氣相層析儀

[GC-2014 系列]

操作手册

三津科技股份有限公司

台北市忠孝東路一段112號7樓

台南辦事處:台南市崇學路 162 號

Tel: (06)267-1660

Fax : (06)269-3433

ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION

1. 特色:

● 效能:

(1)甚至像丙酮一樣的溶劑也能獲得良好的再現性。

(2)FPD(flame photometric detector)的感度目前經改良後,比起過去的GC-14B 系列多了2.5倍。

(3)管柱保溫箱的冷卻速度,比起過去的GC-14B系列快了1.5倍。

(4)在使用填充管柱或毛細管柱做分析工作時,能獲得良好的再現性。

 ● 操作:

(1)儀器自我診斷功能已有相當的改良,能顯示各方面的警告訊息。

(2)配備 240 x 320 dot, 16-line LCD顯示器,而且螢幕上能顯示分析參數、 梯度程式、層析圖…等資訊,並且界面能切換日文或英文語系。

(3)自動流量控制器(AFC)能控制所有的載氣流量包括填充管系統,再現性方面也相當不錯。

● 對應高速分析:

(1)偵測器信號數位化以達到高速分析的效能。(2)透過高壓注射模式(標準)使高速分析成為可能。

- 對應塡充管柱分析:
 - (1)你能在GC-2014上使用GC-14B標準元件,例如玻璃管柱,不銹鋼管柱, 他們是可通用的。
- 它的寬度為400毫米(與GC-14B相同),而且GC-2014不佔據空間。

1.2 儀器的組成

● 整體外觀:



管柱保溫箱卡榫

● 保溫箱內部(塡充管安裝方法)





● INJ/DET 護罩內部



● 儀器背面



No.	Name	Description
1	電源線	供應儀器所需電源
2	散熱循環出口	保溫箱冷卻散熱出口
3	AFC 所使用的載氣入口	供應載氣(He 或 N ₂)
4	手動流量控制器氣體入口	供應偵測器所用氣體(Air、H ₂ 、Makeup gas)
5	START 信號輸入端子	連接在這端子的外部裝置所獲得的啓動信號
6	READY 信號端子	輸出 READY 信號給任何外部裝置(例如 AOC-20i)
7	START 信號輸出端子	連接在這端子的外部裝置所輸出的啓動信號
8	RS-232C 連接器	用於數位信號的輸出/輸入
9	RELAY 端子	切換 EVENT 91 及 92
10	AOC 通信連接器	連接此連接器到 AOC-20 i/s.電源裝置上的 RS-232C 端子
11	佔洞盟信號於山淵乙	偵測器信號輸出至積分儀或其他數據處理裝置上
11	俱例命后姚荆山师」	的類比輸出
12	AOC 電源供應	連接 AOC-20i/s (選購).
12-1	INJECTOR1 connector	Connects the auto injector.
12-2	INJECTOR2 connector	(Not used)
12-3	SAMPLER connector	Connects the autosampler.
12-4	RS-232C connector	Connector for external control.
12-5	Fiber optic cable connector	Do not connect RS-232C and fiber optic cables simultaneously.

● 操作面板:



No.	Symbol	Name	Function
1		START key	啟動分析
2	(TOP)	STOP key	停止分析
3	-	Screen	240 × 320 dots, 16 lines LCD.
4	(III)	SET key	顯示GC上面所使用的物件設定
5	(ICAT)	MONIT key	顯示GC狀態跟層析圖
6	(TUNC)	FUNC key	進階功能鍵
7		COL key	設定升溫程式
8	(FLOW)	FLOW key	設定載氣流率參數、壓力、分流比等
9	Ē	INJ key	設定注入口的溫度條件
10	(RET)	DET key	設定偵測器温度、靈敏度、電流等
11	en	OPTION key	用於選購裝置的參數設定、如AOC-20i CRG等裝置。
12	(ii)	HELP key	在視窗上顯示HELP項目
13	(s)	Clear key	清除按鍵輸入或錯誤訊息
14	(OTATIO OTARE OF CON)	STATUS/TEMP/FLOW Indicator	GC狀態指示燈,包括溫度、流率等。
15	(*****)	SYSTEM key	啟動/停止 GC
16	(He)	DIAG key	儀器自我診斷功能設定及執行
17	000	PF key	視窗上功能鍵的對應
18	6	Toggle key	分頁的切換功能鍵
19	ଡ -ଉଡଡ ା	Toggle key + Cursor key	方向鍵 +Toggle鍵可調整視窗明暗度
20	<u> </u>	Cursor key	游標方向移動鍵
21		Ten keys	數字鍵
22	ENTER	ENTER key	確認鍵

● 狀態指示器:



