFPD,阀加热炉和甲烷转化炉。

位置一般参考设备在3800上所安装的标识为前、中、后的位置。对于检测器,还要顾及到检测器电路板在主板上的安装位置。在缺省设置,1、2、3确定为前、中、后,4、5、6标识为前、中、后。确定的位置不能由用户任意改变。通常,加热区1 -3 是给定到进样器的,加热区4 -6 给定到检测器。

所有加热区的温度上限缺省设定值是450℃,但是你可以把它设定为较低的值。强制冷却的选项是没有,液氮和液体二氧化碳。注意进样器4-6不能使用强制冷却。

下面的显示屏幕是3800加热区的配置屏幕的例子,这台仪器配有两个1079进样器,它们都有液态二氧化碳的强制冷却选项,和两个FID。

加热区 		温厚	\$P艮制 	位置	强制冷却 \
ACTIVE METHO	E D	EDIT METHOD	CTRL	RUN TIME	END TIME
1		EDIT HE	ATED ZONE	5	
Zone	Туре	Temp	Limit	Location	Coolant
Col Oven	Col Øven	450 (•C)	Col Oven	None
l	1079	450 (٥()	Front	LC0_
5	1079	450 (•()	Middle	LC0_
Е	None	450 (°C)	Rear	None
4	FID	450 (•()	Front	None
5	FID	450 (°C)	Middle	None
Ь	None	450 (•C)	Rear	None
		Save	and Exit		
0			0		0

EFC(电子流量控制)可以识别任何安装了的EFC模块,使您可以设定压力单位(psi, bar,或者Kpa),出口压力的设置用于选择色谱柱的出口是放空到大气还是放空到象质谱仪那 样的真空源。Atm 设置用于标准的3800检测器,例如FID,TCD,ECD,TSD和PFPD。最 小流量是类型1EFC在省气操作期间分流放空口维持的流量。对于类型1EFC的设定,还包括 隔垫吹扫的校正。

色谱柱参数定义数值用于EFC的计算,例如,柱长,内径和选择的载气。注意,如果选用了氩气或氩/甲烷气体作载气,就选择氮作为选项。EFC计算时将氮、氩和氩/甲烷视为相同方式。

阀设计与3800上配置的七个可用的外部事件相配合。通常用于控制手动气路控制的(没有EFC)1079的分流阀,或者驱动进样及阀的切换。设定屏幕中分为阀的种类和阀的初始状态,就是当阀没有被施加动力的时候的状态。下表所列多种阀的类型,缩写,默认状态(未通电)和通电的状态。注意在3800的屏幕上阀的名称通常以缩写的形式出现,但是当光标放在一个确定的阀的位置上时,阀的全名就可以在显示的提示中显示出来。

阀的类型	缩写	默认状态(未通电)	通电的状态
前分流阀Front Split Valve	FSV	ON (split)分流	OFF(s/less)不分流
中分流阀Middle Split Valve	MSV	ON (split) 分流	OFF(s/less)不分流
后分流阀Rear Split Valve RSV	RSV	ON (split) 分流	OFF(s/less)不分流
气体进样阀Gas Sampling Valve	GSV	充满Fill	进样Inject
液体进样阀Liquid Sampling Valve	LSV	充满Fill	进样Inject
样品Sample	S	OFF	ON
内标Internal Standard	IS	OFF	ON
替代标准Surrogate Standard	SS	OFF	ON
串联旁路Series Bypass	SB	串联Series	旁路Bypass
反吹到检测器	BD	前进Forward	反吹Backflush
Backflush to Detector			
反吹到出口Backflush to Vent	BV	前进Forward	反吹Backflush
色谱柱选择Column Selection	CS	色谱柱1 Column1	色谱柱2 Column2
进样+反吹到检测器	IBD	反吹Backflush	进样Inject
Injection + Backflush to Detector			
进样+反吹到出口	IBV	反吹Backflush	进样Inject
Injection + Backflush to Vent			
交替进样Alternate Injection	AI	色谱柱1 Column1	色谱柱2 Column2
同时进样Simultaneous Injection	SI	充满 Fill	进样Inject
甲烷转化炉旁路	MB	串联Series	旁路Bypass
Methanizer Bypass			
样品预浓缩捕集	SPT	SPT 捕集SPT Trap	SPT解吸附
Sample Preconcentration Trap			SPT Desorb
事件A, EVENTA	EA	OFF	ON
事件B, EVENT B	EB	OFF	ON
事件C, EVENT C	EC	OFF	ON
事件D, EVENT D	ED	OFF	ON

仪器状态键使用户可以观察3800仪器的各组成部分的当前状态。注意,各个单 独组成部分的当前状态也可以通过按压GC控制部分的相关的键来观察到。

按压状态键(STATUS)后得到首先得到的各个组成部分的状态信息是该部分的 实际温度,载气流量和压力(如果安装了EFC),以及检测器的模拟输出信号。下列是一个装 备有1079 进样器和FID 的3800 屏幕的实际状态例子。注意,状态屏幕反映的是仪器的当 前状态。如果仪器正在运行一个方法,状态区域上的数值在运行期间将以每秒一次的速率更 新。

状态

ACTIVE METHOD	EDIT CTF METHOD	RL RUN END TIME TIME		
Method 1	Method 1	0.00 20.00		
	INSTRUMENT STATUS (FRONT) Page	≘lof3 状态		
部件	Component	Status		
1079加热炉	1075 Oven (*C)	50		
柱沈速 ゼビナ	-∠Column Flow (mL/min)	1.0		
杜压刀─── 杧温箱温度	-Column Pressure (psi)	15.0		
FID加热炉温、	Column Oven Temp ("C)	100		
度	-FID Oven (°C)	300		
FID输出 始供ビオ-	FID Øutput (mV)	8.25		
私け似平 ^{———} 查看错误信	Software Ver.	View Faults		
息 O		0		

注意,取决所安装的选项的数目,状态信息可能超过一屏幕以外。如果是这样,向前翻 页键/向后翻页键可以用于在页之间移动。状态信息按如下秩序出现:前面通道,中间通道, 和后面通道。

除上述的状态信息之外,关于各个单独组成部分的特定的状态信息可以通过按压**3800** 键盘上有关的键来访问。例如想要观察柱温箱的当前状态,那就按压柱温箱键。状态信息位 于屏幕的上方,一条粗线把状态信息与编辑方法信息隔开。

下面的例子是按压柱温箱键(COLUMN OVEN)时屏幕的显示。柱温箱状态区域在屏幕的顶端显示出来。注意,稳定时间也同时显示。它代表仪器将在达到设定温度之后和到达准备状态之前的稳定时间。

60-5



	GC CONTROL	
SAMPLE DELIVERY	INJECTOR	FLOW/ PRESSURE
COLUMN OVEN	DETECTOR	OUTPUT

3800 包含八个单独的程序控制的分析方法。当系 统通电以后,初始进到方法1。要激活另一个方法,用户可以按压在方法键部分的激活方法键 (ACTIVATE),然后从方法1—8中选择。

要想编辑方法,用户可以按压方法中的编辑键,并 选择你希望编辑的方法。当前激活的方法是缺省的

方法,与用户选择编辑的方法无关。当前所编辑的方法和激活的方法可以在3800显示屏的顶端识别。

方法是通过向GC控制部分的各组成部分中输入方法参数来编辑的。各个组成部 分体现在样品的通路中:样品传送→进样器→流速和压力→柱温箱→检测器→ 输出。通过选择任何特定的组成部分,按压相关的GC控制键或者通过按照从上 向下顺序一步一步通过整个的分析方法,即,如果想输入有关进样器的数值, 按压了INJECTOR键,你就自动地得到流速和压力部分的屏幕。

下列是一个使用EFC气路控制的包含1079 恒温不分流进样的简单的分析方法的例子,基本的色谱柱程序升温和FID检测器。

只有四个方法组成部分需要建立:进样器,流量和压力,柱温箱和检测器。

注意,当3800是第一次通电,所有的加热区,除了柱温箱,全部是在OFF状态。

进样器



1079进样器的方法使用三页的屏幕来显示,一页显示进样器温度的设定(恒温 或程序升温),一页关于诸如强制冷却打开或关闭的固定的参数,另一页编写程 序控制进样器的分流状态。注意,进样器按其模块的编号和位置来确认。

	AC ME	THOD		EDIT METHOD	CTRL	RUN TIME		END TIME
	Met	hod 🔅	1	Method	l	D.OD		50,00
Set	(°C):	50	Acti	µal (°€)	; 5D	Split	Ratio:	≬FF
			F	RONT LD1	79 Page l	of 3		
			Step	Temp	Rate	Hold	Total]
			Initial	250	-	20.00	20.00]
	(C			0		(C

上面屏幕展示的是**1079**进样器操作在一般恒温模式时的温度设定情况。如果进样器是 程序控制升温的,就需要增加新的一行,以加入升温速率和保持时间。

另外一个需要程序控制的重要的1079进样器的参数分流状态,这个状态依据1079进样器是装备有手动气路控制或者是EFC 而不同。分流状态在分析期间控制通过进样器载气的流路。当分流状态是关闭的的时候,大多数所注射的样品直接被进到色谱柱里。当分流状态在打开时,是样品在进样器上被分流,一般一小部分组份进入色谱柱,较大的部分被放空。下面显示的例子是EFC气路的不分流进样。在这种情况下,分流进样器在运行的开始一段时间(进样时间)保持在不分流状态。进样器然后转换成为分流状态,一般在0.5--1.5 分钟,以便清除任何残余在进样器里面的溶剂。在进样器分流放空之后,减小分流比,可以减少载

ACTIVE METHOD	EDI METH	T CTRL IOD	RUN TIME	END TIME
Nethod 1	Netho	d L	0.00	20.00
Set (°C):	Set (°C): 50 Actual (°C): 50		Split Ratio: 0FF	
	FRO	N T 1 079 Page 3	of 3.	
	Time	Split State	Split Ratio	
	Initial	OFF	¢FF	
	0.75	ON	700	
	1.50	ON	5	
				-
0		0		0

气的消耗。在这个例子中,分流比在1.5 分钟之后被减少到5:1 。1079进样器的分流状态屏 幕可以通过按压在3800 键盘上的向下翻页键直到第3页出现。 如果**1079**进样器装备的是手动的气路控制,分流状态在样品传输部分中的阀表一节来 程序控制。关于这个问题的进一步的信息请参考**3800**操作手册的样品导入有关章节。

1079 方法的第2页包含很少需要改变固定参数。这些包括进样器加热炉电源的开、关, 以及冷却剂是否输送至进样器。

ACTIVE METHOD	EDIT METHOD	CTRL	RUN TIME	END TIME
Nethod 1	Nethod 1		0.00	20.00
Set (°C): 50	Actual	(°C): 50	Split Ratio:	ØFF
	FRØNT 10)75 Page 2 of	E en	
强制冷却 启动冷却温度 冷却延迟时间	Coolant (N/ Enable Cool Coolant Tim	¢FF ant at (¢C) e=out (min)	on 250 5	
0		0	(С

如果想要对1079进样器进行解体,1079进样器的加热炉必须关闭。如果安装了强制冷却,CoolantON/OFF 控制冷却剂是否向进样器的供给。使冷却剂能够在进样器设置于特定 温度时进入进样器。例如如果进样器从300℃ 冷却到50℃,同时冷却剂工作温度设置于250 ℃,冷却剂将在进样器温度到达250℃打开进入进样器。Coolant time-out是指冷却剂打开 的时间长度。例如,如果设定温度尚未达到或者运行在特定的时间之内尚未开始,冷却剂供 给将自动关闭。

