



目录

前言

重要信息	5
仪器概述	5
控制器元件	6
屏幕	6
键盘	7
状态屏幕	8
浏览屏幕	9
例：配置色谱柱	9
配置仪器	13
查看当前配置	14
调整显示对比度	14
配置显示器和键盘	14
设定时间和日期	17
配置 RS-232 端口	17
IP 地址设定	18
控制模式	18
绘制信号图	21
绘制多重信号	24

方法

设计方法	27
将激活方法另存为被命名的方法	28
将激活方法另存为 SERVICE 方法	30
重新存储缺省方法	30
使用 PC 卡	30
从 GC 把一个方法拷贝到 PC 卡上	31
从 PC 卡把一个方法拷贝到 GC	31
从 PC 卡删除方法	32
存储方法到 PC 卡的列表中	32
在 GC 存储器中存取方法	33

流量和压力控制

氢气关闭	35
柱关闭	35
电子气路控制	36
气体流量开和关	36
解释流量和压力显示	36
配置色谱柱	37

柱模式	39
柱模式对进样口模式	39
初始柱流量或压力	41
程序控制流量或压力	42
辅助通道	43
配置热辅助类型	44
配置气路	44
设定辅助温度和压力	45
设定辅助温度梯度	46
解决流量和压力故障	47

自动化

进样器控制	50
设置进样器参数	50
清洗参数	51
针头深度	51
停留时间	52
溶剂参数	52
序列参数	54
输入阀参数值	55
非序列操作	55
控制序列	55
启动序列	55
暂停序列	56
恢复一个被暂停的序列	56
取消被暂停的序列分析	56
停止序列	56
运行表	56
存储信号值 (Store Signal Value) 和信号归零值 (Signal zero - value) 事件	59
时钟表	60

分流 / 不分流进样口

使用氢气	62
选项	62
进样口模式	62
进样口和色谱柱	63
进样口设定	64
预运行	65
设定进样口模式	66



目录

分流 / 不分流的术语	66	已配置了色谱柱使用分流模式	95
压力脉冲模式	67	在没有配置色谱柱时使用分流模式	97
设定一个压力脉冲	68	不分流模式	98
分流模式	69	流路图	98
使用配置柱的分流模式	70	对温度要考虑的事项	100
使用未配置柱分流模式	70	启动值	101
不分流模式	71	已经配置色谱柱时使用	
气路	71	不分流模式	102
不分流模式进样	72	在没有配置色谱柱时使用	
配置柱用于不分流模式	73	无分流模式	103
未配置柱用于不分流模式	74	溶剂放空模式	104
载气节省	74	流动形式	104
吹扫填充进样口		对温度、压力和流速	
使用氢气	76	要考虑的事项	106
进样口和色谱柱控制	76	操作次序	108
进样口设定	77	时间排列	109
使用吹扫填充进样口	78	什么是开始运行？	110
填充柱和未配置毛细管柱	79	已经配置色谱柱时使用	
配置了的毛细管柱	79	溶剂放空模式	110
		未配置色谱柱使用溶剂放空模式	111
		大体积进样	112
程序升温汽化进样口		冷柱头进样口	
使用氢气	80	进样口温度	120
进样口模式	80	冷气流（选项）	120
进样口和色谱柱	81	跟踪柱温箱模式	121
进样口设定	81	温度程序模式	121
停止行为	83	设定值的范围	121
设定进样口模式	84	操作冷柱头进样口	122
加热进样口	84	热导检测器	
PTV 的术语	86	使用氢气	124
脉冲模式	87	操作条件	124
设定压力脉冲	88	TCD 参数	124
已经配置色谱柱时使用		尾吹气	127
脉冲不分流模式	89	极性	128
在色谱柱没有配置时使用		信号选择	129
脉冲无分流模式	90	模拟输出	131
已经配置色谱柱时使用		使用 TCD	132
脉冲分流模式	92	火焰离子化检测器	
在色谱柱没有配置时使用			
脉冲分流模式	93		
分流模式	94		
对温度要考虑的事项	95		



目录

使用氢气	134	使用电位计	161
检测器操作注意事项	134	信号选择	162
喷嘴	135	数据速率	163
电位计	135	使用快速出峰	163
尾吹气	136	选择尾吹气模式	164
尾吹气模式	136	加热器配置	165
信号选择	137	FPD 参数	165
模拟输出	139	使用 FPD	166
自动再点火一点火补偿	139		
FID 参数	140	阀	
使用 FID	142	阀类型	168
微池电子捕获检测器		配置阀	169
线性	144	进样阀	169
检测器气体	145	带进样阀的多通阀	171
温度	145	手动控制阀	172
电位计	145	手动转动一个阀	172
模拟输出	145	设定阀箱温度	173
操作检测器	146	设置阀箱温度	173
柱箱		维修方法	
柱箱性能	148	维修屏幕	174
柱箱安全措施	148	运行记录本	174
柱箱设定	149	故障诊断	175
建立恒温运行	150	查看诊断状态	175
程序升温	151	泄漏检测（所有的进样口）	175
柱补偿	154	分流出口检测（仅用于分流 / 不分流	
建立柱补偿图	155	进样口和 PTV 进样口）	178
应用柱补偿谱图	156	喷嘴检测	180
		键盘检测	182
		校正	182
		维修	186
		使用早期维修反馈	187
		重新设定维修期限	188
		决定维修期限	189
		升级功能	190
		GC 升级	190
		进样器固件升级	191
		控制器固件升级	192
火焰光度检测器 (FPD)			
使用氢气	158		
概述	158		
线性	159		
使用点火补偿	159		
点燃火焰	160		

前言

重要信息

© 安捷伦科技公司 1998, 1999, 2000, 2002, 2004

版权所有，未经书面许可不得擅自复制、引用或翻译，符合版权法者例外。

Vespel[®] 是 E.I. duPont de Nemours 公司的注册商标。

Swagelok[®] 是 Swagelok Company 的注册商标。

部件号：G2629-97329

第一版，2004 年 3 月

代替号 G2629-97327, G2629-97328 控制器用户手册

美国印刷

仪器概述

控制器提供对 6850 气相色谱仪（GC），6850 自动进样器和阀的完整的程序管理和控制。

当连接到 Agilent 6850 GC 时，控制器能够：

- 运行分析方法
- 通过一块 PC 存储器卡在 GC 之间建立、编辑、传送分析方法
- 设定 GC 温度和流量，配置 GC 部件（色谱柱，进样口，检测器等）
- 显示诸如柱箱温度和检测器输出的实时信号
- 运行诊断测试
- 提供关于各种提示、设定值、所需操作的上下文有关的信息等
- 执行多种其它功能

控制器元件

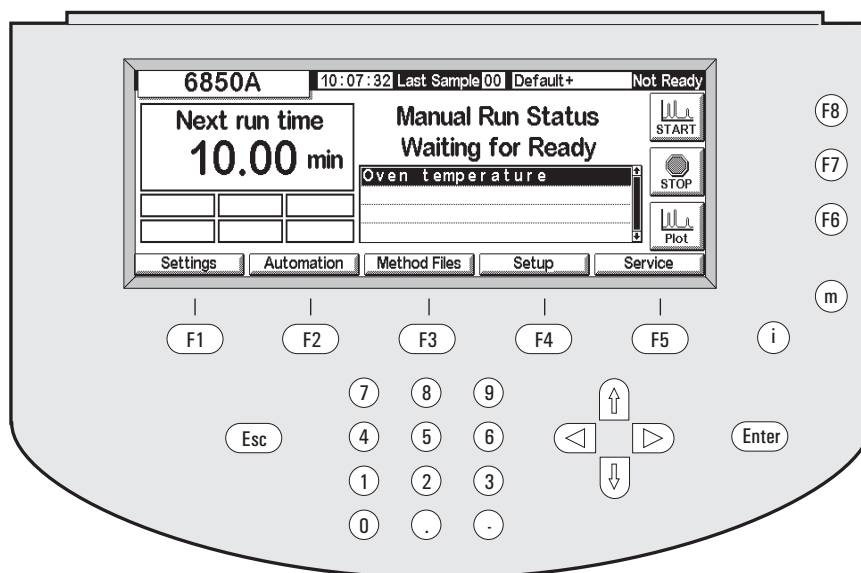


图 1. 控制器

控制器由显示器、键盘和连接到 6850 GC 的电缆组成。在左边有一个插槽——在上图中看不见——能容纳一块 PC MCIA 闪烁存储器卡（此后称 PC 卡）。

控制器通过从键盘指令输入到屏幕的一组参数进行操作。这些指令作为一个被命名的方法存储起来。

屏幕

图 1 是一个典型的状态屏幕。是一个所有基于屏幕操作的起点。在此屏幕底部的五个标记是指在其下方的五个键（F1 到 F5）。在右边三个标记是指在其右方的三个键（F6 到 F8）。键标记的功能根据不同屏幕而改变。

第 12 页的表 2 列出完整的屏幕目录。

键盘

键盘用于操作整个屏幕并且输入指令和数据。

F1 至 F5 操作键。参见屏幕底部的标记。

F6 至 F8 激活键。参见屏幕右边的标记。

Esc(ape) 取消一项操作或返回原先的屏幕。

← → 在显示器上移动光标。

↑ ↓ 选择设定值、数值、字母数字字符。

m(enu) 显示附加的对话。

i(nfo) 对当前选项的在线帮助；按两下即可查看帮助的索引。

0 to 9 输入数字和字符。

. 输入一个小数点。

- 输入一个减号。

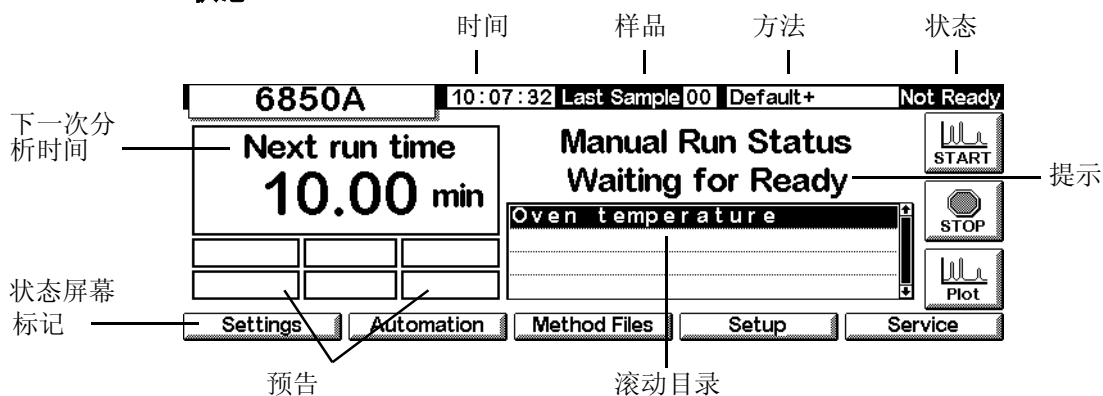
Enter 接受当前输入的条目和操作。

0 到 9 的键，加 **·** 和 **-** 号，用于输入字母字符。用到的特殊技术在本节稍后加以说明。

状态屏幕

所有的操作都从现在所显示的状态屏幕开始。从任何其它屏幕返回到状态屏幕，重复按 Esc 键。

状态



状态屏幕组成部分是：

- *Time* —— 24 小时制时钟时间
- *Sample* —— 上次样品运行或当前正在运行的样品。
- *Method* —— 激活方法的命名。如果方法自从调入后已被修改，其后跟一个 + 号。
- *Status* —— 当前 GC 的条件。
- *Announcements* —— 妨碍 GC 启动一次运行或可能影响结果的任何当前条件。

警告、故障、关闭和方法预告提示你潜在的问题。运行记录预告闪烁则告诉你阅读运行记录 (Runlog)。当 start 被控制器或化学工作站锁定则 *启动锁定 (strtlck)* 预告闪烁。如果当 StrtLock 宣告有效，键盘接通，延着控制器屏幕底部出现 **Keyboard Locked**。

- *Scrolling list* —— 显示 GC 的问题或激活方法。在这个例子里，告诉你由于柱箱温度不稳定所以 GC 未准备好。
- *Messages* —— 仪器条件。这些提示说明运行的类型或 GC 正在作准备的序列，和是否已准备就绪。
- *Next run time* —— 激活方法完成一次运行所花的时间。

- *Status screen labels* —— 识别在显示器下方的 F1 到 F5 键和在右边的 F6 到 F8 键的功能。见 表 1。

表 1. 状态屏幕标记

键	屏幕标记	功能
F1	Settings	经常改变的条件，例如柱箱温度、保持时间、进样口温度等
F2	Automation	阀件和进样器控制，时钟和运行表
F3	Method Files	多组控制数值的建立和保存
F4	Setup	不经常改变的条件，例如最高柱箱温度，压力单位选择等
F5	Service	记录文件、测试、温度和压力校正等
F6	Plot	在显示器上实时显示进行中的信号
F7	Stop	终止一次运行或序列
F8	Start	开始一次运行或序列

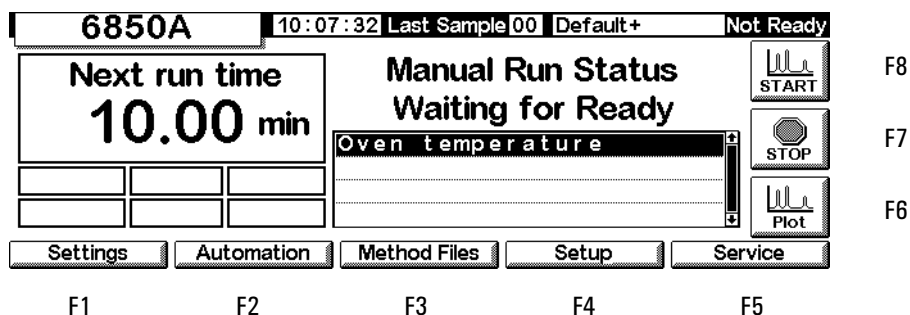
浏览屏幕

本示例显示使用控制器配置色谱柱，以便仪器能够将流量转换成压力，反之亦然。

例：配置色谱柱

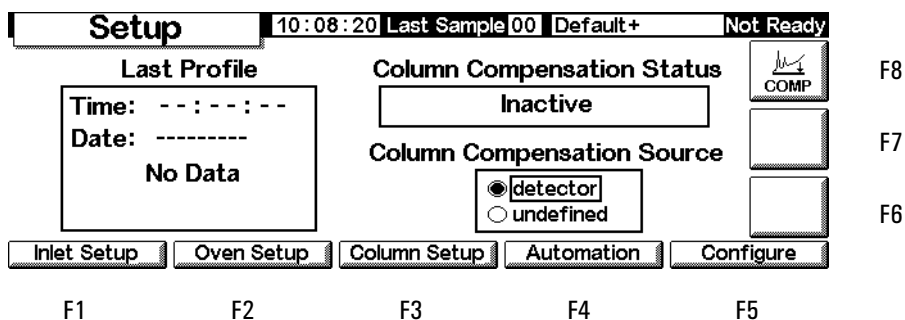
1. 从状态屏幕开始。如果你处在其它屏幕，重复按 **Esc** 键直到如下屏幕出现。

Status



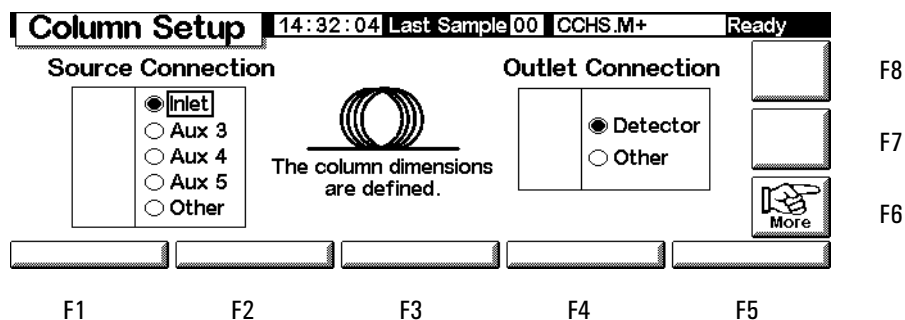
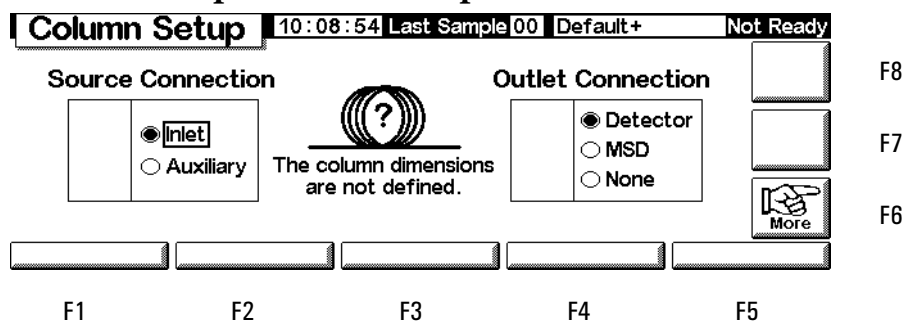
- 按 Setup(F4) 显示下一个屏幕，在本手册中，提供了如何由状态屏幕转到其他屏幕的路径（在此情况下为 Status/Setup）。

Status / Setup



- 按 Column Setup (F3) 到下一个屏幕，下面出现的是带辅助 EPC 的第二个版本的 GC，第一个屏幕出现所有其他项目。

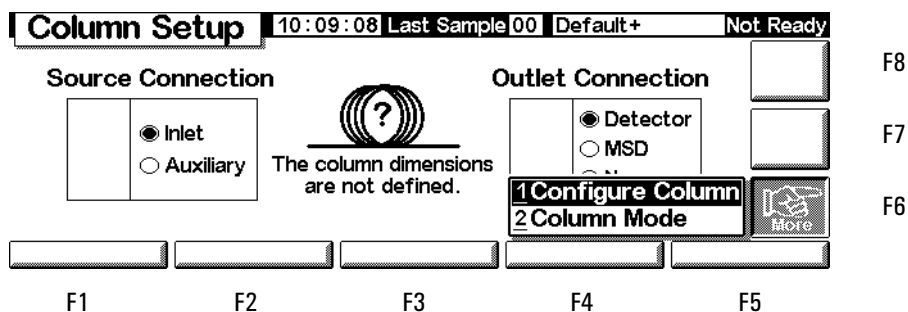
Status / Setup / Column Setup



- 检查毛细管柱头和出口连接是否正确。如果不正确，用 ← 和 → 键选择正确设定而 ↑ 和 ↓ 键用于特殊选择。按 Enter。

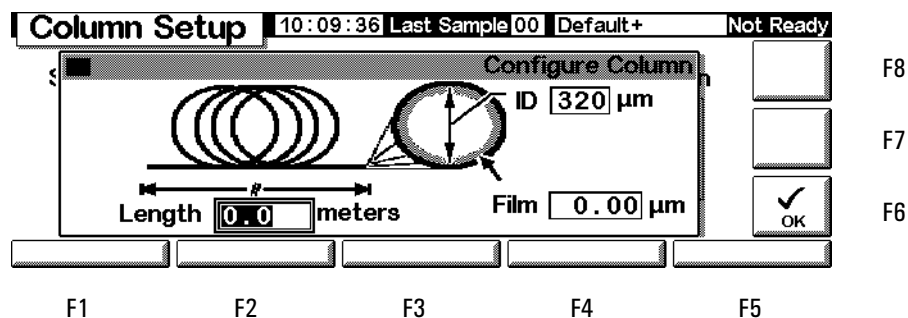
5. 中间的 ? 和提示说明色谱柱没有配置, 为了纠正它, 按 More (F6) 以便显示弹出的菜单。