◎在操作面板上有三個狀態指示燈:[STATUS], [TEMP], [FLOW]. 你可以透過指示燈的顏色來了解儀器目前的狀況。

• [STATUS] 指示燈:指示儀器目前狀態

Color Status		Meaning
關閉		電源關閉。
组在	持續亮著	系統已準備就緒。
	閃爍	程式(例如昇溫程式)開始執行。
蕃色	持續亮著	系統關閉,或者系統打開,尚未準備就緒。
	閃爍	儀器自我診斷或流量控制器校正功能進行中。
紅色 持續亮著		系通發生錯誤。

• [TEMP]指示燈:指示溫度控制狀態

Color	Status	Meaning
關閉		温度控制尚未被執行。
组合	持續亮著	所有的溫度控制項目都已就緒。
international and the second	閃爍	昇溫程式正在進行中。
蕃色	持續亮著	其中一個溫度控制項目尚未就緒。
	閃爍	昇溫程式已經完成,並且系統開始降溫。
紅色 持續亮著		跟溫度控制有關的錯誤訊息出現。

• [FLOW] 指示燈:指示氣體流量控制狀態

Color Status		Meaning
關閉		氣體控制尚未被執行。
持續亮著		所有的氣體控制項目皆已就緒。
綠色	閃爍	壓力統量程式正在進行,而且系統處於高壓注射的取樣時間中。
蕃色	持續亮著	其中一個氣體控制項目尚未就緒。
	閃爍	壓力統量程式已經完成,並且逐漸回到初始設定值。
紅色	持續亮著	跟氣體控制有關的錯誤訊息出現。

1.3 儀器規格

◆ 管柱保溫箱

Item	Specification
尺寸 (mm)	250 (W) \times 360 (H) \times 175 (D)
體積(L)	15.8
溫度範圍	Room temperature + 10°C to 400°C -50°C to 400°C (When using liquid carbon dioxide gas.)
温度準確度	±1% (K) (Calibration possible at 0.01°C)
溫度誤差	Within 2°C (on a 200mm diameter column holder)
溫度穩定性	Within ±0.05°C
温度係數	0.01°C/°C
Range of linear temperature increase (線性溫度的増加範圍)	115 V model 30°C/min up to 150°C 20°C/min up to 250°C 10°C/min up to 380°C 7°C/min up to 400°C 230 V model 60°C/min up to 150°C 40°C/min up to 250°C 20°C/min up to 380°C 15°C/min up to 400°C
冷卻速度	To cool from 300°C to 50°C, approx. 6 minutes.
過熱保護	Programmable up to 420°C (Also, you have another protection separately: fixed at 500°C.)

◆ 昇温程式

Item	Specification
昇溫梯度	20 ramps in total (Heating and cooling available)
設定	最小溫度設定值 0.1℃
昇溫速率	-250 to 250°C/min, 0.01°C/min increments
昇溫程式可設定的總時間	Maximum 9999.99 minutes

• 様品注入口

Item	Specification
温度範圍	Up to 400°C
溫度設定	1°C increments
過熱保護	Programmable up to 420°C
注射裝置類型	Split/Splitless injection, Packed injection (direct)

• 偵測器

Item	Specification	
●氫火焰離子偵測器 (FID)		
温度範圉	Up to 400°C, 1°C increments	
過熱保護	Programmable up to 420°C	
最小偵測極限	3pg C/s	
最高範圍	10 ⁷	
噴嘴材質	Fused quartz	
時間常數	4 ms to 2 s selectable	
●熱傳導偵測器 (TCD)		
訊號放大器	Differential amplifier of half diffusion line equipped with 4 devices of tungsten rhenium filament. (Filament protective circuit is equipped)	
電源	Constant current	
最高範圍	10 ⁵	
靈敏度	4000mV⋅ml/mg	
最大操作溫度	400°C	
靈敏度範圍切換	\times 1, \times 10 (Preamplifier built-in)	

• 載氣流量控制裝置

AFC (用於分流)

Item		Specification
● 分流/排分流模式	(Capillary column connect	ed)
範圉		0 to 970 kPa (The maximum pressure limit is the primary pressure minus 10 kPa.)
壓力設定		0.1 kPa increments
程式梯度		7 ramps possible
程式速率		-400 to 400 kPa/min, 0.01 kPa/min increments
分流比設定範圍		0 to 9999.9, 0.1 increments
● 直接注射模式		
壓力模式	範圍	0 to 970 kPa (The maximum pressure limit is the primary pressure minus 10 kPa.)
	壓力設定	0.1 kPa increments
	程式梯度	7 ramps possible
	程式速率	-400 to 400 kPa/min, 0.01 kPa/min increments

	Item	Specification
	範圍	0 to 1200 ml/min (When primary pressure is 980 kPa)
 流量模式	壓力設定	0.1 kPa increments
	程式梯度	7 ramps possible
	程式速率	-400 to 400 ml/min/min, 0.01 ml/min/min increments