流量/压力

如果3800装备有电子流量控制,那么按压流量和压力键可以访问EFC程序控制屏幕。EFC 模块通过它的类型和安装的位置与样品传输或进样的路径之间的联系来 区分。类型1 EFC 用于1079通用毛细柱进样器。下列屏幕是典型的类型1 EFC 程序。在这种情况下,当色谱柱柱温箱是程序升温的,压力程序提供一个可以使色谱柱流速恒定的升压过程。对于进一步的信息,请参考3800 操作手册的样品导入部分。

ACTIVE METHO	EDI D METH	T CTRL OD	RUN TIME	END TIME	
Met	hod 1 Me	thod l	۵,00	20,00	
Column Pri	Column Pressure (psi): 10.0 Column Flow (wl/min): 2				
Linear Ve	locity (cm/sec):	35 Total Flow ((ml/min): 1D		
Split Rat:	io: Off				
		FRONT EFC, Type 1			
Step	Pressure (psi)	Rate (psi/min)	Hold (min)	Total (min)	
Initial	10.0	-	2.00	2.00	
1	15.0	0.50	5.00	17.00	
	0	0		0	



柱温箱方法部分有两屏幕,一个是柱温箱温度条件,第二个是固定的参数。温度 控制屏幕可以只有一条初始条件,以进行恒温操作。或者可以有一个表格,以进 行温度程序控制。

总时间代表运行到那一点累积需要的时间。用Turn Oven Off 功能键可以关上柱 温箱加热器并且和风扇,以便进行柱温箱内部的操作。同样地,Turn Oven On 功 能键用来重新打开柱温箱加热器与风扇。

ACTIVE METHOD	5	EDIT CTRL METHOD	RUN TIME	END TIME	
Method	l M	ethod l	0.00	20.00	
Set (°C):	50		Actual	(°C): 50	
Stabilizat	ion Time (mi	n): 2.00	Column	Øven: On	
	COL	.UMN OVEN Page]	L of 2		
Step	Temp (°C)	Rate (°C/min)	Hold (min)	Total (min)	
Initial	5D	-	2.00	5+00	
1	250	20+0	5.00	17.OD	
Turn Over	n On		Τι	urn Oven Off	
0		0		0	

柱温箱参数的第2页包括很少需要改变的固定参数。这些包括强制冷却的开、 关,冷却起效温度,冷却时间和稳定时间。前三个参数的操作与前面对 1079 所进行的描述一样。(Stabililization Time)稳定时间是指从柱温箱达到设定温 度,允许气相色谱仪进入准备就绪状态之间所需要的稳定时间。 检测器



3800 检测器的方法一般有两个方法参数页和一附加的调整页。调整页一般用于 特定检测器的更进一步的特性的设定。下列是 FID 方法的例子。对于 FID 唯一 的调整项目是检测器的时间常数:快或者慢。

ACTIVE METHOD	EDIT METHOD	CTRL	RUN TIME	END TIME
Method 1 Me	ethod 1		0.00	20,00
Set (°C): 300	Actual (°C):	300	Signal (m	V): 5.15
设定温度	FRONT FID 实际温度	Page 1 of	₂ / 信号水╕	z
加热炉电源 温度 电路	Temperature Electronics:	(°C):	900 6N	
灵敏度范围	Range:		15	
点火	自动	归零		调节
IGNITE	AUT	OZERO		ADJUSTMENTS
0)		0

FID 方法参数的第二页使用户在分析期间对诸如灵敏度范围和自动归零进行程序控制。

ACTIVE METHOD	EDIT METHOD	CTRL	RUN TIME	END TIME
Method 1	Method 3	L	0.00	50,00
2et (><): 300	Actual	(°C): 300	Signal (m	V): 5.15
	FRONT	FI) Page 2 o	f 2.	
	Time	Range	Autozero	
	Initial	15	NO	
	5+00	75	YES	
	6+50	31	NØ	
IGNITE		AUTOZERO		2TRANT2ULGA
0		0		0

第二章 CP-3800 操作基本要求和要领

1 用于毛细柱的螺帽和密封压环

毛细色谱柱的安装一般要用毛细色谱柱螺帽 (P/N03-949551-00)和单一反向密封压环,如图所示。

• 快速连接套件(P/N)03-925355-90) 使您可以将毛细色谱 柱与进样器和检测器的连接变得容易起来。套件有介绍并包含: 色谱柱插入深度标 环(0.4, 0.5 和 0.8m 和 0.53mm 内径的

常用三种密封 和石墨/Vespel 混

0.32

0.53

• 不要将用纯石墨

•密封压环的内径

夏标尺,开口	螺帽(2个),以	及有外套的石墨智	密封压 【】 人】	毛细柱螺帽
).8mm 内径	各2个,分别用]于 0.25mm,0.3	2mm, 🏹	
圣的色谱柱。			ΨIJ	
密封压环:	石墨,Vespel,I	Polyimide(聚酰)	匹胺),	- At 2 1 - 12
混合的。			1	2 夹毛30栋
「墨的用于 B	ECD 或者 GC/N	AS 系统。		
的径要适合于	F毛细色谱柱的	外径,见下表。		
			部件号	
接口尺寸	色谱柱	聚酰亚胺(10	石墨	聚酰亚胺/石墨
(英寸)	内径 (mm)	个)	(10 个)	(10 个)
1/16	-	28-694503-01		28-694590-01
1/16	0.05-0.25	28-694586-01	28-694583-01	28-694580-01

28-694561-01

28-694042-01

03-908361-01

28-694552-01

平面向上,

锥面向下。

反向密封压环

28-694581-01

28-694582-01

2 连接毛细色谱柱至进样器

密封压环

内径(mm) 无孔

0.4

0.5

0.8

遵循步骤 1-7 将毛细柱安装到进样器上。

1/16

1/16

		1041	1061	1079
		(530 µ)	(530 µ)	(50-530 µ)
1	用毛细柱割刀割掉新毛细柱的密封部分。	\checkmark	\checkmark	\checkmark
2	将盘成环状毛细柱的进样器端释放出 10cm 长	\checkmark	\checkmark	\checkmark
	度的柱子。			
3	将合适的螺帽和密封压环套进毛细柱。	\checkmark	\checkmark	\checkmark
4	用毛细柱割刀再割掉 2-4cm 的柱子。确保端	\checkmark	\checkmark	\checkmark
	头成直角和光滑。			
5	移动螺帽和密封压环至柱子端头的 5cm 之内。	\checkmark	\checkmark	
	(对于 1079 进样器,不包括柱头进样方式):测			
	量并在距端头 7.5cm 处作一个标志。			
6	用一只手拿住色谱柱,缓慢地将色谱柱插入进	\checkmark	\checkmark	
	样器之中.			
	对于 1079 进样器, (不包括柱头进样方式):			\checkmark
	将色谱柱螺帽旋在进样器上,然后将毛细柱插			
	入进样器,直到你所作的标记刚好到达螺帽的			
	尾端。			
7	用手指旋紧毛细柱螺帽, 就可以固定住毛细柱,	\checkmark	\checkmark	\checkmark
	然后用 5/16 英寸扳手再紧固 1/4 到 1/2 圈。			

3 用于填充柱的螺帽和密封压环

•金属填充柱通常用 2 件金属密封压环安装。(常用的金属填充柱是 1/8 英寸外径的不锈钢柱。它使用 1/8 英寸内径的不锈钢密封压环。)

• **玻璃**填充柱是 1/4 英寸的,用石墨前密封压环和反向使用金属后密封压环安装。见下图所示。



4 将填充柱与进样器相连接

遵循下列步骤将新的填充柱安装到 1041 或者 1061 进样器上。注意,进样器必须首先 更换可以安装填充柱的适当的适配器。

1	将合适的螺帽和密封压环套进毛细柱的两端,如上图所示。
2	如果柱子是金属的,。控制住色谱柱因为柱子的检测器端在柱温箱内。
	如果柱子是玻璃的,将其插入进样器,由于柱子的检测器端不是在检测器之内,轻轻
	地旋转,并缓慢地将色谱柱插入端头接近而不是触到柱温箱的天花板为止。
3	在此位置固定住色谱柱,然后用手旋上螺帽。
4	用手指旋紧螺帽,然后用扳手再紧固 3/4 圈。

5 Varian 检测器的色谱柱插入深度



非按比例绘制

色谱柱插入进样口的深度: 3.7cm(1177 进样口); 5.0cm(1041 进样口)

6 给 GC 主机供气

载气N₂低压输入 0.5MPa 燃气H₂低压输入 0.3MPa 助燃气空气低压输入 0.4MPa

- 7 本机检测器前为 FID,中间为 ECD。未连接的气化室出口和检测器进口应用盲头密封垫螺丝拧紧。
- 8 FID 点火

方法激活后自动点火或用主机面板上的按钮点火。步骤是先按主机面板上的 DETECTOR,按 ENTER,然后按显示屏左下角蓝色的 Ignite 按钮即可。FID 灭火后,主机面板上 3 个灯均点亮。

9 主机屏幕显示内容复位

按 STATUS 按钮,接着按 ENTER 按钮即可。

- 10 本机的汽化室 主机面板前为 1041 型可接填充柱或大口径毛细管柱 后为 CP-1177 型 接毛细管柱(可分流)
- 11 本机检测器, 前为 FID 未装 EFC

后为 ECD 未装 EFC

12 气阀的控制, 外部旋钮顺时针关, 逆时针开, 起开关作用。 内部螺旋也 是顺时针关, 逆时针开, 起调节气体流量大小的作用。

13 注意更换检测器时要打开主机前面板的相应的气阀。

14 气相色谱仪在分析的过程中,由于进样垫的质量不同,会随着进样次数的增加最终导致产生漏气。主机的现象是 NOT READY 和 READY 灯同时亮。 Column Pressure 实际值和设定值不符。这是可稍紧压盖,但寿命也不会太长。通过工作站将压力设置为 0.1,换新的进样垫。

第三章 用 STAR 6.0 (英文版) 工作站建立方法文件

1 启动 STAR 6.0 (英文版) 工作站

打开计算机电源,进入WINDOWS XP 操作系统。双击 Star Toolbar, 启动工作站。





3 首先建立数据文件夹

每分析一种样品,最好都要建立新的文件夹,避免造成数据堆积混淆、误 操作处理或删除。当气谱仪按照初始化的方法文件平衡后,就可以建立数据文 件夹。调试方法文件的分析数据也应放在新的文件夹中。

点击 Inject,出现如下界面。在 sample name 下,输入样品名,不支持中文 名。按 Data files, new folder 按钮可创建新文件夹,支持中文。设置好后,点 击 Inject,此时平衡后,主机面板上的 READY 灯会点亮,即可进样分析。一个 分析周期结束后,只给待进样品起名即可。

<u> </u>	No de	efault sample0 🕨	CYPERT	HECFID 🕨						
📕 System Control - Varian Star (1 - Ready									_ = X
File Edit Inject Automation Recalculat	e <u>I</u> nstrument	<u>W</u> indows <u>H</u> elp								
🗎 🚅 🚔 CYPERTHECFID. 🖌 🚔 📑	1 18 Rol Stip St									
5 3800.44 - Ready										. ð ×
3800 Operation Temp Zone	s Set Actual	Front Detector	Status							
Run Time: 0.00 min Start OCOLOven:	100 100	Ready: Yes F	ault: No							
EndTime: 10.00 min Reset	280 280	Bange: 12 Ti	onics: Un me Const: Slow							
Ready Method @Coolable3	N/A N/A	indigo. ne in	110 00100. 01011							
No Fault	280 280									
Mid ECD:	Off 63	Detector Signal:	: -0.009 mV Story: 10.000 Ma							
Ulda Kanada Mana Data	N/A N/A	Event Distantes C	Neb.							
	w Flohi Only	FION Detector a	Italus	•						
100 - Front FID: -0	annle									
Inject Single a		Cal	Injection		Amount Std	Unid Peak			MultiChappel	Í.
Sample Name	Sample Type	e level Inj	Notes	AutoLink	(IS, N% only)	Factor	Multiplier	Divisor	MultiStandard	1
75 - Default Sample	Analysis	-	1 none	none	1	0	1	1	none	-
										-
Inject the Sample using	, the Method:									
250 - E:\star\CYPERTHEC	1D.mth		Browse	Defa	aults					
💆 🗖 🗖 🗖 🖉	efore Calibrating									
Inject Can	el		Data File	s Reca	lcList					
25-										
										Ý
-10 -10 -1	,	3	4	5	6	7		8	9	<u> </u>
-10 + 1	2	3	4	5	6	ł		8	¹ 9 N	/linutes 🛓
-10- 	2 Instri	3 ument 1 : De	⁴ c 14 16:28:1	5	6 Automation re	'7 ached.		8	¹ 9 N	/inutes 🦼