Status / Setup / Column Setup / More



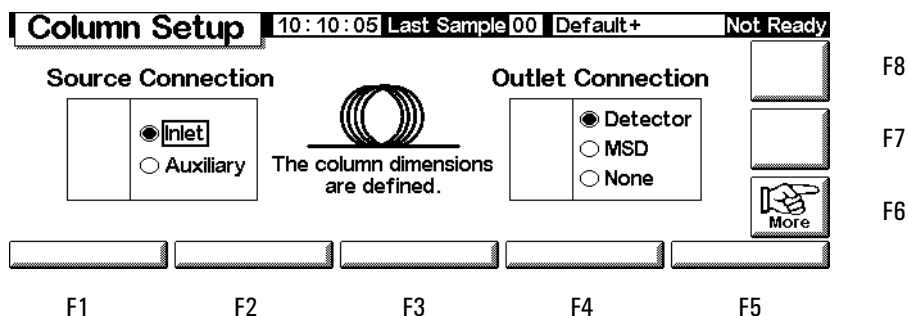
6. 用 ↑ 和 ↓ 键选择 Configure Column 并按 Enter 键, 或按数字 1 键。

Status / Setup / Column Setup / More / Configure Column / Enter



7. 按 ← 和 → 到达三个区域, 用屏幕上显示的单位键入数值, 并按 OK (F6)。接受这些值并返回到前一个屏幕。

Status / Setup / Column Setup



8. 注意 ? 已经没有了, 因为现在色谱柱已经进行了配置。要反回到您开始的地方, 重复按 Esc 到前面的屏幕, 本手册的后面部分将显示没有 F- 号标志的屏幕。

表 2. 控制器屏幕

F1 设定				
F1 进样口	F2 柱箱	F3 色谱柱	F4 检测器	F5 辅助加热区
温度、梯度、温度模式、压力、流速、梯度、模式（进样口*、脉冲*、载气节省*、脉冲/分流*、溶剂放空*）、载气*、单元*、冷却剂信息	温度、程序	流量和压力模式、柱模式、配置、	温度、流量、信号输出、气体类型	温度和压力程序，辅助 EPC 设定值
F2 自动控制（序列类型、所用样品、序列重复、序列控制）				
F1 进样器	F2 阀		F4 时钟表	F5 运行表
体积、泵次数、清洗次数、深度、停留时间、粘度、慢速进样	开关阀（Toggle Valve）		增加和删除事件	增加和删除事件
F3 方法文件（查看激活方法、存储激活方法、存储方法、复原到缺省值）				
	F3 存储列表	F4 PC 卡	F5 GC 方法	
		存盘、调用和删除	调用和删除	
F4 设置（柱补偿）				
F1 进样口设定	F2 柱箱设置	F3 色谱柱设置	F4 自动控制	F5 配置
载气、压力、单位、真空校正、冷却控制	平衡时间、最大温度、低温控制	气源和出口连接、配置、模式	进样器、多路阀、溶剂节省、自动运行准备	柱温箱, 序列号 #, mfg 日期, 时钟, 序列号和 LAN 的通讯。当地 UI, 显示, 检测器类型。阀 1 & 2, 辅助温度和压力。进样模式和容量, 柱尺寸
F5 维修（运行记录、启动维修、退出维修）				
F1 记录本	F2 诊断	F3 校准	F4 维修	F5 更新
查看 / 载气节省记录本	进样口、检测器、键盘	对柱温箱、进样口、色谱柱、检测器、辅助 EPC 的工厂设定值	维修期限早期维修反馈	更新控制器固件、GC, 进样器
F6 绘制信号				
F7, F8 开始和终止运行				

* 仅用于分流 / 不分流进样口

配置仪器

仪器需要进行配置

- 首次使用以前
- 只要是改变或新增硬件

配置仪器，设定全球性参数，如日期和时间，以及也要告诉仪器在仪器安装的设备，以便 GC 可以对它们进行适当的控制。

要注意配置的设定值直接影响您的方法，未经配置的设备不可能在显示器上出现，或者没有可设定的数值，而且这些设定值控制着要执行的某些任务，例如，改变气体进样阀的样品定量管。

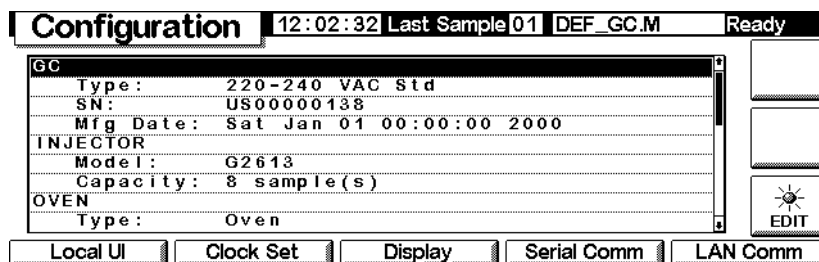
在首次使用 GC 以前，要配置下列的项目 / 功能：

- 显示器对比度 (参见第 14 页的[调整显示对比度](#))
- 显示器和键盘 (参见第 14 页的[配置显示器和键盘](#))
- 时间和日期 (参见第 17 页的[设定时间和日期](#))
- IP 地址设定值 (参见第 18 页的[IP 地址设定](#))
- 通信设定值 (参见第 17 页的[配置 RS-232 端口](#) 和第 18 页的[IP 地址设定](#))
- 色谱柱 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
- 自动化参数，如进样器信息 (参见第 51 页的[自动化](#))
- 进样口 (参见有关适当检测器类型的的章节)
- 检测器 (参见有关适当检测器类型的的章节)
- 自动预运行 (参见第 66 页的[预运行](#))
- 柱温箱 (参见第 150 页的[柱箱设定](#))
- 阀 (参见第 170 页的[配置阀](#))

查看当前配置

您可以显示一个项目列表说明 GC 所安装的部件，此表说明 GC 所列出一些项目诸如序列号和进样模式（如果安装了）。下面是一个这种屏幕的举例。按 ↑ 和 ↓ 可上下滚动列表。

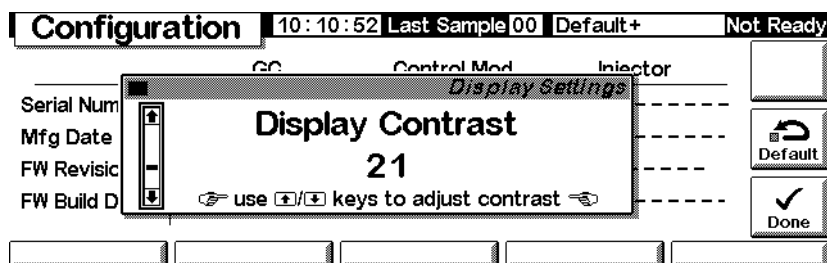
Status / Setup / Configure



调整显示对比度

1. 显示如下屏幕。

Status / Setup / Configure / Display



2. 用 ↑ 和 ↓ 键调节屏幕的对比度，满意时按 DONE 键。

配置显示器和键盘

控制器可定义 GC 使用键盘和显示器的功能。这一点在某些情况下很有用，例如，把 GC 用作特定用途的分析器，或用 ChemStation 或 Cerity Chemical 进行遥控操作。

为定义 GC 键盘和显示器的功能：

1. 显示这一屏幕

Status / Setup / Configure / Local UI

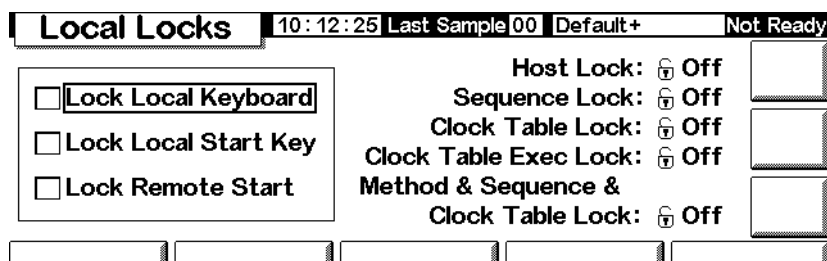
- 柱温箱温度，提示行，进样口压力，柱流速，信号，和运行时间只是显示其功能特点——要改变其数值需要一个控制器或一个化学工作站。
 - 维修模式——可以从键盘上装载 SERVICE 方法(参见第 175 页的[维修方法](#))。
 - 存储方法——可以滚动显示器找到存储方法的列表，所以可以从键盘上选择和装载它们。
 - 运行时间模式——控制是否使用 Run Time，如果显示，用 up（从 Start 计时）或用 down（计时到运行结束），这一选择不影响运行时间表。
2. 选择您想在 GC 显示器上显示的项目，选择您想在 GC 键盘上执行的动作，如果选择了 Run Time，则显示 Run Time Mode。
 3. 按 Beeps 来显示下一个屏幕。

Status / Setup / Configure / Local UI / Beeps

4. 选择您要 beep 具有的功能。

5. 按 Esc 转到 Local UI 屏幕，然后按 Locks 来显示下一个屏幕。

Status / Setup / Configure / Local UI / Locks



- *Lock Local Keyboard* —— 使所有从控制器改变的参数失效。
- *Lock Local Start Key* —— 使 GC 面板上的 Start 键失效。
- *Lock Remote Start* —— 使在 GC 背面的 REMOTE 连接器的 Start 功能失效。你仍然可以用控制器启动一次运行。
- *Host Lock* —— 一个报告值。On 表示一台化学工作站或另外一台计算机正在控制 GC，并且你不能从控制器改变设定值。
- *Sequence Lock* (序列锁定) —— 从 GC 锁定序列执行。
- *Clock Table Lock* —— 锁定时钟表的访问。
- *Clock Table Exec Lock* —— 锁定时间表事件的执行。
- *Method & Sequence & Clock Table Lock* —— 锁定正在从 GC 面板或控制器调用的方法，并且锁定序列和时间表。

设定时间和日期

GC 有一个内部使用的的时间和日期，用于任务的执行，如记录方法和故障。要设定时间和日期：

1. 显示这一屏幕。

Status / Setup / Configure / Clock Set

Configuration		10:11:33	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Clock					
Time	Hour	Min	Sec		
	<input type="text" value="10"/>	<input type="text" value="11"/>	<input type="text" value="33"/>		
Date	Day	Month	Year		
	<input type="text" value="11"/>	<input type="text" value="11"/>	<input type="text" value="2002"/>		
					<input checked="" type="checkbox"/> Done

2. 设定日期和时间并按 Done。

配置 RS-232 端口

这是指 GC 后面标有 RS-232 的连接器，它不会影响控制器 /GC 的通讯。

正常情况下，6850 在工厂会配置用于一般性的通讯。但是如果您需要核对或改变通讯设定值，按下面的方法进行：

1. 显示这一屏幕。

Status / Setup / Configure / Serial Comm

Host Serial		12:55:13	Last Sample 00	SERVICE+	Not Ready
Baud Rate	Parity	Handshake	Data	Stop	Term
<input type="radio"/> 300 <input type="radio"/> 1200 <input type="radio"/> 2400 <input type="radio"/> 4800 <input checked="" type="radio"/> 9600 <input type="radio"/> 19200 <input type="radio"/> 28800 <input type="radio"/> 38400 <input type="radio"/> 57600	<input type="radio"/> odd <input type="radio"/> even <input checked="" type="radio"/> none <input type="radio"/> mark <input type="radio"/> space	<input checked="" type="radio"/> none <input type="radio"/> xon-xoff <input type="radio"/> cts/rts	<input type="radio"/> 7 <input checked="" type="radio"/> 8	<input checked="" type="radio"/> 1 <input type="radio"/> 1.5 <input type="radio"/> 2	<input checked="" type="radio"/> LF <input type="radio"/> CR

2. 调节控制器以便适应外部设备的要求，按 Esc 结束。
3. 设定日期和时间，当您按 Done 时时钟就重新设定时间。

IP 地址设定

设定 IP 地址的方法取决于您已经装在 GC 上 LAN 卡的类型。要查看现行的设定值，就显示这一屏幕。

Status / Setup / Configure / LAN Comm

LAN Setup		03:00:05	Last Sample 00	Default	Not Ready
LAN Card Settings					
IP Address	130 . 30 . 255 . 236	Timeout		99 seconds	
Subnet Mask	255 . 255 . 248 . 0				
Default Gateway	130 . 30 . 248 . 1				
Control Mode	Use BootP to get address				
Set LAN					

如果安装了 LAN 卡，其设定值如图所示，作为参考。在 LAN 卡 /GC 安装时就设定了 IP 地址、子网掩码、缺省网关和超时。控制模式解释如下：

控制模式

LAN 设定屏幕上显示的控制模式表明获得 LAN 配置设定的当前方法。所能使用的控制方式与 LAN 卡的安装有关 (参见表 3) 如果需要了解如何识别 GC 上安装了何种 LAN 卡，见第 14 页的[查看当前配置](#)。

表 3. 所能使用的控制模式

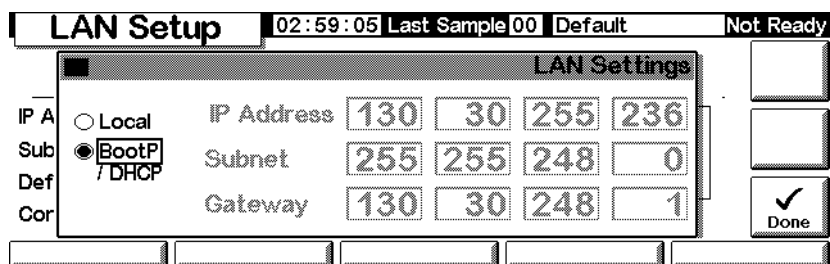
LAN 卡	所能使用的控制模式	输入设定
J2552B	BootP	N/A
J4100A	BootP, 本地机输入设定	GC 前面板
Lantronics	DHCP, 本地机输入设定	GC 前面板, 控制器

- 如果安装了 J2552B 或 J4100A LAN 卡，屏幕出现“Supports BootP Control Mode Only”（只支持 BootP 控制模式）提示。尽管从控制器可以设定 LAN 地址，但**不推荐**这样设定。这样会使连接很慢。
- *用 BootP/DHCP 获得地址*：从 BootP 程序或 Windows NT® DHCPY 来设定 GC 的 LAN 地址。

- 由本地机输入设定：由控制器货 GC 前面板输入 IP 地址，子网掩码和网关值来设定 GC。参见第 16 页调整 IP 地址设定值。

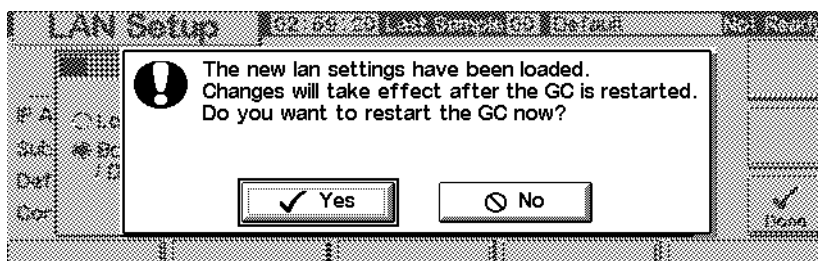
调整 IP 地址设定值，屏幕显示：

Status / Setup / Configure / LAN Comm / Set IP



自动指派 IP 的设定值

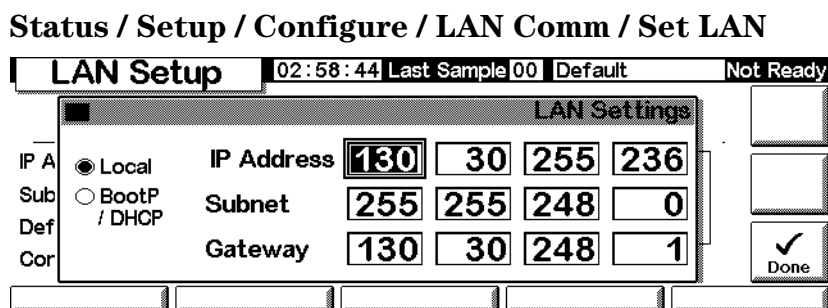
1. 选择 BootP/DHCP，用 BootP 程序货 DHCP 设定 GC LAN 卡的配置。GC 将自动使用相应的方法。
2. 按 Done，只有当 GC 重新启动时新的设定制才能使用。要现在重新启动，选择 Yes，出现下列窗口：



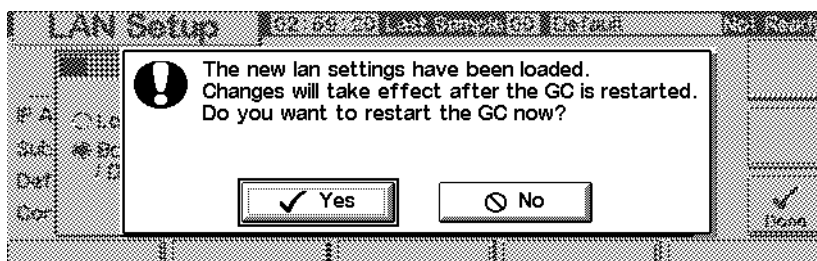
特殊 IP 地址的设定

控制器能够用来调整使用 Lantronics LAN 卡的 6850 GC LAN 的设定值。参见第 14 页的[查看当前配置](#) 查看有关如何识别 GC 上安装了何种 LAN 卡。

1. 显示如下屏幕



2. 选择 Local 来使用所输入的 IP 地址，子网掩码和网关设定值。
3. 用←与→键在字段间移动并用数字键调整数据。
4. 确认设定值正确，按 Done。只有当 GC 重新启动后，新设定的值才能使用。要现在重新启动，按 Yes，出现下列窗口：



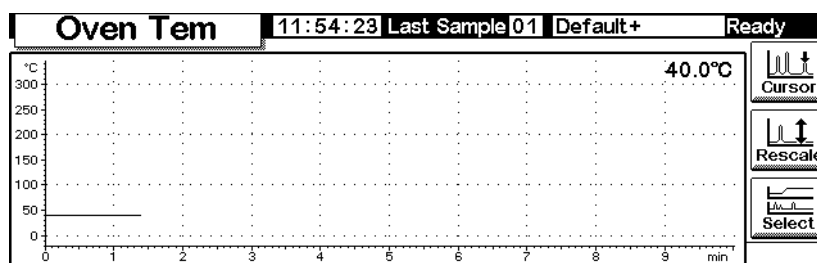
绘制信号图

控制器屏幕能同时显示三幅实时图形。后面例子是最好的解释。

绘制一个信号

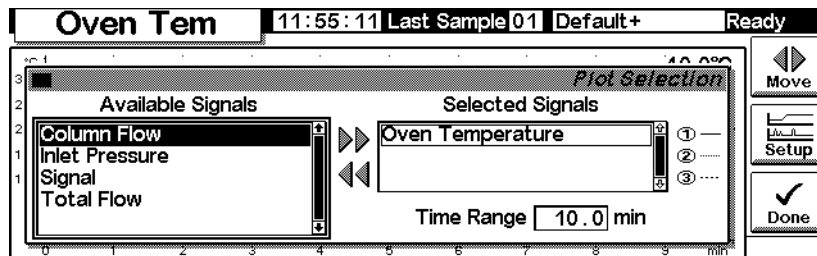
1. 显示如下屏幕。

Status / Plot



2. 这个屏幕正在绘制柱箱温度曲线。按 **Select** 查看可以得到的信号的一个列表。

Status / Plot / Select

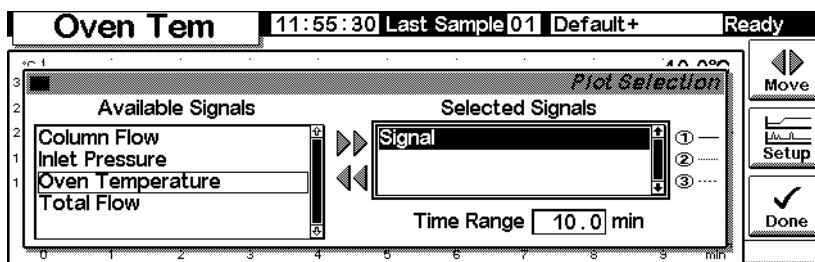


在 Available Signals 列表中，Signal 是在检测器屏幕上选择的信号。

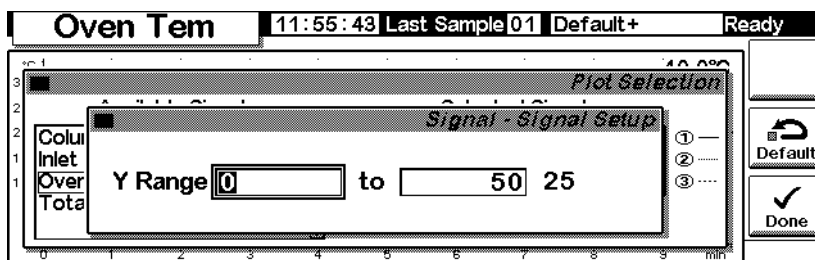
- 检测器
- 柱补偿
- 检测器—柱补偿
- 测试色谱图
- 其他

如需详细信息，参见检测器部分。

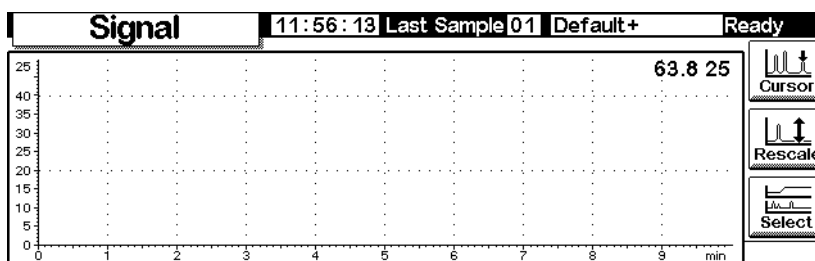
3. 将一个信号从一个列表移到另一个列表，选择它并按 Move。尽管你可以有多达三个已选择的信号，但只考虑第一次的一个信号。
4. 对于这个例子，假定你将 Oven Temperature 移回到 Available Signals 并且把 Signal 移到 Selected Signals。
5. 做完这些移动后，如下所示：