Dual AFC (用於填充管注入口)

Item		Specification
	範圉	0 to 100 ml/min
流量模式	程式梯度	7 ramps possible
	程式速率	-400 to 400 ml/min/min

偵測器氣體流量控制裝置

手動壓力調節器 (Constant pressure control: standard)

APC (選購)

Item	Specification
範圍	0 to 1000 ml/min (Air), 0.1 ml/min increments 0 to 200 ml/min (H ₂) 0 to 100 ml/min (Makeup He)

2. 使用 GC-2014 之前

2.1 標準附件

• 毛細管專用標準附件 (GC-2014 Afsc, AFSPL, ATFSPL)

Туре	Description	Part No.	Qty
工具	Wrench 6 × 8 Wrench 10 × 12 Tweezers, K-23 Wrench for glass insert nut	086-03003 086-03011 086-16103-01 221-46977	2 2 1 1
附件	Injection port column nut Column nut (with split) Ferrule adjuster (for SPL) Ferrule adjuster (for FID) Column hanger Detector side adaptor (with purge) Detector adaptor joint Graphite ferrule (4 pcs) Detector side adaptor Branch tube MM-MF-MF Branch tube M-type blank nut (2 pcs) G-type blank nut (2 pcs) Glass column joint Insert ring SUS column adaptor INJ side SUS column adaptor DET side Injection port cover Chromatopac signal cable (wide range) { 115 V 230 V	221-16325-01 221-32705 221-41532-91 221-41532-98 221-70200 221-34012-91 221-15561-92 221-15563-91 221-33193-91 201-48386 221-09688-91 221-35566-91 221-35566-92 221-15561-91 221-35566-92 221-15561-91 221-15858 221-14087-91 221-08882-91 221-43597-01 221-47251-91 221-47251-31 221-70162-92	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 4 2 2 2 1 1 1
消耗品 	Fluoride rubber O-ring, for glass insert Glass insert, for split Glass insert, for splitless/WBI Graphite ferrule 0.5, for capillary (10 pcs) Aluminum gasket (100 pcs) Silicon rubber gasket (50 pcs) Silicon rubber septum (20 pcs) Silica wool (2 g) Silicon O-ring (20 pccs) Glass insert (\oplus.2 mm)	036-11203-84 221-41444 221-48335-01 221-32126-05 201-35183 201-35184 201-35584 221-48600 201-47614 221-14093	1 1 1 1 1 1 1 2

* These are only for models with INJ for packed column (GC-2014 AFSPL, ATFSPL).
 ** These are only for model without INJ for packed column (GC-2014AFsc).
 *** One piece comes with the model without INJ for packed column (GC-2014AFsc), and 4 pieces come with the models with the INJ (GC-2014AFSPL, ATFSPL).
 ****One piece comes with the model without INJ for packed column (GC-2014AFsc), and 3 pieces come with the model without INJ for packed column (GC-2014AFsc), and 3 pieces come with the model without INJ for packed column (GC-2014AFsc), and 3 pieces come with the model without INJ for packed column (GC-2014AFsc), and 3 pieces come with the model with the INJ (GC-2014AFSPL).

the models with the INJ (GC-2014AFSPL, ATFSPL).

• 填充管專用標準附件 (GC-2014AF, ATF, AT)

Туре	Description	Part No.	Qty
工具	Wrench 10 × 12 Tweezers, K-23	086-03011 086-16103-01	2 1
附件	Branch tube MM-MF-MF M-type blank nut (2 pcs) G-type blank nut (2 pcs) Glass column joint Insert ring SUS column adaptor INJ side SUS column adaptor DET side Injection port cover Chromatopac signal cable (wide range) { 115 V 230 V	201-48386 221-35566-91 221-35566-92 221-15561-91 221-15858 221-14087-91 221-08882-91 221-43597-01 221-47251-91 221-47251-31	1* 1 4 2 2** 2 1
消耗品	Aluminum gasket (100 pcs) Silicon rubber gasket (50 pcs) Silicon rubber septum (20 pcs) Silica wool (2 g) Silicon O-ring (20 pcs) Glass insert (\u03c63.2 mm)	201-35183 201-35184 201-35584 221-48600 201-47614 221-14093	1 1 1 1 2

* One piece comes with the model without FID, and 3 pieces come with the models with FID. ** Only for models with FID

- 3. 儀器的操作
- 3.1 螢幕的操作
- 當你在螢幕上按^(mont)鍵,即出現右圖的主畫面。(可看到注入口、管柱、偵 伺器溫度,注入口壓力、流速,層析圖等分析參數)



● 下一個視窗的顯示操作

(1)按其中之一個 PF 鍵去對應 PF 選單中的功能操作

當 PF 選單有許多頁可選擇時,在其右邊會出現可切換的[分頁標籤]圖

示。



(2)PF 選單的切換方法,可以按(③)標籤頁切換鈕,來切換所隱藏的 PF 選單。





● 游標的移動

[範例]:

藉由數字鍵設定參數,最後再按

Column NOT READY Column FILE Temp Monit(C) 30.00 Temp program total(min) 30.00 Rate(%min) Temp(C) Time (min) 10.00 Init 12 202 1st 10.00	
2nd <u>END</u>	FLOW 7 8 9 NU 4 5 6 DET 1 2 3 OPTION 0 - HELP CE ENTER
Equilibration Time(min) <u>3.0</u> Del Line Ins Line F	

3.2 使用填充管柱分析

● 當您使用的是填充管柱做分析可能需要以下附件。



• 如果使用不銹鋼填充管柱,需要以下附件。

SUS packed columns*	Aluminum gaskets or silicon rubber gaskets	
	Stundater B	Strangeday O
Glass insert (¢3.2 mm)	SUS column adaptor INJ side	SUS column adaptor DET side (For TCD)
		(For other detectors)





3.3 不銹鋼填充管柱的安裝方法

(1)將玻璃導管插入注入口端的連接器內。



(2)安裝不銹鋼管柱連接器由底下的注入 口端伸進去。



(3)再以手將管柱連接器鎖上。



(4)最後再使用所附的工具扳手將螺帽適度的鎖緊。



(5)使用上面介紹方法一樣將管柱連接器的偵測器端安裝上去。 (連接器安裝好如同右圖所示)



(6)安裝不銹鋼管到連接器上。



(7)並且注意在管柱和連接器之間放置 2~3 片的鋁製墊片。



(8)安裝好再使用扳手固定之。

- 3.4 樣品注入口端墊片之更換方法
- (1)通常墊片隨著注射次數增加,其孔隙會變大而導致系統漏氣、面積再現性不佳等情況,此時就必須更換之。系統預設注射次數為100次後,則會出現訊息提醒使用者必須更換墊片,您可以在儀器操作面板上按[DIAG]鍵,選擇"Analysis counter"項目,即可看到已經累計的注射次數。





- (2) 更換墊片前先確認底下是否有金屬墊片。
 - 注意此金屬墊片其缺口方向必須朝下。
 - 使用Aoc-20i自動注射器時,不需置入金屬墊片。



(3)更換墊片。



(4)安裝注射針導引器。

(5)順時針方向安裝墊片螺帽,儘可能的將螺帽旋緊,並鬆開半圈即可。





- 3.5 玻璃填充管柱的安裝方法
- (1)安裝[**Box nut]**到玻璃填充管柱上, 其附件安裝順序如右圖所示。





(2)如果使用 TCD 偵測器,請安裝套管 及石墨套環。

- (3) 安裝玻璃塡充管柱到保溫箱中
- 以[玻璃導管]連接方式。



(4)將玻璃導管插入管柱入口末端。



(5)將玻璃管柱兩端同時安裝至

(注入口端及偵測器端),並以手旋緊螺帽。



(6)再以扳手適度固定兩端的螺帽。



● 以[On Column]連接方式

在這個模式中,玻璃導管不需被安 裝。

(1)將玻璃塡充管柱較長的一端安裝 在樣品注入口端。



(2)同時將玻璃管柱末端安裝至樣品 注入口端及偵測器端,並且以手旋 緊螺帽。



(3)再以扳手適度固定兩端的螺帽。



3.6 使用毛細管柱分析

• 當您使用毛細管柱分析則需要以下附件。

Injection port column nut	Column nut (with split)	Graphite ferrule
		(* for wide bore column optional)
Aluminum gasket	Silicon rubber septum	Silica wool
Stundater B	Stumeday B	
Glass insert (for split)	Glass insert (for splitless)	Fluoride rubber O-ring
Graphite O-ring*	Ferrule adjuster	

假如您使用的機型為GC-2014AFsc



◆ 安裝毛細管柱到雙FD系統時的狀況使用



◆ 安裝毛細管柱到TCD系統時的狀況使用



- 3.7 玻璃導管的安裝與準備
- (1)玻璃導管的種類,有三種分別是Split(分流分析),Splitless/WBI(非分流/直接 注入分析),以及填充管柱所用的。
- (2)裝填石英綿(silica wool),它能使樣品氣化後獲得充分的混合,而且還可防止 高沸點樣品污染毛細管柱。

填充量

Insert type	Wool amount (mg)	
Split	Approx. 10	20 mm 25 mm
Splitless/WBI	Approx. 2	
Direct injection for wide bore column	None	
Direct injection for wide bore column (When sample contains non-volatile compounds)	5 or less	5.5 mm
		Silica wool