4 建立新的方法文件:(以 ECD 为例)

注意:不要轻易改动他人建立的方法文件,需要时可以另存(Save as) 一个。 点击工作站主界面左数第二个图标 View/Edit Methods,出现提示,选建立

点击工作站主齐面左致第一个图标 View/Edit Methods, 出现提示, 选建立新文件。依次按下列画面选择。按完成。

1	3 🔇 😭	3800.44016.run)	erjiawulinECD.m		
Lethod Builder					
<u>F</u> ile <u>V</u> iew <u>H</u> elp					
		RXD s ?			
		L			
	Сте	eate/Open lethod File			
		Select a method file action	n		
		💿 🖸 reate a New Method Fil	OK OK		
		C Open an Existing Method	f Fi Cancel		
	La construction de la constructi	<u>D</u> o not display this dialo	g at st		
	_				
) 🖮 🛛 📮	
Ready					CAP NUM
🛃 开始 🌔 🖻 🕯	〔相色谱仪使用说	System Control	Method Builder		16:38
1	3 🔇 📄	3800.44016.run)	erjiawulinECD.m		
🖺 Iethod Builder	- [Iethodl*]				_ 7 🗙
File Edit View Wi	indow <u>H</u> elp Realweaters / v [real	evalet			_ 8 ×
Nethod1*	Select Configu	ration			
Method Notes					
		Select an existin the method or sel	g instrument configuration ect a custom configuration gligh Newt to gentinue	n for n for	
		-Select a Configu	ration-Configuration Desc	ription-	
	I PRIMA	C <u>C</u> ustom	Module Addre	222	
		• Instrument) 53800 44		
	The second se	Internation			
		ANA State			
		1000			
		<	上一步(18) 下一步(18) >	取消	
				i 🖿 🛛 🗧	
Ready					CAP NUM
🐉 开始 🔵 📾 🕯	〔相色谱仪使用说	📕 System Control	Method Builder =		16:43

10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 1	
🔁 Tethod Builder - [Tethod1*]	_ 7 X
🕎 Eile Edit View Window Help	_ 8 ×
Select detectors for post-run processing	
Method Notes Wethod Notes Select the detector(s) for which you want to add postrum processing to the method. Then click Next to continue. Detector Modules P3800 GC at address 44 Ungelect All (上一步 (2) 下一步 (2) 取消	
Ready	CAP NUM
🛃 开始 🔤 气相色谱仪使用说 🖉 System Control 🖺 Method Builder	16:44





1	3800.44016.run 🕨 🏹 erjiawulinECD.m 🕨	
📔 Method Builder - [Method1*]		- 7 X
💭 <u>F</u> ile <u>E</u> dit <u>V</u> iew <u>W</u> indow <u>H</u> elp		_ 8 ×
	RXD 5?	
Method Notes 3800 GC - Address 44 3800 GC Control Autosampler Sample Delivery Injector Flow/Pressure Column Oven Detector Output Data Acquisition Channel Front=??? Data Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Time Events Table	Location: [Method File Not Saved] Created: Modified: Size: 9713 bytes Method File Attributes Read-only Hidden Archive Requires Password on Revision History: (No Revision History)	
Print Options Results Format		
<		· 🖮 🛿 🙄
Ready		NUM
🛃 开始 📑 气相色谱仪使用说	🗂 System Control 🖺 Method Builder	16:48

5 设置气化室、流速/压力、柱箱、检测器等各项参数

① 气化室 前面的气化室 Injector Oven 设置为 Off。中间的气化室 Injector Oven 设置为 On,设定合适的温度如 280℃。并根据需要设置分流比,分流比 太大浪费载气或 EFC 不能正常工作,点 Save。



② 点击 FLOW/PRESSURE 设置流速/压力

前面的 EFC 设置为 0.1ml/min。中间的设置为合适值(10psi 左右)

1 🕄 📐 🔇 🏈 😭 1	S800.44016.run V 💞 erjiawulinECD.m V	
Tethod Builder - [Tethod]*]		
File Edit View Window Help		
Method1*	Front FFC Middle FFC Bear FFC	~
Method Notes		
⊡ 5 3800 GC - Address 44	Front EPC Type: Type 3 (for 1041/1061 Injectors)	
Autosampler	Flow Rate (ml/min) (ml/min/mi Hold (min) Total (min)	
Sample Delivery	1 0.1 20.00 20.00 Add	
Flow/Pressure	2 insert	
Column Oven	3 Delete	
Detector	4 Delege	
Data Acquisition	6	
Channel Front=FID	7	
Data Handling	8	
Peak Table		
Calibration Setup		
Time Events Table		
🖃 💞 Standard Reports		
Print Options Results Format		
Chromatogram Format		
	Column Oven End Time: 20.00 min	
Ready		NUM
🛃 开始 🔤 气相色谱仪使用说	📜 System Control 🖺 Method Builder	17:06
Ethod Builder - [ethodia]	Salar 3800.44016.run ► RerjiawvulinECD.m ►	
File Edit View Window Help		
	exd s?	
Method1*	Front EFC Middle EFC Rear EFC	
method Notes	Middle EFC Type: Type 1 (for 1079/1177 Injectors)	
3800 GC Control	Pressure Rate Hald (and the first state of the firs	
Autosampier Sample Delivery	(psi) (psi/min) Tota (min) Tota (min)	
Injector	2	
Flow/Pressure	3 Insert	
Detector	4 Deleje	
Data Acquisition	5	E
Channel Front=FID	7	
🖻 🔛 Data Handling	8	
Peak Table	Constant Column Flow Mode	
Calibration Setup	Constant Flow: 💿 Off 🛛 On	
Verification Setup		
🖻 🖑 Standard Reports		
Regulte Report		
Chromatogram Format		
	Column Oven End Time: 20.00 min	
Ready		NUM
一开始 國 气相色谱仪使用说	💆 System Control 🖺 Method Builder	17:07

③ 设置柱箱的温度(程序升温或其他方式)

1	S800.44016.run V RerjiawulinECD.m
Lethod Builder - [Method1*]	
<u> </u>	
Method1*	
Method Notes ⊡ 3800 GC - Address 44	Column Oven Coolant: C On 📀 Off
3800 GC Control	Enable Coolant at (C): 50
Sample Delivery	Coolant Timeout (min): 20.00
Injector	Stabilization Time (min): 2.00 📫
Column Oven	Temp (C) Rate Hold (min) Total (min)
Detector	1 100 1.00 1.00 Add
Data Acquisition	2 260 20.0 5.00 14.00 Insert
Channel Front=FID	3
Integration Parameters	5
Peak Table	6
Verification Setup	7
Time Events Table	8
Print Options	Transfer Line
Results Format	
Colling and Disch Barry) 🖮 😰 🙄
Ready	INUM I
🛃 开始 📑 📑 气相色谱仪使用说	🐮 System Control 😭 Method Builder
④ 检测器的设定 前面的格	》测哭为 FID. Detector Oven 和 Electronics 均设置
一些 他 例 册 门 使 他 尚 面 门 他 当 他 他 尚 由 问 他 的 他 别 思 当 E	200 Detector Over 和 Electronics 均仅且
为 OII。中间的 检测 奋力 EC	D, Detector Oven 和 Electronics 均反直入 On。 温
度反直为合适值如 300 C。	
🖞 🔣 🔺 🔇 🏈 🗐 🎙	▲ 3800.44016.run
Tethod Builder - [Tethod1*]	
<u>F</u> ile <u>E</u> dit <u>V</u> iew <u>W</u> indow <u>H</u> elp	 _ =
Methodi*	Front Detector Middle Detector Rest Detector
Method Notes	Front Detector Tune: EID - Detector Oven: C On C Off
□	
Autosampler Semple Deligner	
Injector	
Flow/Pressure	Time Range Autozero Add
Detector	1 Initial 12 ves v
Output	
Channel Front=FID	4 • • • Sort
Data Handling	
Peak Table	Adjustments
Ualibration Setup	Time Constant: C Slow 🔹 Fast EFC Type: None
Time Events Table	
Erw Standard Reports	
Results Format	
Culture Duck Duck	Column Oven End Time: 14.00 min
Ready	
一开始 國 与相色谱仪使用说	📸 System Control 🕒 Method Builder -

ji 🐼 🔺 🔇 🌍	S800.44016.run ► 📿 erjiawulinECD.m ►
🖹 Nethod Builder - [Nethodl*]	
🕎 <u>F</u> ile <u>E</u> dit <u>V</u> iew <u>W</u> indow <u>H</u> elp	- 8
Method1* Method Notes 3800 GC - Address 44 3800 GC Control Autosampler Sample Delivery Injector Flow/Pressure Column Oven Detector Output Data Acquisition Channel Front=FID Data Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Verification Setup Time Events Table Standard Reports From Verification Setup Calibration Setup Time Events Table Calibration Setup Calibration Setup Time Events Table Calibration Setup Calibration Setup Calibration Setup Time Events Table Calibration Setup Calibration Setup Constorer Setup Standard Reports Chromatogram Format	Front Detector Middle Detector Rear Detector Middle Detector Type: ECD Detector Oven: On Off Temperature (C): 300 Electronics: On Off 1 Initial 1 yes Add 2 Image Autozero 3 Image Add 4 Image Image Add Adjustments Image Image Image Image Cell Current:
	Column Oven End Time: 14.00 min 👔 🛅 😰 📮
Ready	STUM .
4 开始 的 气相色谱仪使用说	👸 System Control 🖺 Method Builder
⑤ 输出 一般不用改动。	
	Saloo.44016.run ► 🖉 erjiawulinECD.m ►
📔 Method Builder - [Method1*]	
<u>F</u> ile <u>E</u> dit <u>V</u> iew <u>W</u> indow <u>H</u> elp	- 8
Method!* Method Notes 3800 GC - Address 44 3800 GC - Address 44 3800 GC - Address 44 3800 GC - Address 44 Autosampler Sample Delivery Injector Flow/Pressure Column Oven Data Acquisition Data Acquisition Data Acquisition Data Madding Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Verification Setup Time Events Table Frint Options Results Format Chromatogram Format Chromatogram Format	Port A Port B Port C Port A Installed? Yes No Initial Front Add Initial Front Insert Initial Initial Initial Initial Initial Initial Initial Initial Initial Initial Initial Init
Ready	NUM .
🛃 开始 🔤 气相色谱仪使用说	💆 System Control 🖺 Method Builder 🔇 🟓 17:20

⑥ 数据采集 一般不用改	云动。
1	SerjiawulinECD.m
🖺 Method Builder - [Method1*]	
💭 File Edit View Mindow Help	_ @ ×
Method1* Method Notes 3800 GC - Address 44 3800 GC - Address 44 3800 GC - Address 44 Autosampler Sample Delivery Injector Flow/Pressure Column Oven Detector Output Data Acquisition The Peak Table Calibration Setup Verification Setup Verification Setup Time Events Table Standard Reports Print Options Results Format Culturitien Place Point	Detector Bunch Rate: Moise Monitor Length: 64 bunched points (6.4 sec) The following settings will be ignored for all detectors other than the FID and TSD. FID/TSD Detector Full Scale Front: 1V Middle: 1V Rear: 1V Rear: 1V Rear: 1V V
Ready	I AUTR
🛃 开始 🔤 气相色谱仪使用说	💆 System Control 🖺 Method Builder