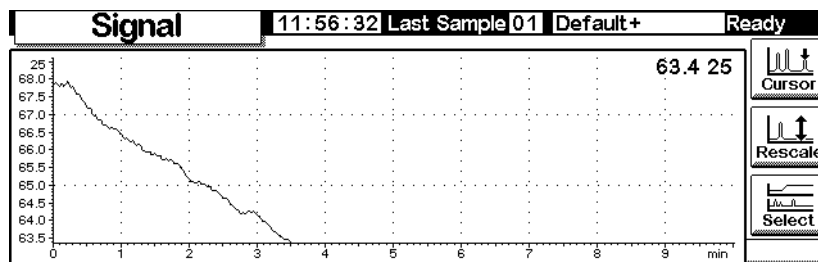
6. 输入 Time Range。这是图形的宽度（以 min 计）。如果运行持续的时间比这个时间长，图形会滚动到屏幕左边。
7. 这时，你可以按 Set up 设定垂直方向的范围（Y 的范围）。这不是绝对必要的，因为你以后总可以重新设定图形的范围。



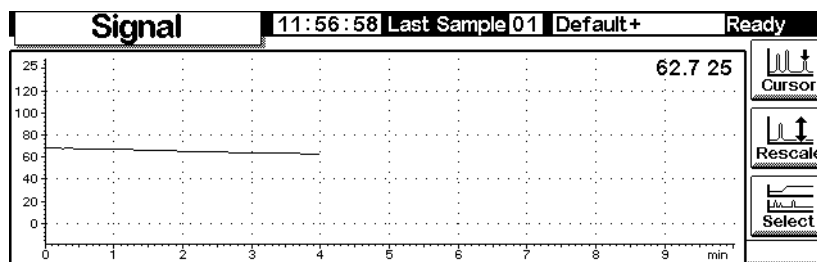
8. 按 Done 返回到信号选择屏幕，然后再按 Done 查看图形。如果你没有设定 Y 范围，即使你可能已设定，但由于设定得太大，图形可能看起来象这样。



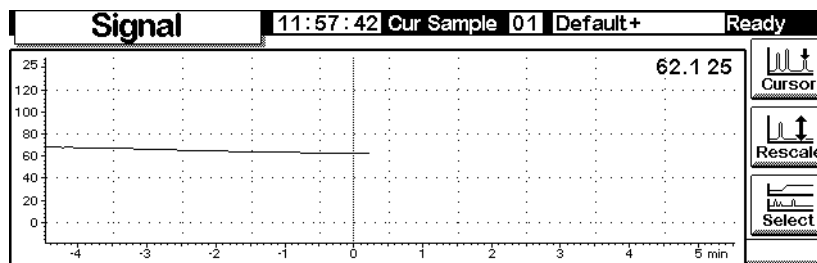
9. 按 Rescale。它改变 Y 的范围以便图形充满窗口。



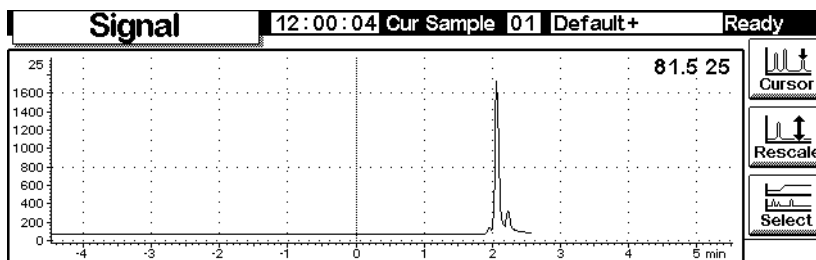
10. 细调坐标，使用 ←和→调整横坐标而使用 ↑和↓调整纵坐标。在这个例子中，纵坐标太灵敏需要调整。



11. 注射样品——这个例子使用空气——并按 Start。一条垂直线表示开始运行。

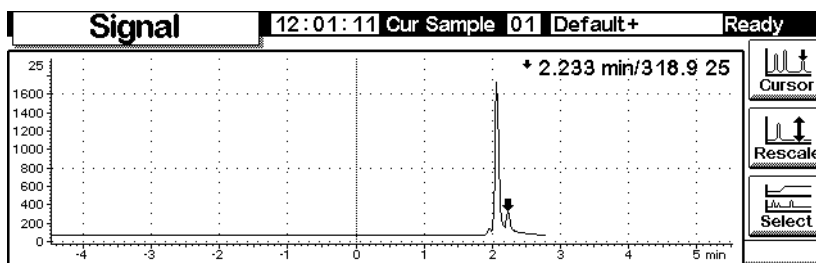


12. 当峰出现后，它超出了坐标的范围。等待峰尾出现，然后按 Rescale 使峰的顶点在坐标内。再次按下 ↓。



13. 要详细研究图形，按下 Curser（光标）。一个箭头出现在屏幕上，并且时间值和信号出现在屏幕的右上角。

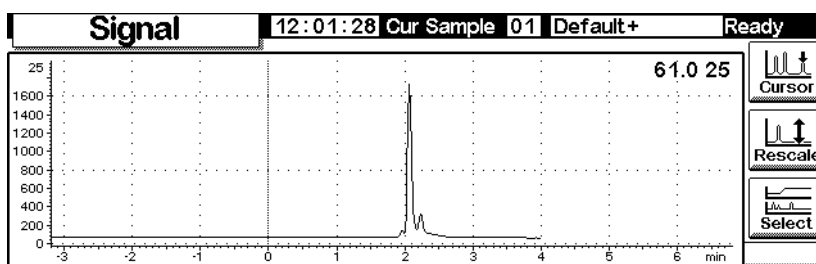
用 ← 和 → 键移动光标。下一个屏幕显示出较小峰的峰高和保留时间。



14. 移动光标，再次按下 Cursor（光标）。

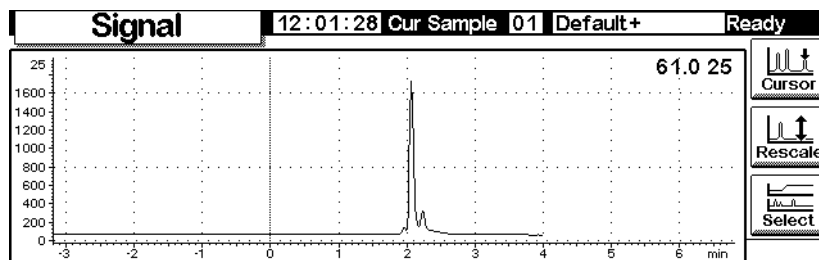
绘制多重信号

这是上页所描述的检测器信号的重新标度，另加一个柱箱温度的曲线图。

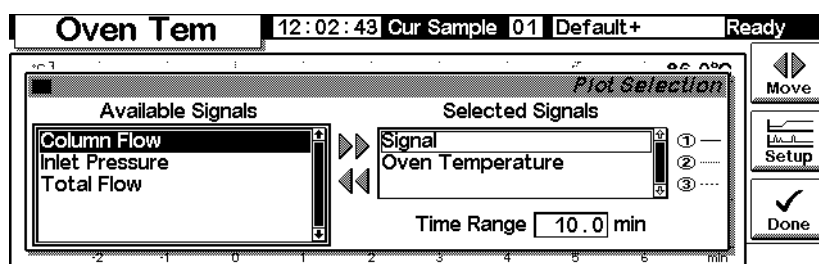


1. 显示如下屏幕。

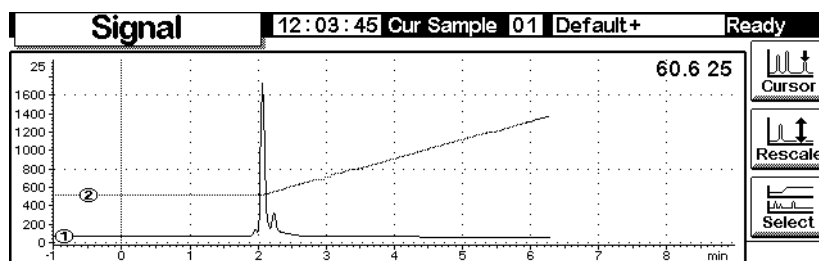
Status / Plot



2. 按下 Select 显示信号列表，选择 Oven Temperature 并按 Move。屏幕显示：



3. 使用 ↑ 和 ↓ 键，或按 2，点亮 Oven Temperature。按 Setup 为这个信号设定 Y 的范围。我们建议范围为 0 °C 到 150 °C。
4. 按下 Done 返回绘图选择，然后再次按下 Done 显示两个图形。



两幅图是重叠的，但有独立的 Y 标尺。注意标识这两幅图的小 ① 和 ② 号。用 1 或 2 键选择这些图。如果这样做，Y 坐标就变成所选择图形的坐标。

例如，重新确定 Oven Temperature 图形的坐标，按下 2 选择该图，然后按 Rescale。同样地，对两幅图←、→、↑ 和 ↓ 键可以独立地调整其坐标。

方法

在 GC 存储器内总有一个激活的方法。它是一组当前操作 GC 的控制值。包括运行表事件和进样器控制。

当调节操作条件来完成分析时，要改变激活方法。存储这些变量并使之成为一个永久方法：

1. 修改激活方法以适合您的需要。
2. 命名方法并存储于 GC 存储器内。可以存储五个被命名的方法和一个命名的 SERVICE。

本节说明如何来存储激活的方法，即被命名的方法或 SERVICE 方法。

也讲述使用 PC 卡从 GC 拷贝已命名的方法并使之下载到 GC。

方法的*内容*——所有能控制的各种参数的细节将在本节中说明。

设计方法

方法是一组决定 GC 完成什么分析的控制值，使用一个控制器或化学工作站来建立方法并由 GC 来执行。

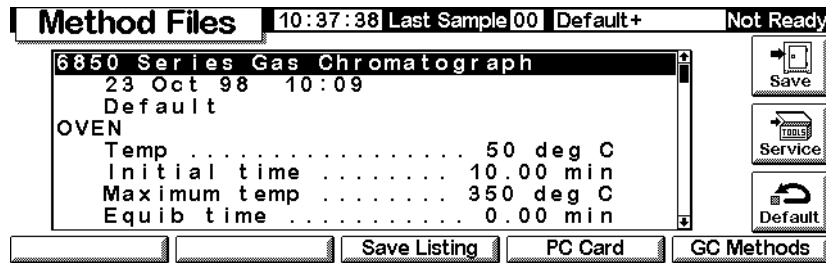
- 屏幕上的内容与现有的硬件有关。而 GC 能检测其中的许多组成部分，有些信息（如使用什么载气）必须由您输入。使用之前，要配置（定义）指令仪器的组成元件。
- 当设定有关方法时，首先配置载气，然后色谱柱，最后进样口，检测器任何时间都可以设定。
- 在控制器上 **i** 键提供有关当前屏幕的信息。再次按它则进入信息系统索引。

将激活方法另存为被命名的方法

命名和存储激活方法：

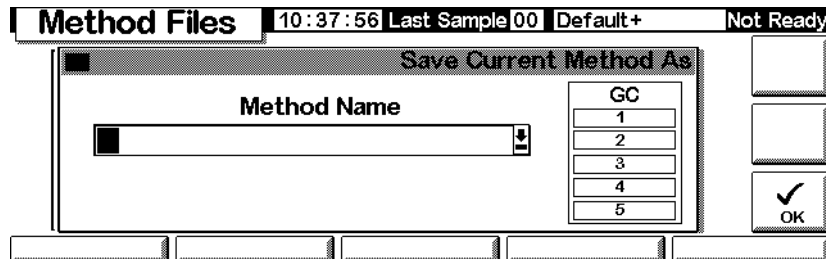
1. 显示如下屏幕。

Status / Method Files



2. 屏幕显示激活方法的开头部分，用↑和↓检查之并确认所用值都是正确的。
3. 按 Save 以显示如下屏幕。

Status / Method Files / Save



4. 控制器的键具有标称和隐含值两种功能 (参见表 4) 隐含值仅用于在字符域输入文本，例如在此屏幕上 Method Name 区域。
5. 将光标移到命名区域左端，用键盘输入方法名称 (Method Name)。
 - a. 用←和→移动光标
 - b. 按下被标记键多次以获得隐含值。如果与您要数值相差太大，则继续按下此键，因为数值是循环的。
 - c. 切勿把扩展名附加到方法命名中。

表 4. 键标记和隐含字符

键标记	隐含字符
1	A B C
2	D E F
3	G H I
4	J K L
5	M N O
6	P Q R
7	S T U
8	V W X
9	Y Z _
0	无
.	, ; :
-	+ * /

6. 当完成把方法存储于 GC 非易失性存储器时，按下 OK，见 [表 5](#)。

表 5. 存储方法目录

项目	是否存储?
柱箱控制	是
进样器控制	是
进样器 / 样品阀列表	否
进样口	是
色谱柱	是
检测器	是
信号	是
色谱柱补偿	是
辅助 1	是
运行表	是
样品阀	是
多通阀	是
序列样品列表	否
时钟表	否

将激活方法另存为 SERVICE 方法

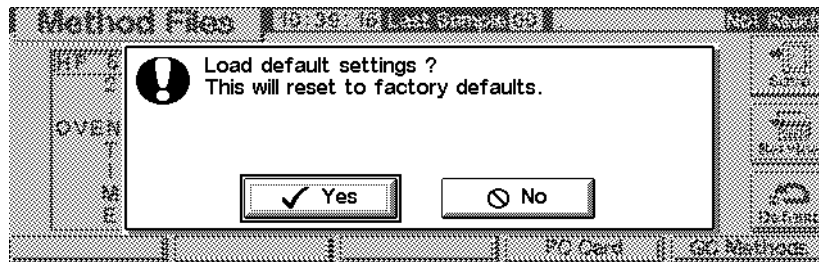
1. 用 Status/Method Files 显示方法。
2. 按下 Service，把存储激活方法作为 SERVICE 方法。这就用激活方法的存储信息代替现有的 SERVICE 方法。

重新存储缺省方法

出厂输入的缺省方法中所包括的参数，对于许多分析的初始值，是合适的。可以编辑此方法以更好地满足您的要求。

要恢复原出厂设定值，按下 Default，出现如下屏幕。

Status / Method Files / Default



- 按下 Yes 调入缺省方法。这就变成新的激活方法。原先激活方法就丢失，除非该方法已存储。
- 按下 No，取消调入的操作，激活方法仍保存完整。

使用 PC 卡

方法可以存储于 GC 内或在控制器中的 PC 卡上。使用多重 PC 卡，方法的控制程序库都可存储于任何 GC。您也可以保存每个方法的列表，列表是一个方法设定值的纯文本文件，与在控制器上显示的完全相同。

要使用 PC 卡，在连接到 GC 之前把卡插在控制器上。如果要用另一个 PC 卡，必须在换卡前将控制器断开。

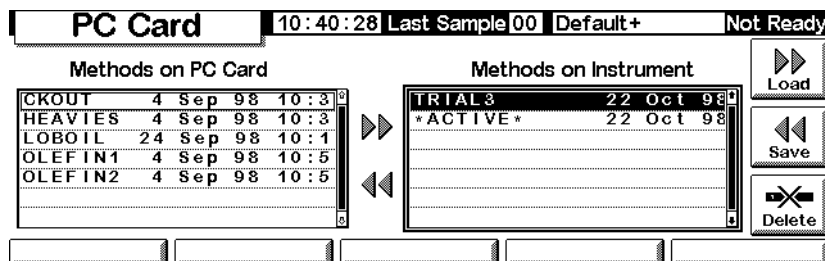
在大多数计算机存储器内，对不同存储器容量 PC 卡都是有效的。

PC 卡有几种记忆容量的卡，满足大多数计算机的存储需要。控制器不提供 PC 卡。

从 GC 把一个方法拷贝到 PC 卡上

1. 显示如下屏幕。

Status / Method Files / PC Card



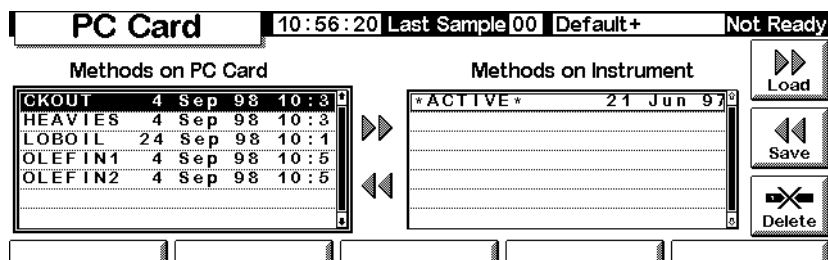
2. 在右边目录上选择一个方法。
3. 按下 Save，把该方法拷贝到 PC 卡。

从 PC 卡把一个方法拷贝到 GC

PC 卡上存储的方法下载到原 GC 或不同 GC 上。

1. 显示 Status/Method Files/PC Card 屏幕。

Status / Method Files / PC Card

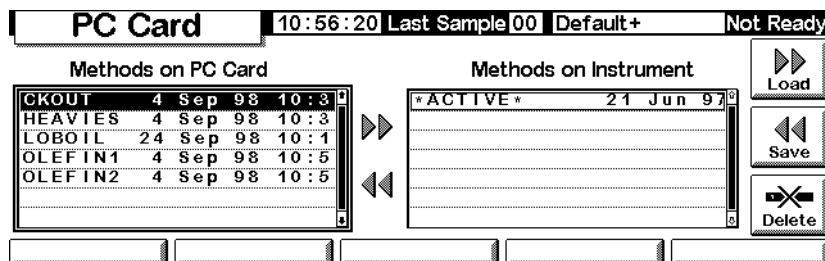


2. 在左边目录上选择一个方法名。
3. 按下 Load，被选的方法就变成 GC 上的激活的方法。
4. 在 Status/Method Files 屏幕上执行存储并提供一个命名以便把该方法存储于 GC 非易失性存储器。