- 3.8 毛細管柱的安裝
- (1)安裝石墨套環到毛細管柱上(注射口端)。



用於分流注射用於非分流及直接注射

(2)使用石墨套環位置調整器,暫時稍微固

定石墨套環。



(3)接下來讓毛細管末端突出位置調整器約 10mm,在將石磨套環固定之,然後將 突出的毛細管部份以刀片切掉。



(4)參考上面方法將石磨套環固定在毛細管偵測器端,依據右圖指示在不同機型上 請參考其"L"長度之正確設定。



(4)安裝毛細管柱至保溫箱中,裡面有 掛鉤可方便使用者懸掛毛細管柱。

(5)安裝毛細管柱的注入口端位置。

(6)以手旋緊螺帽後,再以扳手適度 固定螺帽。



(7)安裝毛細管柱的偵測器端位置。



4. 系統漏氣檢查

(1)載氣的準備(N2或 He)。



(2)打開電源





設定"Start time"用於漏氣檢查所必須的時間,並且確認"Start Temp/Det".選項設定為"Yes"



(4)啓動GC系統。

按[Start GC] 對應(PF1鍵)



(5)以測漏液體檢查管件連接處如果有漏氣現象,可能導致原因為:

- 墊片壽命到了 ======>請更換墊片。
- 樣品注入口周圍密合度不夠===>請更換O-ring 或玻璃導管。
- 管柱連接處密合度不夠====>請更換石墨套環或固定螺帽。
- 鋼瓶所提供的壓力是否足夠===>請更換新的鋼瓶。

(6)停止 GC 系統。

按[Stop GC] 對應(PF1 鍵),並且關掉 GC 電源。

4.1 分析設定

1. GC 組態設定

- 以下這些設定只能用在GC-2014 AFSPL, ATFSPL.等機型。
- 你能使用雙AFC連接到雙填充管柱的注入口位置,來當作Makeup gas。 (左邊為AMC.L,而右邊是AMC.R)

(1)按 🔍 鍵。

(2)選擇選項 6. GC Configuration
(3)在選擇選項 9. Other Configuration
(4)選擇"DAFC unit" as "AMC. LR".

Dillon Configurations	
Uther Configurations	
Language <u>Ens</u>	<u>slish</u>
Backlight auto off (sec)	0
Pressure unit	kPa
Beep volume	<u>Hig</u>
Beep tone	Hi
Atmospheric compensation	<u>Off</u>
Zero at Ready	<u> </u>
Polarity in Ready	Open
SPL Primary Press	
<u>500-9</u>	00kPa
DAFC Unit 🔶 🐴	1C.LR
DTCD Preamplifier	x1
Return	

2. 確認 Line Configuration

(1)在主畫面上按[SET]鍵,進入畫面後再按[Line Confg]對應(PF2鍵)。

並且確認您的儀器裝置組態在分析線上。

	njector	
	SPL	
\mathbb{D}	etector	
	DFID	
	DTCD	
	Option 👘 👘	
	A0C1	
	A0C2	

3. 確認管柱規格及流速

(1)按 2000 鍵後在畫面上,再按

[Column]對應(PF1鍵)。

在視窗上設定管柱的相關規格型號。

Column Diam. CAR1	NOT READY
Column i.d.(mn) Column length(m) Film thickness(µm)	<u>0.32</u> <u>25.0</u> 0.50
Return	