⑦ 通道 改为中间通道(ECD)





⑨ 结果报告 将打印选项中划 √ 项先取消,避免打印不需要的结果。





(1) 关闭建立方法文件界面。在System Control 界面,点击File,Active Method ... 选择建立好的方法文件,激活。平衡好后,界面上的灯均变成绿色,可进样分 析。

1 1 🐼 👗 🚿	🤣 😭 🎙	3800.4	14016.run 🕨 🏹 pendimeth	nalin.m 🕨	
System Control - Va	rian Star #1	- Not Ready			
<u>F</u> ile <u>E</u> dit Inject <u>A</u> utomati	on <u>R</u> ecalculate	<u>I</u> nstrument <u>W</u> ind	lows <u>H</u> elp		
🗎 🖻 🖻 Internationalista	th 🕨 🖻 📑	RCL SHP SEQ	II Not Ready		
🚰 3800.44 - Equilibra	ting				. . X
- 3800 Operation	Temp Zones	Set Actual - Mi	iddle Detector Status		
EndTime: 0.00 min Start EndTime: 14.00 min Reset	Front 1041:	Off 50 Mic	ECD Electronics: On		
Equilibrating Method.	Coolable3:	280 280 Ha N/A N/A	nge: I Time Const: Fast		
🗢 No Fault	Front FID: Mid ECD:	Off 40 300 290 De	tector Signal: 0.008 mV		
Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7	Heatable3:	N/A N/A Bu	nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz		
Hide Keypad View Setup		Middle Only 🗾 Mid	Idle Detector Status	_	
	<u> </u>				
Mid ECD: 0.008 m∨					[
7.5-					
5.0 - 19					
≧ 2.5-					V. 77 2584 Manage
0.0		····			Y:-0.0190 mVolts
	77.5	80.0	82.5	85.0	87.5 Minutes 🚽
,	Instrument 1 :	Oct 01 18:12:3	2 Method pendimethali	in.mth Activated 💈	- Q ;
🛃 开始 📄 🗐 气相色	谱仪使用说	📜 System Contr	ol		< 😼 18:12
				1	
ji 🐼 🛦 🦪	A A A A	3800.4	14016.run 🕨 🏹 pendimetr	nalin.m 🕨	
System Control - Va	arian Star #1	- Running	14016.run	nalin.m 🕨	
Ele Edit Inject Automati	rian Star #1	- Running Instrument Mind	14016.run) construction pendimeth	nalin.m 🕨	
System Control - Va File Edit Inject Automati Dependimethalin.mail Dependimethalin.mail	trian Star #1 on Recalculate	- Running Instrument <u>Wind</u>	14016.run) Construction for the second secon	nalin.m 🕨	
System Control - Va File Edit Inject Automati BE E E E E Pendimethalin.m BE E E E Pendimethalin.m	Arian Star #1 on Recalculate the Control of the Con	- Running Instrument Mind	44016 run) containeth lows Help Running	nalin.m 🕨	- ® ×
System Control - Va Bile Edit Inject Automati Bile Edit Inject Automation Bile Edit Inject Auto	col Qver:	Aunning Instrument Wind Set Actual M00 100 Re	t4016.run ► Construction for the second sec	nalin.m	
System Control - Va File Edit Inject Automati Pile Edit Inject Automation Pile Edit Inj	Arian Star #1 an Recalculate th @ 10 000000000000000000000000000000000	Aunning Instrument Mind Set Actual Mind Off 50 Re Off 50 Re Off 50 Re	t4016.run → tws Help Running tiddle Detector Status ady: Yes Fault: No dECD Electronics: On pend 1. Time Const: Fast	nalinm >	
System Control - Va File Edit Inject Automati Pile Edit Inject Automation RunTime: 0.34 min EndTime: 14.00 min Automation RunTime Pile Edit	xian Star 21 on Recalculate th 2 0.34 min 0.34 min Col Oven: Front 1041: Mid 1177: Coolable3:	► Running Instrument ¥ind ► Rtl Str Sto Set Actual 100 100 Off 50 280 280 N/A N/A N/A N/A	t4016.run ► Example Pendimetri tows Kelp Running Iddle Detector Status ady: Yes Fault: No 16CD Electonics: On nge: 1 Time Const: Fast	aalinm	
System Control - Va Bile Edit Inject Automati Bile Edit Inject Running No Fault No Fault Start	Image: Second	Instrument # ind Set Actual Min 100 100 Off 50 N/A N/A Off 300 300 300	t4016.run ► tows Help Running Running iddle Detector Status ady: Yes Fault: No dECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV	nalinm >	
System Control - Va System Control - Va File Edit Inject Automati Saloo Operation RunTime: 0.34 min RunTime: 0.34 min RunTime: 14.00 min RunTime: 14.00 min Runtime: 14.00 min No Fault Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7 Runting	<pre>vrian Star 21 on Becalculate th</pre>	► Running Instrument ¥ind ► Rtl Shr Sto Set Actual Mi 100 100 Re Off 50 Mi 280 280 Ra N/A N/A Off 40 De N/A N/A Bu	44016.run ► Every pendimeth twws Help Running Heldle Detector Status ady: Yes Fault: No 4 ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz	nalin.m	
System Control - Va File Edit Inject Automati Pile Edit Inject Automati Pile Edit Inject Automati Pendimethalin.m 3800.044 - Running 3800.044 - Running 3800.044 - Running RunTime: 0.34 min EndTime: 14.00 min Reset Running No Fault Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7 Hide Keypad View Setup	Coll Oven: Growt 1017: Growt 1017: Growt 1017: Growt 1017: Growt 1017: Growt 1017: Growt 101: Mid 1177: Growt 101: Mid ED: Mid Mid ED: Mid ED: Mid E	► Running Instrument ¥ind ► RtL Str Std Set Actual 100 100 Off 50 280 280 N/A N/A Off 40 Off 40 00ff 40 00 00 00ff 40 00 00 00ff 40 00 00 00	t4016 run ► tows Help Running Running ddle Detector Status ady: Yes Fault: No dECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz ddle Detector Status	nalinm	
Systen Control - Va File Edit Inject Automati Systen Control - Va File Edit Inject Automati Solution RunTime: 0.34 min EndTime: 14.00 min RunTime: 14.00 min R	xian Star 21 on Recalculate th 20 00 00000 Col Oven: Front 1041: Mid 1177: Coolable3: Front FID: Mid ECD: Heatable3: Resume Plot View	► Running Instrument ¥ind ► Rtl Str Sto Set Actual Off 50 Off 50 N/A N/A Off 40 300 300 N/A N/A Bu Middle Only ▼ Mic	44016.run ► Event twws Kelp Running Running tiddle Detector Status ady: Yes Fault: No 4 ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz tiddle Detector Status	nalin.m	
System Control - Value Bile Edit Inject Automatian Bile Edit Inject Method Bunning Method Method No Fault Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7 Hide Keypad View Setup Method Signa Signa Method Signa Signa Method Signa Signa Method Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7 Method Mid ECD: 0.105 mV Method 7.5 Method Method	Image: Second	▶ 3800.4 - Running Instrument ¥ind ▶ Rtl. Srp. Std Set Actual Min 100 100 0ff 50 280 280 N/A N/A 0ff 40 300 De N/A N/A Middle Only → Middle Only →	44016 run ► Every pendimetri tows Help Running Running iddle Detector Status ady: Yes Fault: No d ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz iddle Detector Status	nalinm	
System Control - Va File Edit Inject Automati Pile Edit Inject Automation Running Running Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7 Hide Keypa View Setup Pile See Md ECD: 0.105 mV 7.5 50	xian Star 21 on Becalculate th 20 00 00000 Col Oven: Front 1041: Mid 1177: Coolable3: Front FID: Heatable3: Front FID: Heatable3: Front FID: Wide CD: Heatable3:	► Running Instrument ¥ind ► REL SH SEC Set Actual Off 50 0ff 50 N/A N/A Off 40 300 300 Bu N/A N/A Bu Middle Only ▼ Mic	44016.run ► Event Pendimetri twws Kelp Running Running iddle Detector Status ady: Yes Fault: No 4 ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz iddle Detector Status	nalin.m	
Syste Control - Va File Edit Inject Automati Solution Pendimethalinum S800.044 Running S800.09eration RunTime: 0.34 min Start RunTime: 14.00 min Reset Running Method. No Fault Valves: Valves: -1-2-3-4-5-6-7 Hide Keypad View Setup Mid ECD: 0.105 mV 7.5- Store Store	Image: Second secon	Image: Set Actual Set Actual 100 Set Actual 100 Off 50 N/A Off 40 Off 40 Off 40 N/A	44016.run ► twss Help Running Running Addle Detector Status ady: Yes Fault: No d ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz Idle Detector Status	nalinm	
System Control - Va File Edit Inject Automati Pile Edit Inject Automation Running Running Method No Fault Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7 Hide Keypad View Setup Pile & & Imile ECD: 0.105 mV 7.5 - 5.0 - State Pile 2.5 -	xian Star 21 on Becalculate th 20 Becalculate th 20 Becalculate 0.34 min Collover: Front 1041: Mid 1177: Coolable3: Front FID: Heatable3: Resume Plot View	Image: Set Actual Min Set Actual Min 100 100 Re 0ff 40 Bun 0ff 40 Bun N/A N/A Bun Middle Only ▼ Min	44016.run ► Event Pendimetri tows Kelp Running iddle Detector Status ady: Yes Fault: No 4 ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz iddle Detector Status	nalinm	
Syste Control - Value File Edit Inject Automatian Solution Bendimethalinum Solution Saboo Operation Statt Saboo Operation RunTime: 0.34 min RunTime: 0.34 min Statt EndTime: 14.00 min Reset RunTime: 0.34 min Statt Valves: -1.2-3-4-5-6-7 Method. No Fault Valves: -1.2-3-4-5-6-7 Hide Keypad View Setup A Mid ECD: 0.105 mV 7.5- 5.0 Control A Solution Control A	Image: Second	Image: Set Actual 100 100 Off 50 280 280 N/A N/A Off 40 300 300 De N/A N/A Middle Only ▼	44016.run ► Expendimetri tows Help Running iddle Detector Status ady: Yes Fault: No 16CD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz iddle Detector Status	aalinm	X: 83.3037 Minutes Y: 0.0440 m/okts
System Control - Va System Control - Va File Edit Inject Automati Solution RunTime: 0.34 min Start EndTime: 14.00 min Reset RunTime: 0.34 min Start RunTime: 0.34 mi	xian Star 21 on Becalculate th 20 00 00 00 00 Col Over: Front 1041: Mid 1177: Coolable3: Front FID: Heatable3: Front FID: Heatable3: Front FID: Heatable3:	Image: Set Actual of the set of th	44016.run ► Evention Pendimetri tows Kelp Running iddle Detector Status ady: Yes Fault: No 4 ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz iddle Detector Status	halinm ▶	X: 83.3037 Mnutes Y: 0.0440 m/whts 12.5 Minutes
Syste Control - Value File Edit Inject Automatian Source Sector Pendimethalin.m State State RunTime: 0.34 min Pate State RunTime: 14.00 min Reset Method. No Fault Valves: Valves: -1.2-3-4-5-6-7 Hide Keypad View Setup State State	Image: Star Star Star Star Star Star Star Star	Image: Set Actual 100 100 Mind Set Actual 100 100 Mind Off 50 280 280 Mind N/A N/A Mind Middle Only ▼ Mind Middle Only ▼ Mind Tool 100 Mind 001 100 Mind 001 100 Mind 001 100 Mind 001 100 Mind 010 100 Mind 010 100 Mind Minddle Only ▼ Mind Minddle Only ▼ Mind 100 100 Tool 100 Minddle Only ▼ Mind 100 100 Tool 100 100 100 Mind 100 100	t4016.run ► Expendimetri twss Help Running iddle Detector Status ady: Yes Fault: No 1 ECD Electronics: On nge: 1 Time Const: Fast tector Signal: 0.105 mV nch Size: 4 Freq: 10.000 Hz iddle Detector Status tector Status 4 Freq: 10.000 Hz iddle Detector Status	halin	X: 83.3037 Minutes Y: 0.0440 mVolts 12.5 Minutes