从 PC 卡删除方法

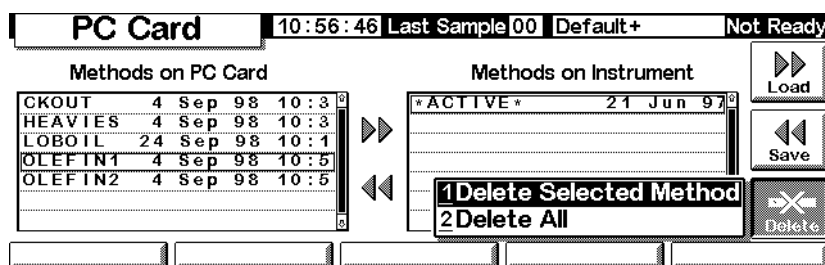
1. 显示如下屏幕。

Status / Method Files / PC Card



2. 在左边目录上选择一个方法。
3. 按下 Delete, 弹出一个菜单。

Status / Method Files / PC Card

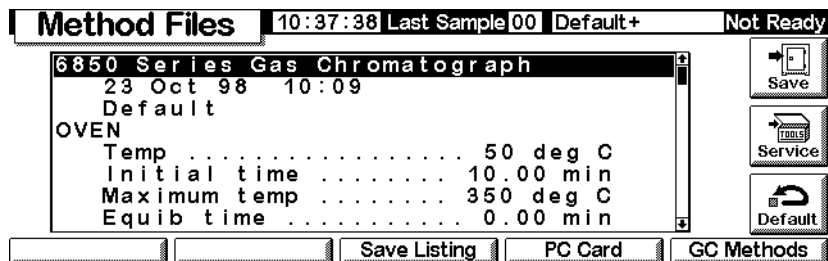


4. 选择删除模式并按下 Enter。
5. 将出现一个确认屏幕。

存储方法到 PC 卡的列表中

如果您可以访问 PC 卡, (例如用一台笔记本电脑), 存储方法列表, 一般都列出所有方法的参数, 并设为文本文件格式。

Status / Method Files



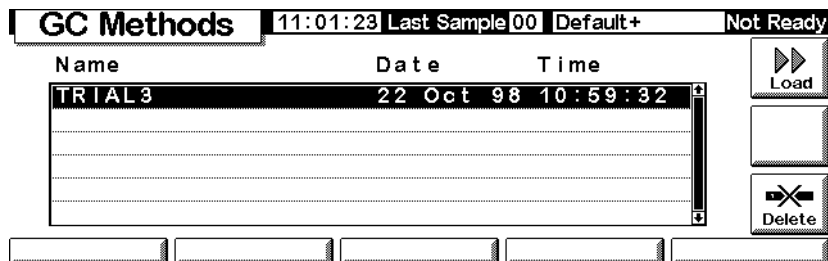
按 Save Listing, 一个名为 methodname.lst 文本文件存在 Method Files 屏幕上, 请注意控制部件可以自动地把任何其它以前版本的目录写在上面。

在 GC 存储器中存取方法

查看 GC 中存储的方法目录

显示如下屏幕。

Status / Method Files / GC Methods



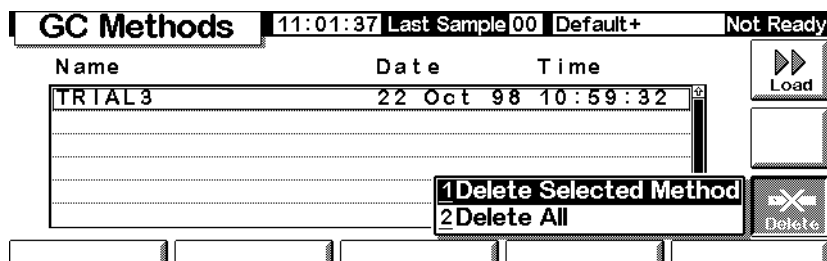
调用一个存储的方法

选择所需要的方法, 然后按下 Load, 所选择的方法就变成激活方法。

从 GC 非易失性存储器删除方法文件

1. 选择一个方法并按下 Delete，出现一个弹出式菜单。

Status / Method Files / GC Methods / Delete



2. 选择删除模式并按下 Enter。
3. 出现一个确认屏幕。

流量和压力控制

氢气关闭

氢气可用作载气或 FID 检测器的燃气。

警告

用氢气 (H_2) 作载气或燃气时，应注意氢气会流入柱箱中而导致爆炸的危险。当色谱仪使用氢气时，要确保所有管线连接好后再供气，在向仪器通入氢气时，要保证进样口和检测器的柱接头连接好，或者有堵头。氢气是可燃气体，如果它泄漏到一个密闭空间，会造成燃烧或爆炸。在任何使用氢气的情况下，在运行仪器之前一定要对管路接头、管道和阀进行检漏。在运行仪器前，要保持氢气源一直关闭。

GC 监控着流速和压力，如果气流中断，则不能达到其流量或压力设定值，而且认为氢气作为载气气流，GC 就认为有泄漏发生并使氢气安全关闭。它的影响是：

- 至进样口载气源的阀关闭。
- 在分流 / 不分流进样口中，分流阀打开。
- 柱箱加热器关闭，柱箱排气叶片完全打开。
- 进样口、检测器和辅助加热区关闭。

若要恢复仪器性能，需确定停机的原因（钢瓶阀关闭，严重泄漏等），关闭仪器然后再打开。

柱关闭

如果载气源关闭，柱箱停止加热，避免无载气情况下加热使柱子损坏，柱箱排气活叶片半开着。

若要恢复仪器性能，需确定停机原因（钢瓶阀关闭，严重泄漏等），把柱箱和有故障的进样口或辅助加热区打开。

电子气路控制

GC 用电子装置控制所有气体流量和压力，包括如下：

- 进样口的流量和 / 或压力控制，包括通过柱子的载气流量和压力程序。
- 对所有检测器气体，通过固定限流器的压力调节控制流量。
- 对三个辅助通道的压力控制是通过固定限流器的压力调节来实现的。
- 采用载气节省模式以减少样品运行（分流 / 不分流进样口）之间载气的消耗。
- 直接输入分流比，提供柱子配置（分流 / 不分流进样口）。

在进样口、检测器或辅助屏幕上输入设定值。

气体流量开和关

所有气体流量都有一个 OFF 设定，所以，它们能开和关，而不干扰流量和压力设定值。按下 ↑ 或 ↓ 键选择设定值。

气体控制器中阀的设计是用于气体调节而不是 ON/OFF 操作。当这种类型的阀处于 OFF 状态时，仍然可能有小的流量通过它，约 0.2 mL/min。

解释流量和压力显示

GC 测量大气压力和温度以消除当地条件造成保留时间变化的原因。

所有流量和压力显示都校正到规定设定的条件。这些条件是 25 °C 和一个大气压，我们称为标准温度和压力（NTP）。同样，根据当地条件调整设定值。

因此仪器上显示的流量和皂沫计测量的流量可能不一致。因为皂沫计读数是当地条件而不是 NTP 条件。然而，保留时间变成与当地环境无关。

为把皂沫计流速转换至 NTP（25 °C 和一个大气压），必须知道在测量时当地大气压和皂沫计温度。

转换公式：

$$\text{流速 (NTP)} = \frac{\text{流速}_{\text{当地}} \times 298 \times \text{压力}_{\text{当地}}}{\text{温度}_{\text{当地}}}$$

此处：

NTP 下的流速 (Flow rate at NPT)	是校正至标准温度（25 °C）和压力（一个大气压）的流速（ml/min）
流速当地 (Flow Rate_{local})	是用皂沫计测量的流速（ml/min）
温度当地 (Temperature_{local})	是测量时皂沫计的温度，此数值为开尔文（Kelvin）温度（开尔文 = 摄氏度 + 273）
压力当地 (Pressure_{local})	是测量时当地的大气压。此数值为大气压（1atm = 1.01325 bars = 760 Torr = 760 mmHg（0 °C 时）= 101.325 kPa = 14.7 Psi）

某些电子流量计温度和压力校正不是 25 °C 和一个大气压。除非它们校正至 NTP，否则其读数与显示不一致。

配置色谱柱

定义（配置）一根毛细管柱，输入柱长，内径和液膜厚度。通过这些数据，GC 能计算出通过柱子的流量。

这具有很大的优点，当毛细管柱与分流不分流进样口一起使用时，由于它们有可能：

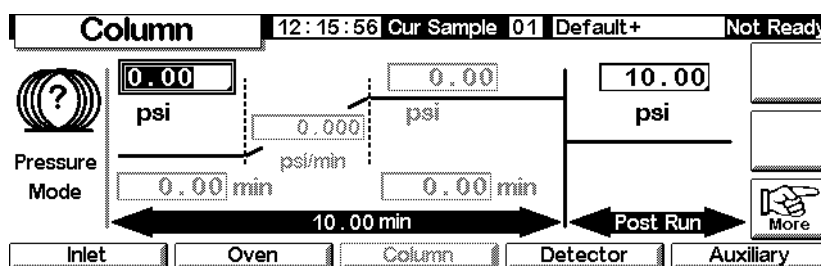
- 直接输入分流比，让仪器计算并设定合适的流速。
- 输入流速或柱头的压力。仪器计算出达到该流速所需的压力。设定后并报告两个值。

- 无需测定气体流量，完成不分流进样。
- 选择四种柱模式中的任何一个（见第 39 页的柱模式）。如果柱未确定，选择就受限制。

配置色谱柱

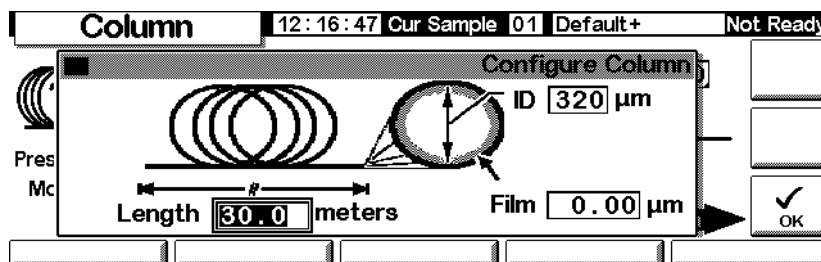
1. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Column



2. 注意左边问题标志，表明该柱未定义。为定义它，按下 More，选择 Configure Column 并按下 Enter 显示下一个屏幕。

Status / Settings / Column / More / Configure Column / Enter



3. 输入 Length（长度），ID（内径）和 Film（膜厚）。
4. 按 OK。

如果不知道柱尺寸（购买柱通常带有这些柱尺寸）或不希望用 GC 计算其特性，对长度和内径输入 0。色谱柱不能被定义，而且只能使用带有分流 / 不分流进样口，或带吹扫填充进样口的总流量压力设定点。

柱模式

流量模式

校正流量至 NTP（标准温度和压力，25 °C 和一个大气压）。

- *恒流*——在整个运行期间，载气在柱中维持恒定质量流速。由于程序升温，如果柱阻力变化，调节柱头压力以便保持流量恒定。这能大大地缩短运行时间。
- *梯度增加流速*——在运行期间，根据输入程序增加柱内质量流速。

压力模式

压力是表压——绝对对压力和当地大气压的差。由于大多数检测器对柱流量几乎没有阻力，柱头表压通常在柱进样口和出口之间有相同的压力差。质谱检测器和原子发射检测器两者除外。

- *恒压*——在整个运行期间，维持柱头表压恒定。如果柱阻力变化，表压不变，但质量流速有变化
- *梯度增压*——在运行期间，根据输入程序增加柱头表压

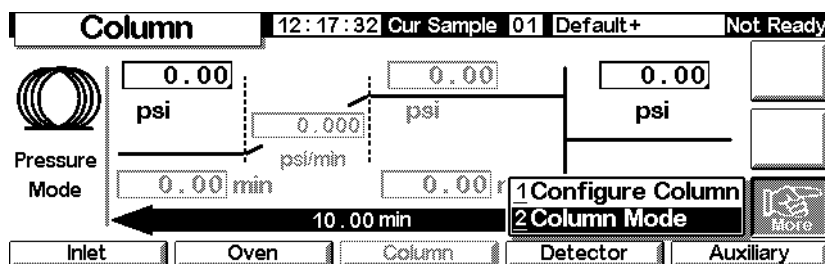
柱模式对进样口模式

选择的柱模式改变要使用的进样口模式，例如，如果使用柱压模式，就只能使用多种进样口的压力模式。

选择柱模式

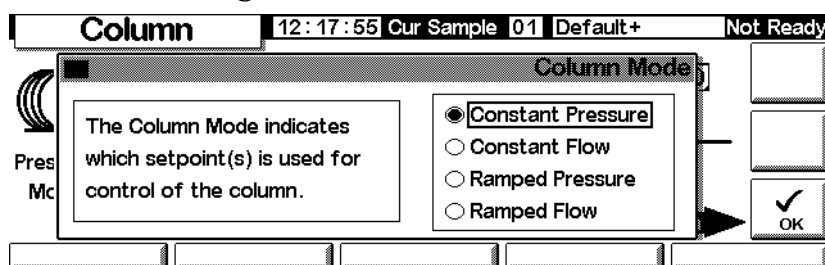
显示如下屏幕。

Status / Settings / Column / More



1. 选择 Column Mode 并按 Enter，显示下一个屏幕。

Status / Settings / Column / More / Column Mode / Enter



2. 选择您所需的柱模式，并按下 OK。

这就完成了柱模式选择。

警告

与柱箱初始温度一起设定柱参数。

有些气流设定值随柱箱温度变化而改变，因为柱中阻力和气体粘度有变化。当柱箱温度变化时，如果您看到气流设定值有变化，这可能使您感到迷惑（或吃惊）。然而，柱内流量条件仍然是保持与柱模式（恒流量或压力或梯度流量或压力）和初始设定值所指定的一样。

初始柱流量或压力

建议初始流量和压力

参见表 6 和表 7 建议的用于各种尺寸色谱柱的流量和压力，这对许多化合物来说接近于最佳值。

表 6. 柱尺寸和载气流速

柱型	柱尺寸	载气流速, mL/min		
		氢气	氦气	氮气
毛细管柱	50- μm id	0.5	0.4	
	100- μm id	1.0	0.8	
	200- μm id	2.0	1.6	
	250- μm id	2.5	2.0	
	320- μm id	3.2	2.6	
	530- μm id	5.3	4.2	
填充金属柱	1/8-in. id		30	30
	1/4-in. id		60	30-60
填充玻璃柱	2-mm id		30	30
	4-mm id		30-60	30-60

这些流速, mL/min, NTP (25 °C 和一个大气压) 推荐用于所有的柱温。

对于毛细管柱, 流速正比于柱内径并且氦气比氢气低 20%。

表 7. 推荐的毛细管柱气体压力

长, m	推荐的气体压力, psi (kPa)				
	内径				
	0.10 μm	0.20 μm	0.25 μm	0.32 μm	0.53 μm
10	25 (170)	6 (40)	3.7 (26)	2.3 (16)	0.9 (6.4)
15	39 (270)	9 (61)	5.6 (39)	3.4 (24)	1.4 (9.7)
25	68 (470)	15 (104)	9.5 (65)	5.7 (40)	2.3 (16)
30	83 (570)	18 (126)	12 (80)	7 (48)	2.8 (19)
50		32 (220)	20 (135)	12 (81)	4.7 (32)
60		39 (267)	24 (164)	14 (98)	5.6 (39)

分流 / 不分流进样口

如果色谱柱已定义 (见第 37 页的 [配置色谱柱](#)), 您可以输入流量或压力, 流量和压力决定您选择何种色谱柱的模式。

如果色谱柱未定义, 只能输入压力。

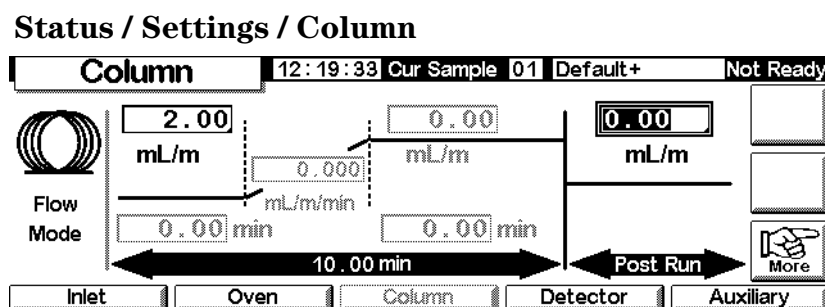
吹扫填充进样口

如果使用已定义的毛细管柱 (见第 37 页的 [配置色谱柱](#)), 可以只输入柱头压力。

如果色谱柱未定义, 只能输入总流量。

设定初始流量或压力

显示如下屏幕。



1. 滚动到 Psi (压力模式) 或 mL/min (流量模式) 字段。
2. 敲入所需的初始值, 随后按下 Enter。

程序控制流量或压力

如果选择梯度压力和梯度流量的柱模式, 柱屏幕就包含设定有关单梯度的程序。

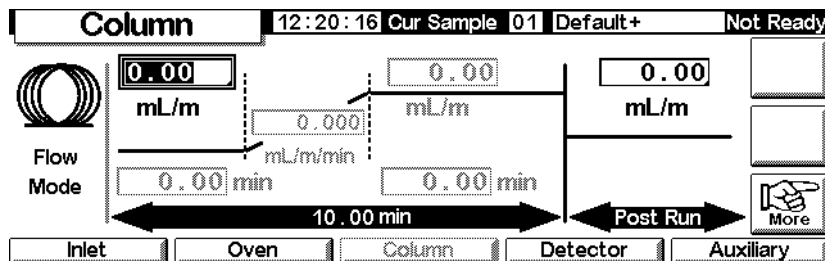
从初始值开始, pressure 或 flow 和 initial time。该时间结束时, the pressure 或 flow ramp 就开始并运行, 直至达到 the final value。在 a specified time 内一直保持此值。

柱箱程序决定运行时间长短, 如果流量或压力程序在分析运行完成前结束, 那么流量 (或压力) 仍保持在上次最终值。如果柱箱包括有关后运行周期, 则可输入后运行压力和流量。

建立一个流量或压力程序

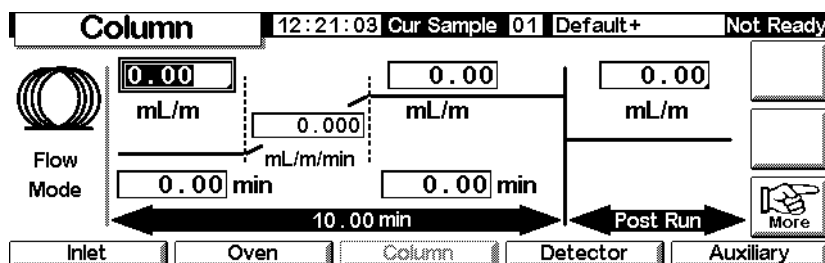
显示如下屏幕。

Status / Settings / Column



1. 柱处于恒流模式，这就是为什么梯度设定值变灰色的原因。按下 More 并用 Column Mode 屏幕 (见第 39 页的[柱模式](#)) 来改变梯度流量。

Status / Settings / Column



2. 在 mL/min 字段上输入起始值。
3. 用 ← 和 → 键并在其余字段输入这些值以完成该梯度设定，如有必要，输入一个后运行值。
4. 用类似方法设定一个压力程序。

辅助通道

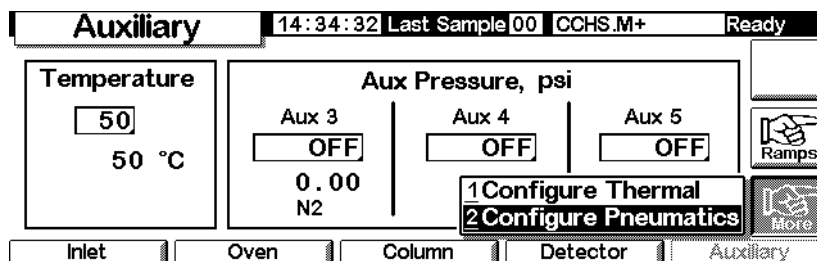
有三个可供选择的附加的辅助压力控制通道，在辅助设定值屏幕上 (Aux 1 和 2 加热器控制) 在 Aux 3, Aux 4, 和 Aux 5 入口处进行控制。