(2)按 建後在畫面上確認分析參數。

Flow CAR1	NO	T READY
SPL UNE		On
Inlet press(kPa)	0.0	100.0
Column flow(點)	0.00	3.50
Linear vel(°%)	0.0	55.8
Split ratio	0.0	19.0
Total flow(삪h)	0.0	73.0
Split mode	•	SPLIT
Control mode	_	PRESS
Carrier gas type		He
		~~~~~~
Column GasSa	wer Or	ı∕Off β

(3)按[Purge]鍵,對應(PF3鍵)。確認[Purge]畫面中的Purge流速。



確認樣品注入口的溫度
 在主畫面上,按[™]鍵確認樣品

注入口的溫度。

Injection	Port CARI NUI REAUY
SPL 1	
T (b)	ACTUAL SETTING
Iemp(C)	150.0150.0
Print	Next Inj

5. 確認偵測器的溫度

在主畫面上按 📼 鍵,確認偵測器溫度。

Detector DEL #2 N	UTREAUY 4 On
Temp(C) 150.0	150.0
Flame	On
Filter Time Constant	zuums
Control Mode S	ingle R
Signal Output Fort Background sig save Background sig comp. Det sig subtraction Signal Range Analog Signal Type	<u>Off</u> <u>Off</u> <u>Off</u> <u>×10⁻¹</u> Linear
Ignite I	gn.Set P

- 6. 確認偵測器氣體流量設定
- 在GC-2014 AFsc機型上

確認H2及Air壓力調節器的每個調整設定值。

AUX AMC AMC I		NOT READY
Press(kPa) Flow(監)	0.0 0.0	0.0
		<u>N2</u>
A <u>MC.R</u> Press(kPa)	0.0	0n
Flow(‱)	0.0	<u>30.0</u> <u>N2</u>
AMC1		Off
Press(kPa) Flow(말뉴)	0.0 0.0	0.0
Offset	Next	V 110/n0

# 在GC-2014 AFSPL, ATFSPL FID機型上 確認H₂及Air壓力調節器的每個調整設定值。 並確認在主畫面上的[Option]鍵裡面的AMC流速,當作Makeup gas使用。

7.確認管柱溫度及昇溫程式設定 在主畫面上按 2,確認其初始溫 度及昇溫程式。

Temp	<u>m</u> Monit(i	5)	FILE	0:F1	LEØ 60.0
Temp	progra	n to	otal(r	nin) 🗌	0.00
	Rate(‱	iπ) Τ	emp(č	:) Tio	ne(min)
Init 1st	E	 NŪ	62.		0.00
Equil	librati	on T	ime(r	nin)	3.0

8. 啓動 GC 系統

當系統處於Off的狀態,按 📟 鍵,畫面出現如右圖,確認"Start time"及

-35-

"Clean up" •

按[Start GC]對應(PF1鍵)去啓動儀器。

Current	; File	•	0:F)	ILE
Start	GC	Mann	-1 S	tan
		nanu		uai
v Start	Flow			
0000	Sta	art Ti	me(mi	in)
				Ő. 1
Start	; Temp/I	)et		Ye
	Dete	ctor		0
\	Auto i	gnite		0f
Clear	ı Up			
+				Of
Stand	l By			

- 9. 確認偵測器參數設定
  - (1)按 → 鍵,並移動游標至頂端切
     換至[ON]的位置,並按"ENTER"
     鍵確認。
  - (2)按[lgnite]對應 (PF1鍵),進行偵 測器點火



10. 系統準備就緒

當所有分析參數確認之後, 直到系統準備就緒**[STATUS]**指 示燈會呈現綠色,表示已完成分析 前之準備。



# 4.2 實際分析

- 1. 執行基線歸零調整
  - (1)在儀器操作面板上按 🖤 鍵,出現

主畫面。

- (2)在PF選單中顯示[Zero Adj]對應PF3鍵 功能,可進行基線歸零。
- (3)當基線穩定後,即可開始進行分析工作。



- 2. 注入樣品
- 當使用手動注射方式時 以微量注射針吸取樣品,一般在 毛細管柱分析的注射量為1μL, 並確認系統狀態指示燈呈現緣 色,再注入樣品。



- 3. 啓動分析
- (1)注入樣品之後,按 鍵開始 分析工作。
- (2)分析過程中狀態指示燈則呈現綠 色閃爍的狀況。
- (3)直到分析完成,又回到持續亮著 綠燈,此時可進行下一個分析工 作。
- START STOP DIAG SYSTEM

- 4. 關閉GC系統
- 當分析工作完成後可依下列步驟關機。
- (1) 按 鍵,則出現圖右圖之畫面。
- (2) 此時可按[Stop GC]對應(PF1鍵), 來關閉GC系統。
- (3) 待儀器降至室溫後, 關閉電源及所 供應的氣體。

GC Stop Sequence R	eady
Current File	0
Stop GC (Stop Program)	
Stop Time(	min)
↓	0.0
Stop Temp/Det	
Flow off Time(	min)
↓	
Flow Control	ont
Sleep Time(	nin
Restart GC	Off
Stop GC File Clean	Up

5. 如果是使用Aoc-20i的情況下請參考以下步驟



(3)在"Option"裡以方向鍵設定 AOC1並按[ENTER]確認。

Line Confia	guration	
	Injector	
	SPL	
	DINJ	
	Detector	
	DFID	
	DTCD	
	Option	
	AOC1	
	A0C2	
	HSS	
Return		

(4)當Aoc設定好之後,按 OPTION

鍵,則出現下圖畫面。

(5)確認AOC的參數設定。

AOC Parameters READY	
AOC1 LINE Inactive	以樣品清洗針頭的次數
Sample Wash <u>2</u>	注射樣品的次數
Number of Injection $\frac{1}{1.0}$	注射樣品的體積
Pre Solvent Wash 0	注射前以溶劑洗針的次數
Solvent Wash	注射後以溶劑洗針的次數
Viscosity(s) $0.2$	清洗 所 抽 取 體 積
Dwell Time(s) <u>0.0</u>	
ACC POWER On	當樣品黏度較高此値可設定高點
	注射針進入樣品瓶中停留的時間
	注射針的推桿注射速度
Start UtherPara	AOC 所供應的電源

# 6. 啓動AOC注射樣品

- 當您有連接電腦軟體時,可以在軟體中按[Start]鍵啓動AOC開始分析工作。
- 如果沒有連接電腦時,可以按AOC上面的[Start]鍵,或GC操作面板"AOC Parameter"上的[Start]對應(PF1鍵),來啓動AOC進行分析注射工作。

AOC Parameters READY AOC1 11 Inactive