6 打开已经建立的方法文件

在 System Control	界面,点击File, Active Method选择建立好的方法文件激活即可。
1	3800.44020.run V
🛅 System Control - V	arian Star #1 - Not Ready 📃 🗗 🗙
<u>F</u> ile <u>E</u> dit Inject <u>A</u> utoma	tion <u>R</u> ecalculate <u>I</u> nstrument <u>W</u> indows <u>H</u> elp
🗎 🚅 🖆 erjiawulinECD.	mth 😼 📴 💷 🛃 kāt, Shir sēg 💷 🕨 🔲 Not Ready
🗖 3800.44 - Equilibi	Activate a System Control Method File
RunTime: 0.00 min Star	查找范围①: Constant
Englime: 15.00 min Rese Equilibrating Metho	Examples
No Fault	Manuals Minimum
Valves: -1-2-3-4-5-6-7	SYSLOG
Hide Keupad View Setup	🛱 a-1 🖺 startupi
	文件石 ((). erjiawuincu
150 - Mid ECD: 0.013 mV	
125-	I Notes Recent Files >
ω 75-	
≥ 50-	
²⁵⁻	X: 12.2961 Minutes
	₩ ₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩₩
	12.5 Minutes ▼
,	ed 🔚 🛛 📜
💾 开始 🛛 🖻 气相的	B-唐仪使用说 🛅 System Control

	3800.44020.run	
💆 System Control - Varian Star 🕯	1 - Not Ready	
<u>F</u> ile <u>E</u> dit Inject <u>A</u> utomation <u>R</u> ecalculat	e <u>I</u> nstrument <u>M</u> indows <u>H</u> elp	
🖀 🚅 🚅 📑 erjiawulinECD.mth 🕨 📑 📑	Not Ready	
- 3800.44 - Stabilizing		TAX
7 Temp Zone	s Set Actual Middle Detector Status	
BunTime: 0.00 min Start Col Oven:	100 100 Ready: Yes Fault: No	
EndTime: 15.00 min Reset	: Off 62 Mid ECD Electronics: On	
Stabilizing Method	280 280 Hange: I Time Const: Fast N/A N/A	
No Fault	Off 46	
Mid ECD: Valves: -1 -2 -3 -4 -5 -6 -7	280 283 Detector Signal: 0.007 mV N/A N/A Bunch Size: 4 Fred: 10.000 Hz	
Hide Kourped Your Seture Persume Plat Wi	u Middle Oplu - Middle Detector Statue	
╧◈ँ∞◙◙◪◮;ⅲ		
150 - Mid ECD: 0.007 mV		
125-		
100-		
왕 75-		
		X: 12.2961 Minutes X: 12.2961 Minutes
25 V	50 75 ¹ 00	12.5
		Minutes 💌 🛓
Instrument	: Oct 01 19:18:39 Method erjiawulinECD.mth Activated	; 🖮 😰 🙄
🛃 开始 🔤 气相色谱仪使用说	System Control	 19:18
7 修改方注文件	. –	T
7 廖庆月14天日 大司海洋大学生产供的用五日		舟 壬亦心的工
住上就活力法又什的外国上,	点面 Stan F 面的 Method, 修改 向 这些 H手	益。 <u>里</u> 利成泊。
1 🗄 🎯 🔺 🥨 🗐 1	3800.44020.run Image: Constraint of the second	
🔚 Nethod Builder - [pendimethali	n*]	_ 7 X
🔛 File Edit View Mindow Help		_ 8 ×
pendimethalin*	Front Detector Middle Detector Bosy Detector	~
Method Notes		- or 1
	Middle Detector Type: [EUD V Detector Oven: (* On)	Um
Autosampler	Temperature (C): 300 📑 Electronics: 📀 On 🤇	Off
Sample Delivery		
Flow/Pressure	Lethod Builder	Add
Column Oven	▲	
Uetector Output	Address and a second se	Insert
Jata Acquisition		Delete
Data Acquisition	<u>夏夏</u> 香 健 取消	 Delete Sort
Jata Acquisition Channel Middle=ECD Jata Handling Integration Parameters	<u>是(1)</u> 否(1) 取消 5 • • •	 Dele <u>t</u> e Sort
Jata Acquisition Channel Middle=ECD Jata Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setun	<u>差征</u> 査 型 本 型 本 本 本 本 本 本 本 本 本 本 本 本 本	Delete Sort
Channel Middle=ECD Data Mandling Part Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup	<u>「</u> <u>そ</u> 立 本 djustments Time Constant: © Slow (● Fast EFC)	Delete Sort
Jata Acquisition Total Middle=ECD Data Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Time Events Table	<u>「見てい」</u> 香 (20) 取消 5 Adjustments Time Constant: ○ Slow ○ Fast EFC Cell Current: CAP ▼	Deleţe <u>S</u> ort
Jata Acquisition Channel Middle=ECD Data Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Time Events Table Standard Reports	<u>実</u> (江) 斉(王) 取消 5 Adjustments Time Constant: ^C Slow [®] Fast EFC [®] Cell Current: CAP マ Contact Potential (mV): 0 ÷	Delete Sort
 Jata Acquisition Channel Middle=ECD Data Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Time Events Table Standard Reports Print Options Results Format 	<u>「</u> <u><u></u><u></u><u></u><u></u><u></u> <u></u><u></u> Adjustments Time Constant: C Slow ・ Fast EFC Cell Current: CAP ・ Contact Potential (mV): 0 ・</u>	Delete Sort
 Jata Acquisition Channel Middle=ECD Data Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Time Events Table Standard Reports Print Options Results Format Colibration Format 	<u> 尾辺</u> 査 (2) 取消 5 - Adjustments Time Constant: ○ Slow ● Fast EFC Cell Current: CAP マ Contact Potential (mV): 0 - Column Oven End Time: 14 00 min	Delete Sort
Channel Middle=ECD Channel Middle=ECD Data Handling Integration Parameters Peak Table Calibration Setup Verification Setup Time Events Table Standard Reports Print Options Results Format Chromatogram Format	「「「「」」」「「」」」「」」「」」「」」「」」「」」「」」「」」「」」「」」	Delete Sort

1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	
🔄 System Control - Varian Star #1 - Ready	'X
<u>F</u> ile <u>E</u> dit Inject <u>A</u> utomation <u>R</u> ecalculate <u>I</u> nstrument <u>W</u> indows <u>H</u> elp	
🔚 3800. 44 - Ready 📃 É	\mathbf{x}
3800 Operation Temp Zones Set Actual Middle Detector Status Run Time: 0.00 min Stat Col Oven: 100 100 EndTime: 14.00 min Reset Col Oven: 100 100 Ready Method Off 60 Mid ECD Electronics: On Range: 1 Time Const: Fast Mid ECD: 300 300 Detector Signal: 0.063 mV Valves: -1 - 2 - 3 - 4 - 5 - 6 - 7 Hid Hid System Cont zol Mid ECD: 300 300 Detector Signal: 0.063 mV Valves: -1 - 2 - 3 - 4 - 5 - 6 - 7 Hid System Cont zol Mid ECD: 3003 300 Detector Signal: 0.063 mV Valves: -1 - 2 - 3 - 4 - 5 - 6 - 7 Hid System Cont zol Module 3800. 44 Method has changed! Reactivate it? System System 125	
Minutes -	
Instrument 1 : Oct 01 19:20:21 Method pendimethalin.mth Activated 🛛 👔 📮	
19 开始 🔤 气相色谱仪使用说 📋 System Control	9:24

8 测定样品

待分析条件确立后,可以分别将标准溶液和样品溶液注入到色谱系统中, 然后一起进行处理,也可以先进标准溶液,建立工作曲线,然后再分析样品。 8.1 外标法

各点标准溶液色谱数据采集后,点击工作站主界面左数第三个图标 View/Edit Chromatograms,数据在设定的路径下。双击预处理的数据谱图文件, 装入表中。点击右下角的 Open Files,点击 OK。点击 File,选择 Open Method..., 选择路径,装载建立数据文件的方法文件。点击 Edit Method, Calibration Setup, 建立工作曲线。CALIBRATION TYPE(校正类型)选 External Standard(外标 法)。Numbers of Calibration Levels(校正水平级数)为3(有几个标样浓度梯度 选几。Curve Defaults(曲线设置)为线性(Linear),origin(force)。点击 Save。 选择 EDIT METHOD(方法编辑)→ PEAK TABLE(峰值表)。在 Retention Time 下输入保留时间(可以从图上查得)。Peak name 下输入样品名称,在 Level 1,level 2.....处输入标样称样量(注意标样纯度的手工校正)。选定 std 项。点击 save 保 存。

选择 **RESULTS REINTERGRATION LIST** (再积分清单)。Sample Type 项下,标样为 Calibration,待测样为 Analysis。在样品文件后面如用百分含量表示结果时,当标样溶液和样品溶液定容体积一致时,multipliers 设置为 100; divisor 设置为样品的称样量。选定 Clear Coefficients at Start of List 项。点击 Calculate

Results.点是。如果设置有误,会弹出错误信息的对话框。

📑 🐼 🛦 🦪 🏈 🗊 🍗 🛦 3800.44020.run 🕨 🌊 pendim	hethalin.m ▶
La Interactive Graphics	- - X
<u>F</u> ile <u>E</u> dit <u>V</u> iew <u>R</u> esults Edit <u>M</u> ethod <u>H</u> elp	
😂 🗈 Open Iultiple Data Files	? 🗙
查找范围 ①: 合 data 本 ta 和 ta 本 ta 和	
▲ 3800. 44 ▲ 3800. 44001 ▲ 3800. 44006 ▲ 3800. 44012 ▲ 3800. 44018 ▲ 3800. 44001 ▲ 3800. 44007 ▲ 3800. 44013 ▲ 3800. 44002 ▲ 3800. 44008 ▲ 3800. 44014 ▲ 3800. 44003 ▲ 3800. 44019 ▲ 3800. 44015 ▲ 3800. 44004 ▲ 3800. 44010 ▲ 3800. 44017 ★ 3800. 44005 ▲ 3800. 44010 ▲ 3800. 44017 ★ 74/2 (2): ③ 3800. 44005 ▲ 3800. 44011 ▲ 3800. 44017 ★ 74/2 (2): ○ ■ ● ★ 100. 44005 ▲ 3800. 44011 ▲ 3800. 44017 ★ 100. 44005 ▲ 3800. 44011 ▲ 3800. 44017 ★ 110.	Run Information File: E:\star\\data\3800.44005.run E: Bemember Scaling 3800.44 0.000 - 9.990 min. Sample: Manual Sample Inject Date: 2003-9-16 12:18 Run Mode: Analysis Instrument: Varian Star #1 Workstation: Channet: Kiddle = ECD RE!
Del Results <u>Clear All</u> <u>C</u> lear <u>Up</u> Down	Open File(s) 取消
For Help, press F1	i 🖮 🕄 🗧
🚹 开始 📄 气相色谱仪使用说 📋 System Control 🗽 Interact	.ive Grap 🔇 🥬 19:47