如果在配置色谱柱时一个通道指定为 Inlet (见第 37 页的[配置色谱柱](#))，这一通道可以运行时间程序以及三阶的压力梯度程序，最常的使用场合是在以气体进样阀进样时使用。

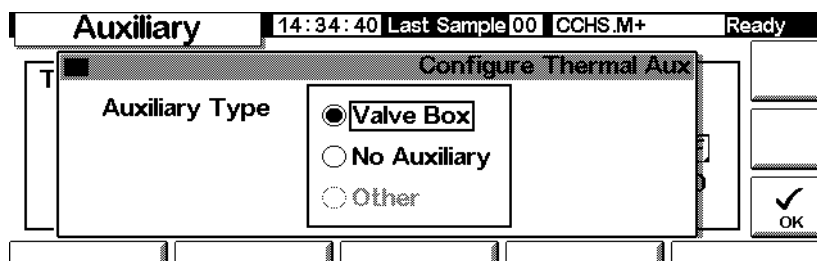
配置热辅助类型

显示这一屏幕。

Status / Settings / Auxiliary / More



1. 选择 Configure Thermal。
2. 选择被安装设备的类型。

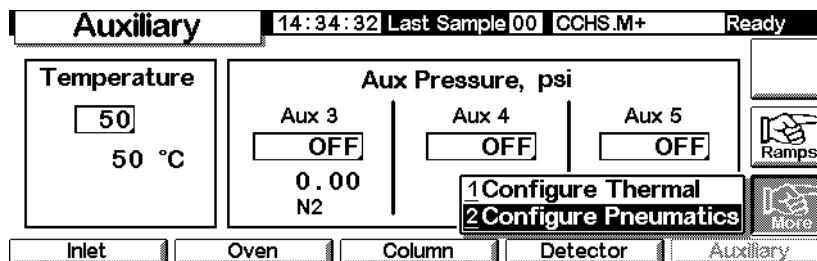


- 对 MSD 选择 Other
 - 选择 No Auxiliary 没有这种辅助区
3. 按 OK。

配置气路

显示这一屏幕。

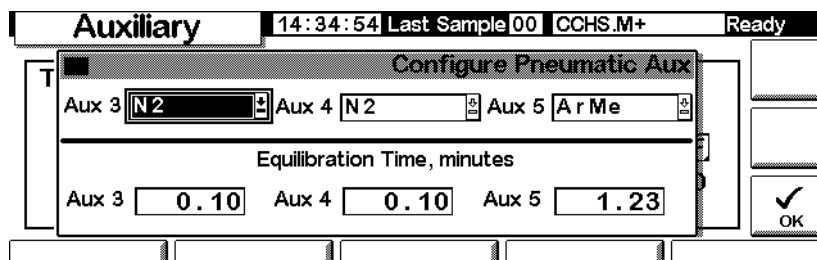
Status / Settings / Auxiliary / More



1. 选择 Configure Pneumatics。

2. 选择使用的气体和平衡时间（在出现故障以前，这一段时间可以让气体压力达到稳定），您选择的气体应该是已经连接到 GC 里的气体。

不能使用或选择空气作为进入色谱柱入口通道的气体。



3. 按 OK。

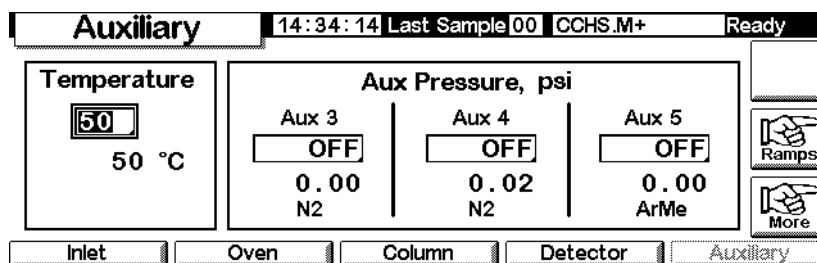
警告

当使用氢气时，如果在使用管道下游没有足够的限流作用，可能会出现有危险的高流速。

设定辅助温度和压力

显示这一屏幕。

Status / Settings / Auxiliary

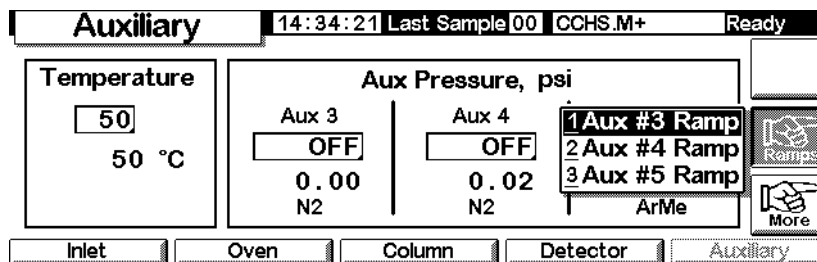


1. 对适当的通道设定温度和压力。
2. 按 Esc。

设定辅助温度梯度

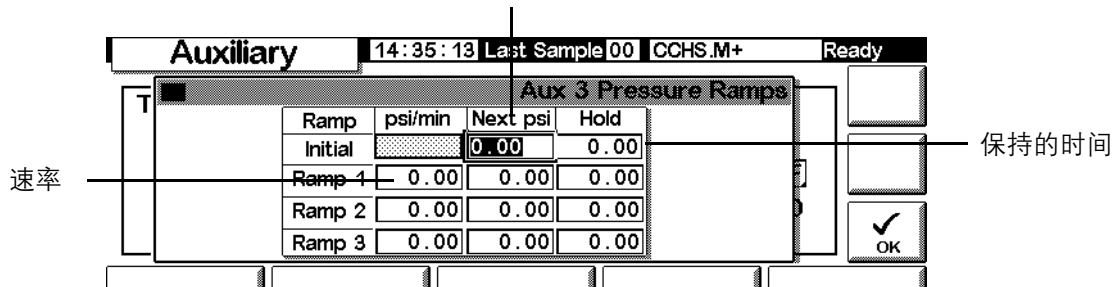
1. 显示这一屏幕。

Status / Settings / Auxiliary / Ramps



2. 选择您要设定的梯度，出现供选择的辅助通道压力梯度表，下面显示的是 Aux #3 的压力梯度表，其他的与此表相同，当屏幕的列表压力单位是 psi，您就在 Inlet Setup 屏幕上指定这一单位。

压力大小



3. 可以设定三个梯度，输入的数值包括一个压力大小、一个压力保持的时间、和一个速率，以此速率转到下一个压力水平。
 - 不使用一个和所有进一步的压力梯度，输入速率为 0.0。
4. 按 OK。

解决流量和压力故障

气体没有达到压力或流量设定值

如果条件持续比该流量所指定的时间长，进样口和检测器将关闭。时间与所涉及
的专用装置有关，可能的原因 / 校正方法如下：

- 气源压力太低以至达不到设定值。气源压力至少应比所期望设定值大 10 psi。
- 系统中某处泄漏严重。用电子检漏器寻找泄漏处；排除之。切勿忘记检查柱子——一根已断的柱是一个很大的泄漏源。
- 如用载气节省器，一定要保证运行期间载气节省流速足够高，以维持最高柱前压力。
- 对正在使用的柱子，其流量太低。
- 柱阻塞或安装不正确。
- 进样口或检测器压力传感器操作不正确。请与安捷伦科技公司维修代表联系。

如果您使用分流 / 不分流进样口

- 分流比太高，降低分流比。
- 比例控制阀被污染物粘连关闭或其它故障。请与安捷伦科技公司维修代表联系。

如果您使用吹扫填充进样口

- 进样口控制阀被污染物粘连关闭或其它故障。请与安捷伦科技公司维修代表联系。

气体压力和流量超出设定值

可能的原因 / 校正包括:

- 该装置的压力传感器工作不正常, 请与安捷伦科技公司维修代表联系。

如果您使用分流 / 不分流进样口

- 分流比太高, 降低分流比。
- 比例控制阀粘连关闭, 请与安捷伦科技公司维修代表联系。
- 分流出口管线净化器被污染, 请与安捷伦科技公司维修代表联系。

如果您使用吹扫填充进样口

- 进样口比例阀粘住打不开。请与安捷伦科技公司维修人员联系。

进样口压力或流量波动

进样口压力波动将造成分析进行期间流量和保留时间变化。可能的原因 / 校正方法如下:

- 流路系统中有一个小的泄漏, 用电子检漏器寻找泄漏处, 也应检查气源管线上是否有泄漏。
- 在分流 / 不分流进样口中有大的阻力, 例如衬管或分流出口净化器中的阻力。确认使用正确的衬管。更换由于设计或不透气填料所造成阻力增大的衬管。如果衬管不是产生问题的原因, 则分流出口净化器可能被堵塞。请与安捷伦科技公司维修代表联系。
- 运行期间室温变化太大。改善实验室温度条件或把仪器搬到更合适的地方。
- 大体积样品加到系统中 (如果使用采样阀可能发生这一情况), 降低样品体积。

被测流量不等于显示流量

用皂沫流量计检查流量。测量校正到 NTP 条件，若发现它与设定的流量不匹配，可能的原因 / 校正方法如下：

- 柱长，内径或气体类型配置不合适，输入正确数据。如果毛细管柱断掉相当一段，其实际长度不再与原来的相匹配，修正长度值。
- 选择恒流模式后，没输入一个新的设定值。恒流模式下每开或关一次，都要输入一个新的设定值。
- 使用一根短的 (<15m) 0.58-0.75 μ m 内径 WCOT 柱。总流量设定高于进样口形成压力，使得柱流量与压力设定值 0 相当。装有短的，530 至 750 μ m 柱，保持总流速尽可能低（例如 20 至 30 ml/min）。安装更长的柱，则具有更高阻力（例如 15 至 30 m）。
- 分流出口管线可能部分阻塞，造成进样口实际压力比设定值更高。更换分流出口管线。见第 178 页的[分流出口检测](#)（仅用于分流 / 不分流进样口和 PTV 进样口）。
- 使用质谱检测器，但没有选择真空补偿。

自动化

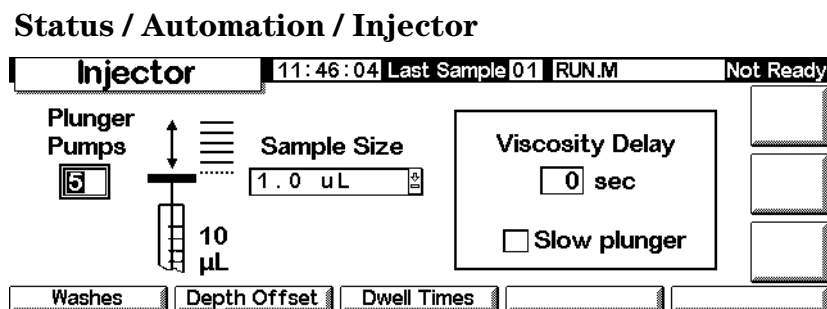
本节讲述用控制器如何来控制 GC 自动化性能。讨论内容是：

- 进样器控制
- 序列分析
- 运行表
- 时钟表

进样器控制

设置进样器参数

1. 显示如下屏幕。



2. 输入

Plunger Pumps —— 配有针头的针芯在吸取被测样品量之前在样品中吸入样品若干次，以便排除针筒内气泡。

Sample Size —— 进样量，选择与设定时所指定的注射器尺寸有关（参见 33 页上的设定进样器）。

Viscosity Delay —— 针芯在顶端和样品吸入间隙的秒数。这时让各种样品流入由于针芯上抽所产生真空的针筒内。

Slow plunger —— 进样期间减小进样速度，从正常值（对 10 μ L 注射器约 100 μ L/s）至约 5 μ L/s。

清洗参数

1. 显示如下屏幕。

Status / Automation / Injector / Washes

Washes		12:05:33	Last Sample 01	Default+	Not Ready
	Sample	Solvent A	Solvent B		
Pre Washes	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>		<input type="text"/>
		<input type="text" value="0"/>	<input type="text" value="0"/>	Post Washes	<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

2. 注射器在吸取所注射样品之前可用样品清洗。在注射样品前 (预清洗) 和注射后 (后清洗) 两种情况下, 注射器也可用溶剂清洗, 操作顺序如下:


- 用溶剂 A 预清洗注射器 Solvent-A-Pre-Washes 次数
- 用溶剂 B 预清洗注射器 Solvent-B-Pre-Washes 次数
- 用样品预清洗注射器 Sample-Pre-Washes 次数
- 吸取样品并进行注射
- 用溶剂 A 后清洗注射器 Solvent-A-Post-Washes 次数
- 用溶剂 B 后清洗注射器 B Solvent-B-Post-Washes 次数

3. 输入您的选择, 然后按下 **Esc**, 返回到原先屏幕。

针头深度

1. 显示如下屏幕。

Status / Automation / Injector / Depth Offset

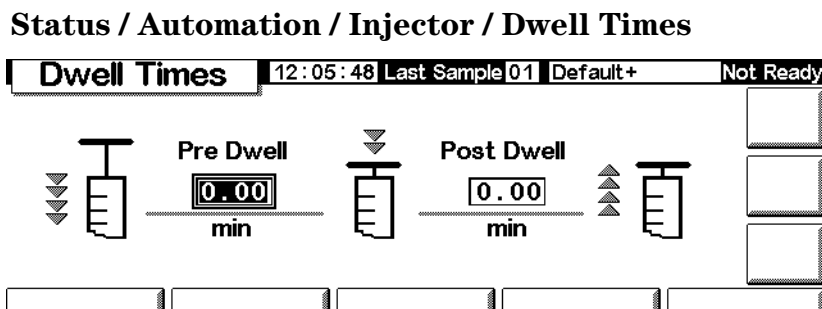
Depth Offset		12:05:40	Last Sample 01	Default+	Not Ready
<p>This parameter allows an offset in the the depth of the syringe needle in the sample vial. It can prevent particles being drawn up into the syringe.</p>	<input type="checkbox"/>	Enable Offset			<input type="text"/>
		<input type="text" value="10.0"/>	mm		<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

2. 缺省值, 0 mm, 包括一个小的安全系数以免针头碰到样品瓶瓶底。该参数也可用于顶空样品, 代替液体或固体样品。参见进样器手册。

3. 输入您的选择值, 然后按下 **Esc**, 返回到原先屏幕。

停留时间

1. 显示如下屏幕。



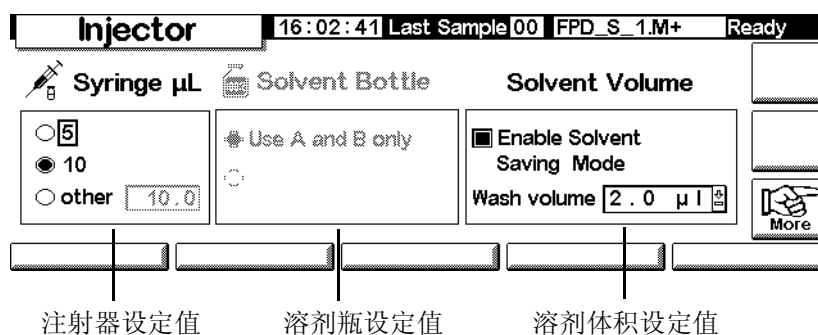
2. 输入您的选择值。对于大多数应用，两种停留时间都将是零。这就可以进行快速注射并把从热针头蒸发出的样品减到最小程度。
3. 按下 **Esc**，返回到原先屏幕。

溶剂参数

根据您 GC 的固件、进样器类型和固件，和 GC 自动进样器进样塔的尺寸，您可以设定不同的溶剂参数。要进入这些参数设定值：

1. 显示如下屏幕。

Status / Setup / Automation / Injector



这一屏幕是一个可能出现状态的举例，屏幕里将会出现不同的设定值，这些设定值取决于您 GC 的上面列出项目的配置。

2. 按照需要设定参数。
3. 按 **Esc**。

注射器容量

输入注射器的大小，以毫升计。

使用的溶剂瓶

新型号的 GC (固件版本 A.05.00 或更高) 支持扩大容积的溶剂瓶，在进样大量样品时使用，如果方法规定使用溶剂 A 或溶剂 B，您的溶剂容量按下面的方法扩展：

进样器	进样塔类型	扩大溶剂设定值
G2613A	3 个样品瓶位置	使用 A, B, 和 B2
G2913A	1	A, A2, A3, 和 B, B2, 和 B3
6850 A 自动液体进样器	所有的	使用 A, A+ 和 B, B+

要记住您使用的溶剂 (A 和 / 或 B) 是在方法中设定的，(参见第 52 页的清洗参数。参考 GC 用户手册中的光盘关于自动进样器或自动进样系统有关溶剂瓶位置的进一步说明。)

废液瓶的用法

如果屏幕上没有出现废液瓶的控制，按 More 选它的选项。包含使用废液瓶的位置 (A, B, 或交替使用 A 和 B)。

溶剂容量

溶剂的容量是让您调节用于洗针溶剂的量。

使用或不使用溶剂节省模式，并指定抽到注射器中用于每次洗涤溶剂的量，如果不指定，默认值是注射器体积的 80%。

进样器风扇

如果在屏幕上没有出现风扇的控制，按 More 选择该选项，正常情况下，要让风扇打开，以便冷却进样器，使样品稳定。要注意每天要让风扇短时间的关闭，这样会延长风扇的寿命。

序列参数

序列是一个用激活方法进行分析样品的表。样品可能是在进样器进样塔中样品瓶的位置里，或选择阀的某一流路位置，序列表不会存在方法里。

设定被分析样品的序列

显示这一屏幕。

Status / Automation

The screenshot shows the 'Automation' screen with the following parameters and controls:

- Automation: 11:57:22 Last Sample 00 Default+ Not Ready
- First Vial: 1 (with a vial icon)
- Last Vial: 1 0
- # Inj per Vial: 1 0
- Sequence Type:
 - Injector
 - Valve
 - none
- Repeat Sequence:
 - repeat
 - no repeat
- Repeat Valve Range: 1 0
- Buttons: START, Stop Seq, PAUSE
- Bottom tabs: Injector, Valves, Clock Table, Run Table

输入进样器参数

1. 选择 Injector 以设定序列类型，显示上面的屏幕。
2. 输入如下参数：
 - *First and Last Vial*——要分析的样品在样品盘已编号位置上最低和最高位置的编号。参见样品手册中编号设计。
 - *# Inj per Vial* ——下一个样品进样前，每一个样品的分析次数。缺省值为 1。
 - *Repeat Sequence*——选择 repeat 则序列从头开始。选择 No Repeat 则序列在完成所有样品分析之后就停止。

输入阀参数值

1. 对序列类型, 选择 Valve。

Status / Automation

The screenshot shows the 'Automation' control panel with the following details:

- Header: Automation | 11:58:44 Last Sample 00 | Default+ | Not Ready
- First Position: 1 | Last Position: 1 0
- # Inj per Position: 1 0
- Sequence Type:
 - Injector
 - Valve
 - none
- Repeat Sequence:
 - repeat
 - no repeat
- Repeat Valve Range: 1 0
- Buttons: START, Stop Seq, PAUSE
- Bottom tabs: Injector, Valves, Clock Table, Run Table

2. 输入如下参数:

- *First and Last Position* —— 进样分析时阀的最低和最高序号的位置。
- *# Inj per Position* —— 一个样品分析以前, 在每个阀位置上进行分析的次数。缺省值为 1。
- *Repeat Valve Range* —— 通过阀位置范围的分析循环次数, 在每一个位置进行分析 (可能多次运行)。
- *Repeat Sequence* —— 选择 repeat 则序列从头开始。选择 no repeat 则序列在完成所有流动样品析之后就停止。