Single AOC-20i
Sample Wash <u>2</u>
Number of Injection <u>1</u>
Sample Size(µl) 1.0
Pre Solvent Wash0
Solvent Wash <u>1</u>
Pumping <u>5</u>
Viscosity(s) 0.2
Dwell Time(s) 0.0
Inj. Speed(Plunger) Fast
AOC POWER On
_
Start —— OtherPara

# 4.3 儀器消耗品

# 1.填充管柱消耗品清單

### • 墊片

Name	Part No.	Purpose
Silicon rubber septum (20 pcs)	201-35584	Inlet septum

### • 玻璃導管 (needed when applying "glass insert method")

Name	Part No.	Purpose
Glass insert ø3.2 mm	221-14093	For 3.0 to 3.4 mm glass column SUS column
Glass insert φ2.6 mm	221-14094	For 2.4 to 2.8 mm glass column

#### • 管柱密閉墊圈

Name	Part No.	Purpose
Graphite ferrule (4 pcs)	221-15563-91	Glass column installation
Silicon O-ring (20 pccs)	201-47614	Glass column installation
Aluminum gasket (100 pcs)	201-35183	SUS column installation
Silicon rubber gasket (50 pcs)	201-35184	SUS column installation

#### 填充管柱

Name	Part No.	Purpose
SUS column	201-48705-**	Stainless empty column (3 mm inside diameter.)
Glass column 4MG3-05	221-00838-05	Glass empty column, 3.2 mm inside diameter, 0.5 m long
Glass column 4MG2.6-05	221-00838-05	Glass empty column, 2.6 mm inside diameter, 0.5 m long
Glass column 7G 3.2	221-14368-**	Glass empty column, 3.2 mm inside diameter
Glass column 7G 2.6	221-13008-**	Glass empty column, 2.6 mm inside diameter
Glass column 14G	221-34393-**	Glass empty column, 3.2 mm inside diameter

### • 管柱固定螺帽及連接器

Name	Part No.	Purpose
Glass column joint	221-15561-91	Glass column installation
SUS column adaptor INJ side	221-14087-91	For SUS column connection, injection port side
SUS column adaptor DET side	221-08882-91	For SUS column connection, detector side (excluding TCD)
SUS column adaptor for TCD	221-10079-91	For SUS column connection, only for TCD
Detector side adaptor joint	221-15561-92	For Detector side adaptor, with purge (for FID)
Detector side adaptor joint for TCD	221-10078-92	For Detector side adaptor, with purge, only for TCD

#### • 氫火焰離子偵測器(FID)

Name	Part No.	Purpose
Jet	221-70162-95	Standard jet for FID
Igniter	221-41847-93	

# 2.毛細管柱消耗品清單

## • 墊片

Name	Part No.	Purpose
Silicon rubber septum (20 pcs)	201-35584	Injection port septum (lower than 350°C)
Septum for high temperature (20 pcs)	221-48398-91	Injection port septum (350°C or higher)

### • 玻璃導管所使用的O-ring

Name	Part No.	Purpose
Fluoride rubber O-ring (5 pcs)	036-11203-84	Standard (INJ Temp. up to 450°C)
Graphite O-ring (for splitless/WBI) (4 pcs)	221-47222-91	For high temperature (INJ Temp. 350°C to 450°C)
Graphite O-ring (for split) (4 pcs)	221-48393-91	For high temperature (INJ Temp. 350°C to 450°C)

### • 玻璃導管

Name	Part No.	Purpose
Glass insert (for split)	221-41444	For split injection method
Glass insert (for splitless)	221-48335-01	For splitless injection method
Silica wool (2 g)	221-48600	To pack in glass insert

### • 石墨套環

Name	Part No.	Purpose
Graphite ferrule G0.5 (10 pcs)	221-32126-05	Capillary column installation
Graphite ferrule G0.8 (10 pcs)	221-32126-08	Wide bore column installation

### • 流量控制器

Name	Part No.	Purpose
Molecular sieve filter	221-34121-93	For removing contamination in carrier gas
Trap (SPLIT)	221-42559-92	Split flow line trap
Trap (PURGE)	221-42559-92	Septum purge flow line trap