1		1		🔇 📄 🎙	6	3800.44005.ru	un 🕨 🏹 per	ndimethalin.m 🕨			
4	In	teracti	ive Graphic	s – Tethod: e	erjiavu	linecd. mth	*			_	đΧ
Fil	.e	<u>E</u> dit <u>V</u> i	ew <u>R</u> esults E	dit Method Help							
		6	1 -1 1		Perjiav	vulinecd.mth	<u> </u>				
⊻	*	9 8 8		 🖄 🖾							
	P	eak Ta	ble								
			Retention Time	Peak Name	Group	Level 1 Amount	Level 2 Amount	Level 3 Amount		ta\3800.44003.run ECD Results 14-32	
		1	7.719	二甲戊灵	0	0.4	0.8	1.6	Add	14.52	
1		2							l <u>n</u> sert		
1		4							Delete		
1		5							Fill Do <u>w</u> n		
ĮĮ		6							S <u>o</u> rt		
>		8									
1		9								4.0422 Minutes	
1		10								0.000393 \ohts	
1										0.000 0.00136 \/b#s*sec	
1		4								2.75 sec	
1	Ľ	- -	Generation States			Cours 1	Consel			10.0	
1		De	rine <u>F</u> eak windov	VS		<u>b</u> ave	Lancel			Minutes	
For	He	lp, press	F1							🖮 🛿 🗧	
4	y .	开始	🛛 🗰 2 Micro	soft Word 👻	System	Control	🔄 star500	YS	📐 Interactive	Gr	20:12







10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 1
🖩 Report - 3800.44005.run
<u>F</u> ile <u>Search</u> Fo <u>n</u> t <u>O</u> ptions <u>M</u> indows <u>H</u> elp
😂 🚭 🖹 🖻 🛅 🛅 📥 3800.44005.n 🕨 🚫 No File 🛛 Channet Middle = ECD 🗨
Convert Results to ASCII
and any any any
200 150 150 100 100 100 100 100 1
🗮 Channel Iiddle = ECD - Results
Title : Run File : e:\star\data\3800.44005.run Method File : c:\docume+l\fan\locals+l\temp\~erjiavulinecd.tmp Sample ID : Manual Sample
Injection Date: 2003-9-16 12:18 Calculation Date: 2003-10-1 21:06
Operator : fan Detector Type: 3800 (10 Volts) Workstation: Bus Address : 44 Instrument : Varian Star #1 Sample Rate : 40.00 Hz Channel : Middle = ECD Run Time : 9.990 min
** Star Chromatography Workstation Version 6.00 ** 02866-65D0-C65-01F0 ** 🥻 🖮 🛛 📜 🔽
🛃 开始 🔤 气相色谱 🕤 System C 😂 star50C WS 🗽 Interact 🕋 Report 🔇 🛃 🗟 🗞 21:15

8.2 内标法

待分析条件确立后,将加入内标物的标准溶液注入到色谱系统中,获得数 据文件。点击工作站主界面左数第三个图标 View/Edit Chromatograms,数据在 设定的路径下。双击预处理的数据谱图文件,装入表中。点击右下角的 Open Files, 点击 OK。点击 File, 选择 Open Method..., 选择路径, 装载建立数据文 件的方法文件。点击 Edit Method, Calibration Setup, 建立工作曲线。 CALIBRATION TYPE(校正类型) 选 Internal Standard(内标法)。Numbers of Calibration Levels(校正水平级数)为2(有几个标样浓度梯度选几)。Curve Defaults(曲线设置)为Linear,Force,其他项为缺省值,点击Save。选择EDIT METHOD(方法编辑)→ PEAK TABLE(峰值表)。内标物和标样各占一行。在 Retention Time 下输入保留时间(可以从色谱图上得到)。Peak name 下输入内 标物和标样名称,在Level 1, level 2...... 处输入内标物和标样称样量(注意标样 纯度的手工校正)。内标物选定 std 项,标样不选。点击 save 保存。选择 RESULTS → REINTERGRATION LIST (再积分清单), Sample Type 项下,标样文件设置 为Calibration.;样品文件设置为Analysis。在Internal Standard项下,点击Amounts 按 Update List,对话框出现内标物名称和量值。注意标样文件和样品文件都要 点击。按 Save Changes 退出。在样品文件后面如用百分含量表示结果时,当标 样溶液和样品溶液定容体积一致时, multipliers 设置为 100; divisor 设置为样品 的称样量。选定 Incorporate New Calibration Into Data Set, 点击 Calculate Results 积分计算分析结果。点击 Result 下拉式菜单 View calibration curves 可看到工作 曲线;指向样品文件处,View result only 或 View standard report,查看实验数 据或报告。如果设置有误,会弹出错误信息的对话框。













8.3 面积归一法

点击工作站主界面左数第三个图标 View/Edit Chromatograms,数据在 E:\Star\data 路径下。双击预处理的数据谱图文件,装入表中。点击右下角的 Open Files,点击 OK。点击 File,选择 Open Method...,选择路径,装载建立数据文 件的方法文件。点击 Edit Method, Calibration Setup,建立工作曲线。 CALIBRATION TYPE(校正类型) 选 normalized(面积归一法)。Save。选择 RESULTS → REINTERGRATION LIST (再积分清单),Sample Type 项下,设置 为 Analysis。选定 Incorporate New Calibration Into Data Set,点击 Calculate Results 积分计算分析结果。指向样品文件处,View result only 或 View standard report,看实验数据或报告。

色谱峰处理:

点击 Edit Method → Integration Parameters, 调节 Initial Peak Reject Value 值(通常在后面加0)或者调整 Initial S/N Ratio 和 Initial Peak Width。直到积分满意为止。

去掉溶剂峰的面积归一:

点击, Edit Method → Add Method Item →

SR: Add Solvent Reject 选定范围,重新积分即可。

第四章 打印报告

当用外标法或内标法或面积归一法对样品文件处理后,选择 View Standard Report 后,即如报告界面。点击快捷键 Report Title,输入"青岛科技大学化工测试中心";在快捷键 Chromatogram Options 选择色谱图打印的有关选项,如标尺,时间,积分标示等;在快捷键 Results 选择输入打印的 Amount Units 量值单位(%,mg/L等等);在 Run Documentation 选项中可输出打印有关方法文件、样品信息等内容。设置完毕后,按打印机按钮即可打印你需要的测试报告。内标法示例见下图。

提示:1 设置完毕,打印前需要认真浏览,不合适重新调整。

2 无法设置打印报告的页边距。打印出的报告满幅。



3 打印报告的有关内容也可以在方法文件中设置。

第五章 仪器维护

日常工作中需要完成一些维护任务。完成这些规定的过程才能保证**3800**气相色谱仪在 最佳状态下连续工作。以下这些是通常需要进行的维护工作和建议的维护间隔。

维护任务	间隔
更换隔垫	一般50-100次进样
老化色谱柱	每天或者需要时
更换进样器内衬	每星期或者需要时
检查气体供给	每星期
泄漏检查	每月
检查气体钢瓶	每季度或者需要时
老化系统	半年
清洁检测器	当性能降低时
更换气体净化器	每年或者需要时

GC的一般维护

通常一般的GC维护任务是检查和更换气体钢瓶,泄漏检查,和更换气体净化器。这些 过程应当按照上面建议的间隔进行。以下步骤对于确保系统长期稳定运行是决定性的。在例 行的维护中进行泄漏检查,保证气体供给的质量,和载气的特性。

检查和更新气体供给

各种GC气体的压力应当每星期检查,用以下方法判断气体的更换。

载气:当载气供给钢瓶压力下降到(200 psi)约1MPa之下应该更换。这样可以确保高 纯载气一直供给仪器。气相色谱仪上的一般用法,钢瓶应该可以用到三到六个月。注意,这 种用法也包括用载气作为检测器尾吹气体。当新钢瓶安装减压表和管路后,应该在连接到 GC之前用载气吹扫。这样将可以避免向GC系统引入大量的空气。

检测器燃烧气体:一般的检测器燃烧气体是氢气。它在供给压力下降到(200 psi)约 1MPa之下时应当更换。氢气钢瓶在一个FID上可以使用大约六月。然而,对用于氢火焰离 子检测器的空气的高流速,空气将需要更频繁地更换。基于这个原因,要为FID配备一个清 洁的压缩空气气源设备。

泄漏检查

泄漏检查是最重要的在气相色谱仪上进行的维护任务之一。参考下列内容用于3800气 相色谱仪检查过程中的一般泄漏检查。关于3800各个组成部分的特定的建议将在维护部分 的有关部分叙述。

GC系统的泄漏可能导致色谱性能表现低下,或者导致诸如分析柱等组成部分的损坏。 在载气中有氧气的存在,在升高色谱柱温度时可以导致永久色谱柱性能退化。在载气供给上 使用氧气过滤器对仪器会有帮助,气体过滤器的出口发生的泄漏更容易导致问题的发生。 由于有向系统中引入污染的危险,以肥皂为基础测漏液一般不推荐用于高效毛细柱气相色谱 仪。如果想使用测漏液,那么仅仅可以将其用来在气相色谱仪外部进行测漏,即,检验向气 相色谱仪供气的管路没有泄漏。如果想在气相色谱仪的内部测漏,可以使用诸如<u>异丙醇</u>等醇 类或者异丙醇与水的50:50 混合物来进行。使用滴管或者注射器向可能泄漏的接口上滴一点 测漏液,并观察有否气泡形成。

泄漏检查的最重要的步骤是检查系统能否保持压力。从进样器上拆下色谱柱,将进样器 出口密封,对系统加压。

注意:进行泄漏检查时最重要的是封堵住所有的载气出口,包括隔垫吹扫和分流出口。如果 有一个以上的进样器,那么所有进样器的出口都要封堵。参考以下步骤进行一个进样器的检 漏,但是可以类推到3800上的所有进样器。

1	设置柱温箱和进样器温度为50℃,然后等待他们到达这个温度。这样便可以接触进
	样器的表面。
2	拆下进样器隔垫螺帽然后安装一个新的隔垫。旧的隔垫通常可能是泄漏的原因。
3	从进样器上拆下色谱柱。使用适当的螺帽和密封压环来密封进样器的基座。填充柱
	系统使用1/4英寸的SWAGELOK 封堵(P/N: 16-000154-00)。毛细柱系统用使用
	毛细柱螺帽(P/N: 03-949551-00)和无孔密封压环 (P/N: 28-694590-01)。
4	如果进样器是1079,那么隔垫吹扫和分流出口必须密封。隔垫吹扫出口在柱温箱门
	后面,位于的柱温箱框架顶端。手动气路控制的分流出口位于3800左边侧面面板,
	EFC控制的在气路隔舱的内部。要想封堵隔垫吹扫出口,拆除隔垫吹扫控制阀的出
	口接口,然后换上一个1/4英寸的SWAGELOK 封堵(P/N: 16-000154-00)。要想
	密封分流出口,在分流出口管路上安装SWAGELOK 接头,然后再接上一个封堵。
5	密封所有的出口以后,对系统加压2030psi。通过调整手动的或者电子流量控制可
	以达到这个目的。
6	在源头关闭气体供给,然后观察压力15分钟。压力在15分钟内下降不应当超过0.5
	psi。

泄漏检查确保系统直到(包括)进样器没有泄漏。如果在15分钟检验期间内压力的下降超过0.5 psi,表明在系统中明显的泄漏。要想找到这样的泄漏,特别是如果它是小的泄漏,可能是十分困难的。最好方法一般是从系统的气体源头开始适当地旋紧每一个接头,直到泄漏排除。应当注意到,泄漏经常发生在载气向GC的供给途中。