非序列操作

对序列类型, 选择 None。

控制序列

启动序列

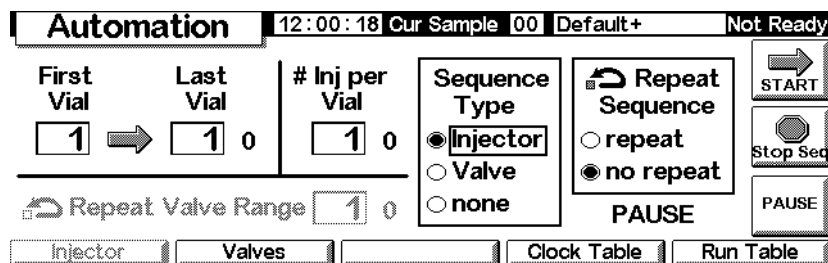
在 Status 屏幕或控制器显示 Status/Automation 屏幕上按 Start。

暂停序列

在 Status/Automation 屏幕上，按下 Pause，则暂停（停止）序列。如果一次分析正在进行中，GC 将完成这次分析，然后暂停序列。

PAUSE 将在屏幕上出现并闪烁而序列暂停。

Status / Automation / Pause



恢复一个被暂停的序列

再次按下 Pause，序列就重新开始样品分析，其后就是序列暂停前最后一个样品。

取消被暂停的序列分析

按 Stop Seq 键。

停止序列

GC 上的 Stop 键和 Status 屏幕上的 Stop 按钮都用于停止运行和序列。在 Automation 屏幕上的 Stop Seq 按钮仅停止序列。当前运行继续。被停止的序列不能复原。

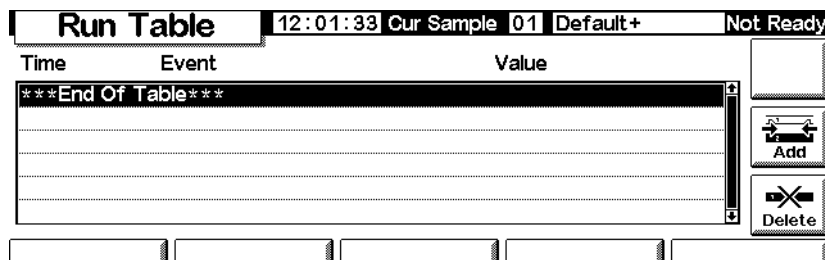
运行表

运行表是完成在指定的时间内每次运行的事件的列表。典型的事件是改变信号的衰减，信号受干扰后重新归零和开关一个阀。运行表作为方法的一部分被存储。

运行表中所有事件是运行时间，即从运行开始经过的时间，以 min 为单位。

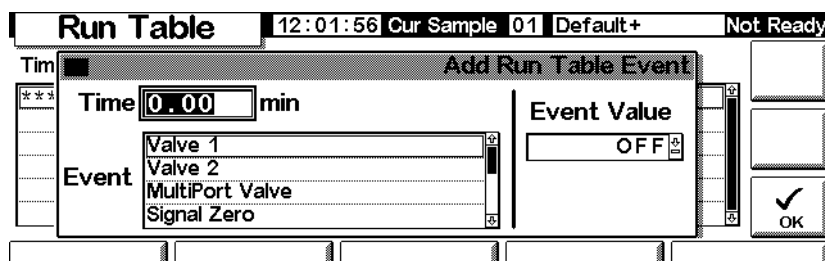
显示出目前运行表的列表。显示如下屏幕。

Status / Automation / Run table



- 取消一个事件：选择事件并按 Delete。
- 增加一个事件：
 - a. 按下 Add，显示一个有效的事件目录。该目录是安装于 GC 硬件中的一个功能。参见 表 8 这是所有有效事件的一个目录。

Status / Automation / Run Table / Add



- b. 选择所需事件。
 - c. 输入执行时间（开始后的分钟数）和数值。如果合适，按下 OK。新的事件就以正确的时间顺序插入运行表中。
- 修改一个事件：选择此项并 Delete 该事件，然后 Add 修改过的事件。

表 8. 运行表事件

事件	事件值	信号
阀 1	开 / 关	
阀 2	开 / 关	
多通阀	定位	
信号归零	-500,000 至 500,000 或无	模拟, 数字
信号衰减	0 至 10	模拟
信号范围	0 至 13	模拟
检测器负极	开 / 关	模拟, 数字
辅助温度	室温 +25 °C 至 200 °C	
辅助 #3 压力	0 至 689 kPa, 100 psig, 或 6.89 bar	
辅助 #4 压力	0 至 689 kPa, 100 psig, 或 6.89 bar	
辅助 #5 压力	0 至 689 kPa, 100 psig, 或 6.89 bar	
存储信号值	无	模拟, 数字
信号归零·值	无	模拟, 数字

阀事件

这些事件直接提供阀动作的控制。输入您需要阀 ON 和 OFF 的时间。

信号归零 (Signal Zero) 事件

- 输入从所有未来信号值减去的值。
- 或者
- 保存事件空白值。GC 存储事件过程中信号值并从所有未来信号值减去该值。

信号范围 (Signal Range) 和信号衰减 (Signal Attenuation) 事件

- 信号范围事件输出有效信号为 0-1 V 或 0-10 V, 和 0-1mV 输出。
- 信号衰减事件仅有 0-1 mV 输出。

两种事件都是二进制——在事件值中改变一个单位, 则信号呈 2 的倍数改变。

存储信号值 (Store Signal Value) 和信号归零值 (Signal zero - value) 事件

这两个事件一起用于复原受干扰后的基线水平，例如阀操作，使基线漂移。

- 存储信号值——该事件存储在事件时间内的信号值。
- 信号归零-值 (Signal Zero - Value)——这一数值改变了受漂移干扰的基线，则从所有未来信号值减去存储信号值事件的值来补偿。当这两个事件围绕基线漂移行为起作用时，结果得到上述水平的新基线。存储事件必须在基线漂移之前发生，而归零值 (Zero-Value) 事件必须在漂移基线稳定之后发生。参见图 2。

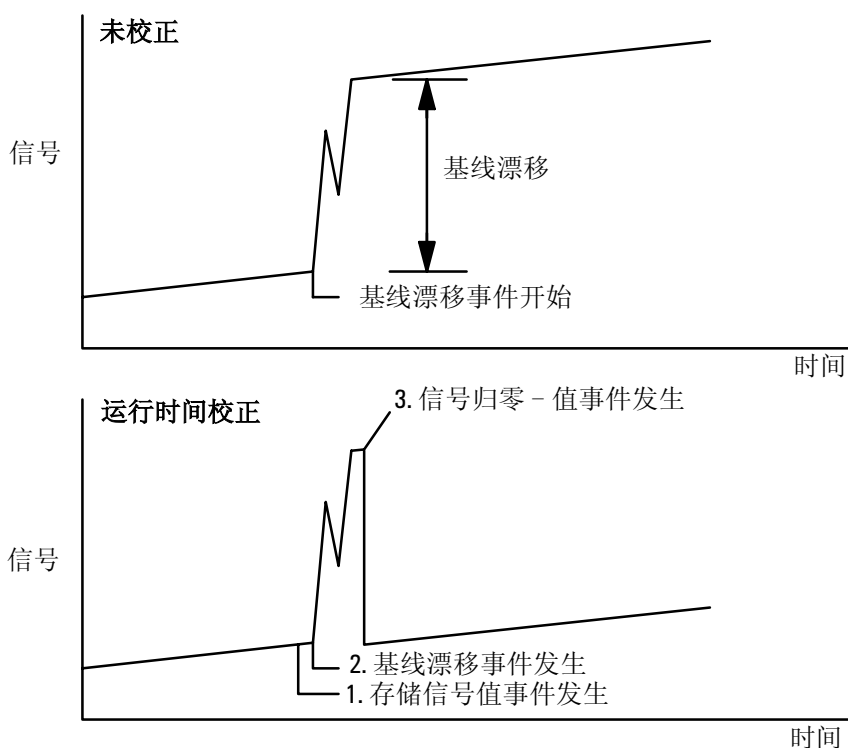


图 2. 校正基线漂移

时钟表

时钟表是在指定的一天时间内所执行事件的列表。例如，调用一个方法，进行空白运行和启动序列。时钟表不与方法一起存储。

时钟表不是日历，但它每天作相同的事情，包括周末和节假日。

显示如下屏幕，指出时钟表当前的内容。所有时间是时钟上的时刻。即一天的时间由 GC 的内部时钟来计量，时间是 24 小时制。

Status / Automation / Clock Table

Time	Event	Value
End Of Table		

- 取消一个事件：选择事件并按 Delete。
- 增加一个事件：按下 Add 显示有效事件目录。目录中的典型事件与 GC 中安装的硬件有关。

Status / Automation / Clock Table / Add

选择所要的事件，输入执行时间 (24 小时时钟制) 和一个值。如果合适，按下 OK。新的事件就以正确的时间序列插入时钟表内。

- 修改一个事件：选择并 Delete 事件，然后 Add 一个修改过的事件。

表 9. 时钟表事件

事件	事件值
阀 1	开 / 关
阀 2	开 / 关
多通阀	开 / 关
启动空白运行	无
启动序列	无
执行预运行	无
柱补偿运行	无
调用 GC 方法	方法名

分流 / 不分流进样口

使用氢气

警告 当使用氢气作载气或燃气时，氢气可能流入柱箱并引起爆炸危险。因此，直到所有连接都完成后，确保气源关闭。当氢气供给仪器时，应保证进样口和检测器接头都连接到色谱柱或始终用堵头堵住。

警告 氢气是可燃气体，当在一个密闭空间被封闭时，泄漏有造成燃烧或爆炸的危险。在任何用氢气的场合，操作仪器之前，所有接头、管线和阀件都应进行泄漏试验。开仪器之前，确保氢气气源是关闭的。

选项

对分流 / 不分流进样口有两个选项：

- *Standard*（标准）——压力范围是 0 到 100 psi，对大多数色谱柱这一压力是适当的。
- *High-pressure*（高压）——压力范围是 0 到 150 psi，这一压力用于很小柱径的毛细管柱，这种色谱柱对流速有很大的阻力。

为了决定您的选择，检查 GC 的配置 (*Status / Settings / Configure*)，这一屏幕显示这一进样口的压力范围。

进样口模式

进样口也有四种操作模式：

- *分流* ——在色谱柱和放空流速之间分配。
- *不分流* ——载气不分开，载气主要进入色谱柱，少量作吹扫用从进样口排出，以免溶剂峰过度展宽和拖尾。

- **带压力脉冲的分流**——和分流模式近似，除去在进样前和进样过程中进样口压力在升高，并且在用户规定的时间恢复到正常，总流速在增加，但是分流比不变，这一特殊种类的“程序”是独立于流速和压力程序的（参见第 70 页的[分流模式](#)）。
- **带压力脉冲的不分流**——和带压力脉冲的分流类似，但是没有分流。

分流 / 不分流进样口有一个气体节约器的功能，气体节约器在进样完成之后，降低载气进入进样口并从放空口流出的流速，它不会改变通过色谱柱的流速。（参见第 75 页的[载气节省](#)）。

隔垫吹扫管线离隔垫很近，样品是从隔垫注射进去的。小股载气就是通过这一管线排出，吹扫任何流失物，这一流速是自动设定的，如[表 10](#) 所示。

表 10. 隔垫吹扫流速

载气	隔垫吹扫
He N ₂ , 95%Ar/5% CH ₄	3 mL/min
H ₂	6 mL/min

进样口和色谱柱

进样口和色谱柱的控制是相互关联的，他们之间的关系取决于色谱柱是否进行过配置。我们建议您一定要按下述次序设定 GC 参数：

1. 配置色谱柱（参见第 13 页的[配置仪器](#)）。如果还没有配置色谱柱就只能使用色谱柱和进样口的压力模式，就是进样口有依赖流速的特点，例如，就不能直接设定分流。
2. 选择色谱柱模式（参见第 39 页的[柱模式](#)）。
3. 如果需要对色谱柱流速和压力安排程序（参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#)）。
4. 设定进样口（参见第 65 页的[进样口设定](#)）。
5. 设定柱温箱（参见第 149 页的[柱箱设定](#)）。

6. 配置检测器 (参见第 124 页的**热导检测器**, 第 134 页的**火焰离子化检测器**, 第 144 页的**微池电子捕获检测器**, 或第 158 页的**火焰光度检测器 (FPD)**)。

进样口设定

为了设定进样口:

1. 显示这一屏幕。

Status / Setup / Inlet Setup

The screenshot shows the 'Inlet Setup' screen with the following settings:

- Carrier Gas:** He (selected), H2, N2
- Units:** psi (selected), kPa, bar
- Adjustments:** none (selected), Vacuum Correct, Pressure Correct
- Pressure Value:** 0.00 psi
- Status:** Not Ready
- Time/Date:** 13:14:31
- Sample Info:** Last Sample 00
- File Name:** PTVMAX.M+

2. 选择您要使用的载气。
3. 选择您要使用的压力单位 (表 11 显示换算关系)。

表 11. 压力单位换算关系

转换	到	乘以
psi	bar	0.0689476
	kPa	6.89476
bar	psi	14.5038
	kPa	100
kPa	psi	0.145038
	bar	0.01

4. 如果需要, 就选择压力调节。
 - Vacuum Correct (真空校正), 如果色谱柱要抽到真空, 例如您在使用质谱选择检测器或质谱仪时。
 - None (不要), 如果压力是常规的, 这一设定值用于大多数检测器。
 - Pressure Correct (压力校正), 如果涉及到其他条件。

预运行

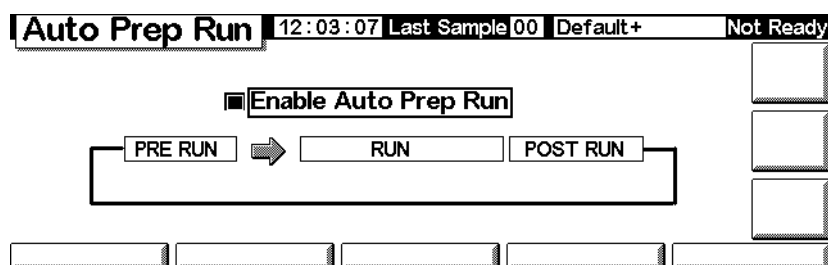
当您使用手动进样和载气节省，不分流模式，和 / 或压力脉冲进样时，GC 就会显示“等待预运行”，并有下面的提示：

- “激活载气节省”
- “进样口吹扫”
- “进样口脉冲未激活”

在这些情况下，您必须按 Prep Run 键，重新输入设定值，等待“就绪”提示，然后进样并按 Start 。

如果这样不实用，您就让 GC 发出一个在每次运行结束以后，自动 Prep Run 的命令，为此显示这一屏幕。

Status / Setup / Automation / Auto Prep Run



选择 Enable Auto Prep Run 并按 Esc。

这样做不能使用载气节省，而且进样口压力立刻上升到脉冲压力的水平。

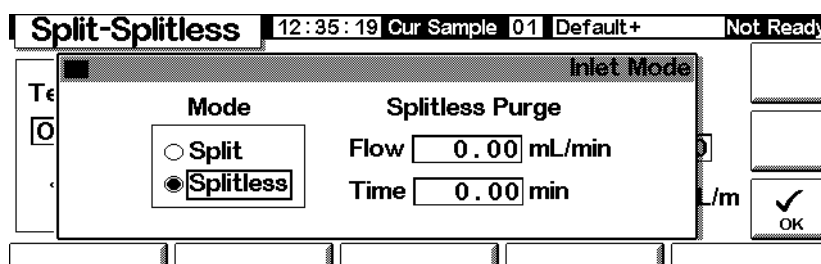
进样口吹扫阀关闭，当您结束了使运行节约载气的功能以后，就不能使用 Auto Prep Run 。

最好不经常使用 Auto Prep Run，这一功能只有在分流 / 不分流进样口的不分流模式下使用它，并且等同于按 Prep run 。

设定进样口模式

1. 显示这一模式，这是显示 GC 处于不分流模式的例子。

Status / Settings / Inlet / More / Inlet Mode / Enter



2. 选择您喜欢的模式和压力，按 OK 。

分流 / 不分流的术语

下面是用于分流/不分流进样口有关的术语，许多是在您使用进样口屏幕上的字段：

- *Flow*（流速）——以 mL/min 计算，在 Purge Start 从吹扫放空口算起，如果使用没有配置的色谱柱（column not configured），您就不能规定这一流速。
- *Pressure*（压力）——在压力脉冲或放空阶段之前或之后的进样口实际或设定压力（以 psi, bar, 或 kPa 计量）。这是压力程序的开始值，是柱头或不使用程序压力时的固定压力。
- *Pulse pressure*（脉冲压力）——在运行开始时您规定的进样口压力，在按了 Prep Run 后，压力升到该值，并保持不变，直到 Pulse time 结束，又回到 Pressure。
- *Pulse time*（脉冲时间）——开始运行以后，在这一时间进样口压力回到这一正常的设定值。
- *Purge flow*（吹扫流速）——从吹扫排放口起在吹扫开始时载气的流速，以 mL/min 计量，色谱柱必须配置。
- *Purge time*（吹扫时间）——从开始运行算起，当样品转入色谱柱结束（吹扫阀打开），在脉冲时间以前 0.1 到 0.5 min 设定开始吹扫。
- *Split flow*（分流流速）——在分流 / 吹扫排放口的流速，以 mL/min 计量，如果色谱柱没有配置，不会有这一字段。
- *Split ratio*（分流比）——分流流速和柱流速之比，如果色谱柱没有配置，

不会有这一字段。

- *Temp* (温度) ——进样口起始温度的实际温度和设定温度值。
- *Total flow* (总流速) ——进入进样口的总流速，是分流流速、柱流速、和吹扫流速之和，在预运行期间（预运行灯光点亮而不是闪烁），和在运行当中于 **Purge Start** 之前显示这一数据。在这些时间里您不能输入设定值，在所有的其他时间里会显示总流速的设定值和实际值。当您改变总流速时，分流比和分流流速改变，而柱流速和压力保持不变，当使用压力脉冲时，总流速增加以便保持分流比的恒定。

压力脉冲模式

压力脉冲模式只在运行开始之前，增加进样口压力并在指定时间之后返回正常值。压力脉冲把样品吹扫出进样口并更快地把样品吹入色谱柱，以减少样品在进样口分解的机会。如果色谱仪由于压力脉冲而效果变差，用保留间隙管可帮助恢复峰形。

压力脉冲可用于分流或不分流模式并能与程序化柱压力和流量相结合，压力脉冲优于色谱柱的梯度压力和梯度流量分析。如图 3 所示。

压力脉冲必须在进样前启动。如果使用自动进样器或序列，GC 就自动地完成这些步骤。

如果使用手动进样，必须按 `prep Run` 键以便启动脉冲和等待“Ready manual inj”提示。

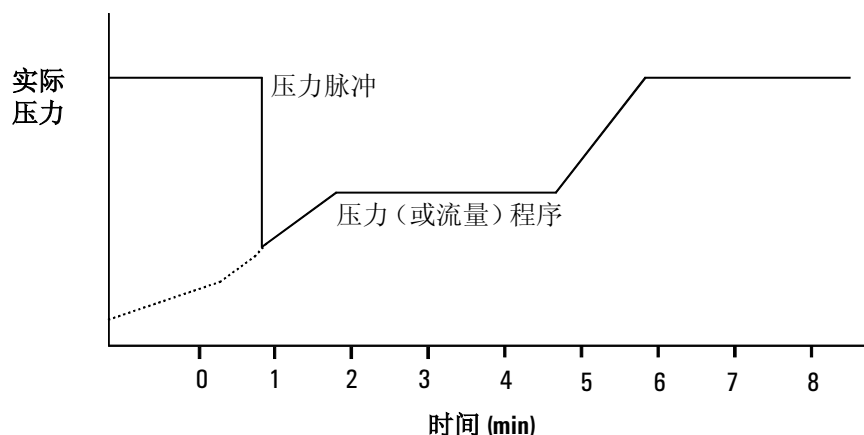
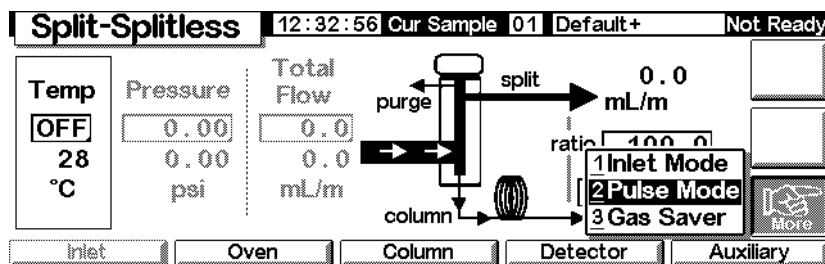