Aluminum gaskets	201-35183	For tubing connections

### • 氫火焰離子偵測器(FID)

Name	Part No.	Purpose
let	221-70162-92	Jet for FID (for capillary column)
	221-70162-95	Standard jet for FID
Igniter	221-41847-93	Igniter for FID

# 5. 問題排除

● 假如你發現以下問題請執行檢查維護保養工作

問題	可能原因	解決方法	參考頁目
	墊片	更換新的墊片	Refer to "4.4 Septum" P. 83.
滯留時間再現性不佳	玻璃導管中石英綿位置 不對	重新裝填石英綿	Refer to "4.6 Glass insert" P. 87.
	玻璃導管受污染	清洗玻璃導管	Refer to "4.6 Glass insert" P. 87.
	墊片	更換新的墊片	Refer to "4.4 Septum" P. 83.
波峰面積再現性不佳	玻璃導管中石英綿位置 不對	重新裝填石英綿	Refer to "4.6 Glass insert" P. 87.
	玻璃導管受污染	清洗玻璃導管	Refer to "4.6 Glass insert" P. 87.
	墊片	更換新的墊片	Refer to "4.4 Septum" P. 83.
	玻璃導管中石英綿位置 不對	重新裝填石英綿	Refer to "4.6 Glass insert" P. 87.
偵測到不明波峰	玻璃導管受污染	清洗玻璃導管	Refer to "4.6 Glass insert" P. 87.
	毛細管柱	活化毛細管柱	Refer to "4.9 Capillary column" P. 93.
基線不穩定	毛細管柱	活化毛細管柱	Refer to "4.9 Capillary column" P. 93.
當溫度上升時,偵 測到不明的波峰。	石墨套環	檢查石墨套環	Refer to "4.7 Graphite ferrule" P. 90.
當溫度上升時, 基線飄移嚴重。	石墨套環	檢查石墨套環	Refer to "4.7 Graphite ferrule" P. 90.
載氣有洩漏情形	玻璃導管用的O-ring	旋緊再固定它	Refer to "4.5 O-ring for glass insert" P. 85.
甚至透過旋緊螺帽後 載氣依然有洩漏情形	玻璃導管用的O-ring	可能已老化請更換之	Refer to "4.5 O-ring for glass insert" P. 85.

### (1) 氣體跟壓力設定

問題	問題原因	解決方法	參考頁目
	無氣體供應	打開氣體鋼瓶的開關供應 氣體。	
	所供應的鋼瓶壓力過低	設定載氣供應壓力300~980KPa 氧 氣 : 300 to 500 kPa 空 氣 : 300 to 500 kPa 輔助氣體 : 300 to 980 kPa	
	氣體有洩漏情形	檢查氣體漏氣,旋緊漏氣連接 處。 (更換管件墊圈)	Refer to [1.3 Gas supply plumbing] in Instruction Manual.
壓力/流速無法設 定或者無法達到	APC/AFC設定値不恰當 ,設定値超出能控制 的範圍。	設定適當的壓力值。	Refer to [12.1.2, 12.2.2 and 12.3.2 Setting the flow rate] in Instruction Manual.
設定值。 ·	載氣、管柱長度及内徑 沒有正確檢查。	設定正確的載氣、管柱長度, 及內徑。	Refer to [12.1.2, 12.2.2 and 12.3.2 Setting the flow rate] and [12.1.3 and 12.2.3 Setting column parameters] in Instruction Manual.
	總流速設定過低,且壓 力無法提升。	提高總流速。	Refer to "3.3 Analysis using capillary column" P. 47.
	分流淨化管出口阻塞。 同樣的假如總流速設定較高, 分流出□的實際流速較低。	更换淨化管。	Refer to "4.10 Flow controller (SPL, WBI only)" P. 94.
	你所安裝的管件不恰當	安裝正確的管件。	Refer to [1.3 Gas supply plumbing] in Instruction Manual.
連續地氣體洩漏	石墨套環或其他墊圈毀損	以新的墊圈更換之	
	氣體有洩漏情形	檢查氣體漏氣,旋緊漏氣連接 處。 (更換管件墊圈)	Refer to [1.3 Gas supply plumbing] in Instruction Manual.

# (2) 溫度控制

Problem	Possible cause	Solution	Reference
	The GC has not started yet. (In this status, if [SYSTEM] key is pressed, "GC Start Sequence" is displayed.)	Press [SYSTEM] key, and press [Start GC] on PF menu.	
	加溫控制設定為"OFF"	Turn the control to "On" on the setup screen of COL/INJ/DET, etc.	
温度無法上升或	Because start time is set at too high a value, heating has not started yet.	Set the start time to a lower value. (Note: Immediately after the setting, the newly set value is in effect.)	
達到設定値。	Heat loss error has occurred because the oven door remains open, or there are holes on insulation of the oven door, etc.	Close the oven door. Fill up the holes on the insulation.	
	Since the specified maximum temperature is too low, an overheat error has occurred.	Specify a higher maximum temperature.	Refer to [16.6.4 Setting the maximum temperature limit] in Instruction Manual.
	The DET actual temperature is lower than the set COL temperature. (To avoid detector contamination, GC is designed for the COL temp. not to exceed DET actual temperature.)*	Set the DET temperature higher than the COL temperature.	