进样器隔垫更换

隔垫是一个消耗品,必须在日常工作中经常更换。更换的频率依赖于进样的数量,以及 进样是用手还是自动进样器。一般更换应该在50-100次进样后更换,或者已经发现隔垫泄 漏的征候。这些征候包括保留时间的改变,检测器响应的降低和柱头压力的下跌。后一征候 对于判断诸如1079进样器,因为是控制压力的,并非总是有效的。对于压力控制进样器, 即使出现泄漏,柱头压力仍将保持是不变。

1	将柱温箱与进样器加热炉冷却至50℃,这样可以确保用手接触进样器部分的安全,以
	及保护色谱柱使之避免在空气中受到高温损坏。
2	关上对进样器的载气供给。
3	逆时针方向旋转取下进样器螺帽
4	用镊子或者隔垫针(P/N: 72-000084-00)取下旧隔垫。最好不接触任何进样器内部的
	部分。
5	再用镊子安装新的进样器隔垫,避免污染。
6	重新装回进样器螺帽,用手指旋紧至感到有阻力时再旋紧1/4圈。打开载气。

参考下列过程更换任何Varian进样器上的隔垫

1079进样器

1079进样器是能以数种方式操作的通用毛细柱进样器。这些方式包括分流,不分流, 柱头进样和大体积进样。一般地,从一种操作方式变到另一个种方式需要改变进样器的内衬。 内衬也应该在日常工作中清洁和更换。当你分析较脏的样品时,这显得是尤其重要。

在使用一段时间之后, 1079 通用毛细柱进样器的玻璃内衬有两种可能需要拆卸:

- •清洁当前使用的玻璃内衬,再重新安装,或者
 - •用一新的内衬更换当前使用的玻璃内衬。

当拆卸和/或更换玻璃内衬时,参考下图。



图 1079 进样器 一剖面图

拆卸玻璃内衬

按照下列步骤从 1079 进样器拆卸玻璃内衬



警告:高温

进样器螺帽可能是热的。将进样器的温度降低到 **50** ℃,不要在进样器螺帽冷却之前进行操作。

1	使用进样器螺帽扳手拆卸进样器螺帽(项目 1)。将螺帽放在一清洁的表面上(例如,清洁
	的薄纸上)。
2	用镊子或者隔垫针夹住隔垫边缘,取出隔垫(项目 2)。注意每次更换玻璃内衬时一起更
	换进样器隔垫。
3	用清洁的一字螺丝刀,旋出隔垫支撑螺母,直到完全松动(项目 4)。
4	用镊子或隔垫针取出隔垫支撑。注意:通常当隔垫支撑被取出以后,内衬以及密封压
	环仍然留在支撑内。如果隔垫支撑螺帽取出之后,密封压环和内衬仍留在进样器本体
	中,要用镊子来抓住内衬的顶端然后从进样器本体中取出。
5	用实验室薄纸拿起玻璃内衬然后从隔垫支撑螺帽中取出内衬。
6	要想从玻璃内衬上取下石墨压环(项目 5),要用清洁的实验室薄纸握住石墨压环和玻璃
	内衬,边和缓地旋转玻璃内衬,边向外推出石墨密封压环。注意;玻璃内衬可以清洁
	和再利用。除非石墨密封压环明显地损坏,它也可以再利用。然而,在玻璃内衬更换
	了三到四次以后,需要更换5毫米的石墨密封压环。



更换玻璃内衬

遵循以下步骤更换 1079 进样器中的玻璃内衬。

1	使用 1079 进样器附件的配套工具中的内衬/密封压环定位器,将5毫米石墨密封压环
	固定在内衬上,安装在隔垫支撑上。见上图演示的是如何使用定位器将隔垫支撑、内
	衬密封压环、玻璃内衬安装在正确位置。目的是将密封压环固定在内衬的底部,与工
	具的底部平齐。
2	如上图将工具平放在清洁的表面。在表面上铺一些清洁的实验室薄纸。用手指旋紧隔
	垫支撑。用 5/8 英寸的扳手夹住工具,在手指旋紧的程度上再将隔垫支撑旋紧 1/3-1/2
	圈。 现在再旋松隔垫支撑,于是密封压环将内衬与隔垫支撑就密封在一起了。如果有
	任何石墨被挤出隔垫支撑的底部之外,可以用刀片或者锋利的刀切掉它。细心擦去从
	内衬或者隔垫支撑上的任何石墨碎片。用一实验室薄纸抓住隔垫支撑单元,将其小心
	放入 1079 进样器中,用手指旋紧后再紧 1/6 圈。
3	用镊子放置一个新的隔垫于隔垫支撑上。注意:如果隔垫有特氟龙(聚四氟乙烯)的
	表面,要将其特氟龙(聚四氟乙烯)表面向着(朝下)色谱柱放置。
4	将进样器螺帽放在进样器上,并用手旋紧,直到你感到有阻力,再用进样器螺帽扳手
	旋紧 1/4 圈。注意:在重装进样器螺帽之后,检查分流以及隔垫吹扫流量以确保这些
	值没有变化。
5	老化内衬。设置 1079 进样器于分流方式,在 300 ℃保持 30min 用载气吹扫。

清洁玻璃内衬

玻璃内衬必须要予以清洁,去除样品剩余物和颗粒状杂质(诸如隔垫橡皮或者 石墨的碎屑)。遵循以下步骤清洁 1079 进样器的玻璃内衬。

1	拆下玻璃内衬。在拆卸内衬之前等进样器与柱温箱冷却至 50℃是最安全的。	
2	为了清洁玻璃内衬,使用下列程序之一:(对清洁的过程的选择依赖于进样样品的性质	
	•用溶剂清洗内衬或将内衬浸泡在热酸中。	
	•在玻璃退火炉内加热(到 500℃)或者将内衬穿过本生灯燃烧的火焰。	
	•用超声清洗机使用 1:1:1 甲醇:一氯甲烷:己烷的混合物超声清洗 30-60	
	分钟,然后在烤箱内干燥。	



注意:对于2毫米玻璃毛填充玻璃内衬,在内衬的尾端用压缩空气吹,可以去除其中的玻璃毛。用上面列出过程之一清洁内衬。重新用去活化的玻璃毛再填充内衬(10-20毫克)。玻璃内衬的底部要保留~1.5 厘米不要填充。当其重新安装进进样器本体中时,毛细色谱柱将插入这个空的空间中。

注意:用强酸,强碱冲洗玻璃内衬,或者加热至高温会去除在玻璃内衬上的去活化涂层。用溶剂或者混合溶剂冲洗玻璃内衬将不会去除涂层。

玻璃内衬的去活化

遵循以下步骤使 1079 进样器玻璃内衬去活化。

注意: 这过程可以用于所有除了填充了 Chromosorb WHP(P/N:03-918956-00) 10% OV-101 的内衬之外的玻璃内衬的去活化。

注意:玻璃内衬的去活化仅仅在他们用上述过程彻底地清洁过才有意义。

1	在 10ml 的玻璃量杯中加入 0.5-1ml 的二氯二甲基硅烷。用异辛烷, 己烷或者甲苯稀释		
	至 10ml。		
2	用铝箔覆盖量杯,放在超声清洗机的浴槽中,超声 30 秒以混合溶液。		
3	最多可以在溶液中放入3个内衬。		
4	将量杯内的内衬超声 10 分钟。用异辛烷,己烷或者甲苯冲洗内衬 3 次。每一次冲洗应		
	该包括 2-3 分钟的超声。		
5	加入 10ml 的甲醇然后超声 2-3 分钟。倒出甲醇然后重复甲醇冲洗步骤。		
6	倒出甲醇。将去活化的内衬转移到一只小的清洁玻璃烧杯中。用铝箔覆盖烧杯,然后		
	在 200℃ 烘烤 1 小时。		
7	在内衬冷到室温之后,将其贮存在清洁带有螺旋帽的玻璃瓶中,或者放回原来的地方。		

拆卸色谱柱导入口

有时色谱柱导入口需要清洁,或者打破的玻璃内衬需要从进样器中取出。在这两种情况下,色谱柱导入口必须从**1079**进样器上拆下来。

1 毛细柱导入口 2 内六角螺丝(3个) 3 毛细柱螺帽 4 毛细柱



需要的工具: 5/16英寸的开口扳手 3/32英寸的内六角扳手 小一字螺丝刀

为了拆下石英玻璃柱导入口,要如下进行:

1	设定 45 ℃的柱温箱温度和 50 ℃的进样器温度。等加热区到达他们的设定温度以后,		
	通过按压位于柱温箱部分的 TURN OVEN OFF 功能键关闭柱温箱。		
2	用 5/16 英寸开口扳手使毛细柱螺帽松开(项目 3)。		
3	用手小心地从进样器上卸下石英色谱柱与螺帽。将色谱柱螺帽与色谱柱端头放在柱温		
	箱的地板上。		
4	使用 3/32 英寸的内六角扳手松开将色谱柱导入口固定在进样器本体上的三个螺丝(项		
	目 2)。拿住色谱柱导入口然后卸下螺丝。将螺丝放在一旁。		
5	和缓地旋转色谱柱导入口。如果色谱柱导入口不能从进样器本体滑动,用一个小一字		
	螺丝刀轻轻插入法兰和进样器本体之间的缝隙。拧动螺丝刀,从进样器本体上拆下色		
	谱柱导入口。		



在拆卸色谱柱导入口法兰上的螺丝的时候握住导入口。色谱柱导入口 可能坠落对色谱柱造成破坏。



图 1079 进样器组件

更换铝垫圈

每次拆卸过色谱柱导入口以后,都需要更换铝垫圈。

从色谱柱导入口的头上用镊子取出铝垫圈。
用镊子在色谱柱导入口的头上放置一清洁的铝垫圈。
按照如下步骤清洁色谱柱导入口和进样器本体:
清洁色谱柱本体,用甲醇然后为异辛烷超声清洗。
拆下进样器螺帽,隔垫 ,以及带有密封压环和内衬的隔垫支撑。
用甲醇湿润棉花棒,然后轻轻地穿过进样器本体的中心擦拭。
用异辛烷湿润棉花棒,然后轻轻地穿过进样器本体的中心擦拭。

重装色谱柱导入口

重装色谱柱导入口,进行如下步骤:

1	将色谱柱导入口(光滑的棒体部分)插入进样器本体,并且对齐法兰上的孔。确保铝	
	垫圈在适当的位置。	
2	将一个螺丝放在内六角扳手的头上。保持色谱柱导入口在原地不动,向法兰内穿入螺	
	丝。旋入螺丝当不要太紧。这样可以保持色谱柱导入口在原地不动。重复本过程,装	
	上其他两个螺丝。	
3	用内六角扳手交替旋紧每一个螺丝,每次 1/6 圈,直到色谱柱导入口落实在进样器本	
	体上,与法兰之间整个的周边无间隙。	
4	检查石英色谱柱的端头,确保没有被破坏。将石英色谱柱的端头插入色谱柱导入口。	
	注意:如果色谱柱端头受到破坏,割断 1-2cm,然后在色谱柱上的重新定位密封压环	
	与色谱柱螺帽。	
5	轻轻地旋紧毛细色谱柱螺帽。	
	注意:在重新安装色谱柱螺帽到导入口之前,向相反的方向轻轻地旋转色谱柱上的螺	
	帽。将色谱柱螺帽对准色谱柱导入口然后旋紧螺帽。这个过程使拧色谱柱力量减至最	

	小。		
6	用 5/16 英寸的开口扳手旋紧 1/6 圈,保证色谱柱不会移动。		
7	通过按压位于柱温箱部分的 TURN OVEN ON 功能键打开柱温箱。		
8	重装隔垫支撑,内衬,密封压环,隔垫,以及进样器螺帽。		
9	检查进样器是否泄漏,把流量表与分流出口相连接。设定继电器于分流方式。如果流		
	量表指示的流量比以前测量的小,进样器有泄漏。		
	注意: 为保证铝垫圈严紧的密封,使进样器温度从 40 升至 325℃ 然后回到 40℃,		
	再重新旋紧三个螺丝。		