图 3. 压力脉冲和柱流量或压力

设定一个压力脉冲

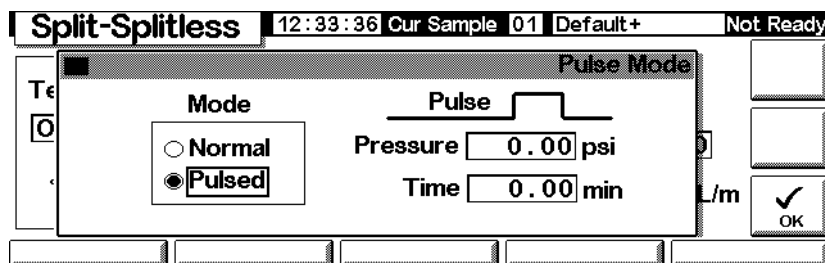
1. 通过色谱柱设定流量条件, 包括流量或压力程序 (参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#)) 显示如下屏幕。

Status / Settings / Inlet / More



2. 选择 Pulse Mode 并按下 Enter 显示下一个屏幕。

Status / Settings / More / Pulse Mode / Enter



3. 选择 Pulsed, 输入 Pressure 和 Time 值。
 - *Pressure* 是从 Prep Run 到 Pulse Time 的进样口压力。
 - *Time* ——时间 (Start 以后的分钟数) 是进样口压力从 Pulse Pressure 至按流量或压力程序要求的压力变化的时间(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))。
4. 按 OK 确认这些值或按 Esc 取消。

分流模式

气路

分流进样期间, 液体样品在加热进样口中迅速汽化。少量蒸汽进入色谱柱而其余通过分流 / 吹扫出口排出。柱流量对分流流量的比率由用户控制。分流进样主要用于高浓度样品, 且大部分样品从分流 / 吹扫出口吹走, 它也用于不能被稀释的样品。

图 4 分流模式操作中进样口的气路示意图。

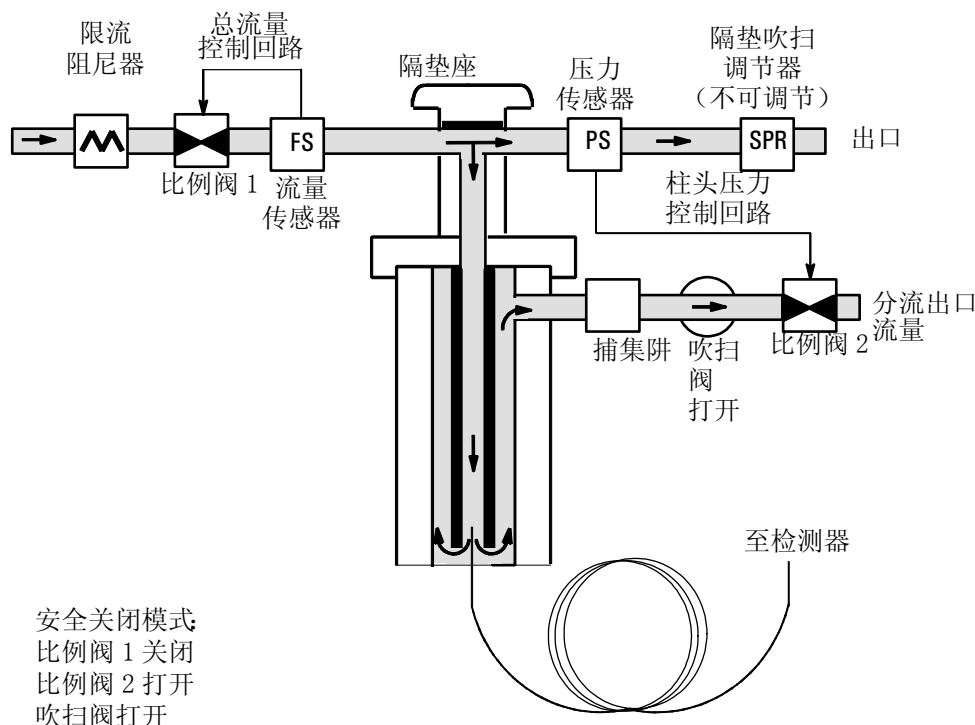
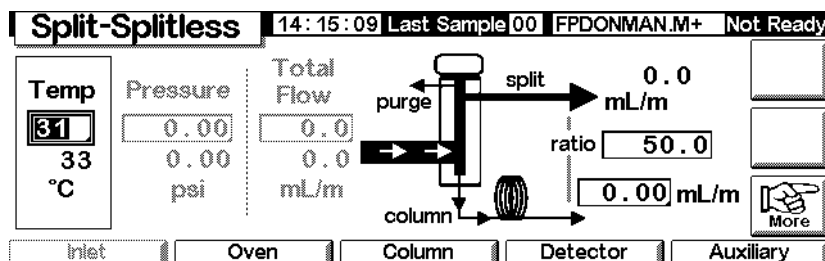


图 4. 气路分流流量示意图

使用配置柱的分流模式

1. 确定柱是分流模式和恒流或梯度流量模式，参见第 39 页的柱模式。
2. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Inlet

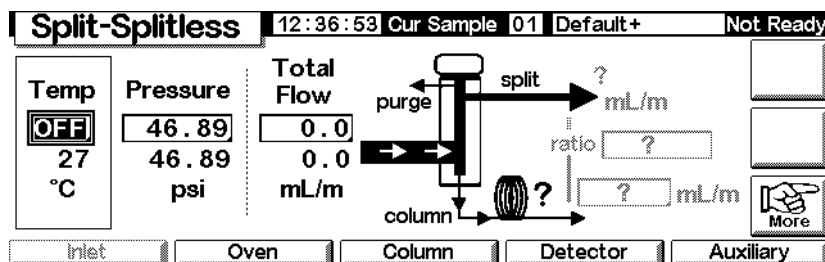


3. 设定温度。
4. 输入 ratio 或 column flow 仪器计算并显示其他值。
5. 设定 column mL/min.

使用未配置柱分流模式

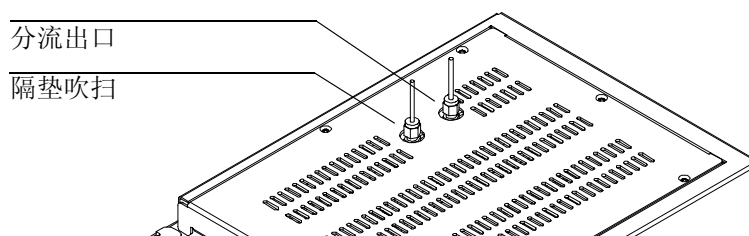
显示如下屏幕。

Status / Settings / Inlet



1. 如果需要，把进样口模式改变为分流模式。

2. 设定 Temp 和 Pressure。用皂沫流量计测量分流出口流量。



从 Total flow 总流量中减去分流出口流量和隔垫吹扫流量 (参见 表 10 载气类型的标称隔垫吹扫流速)

3. 计算分流比，按需要调节。

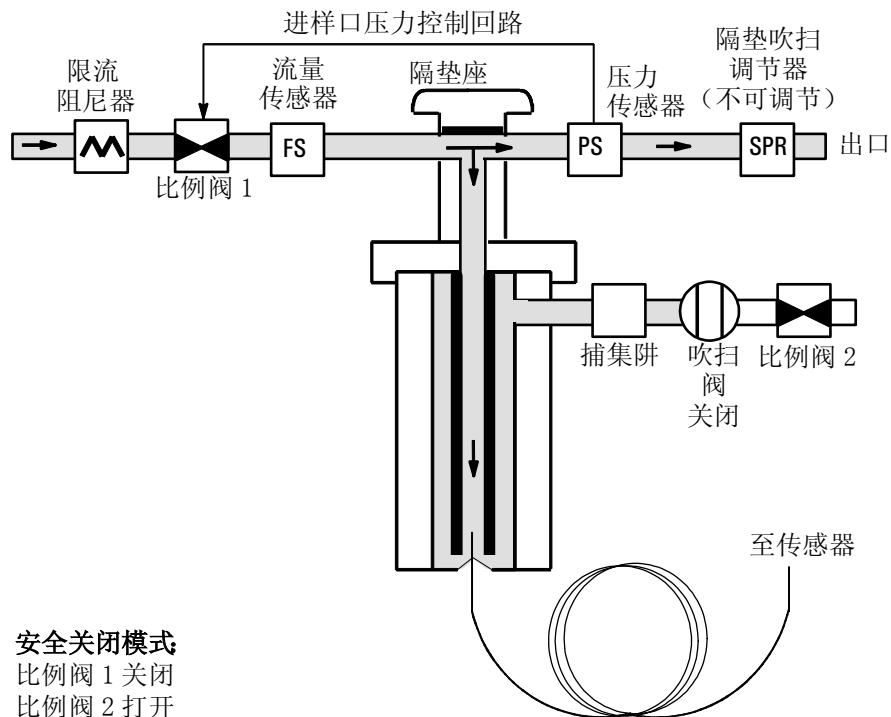
$$\text{分流比} = \frac{\text{分流流量}}{\text{柱流量}}$$

不分流模式

气路

在这个模式中，进样期间，关闭吹扫阀并在衬管中样品汽化和转移到色谱柱过程中保持关闭。进样后，吹扫阀打开，使衬管中残留的任何气体吹出分流出口。这就避免了由于大的进样口体积和小的柱流速造成溶剂峰拖尾。参见图 5。

如果使用载气节省，载气节省打开时间应在吹扫时间之后（有关载气节省的详细说明，参见第 75 页的载气节省）。



安全关闭模式
比例阀 1 关闭
比例阀 2 打开
吹扫阀打开

图 5. 不分流流动示意图，预运行至吹扫时间

不分流模式进样

一个成功的不分流进样包括下面五个步骤：

1. 在加热进样口中汽化样品和溶剂。
2. 用低流量和低柱箱温度在柱头建立溶剂饱和区域。
3. 利用此区域在柱头捕集和再浓缩样品。
4. 等到所有或至少大部分样品已转移到色谱柱。然后排出进样口残留气体——大部分是溶剂——由打开着的吹扫阀吹出。这就消除了溶剂汽化产生的大溶剂峰拖尾。
5. 升高柱箱温度释放溶剂和柱头的样品。

为了优化操作条件，需要一些经验。表 12 是一些关键参数的初始值。

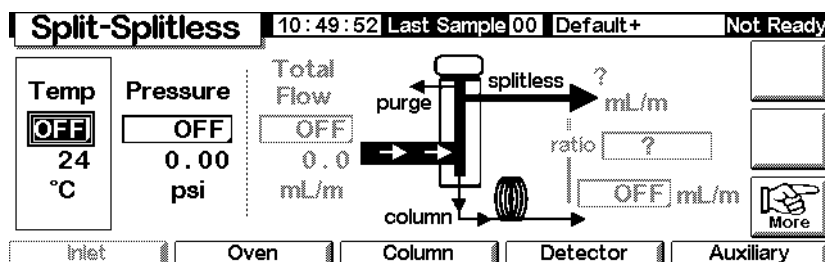
表 12. 不分流模式进样口参数

参数	允许的设定值范围	推荐起始值
柱箱温度	非低温, 0 °C 至 375 °C CO ₂ 低温, -20 °C 至 375 °C	低于溶剂沸点 30 °C
柱箱初始时间	0 至 999.9 分钟	≥ 进样口吹扫时间
进样口吹扫时间	0 至 999.9 分钟	衬管体积 / 柱流量
载气节省时间	0 至 999.9 分钟	吹扫时间之后
载气节省流量	15 至 1000 mL/min	大于最大柱流量 15 mL/min

配置柱用于不分流模式

1. 确定色谱柱，载气和流量或压力程序（如果已使用）已正确配置。
2. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Inlet

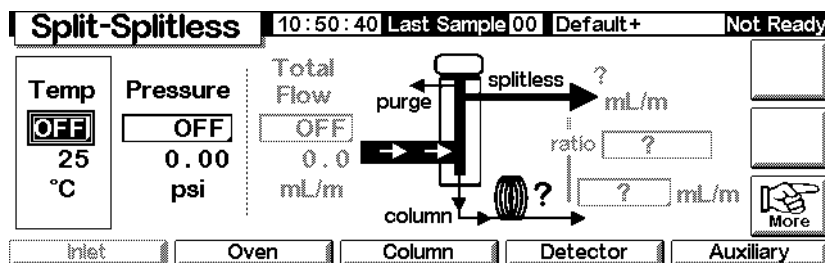


3. 如果需要，进样口改变为不分流模式。（参见第 67 页的[设定进样口模式](#)）。
4. 输入 Temp 和 column mL/min 值。
5. 手动进样前使用 Prep Run(参见第 66 页的[预运行](#))。

未配置柱用于不分流模式

1. 如需要，进样口模式改为不分流模式。
2. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Inlet



3. 输入 Temp (最高温度为 375 摄氏度) 和 Pressure 值。
4. 手动进样前使用 Prep Run 键 (参见第 66 页的 [预运行](#))。

载气节省

载气节省减少样品进入柱后分流出口的载气流量，且保持柱头压力和流速不变，而吹扫和分流出口流量降低。流量—除柱流量外—维持的水平，直到按 Start (序列或自动进样器操作) 或 Prep Run 键 (手动进样)。参见图 6。

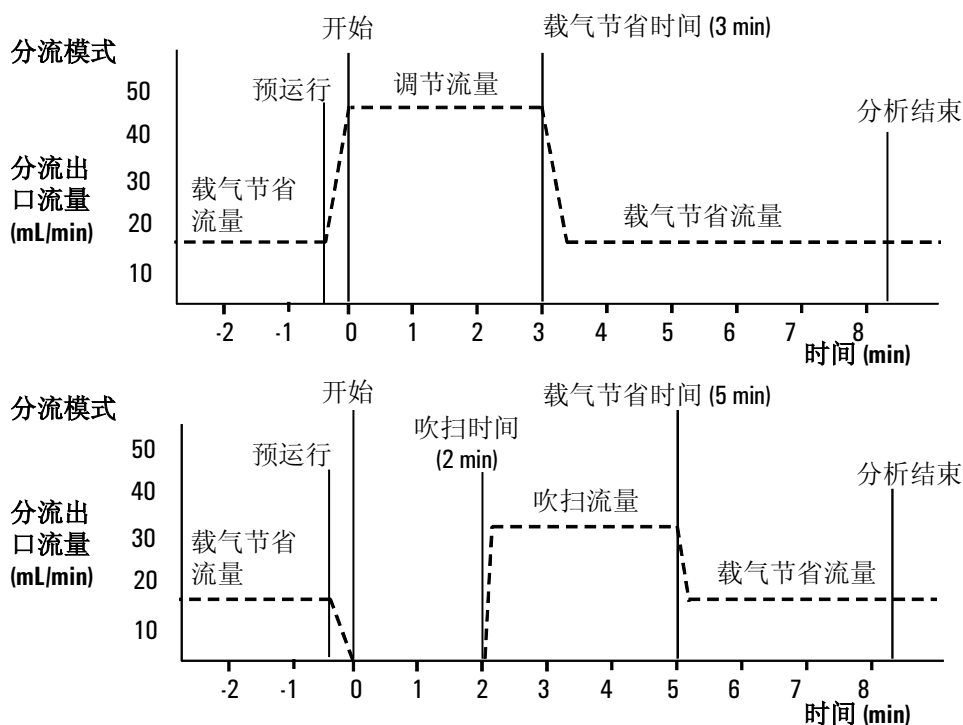
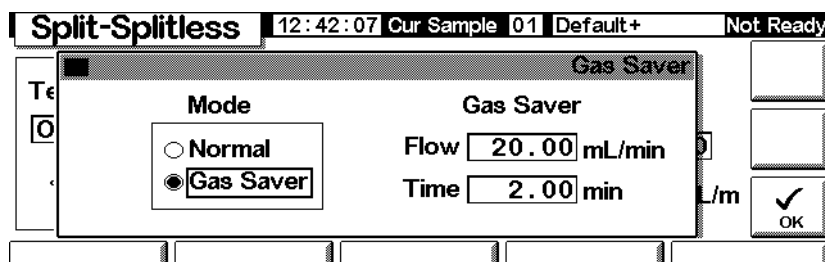


图 6. 载气节省操作

设定载气节省

显示如下屏幕。

Status / Settings / Inlet / More / Gas Saver / Enter



1. 选择 Gas Saver，输入 Flow 和 Time 值。
 - *Flow* ——在样品分析之间，Flow 降低了载气的流量。
 - *Time* (进样后分钟数) ——是指正常流量改变到载气节省流量的时间。无论手动或自动，载气节省流量保持低的载气流量水平，直到下一次 Prep Run 事件开始。
2. 按 OK 确认这些数值或按 Esc 来取消。

吹扫填充进样口

使用氢气

警告 使用氢气 (H_2) 做载气或燃烧气时，氢气会泄漏到柱箱中而导致爆炸，当色谱仪使用氢气时，要确保在管道连接好以后再供气，在通入氢气时要保证管道连接到进样口、检测器、色谱柱上，或者有堵头，不使氢气泄漏。

警告 氢气是可燃气体，它如果泄漏到一个密闭空间，会造成燃烧和爆炸，在运行仪器之前一定要对管路接头、管道和阀进行检漏。在仪器工作之前永远要使氢气 (H_2) 气源处于关闭状态。

进样口和色谱柱控制

进样口和色谱柱控制是相互关联的，他们之间的关系决定于色谱柱是否定义过。按下述方法设定 GC 参数。

1. 如果您使用填充色谱柱，或未配置的大口径毛细管柱，只能使用流量模式，这是吹扫填充进样口的默认值。
如果您使用大口径毛细管柱，您可以配置（定义）色谱柱，（参见第 37 页的[配置色谱柱](#)）并可用进样口压力模式代替流量模式。
2. 选择柱模式（参见第 39 页的[柱模式](#)）。
3. 如果需要，设定柱流量程序（参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#)）。
4. 设定进样口（参见第 78 页的[进样口设定](#)）。
5. 设定柱箱（参见第 149 页的[柱箱设定](#)）。
6. 设定检测器（参见第 124 页的[热导检测器](#)，第 134 页的[火焰离子化检测器](#)，第 158 页的[火焰光度检测器 \(FPD\)](#)，或第 144 页的[微池电子捕获检测器](#)）。

进样口设定

设定进样口，显示下面的屏幕。

Status / Setup / Inlet Setup

Inlet Setup		12:31:40	Cur Sample 01	Default+	Not Ready
Carrier Gas	Units	Adjustments			
<input checked="" type="radio"/> He <input type="radio"/> H2 <input type="radio"/> N2	<input checked="" type="radio"/> psi <input type="radio"/> kPa <input type="radio"/> bar	<input checked="" type="radio"/> none <input type="radio"/> Vacuum Correct <input type="radio"/> Pressure Correct			
		<input type="text" value="0.00"/> psi			

1. 选择您要使用的载气。
2. 选择您喜欢使用的压力单位见表 13。

表 13. 压力单位换算

换算	至	换算系数
psi	bar	0.0689476
	kPa	6.89476
bar	psi	14.5038
	kPa	100
kPa	psi	0.145038
	bar	0.01

3. 如果需要，选择压力调节器
 - Vacuum Correct（真空校正），如果色谱柱要抽到真空，例如您在使用质谱选择检测器或质谱仪时。
 - none（不要），如果压力是常规的，这一设定值用于大多数检测器。
 - Pressure Correct（压力校正），如果涉及其他条件。