1041 进样器

1041 进样器硬件更换和清洁程序

1041 普遍进样器系统的日常维护和清洁包括隔垫的更换和色谱柱的老化。压力测试和泄漏检查过程包括系统保证提供正常功能。

隔垫的更换

隔垫的更换代表了日常色谱维护的主要部分。使针在同一个地方通过隔垫可以 避免很快损坏隔垫,不要用有毛刺或弯曲的针头以避免针头切割隔垫。



进样器螺帽和自动启动开关在仪器操作期间可能很热,在没有 防护的情况下不要触摸。在进行这个过程前给予进样器螺帽和 警告:高温 周边设备足够的时间使其冷却下来。



用裸露的手指接触隔垫可能导致污染色谱柱。安装新的隔垫应该使用镊子或者手套。

1	确保进样器螺帽是凉的。
2	用镊子拆卸隔垫,不要接触进样器的内部表面。
3	用镊子在进样器中放新的高温隔垫。如果隔垫是 TFE 或者 FEP 涂层,将那个面向下
	放置。
4	重装进样器螺帽,旋紧直到感到有阻力后,再旋紧 1/2 圈。



图 1041 进样器组件

针头/注射器的清洁

正常情况下,通过将溶剂或者下一个样品慢慢地抽提,然后迅速驱动可以清洁注射器。 可以重复过程若干次。

注意:当抽提一个样品后,不要将样品打回样品瓶中。

泄漏检查

1 隔垫螺帽 2 自动启动开关 3 隔垫,10 毫米 4 进样器本体 5 进样器内衬 6 毛细柱螺帽

用于 **1041** 进样器泄漏检查方法可以使进样器得到全面的灵敏度和性能的发挥。 检查进样器的泄漏,要确保使用了适当的过程。

1	拆下测试柱然后用 1/16 英寸无孔密封压环(P/N: 28-694503-00)封堵进样器的出口。		
	拆下进样器螺帽,安装新的隔垫,重装进样器螺帽,然后顺时针旋紧螺帽,直到旋		
	紧。		
2	用载气对进样器加压 60 psi。然后关上载气。		
3	15 分钟内压力下降 1/2psi 以内是可以接受的。用合适的泄漏检测器检漏。注意:当		
	温度方面发生变化时会影响这个检测,因为温度的任何变化可能导致气体膨胀和收		
	缩,从而给出错误的读数。		
4	一个另外的仅对进样器进行泄漏检测的方法是把色谱柱安装在进样器上,然后用火		
	焰烧结色谱柱端头或者用合适的密封封堵。		

市场出售的的肥皂类型的测漏液不应该用在任何毛细系统中,因为,如果泄漏存在,

测漏液会渗透并污染系统。色谱柱的性能将会下降,可能要用一个很长的时间完成清洁系统的工作。

目视泄漏检查

最后的可以选择的检漏的方法是将一滴纯溶剂(推荐使用异丙醇)。

市场出售的的肥皂类型的测漏液不应该用在任何毛细系统中,因为,如果泄漏存在, 测漏液会渗透并污染系统。色谱柱的性能将会下降,可能要用一个很长的时间完成清洁系 统的工作。

注射器泄漏检查

有些时候,色谱响应不能重复是用于使用了旧的或者漏的注射器。注射器必须不泄漏。 为了检查注射器,将针头插入带有 20-30psi 压力的装有无孔密封压环的进样器中。滴一 滴溶剂怀疑泄漏的地方然后寻找气泡。

火焰离子检测器(FID)

当火焰离子检测器(FID) 的性能下降的时候,你可能想要更换火焰喷嘴的密封压环, 或者从内部清洁沉积物,包括火焰喷嘴。

清洁火焰喷嘴和内部部件

如果 FID 的噪声增加,频繁出现毛刺,内部部件可能被污染了,需要清洁。为了清洁 火焰喷嘴和 FID 的内部部件,可以进行如下:

注意:一定要用镊子接触检测器的部件以避免污染。



使用适当的手段以保护眼睛和皮肤。



甲醇和丙酮是有毒和易燃的化学药品。注意当你使用和接触这些物质的时候,练习防护方法。

1	拆下检测器与内部部件。		
2	用砂布磨擦收集器的管壁,绝缘体和火焰喷嘴的金属部分上的沉积物(例如SiO ₂)。		
3	如果火焰喷嘴堵塞了,通过插入一根电线可以清除它。		
4	如果你有超声清洗机,用蒸馏水将收集器,绝缘体,以及火焰喷嘴超声清洗一下。		
5	用甲醇或者丙酮冲洗清洁的部件然后在空气中干燥。		
6	用丙酮擦拭检测器塔。		
7	用甲醇清洁探头臂,在空气中干燥,或者在最高 150℃温度的空气中干燥。		
8	重新安装检测器。为了防止泄漏,每次重新安装检测器塔时使用一个新的铝垫圈。		



图 氢火焰离子检测器组件

更换密封压环

使用一段时期之后火焰喷嘴的密封压环可能恶化和裂缝。作为其后果,会在火焰喷嘴 组件与基座周围发生泄漏,导致不稳定的基线噪声和降低灵敏度。在这种情况之下,或者 当检测器是在 **350**℃ 之上的温度操作,你必须更换密封压环。一定根据应用选择适当的密 封压环。

Vespel / 石墨密封压环有350℃的最高限度的温度限制。

电子捕获检测器(ECD)

使用ECD后,电子捕获检测器的部件上可能沉积化学污染物。在许多情况下,你可以 通过对其加热来清除沉积在放射性放射源和检测池陶瓷绝缘体上的污染。

注意:不要操作ECD至400℃以上。

用载气热清洁

使用氮气作为载气来热清洁ECD。

1	使ECD检测池有载气和尾吹气通过,升高检测器温度到400℃。		
2	当检测器加热至最高温度时监控其输出信号。信号最初将逐渐增加,随		
	后因为化学污染从检测器表面蒸发而逐渐降低。		
3	使检测器的温度保持在400℃的水平上,直到信号到达一个稳定的水		
	平。稳定的信号表明放射源上的污染已经通过这种方法尽可能的被清除		
	了。		
4	设定检测器在正常的操作温度,使载气通过检测池过夜。如果必要的话		
	检查并重新调整接触电位。		
5	如果检测器的性能不能通过清洁的方法来恢复,参考辐射安全手册		
	(P/N: 03-913999-00)关于更换放射源的指导信息。		



不要试图对放射源进行化学清洁。用液体淹没检测池或者使液体通过检测池将使放射性物 质迁移,污染检测池的外部,并且破坏绝缘体。ECD的放射源的清洁只能由NRC 许可证者 持有者来完成。不是NRC许可证持有者对ECD放射源进行清洁按法律是严格禁止的。



避免放射源的破坏。在设定检测器的温度高于室温之上之前,必须有 载气通过检测器的检测池。不这样做可能破坏放射性放射源,对此不 予保修。

第六章 消耗品和部件号

欲预定部件消耗品

• 在Internet网址 http://www.varian.com 与VARIAN 联系。 北京办事处联系电话: 01086631031

进样器

1079进样器

描述	部件号
陶瓷割片(用于切割石英毛细柱)	01 - 900158 - 00
铝垫圈(每包装3个)	03-918672-01
毛细柱螺帽	03 - 949551 - 01
无孔密封压环(1包装10个)	28 - 694503 - 01
隔垫针	72 - 000084 - 00
石墨密封压环,用于5mm的内衬(每包装2个)	03-925342-02
开放的0.5mm内径的内衬	03-925331-00
SPME的开放内衬, 0.8 毫米内径	03-925330-00
不分流内衬, 2mm 内径	03-918466-00
不分流内衬, 去活化玻璃毛填充, 2mm 内径	03-925350-00
分流内衬, 缩口, 3.4mm内径	03-918464-01
分流内衬,开放,3.4mm内径	03-918464-00
分流内衬,10%0V101 on Chromosorb W-HP 填充	03-918956-00
隔垫(每包装25个),11mm	00-997630-02
隔垫支持	03-918676-00
内衬/密封压环定位工具	03-925385-00

选项

毛细柱快速连接套件		03 - 925751 - 91
3800现场安装套件,	液体二氧化碳冷却套件	03-925513-91
3800现场安装套件,	液氮冷却套件	03 - 925506 - 91

1041 进样器/1061 进样器

1001 进杆奋	
用于1041进样器安装1/8英寸不锈钢填充柱的适配器套件	03 - 925588 - 91
用于1061进样器安装1/8英寸不锈钢填充柱的适配器套件	03 - 925588 - 92
注意这些套件包括进样器和检测器的适配器	

用于安装1/4英寸玻璃填充柱的适配器套件	03-925586-91
用于安装1/4英寸不锈钢填充柱的适配器套件	03-925586-93
1061玻璃内衬,用于0.53mm内径的毛细柱	03-918339-00
1061玻璃内衬,用于填充柱	37-000813-00
隔垫,每包装25个,10mm	00 - 997628 - 02

检测器

FID 检测器

火焰喷嘴组件, 0.02英寸内径	02-001938-00
火焰喷嘴组件, 0.01英寸内径	02-001875-00
铝垫圈 25个	15 - 003347 - 01

ECD

ECD检测池,	带有 ⁶³ Ni	薄片	02	2 - 001972 - 01
ECD扳手			72	2-000081-00

第七章 STAR 6.0 (英文版) 工作站安装要点及使用有关

注意事项

- 1. 可以指定安装路径,安装到 D 等硬盘皆可。密码: 02866-65D0-C65-01F0。
- 2. 可以在中文版 windows XP 下运行,但必须在安装主程序后,安装 XP 补丁。
- 3. 安装好工作站后,开 GC 主机,才能查找到主机上通讯卡的地址为: 00.60.93.00.a4.dd。
- 4. 计算机上的网卡为 REALTEK RTL8029 (AS) PCI

Ethernet adopter

TCP/IP 为 10.2.128.2

子网掩码 255.0.0.0

(8139 为联想电脑本身带的 Internet 网卡)

5. GC 主机上的 IP 地址和计算机上通讯板卡的 IP 地址不能相同, 否则冲突无法通讯。

本机设置为 10.0.132.14

- 6. 其余可参照 GC3800 工作站网络系统安装指南既可正常工作。
- 7. 如果安装完成不出现 GC3800 小图标, 点击 Instrument 的 Configuration 既可 解决。
- 8. 在状态栏中,起作用项为红色,平衡好为绿色,不起作用的为灰色。
- 9. 先开主机,后开微机。工作站均能控制主机。但是解决不了主机面板上的 NOT READY 的问题,工作站可以 READ。有两种方法可解决这个问题: 第一,按工作站主界面的 Inject,给样品命名,及创建数据文件夹;第二, 按主机面板的 SET UP 后,重新初始化才能解决主机 NOT READY 灯总亮的 问题。
- 10. 开机设置,激活文件后,主机三个灯。NOT READY, READY, RUN 灯同 时亮。原因是检测器 FID 或 ECD 设置不正确造成的。使用 FID 时,表明灭 火。用 ECD 时, FID 的加热器放大器设置为 OFF。反之依然。
- 11. 方法文件建成存盘不能用中文名称。用中文名称无法激活。
- 12 观察切换 FID 和 ECD 的检测信号 在工作站的分析界面上左侧的下拉菜单,选择 View Front Only 可以观测到 FID 的信号;选择 View Middle Only 可以观测到 ECD 的信号。
- 13 建立工作曲线时,有一些栏目中如内标物名称等输入中文时只能逐字确认输入,不能用联想一串输入。
- 14 在连接 INTERNET 后可能造成工作站和 GC 无法联机。可采用下列办法处理: 启动金山毒霸,进入百宝箱,点击 LSP 修复工具,恢复到初始状态,重新启动电脑即可。