使用吹扫填充进样口

当不需要高效分离时可以使用这种进样口和填充色谱柱，也可以使用大口径毛细管柱，使用大于 10 mL/min 的流量。

如果使用毛细管柱，而且色谱柱已经定义，进样口由压力控制。如果色谱柱未定义（填充色谱柱和未定义的毛细管柱），进样口由流量—控制。

图 7 吹扫填充进样口流程图

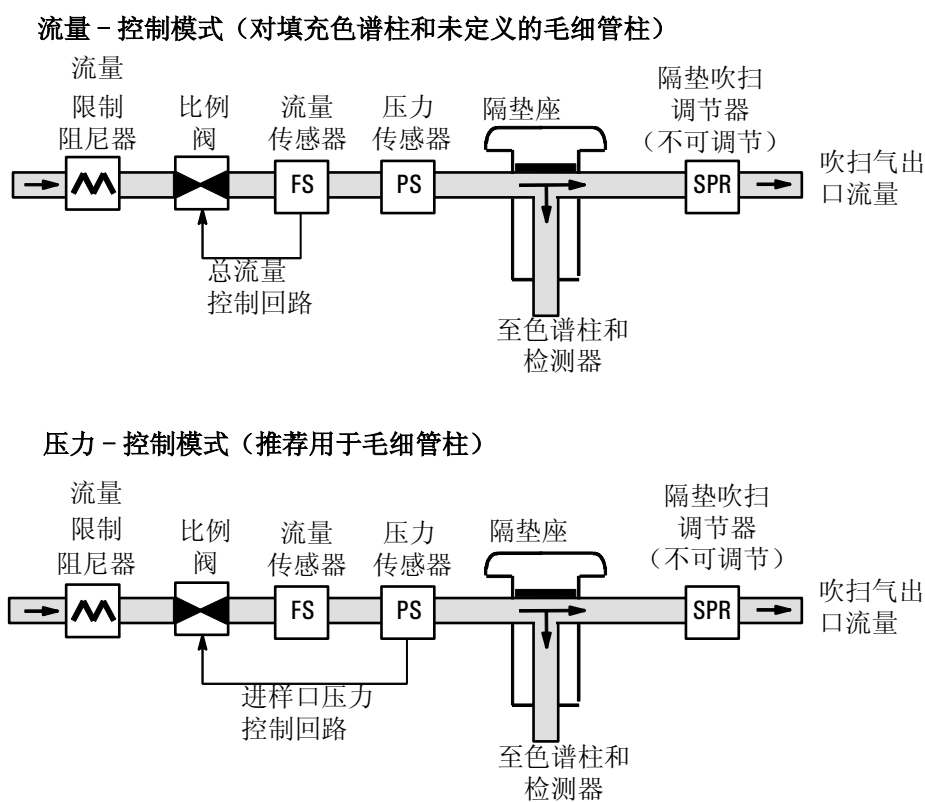
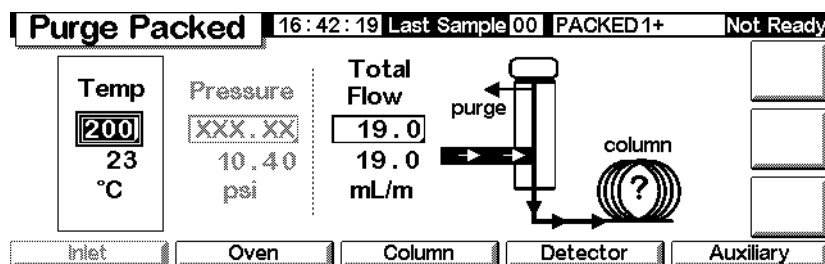


图 7. 吹扫填充进样口流程图

填充柱和未配置的毛细管柱

当使用填充柱或毛细管柱时对进样口编程，显示如下屏幕。

Status / Settings / Inlet



在以上的例子里要注意：

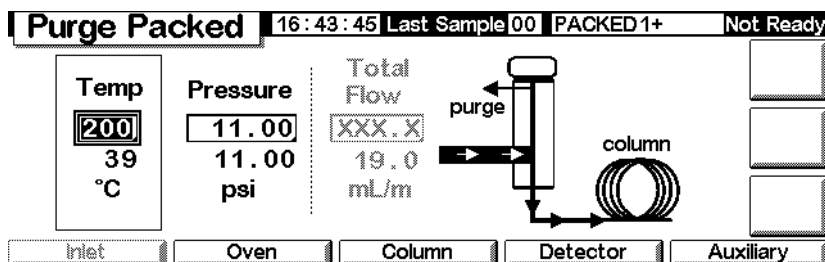
- 显示设定值和实际温度及流量。
 - 显示您参照的测量出来的进样口压力。
1. 设定进样口温度。
 2. 设定通过进样口的总流量，总流量包括色谱柱流量和垫片吹扫气流量。

配置了的毛细管柱

在使用已定义的毛细管柱时对进样口进行程序控制：

1. 显示以下屏幕。

Status / Settings / Inlet



2. 为方法设定进样口温度和压力。
 - 显示设定值和实际温度及压力。
 - 测量并显示您参照的总流量。

程序升温汽化进样口

使用氢气

警告 当使用氢气 (H_2) 作为载气或燃烧气，但是要意识到氢气可能进入柱箱引起爆炸，所以在把管线连接好以前一定要把气源关闭，并且在把氢清连接到仪器上以前，一定要把进样口和检测器的接头连接到色谱柱，或全部带上堵头。

警告 氢气是可燃性气体。泄漏并限制在一个密闭空间就会引起燃烧和爆炸的危险。在任何需要使用氢气的场合，在使用仪器以前，要对所有的连接处、管线和阀进行检漏，在使用仪器以前一定要把氢气气源关闭。

进样口模式

安捷伦程序升温汽化 (PTV) 进样口系统有五种操作模式：

- *分流模式* 通常用于大含量组分的分析。
- *脉冲分流模式* 和分流模式类似，但是施加压力脉冲到进样口，以便加快样品进入色谱柱的传质速度。
- *不分流模式* 用于痕量分析。
- *脉冲无分流模式* 在进样时施加压力。
- *溶剂放空模式* 用于大体积进样，每次分析可以单个或多个进样。

进样口和色谱柱

进样口和色谱柱的控制是相互关联的，他们之间的关系取决于色谱柱是否进行过配置。我们建议一定要按下述方法设定 GC 参数。

1. 配置色谱柱 (参见第 13 页的[配置仪器](#))。如果还没有配置色谱柱就只能使用色谱柱和进样口的压力模式，这是进样口有依赖流速的特点，例如，不能直接设定分流比。
2. 选择色谱柱模式 (参见第 39 页的[柱模式](#))。
3. 如果需要，对色谱柱流速和压力安排程序 (参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))。
4. 设定进样口 (参见第 82 页的[进样口设定](#))。
5. 设定柱温箱 (第 150 页的[柱箱设定](#)) 和检测器 (参见相应的章节)。

进样口设定

要配置进样口，显示下面的屏幕。

Status / Setup / Inlet Setup

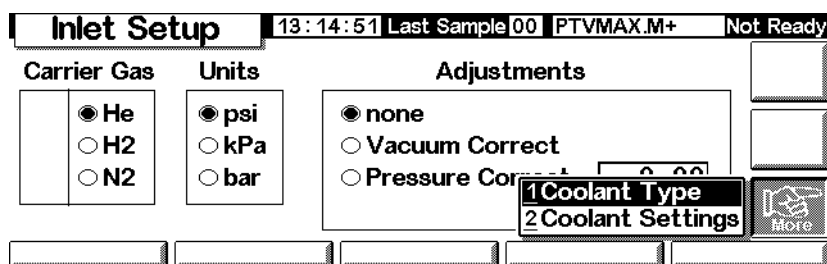
Inlet Setup		11:31:48	Last Sample 00	Service Mode+	Not Ready
Carrier Gas	Units	Adjustments			
<input checked="" type="radio"/> He <input type="radio"/> H2 <input type="radio"/> N2	<input checked="" type="radio"/> psi <input type="radio"/> kPa <input type="radio"/> bar	<input checked="" type="radio"/> none <input type="radio"/> Vacuum Correct <input type="radio"/> Pressure Correct			
		0.00		psi	
				More	

1. 选择您要使用的载气。
2. 选择您要使用的压力单位 (参见 [图 14](#) 的换算关系)。

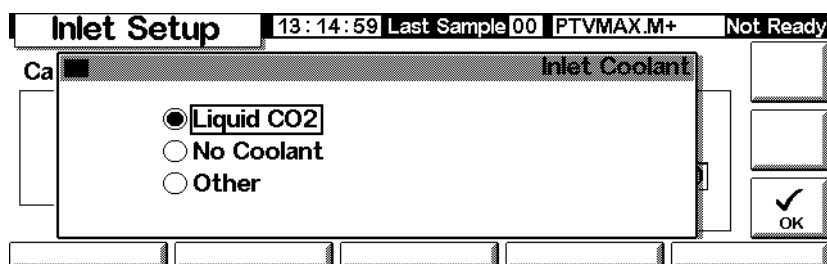
表 14. 压力单位转换

转换	到	乘以
psi	bar	0.0689476
	kPa	6.89476
bar	psi	14.5038
	kPa	100
kPa	psi	0.145038
	bar	0.01

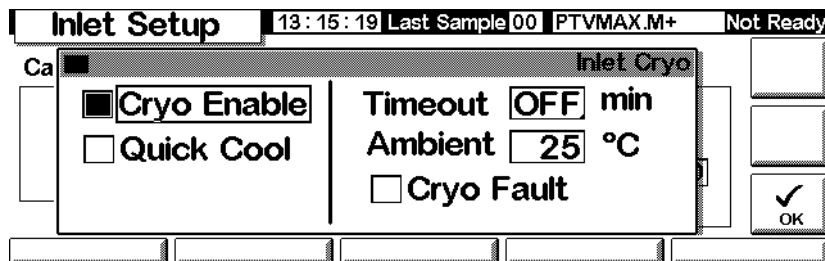
3. 如果需要，选择压力调节器。
 - Vacuum Correct（真空校正），如果色谱柱要抽到真空，例如您在使用质谱选择检测器或质谱仪时。
 - none（不要），如果压力是常规的，这一设定值用于大多数检测器。
 - Pressure Correct（压力校正），如果涉及到其他条件。
4. 按 More 选择冷却剂类型，并按 Enter。



5. 设定冷却剂类型，按 OK。如不使用冷进样口或没有冷却剂，选择 No Coolant，按 OK。



6. 如果您选择了 CO₂，按 More，并选择冷却剂设定值。出现下面的屏幕，输入使用的信息，并按 OK。



- *Cryo Enable*（能够冷却）——当选择了这一项，在柱温箱到达起始温度时，进样口进行了冷却。没有选择禁止冷却。
- *Timeout*（暂停）——在柱温箱达到平衡以后，在特定时间里（范围为 5 到 120 min，默认为 30 min）没有开始分析，就会出现冷却暂停，并且进样口温度关闭，冷却暂停关闭，就不能使用这一功能。我们建议开启这一功能，因为在序列分析结束时或者如果自动化失败了，冷却暂停会保存冷却剂，Post Sequence 方法也可以使用。
- *Ambient*（室温）——如果启用 cryo，这是进样口进行冷却的温度上限，用低温冷却把进样口保持在其设定值，如果设定值高于这一上限，就用冷却剂把进样口的温度降低到它的设定值，但是不能保持在这一设定值。
- *Cryo Fault*（冷却故障）——如果在 16 min 连续冷却操作没有达到设定值，选择进入关闭进样口，说明这是达到设定值的时间，不是达到温度稳定准备就绪的设定时间。

停止行为

冷却暂停和冷却故障都会导致冷却的停止，当 GC 不能启动运行时，冷却停止就把冷却剂保存起来，冷却系统仍然可以正常运行。如果在柱温箱达到设定温度以前就到达了指定的冷却暂停时间，就会发生冷却暂停。如果冷却时间超过了 16 min，而柱温箱还没有达到它的设定温度，就会出现冷却故障。如果发生这一情况，进样口加热器就关闭，冷却剂的阀门也关闭。GC 响起嘀声，显示 Inlet cryo shut off（进样口冷却关闭）。

要监控进样口加热器避免它过热，如果加热器一直开着超过允许的时间而且进样口不在设定值上，加热器就要关闭，GC 的响起嘀声并显示 Inlet heating slow（进样口加热慢）。

要恢复上述任何一种情况，把 GC 关闭，然后再启动，或输入新的设定值。

设定进样口模式

在您设计程序以前，要设定进样口模式，为此要：

1. 显示这一屏幕，下面的例子显示进样口在 Splitless（不分流）模式。

Status / Settings / Inlet / More / Inlet Mode / Enter

PTV Inlet		13:18:06 Last Sample 01 4+	Not Ready
PTV Inlet Mode			
Mode <input type="radio"/> Split <input checked="" type="radio"/> Splitless <input type="radio"/> Solvent Vent	Vent Settings Pressure <input type="text" value="5.00"/> psi Flow <input type="text" value="0.00"/> ml/min Vent End <input type="text" value="5.00"/> min	Purge Flow Flow <input type="text" value="0.00"/> mL/min Purge Start <input type="text" value="0.00"/> min	<input type="button" value="OK"/>

2. 选择您要使用的模式按 OK 返回到前一个屏幕。

加热进样口

可以设计带起始温度的温度程序，可以有二阶升温速度，升温速度的选择从 0.1 到 720°C/min。

注意

如果进样口和柱温箱的起始温度太接近，进样口就不能保持在它的设定值。我们建议它们要相差最少 6°C，或高或低。

为了各种目的，将 PTV 设计成把样品保持在衬管中，直到注射完全部样品——能进几次样。然后 PTV 迅速加热把样品转移到色谱柱，完成这一过程包括保持开始时的温度、一阶升温 and 终温的保持，完成样品的转入。

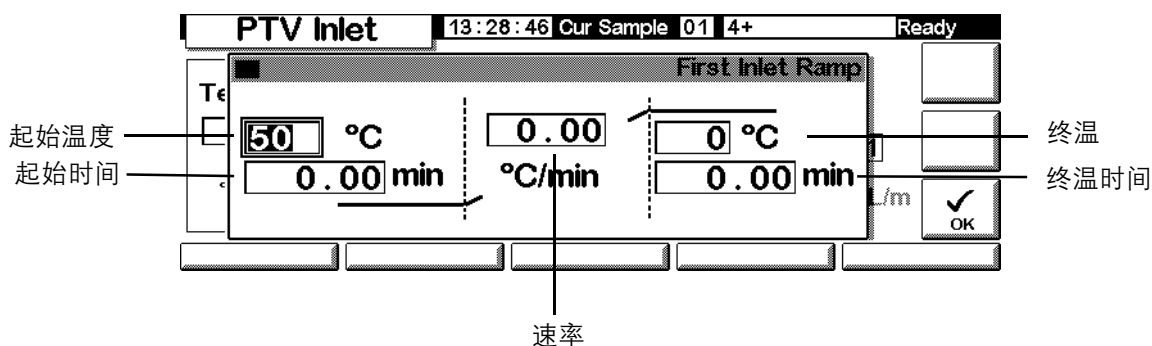
可以有两个梯度的附加程序升温功能，有几个可能的用途：

- 可以把进样口加热到高温，以便对衬管进行热清洗，准备下一次分析。
- 可以把进样口程序降温——正好设定低于前一次分析的最终温度——以便降低对衬管的热应力。
- 降温程序可以用于准备下一次分析的进样口，这样可以为高通量样品分析缩短时间。

要设计一个 PTV 程序温度梯度：

1. 显示这一屏幕。

Status/Settings/Inlet/Ramps/Ramp 1



- *Start temp* (起始温度) ——进样口温度的实际和设定值
 - *Start time* (起始时间) ——从运行分析开始计算，当进样口保持起始温度结束的时间，常常晚于 Vent End
 - *Rate* ——样口加热程序温度梯度的速率。梯度 1, 2 和 3, 最高是 720° C/min
 - *Final temp* (终温) ——进样口梯度 1, 2 和 3 的最后温度，其范围是 30° C 到 375° C, 而且是一持续时间，并不是从开始运行算起。
 - *Final time* (终温时间) ——1、2 和 3 阶最后的保持时间。
2. 输入梯度。这 and 第 152 页的[程序升温](#)类似。

PTV 的术语

下面是用于 PTV 进样口有关的术语，许多是在您使用进样口屏幕上的字段。

- **流速**——以 mL/min 计，在 Purge Start 时，从吹扫放空口的流速，如果使用没有配置的色谱柱 (column not configured)，您就不能规定这一流速。
- **Pressure** (压力)——在压力脉冲或排放阶段之前或之后的进样口实际或设定压力 (以 psi, bar, 或 kPa 计量)。这是压力程序的开始值，是柱头或不使用程序压力时的固定压力。
- **Pulse pressure** (脉冲压力)——在运行开始时您规定的进样口压力，在按了 Prep Run 之后，压力升高到这一设定值，一直等到 Pulse time 结束，又回到 Pressure 之前，保持这一压力。
- **Pulse time** (脉冲时间)——开始运行，在这一时间以后进样口压力回到它的正常设定值。
- **Purge flow** (吹扫流速)——从吹扫排放口起在吹扫开始时载气的流速，以 mL/min 计量，色谱柱必须配置。
- **Purge start** (吹扫开始)——当样品转入色谱柱结束 (吹扫阀打开)，从开始运行算起，在脉冲时间以前 0.1 到 0.5 min 设定开始吹扫。
- **Split flow** (分流流速)——在分流 / 吹扫排放口的流速，以 mL/min 计量，如果色谱柱没有配置，不会有这一字段。
- **Split ratio** (分流比)——分流流速和柱流速之比，如果色谱柱没有配置，不会有这一字段。
- **Temp** (温度)——进样口起始温度的实际温度和设定温度值。
- **Total flow** (总流速)——进入进样口的总流速，是分流流速、柱流速、和吹扫流速之和，在预运行期间 (预运行灯光点亮而不是闪烁)，和在运行当中于 Purge Start 之前显示这一数据。在这些时间里您不能输入设定值，在所有的其他时间里会显示总流速的设定值和实际值。当您改变总流速时，分流比和分流流速改变，而柱流速和压力保持不变，当使用压力脉冲时，总流速增加以便保持分流比的恒定。
- **Vent End** (放空结束)——从运行开始当溶剂排放结束时的时间，对大体积进样，正常情况下这一时间是在进样完成之后的时间。

- *Vent flow*(放空流)——在放空期间载气流出分流放空口的流速,较高的流速吹扫衬管比较快,从而缩短溶剂消失的时间,对大多数色谱柱,以 100 mL/min 的放空速度可在令人满意的时间内把溶剂赶出去,但是在色谱柱中留下的物质很少。
- *Vent pressure*(放空压力)——在放空期间进样口的压力,在放空时降低进样口压力,溶剂排除的速度加快,压力降低也减少了载气的量——和溶剂蒸汽——在此时载气进入色谱柱。

用户可选择 0 到 100 psig, 如果选择 0, 进样口就在给定的放空流速下使用了最低可能的压力。表 15 列出在此最低压力下使用各种放空流速氢气的大约数值。压力小于表中的数值是不可以的, 除非把流速降低。

表 15. 可达到的最小压力

放空流速 (mL/min)	在“0” psig 设定值 时实际放空压力	在“0” kPa 设定值时 实际放空压力
50	0.7	5
100	1.3	10
200	2.6	18
500	6.4	44
1000	12.7	88

脉冲模式

压力脉冲模式（分流和不分流）是正好在开始进行一个分析以前增加进样口的压力,并在规定的一段时间以后转回到正常的压力。压力脉冲模式把样品快速地吹出进样口进入色谱柱,减少样品在进样口中分解的机会,如果您的色谱受压力脉冲影响而变坏,可以使用保留间隙柱来改进色谱峰形。

如果要在压力脉冲模式下手动进样,之前您必须按 **Prep Run**。

在压力脉冲模式下,您可以进行色谱柱压力和流量的程序控制。

但是,压力脉冲模式要优先于柱压力或柱流速梯度,参见图 8。

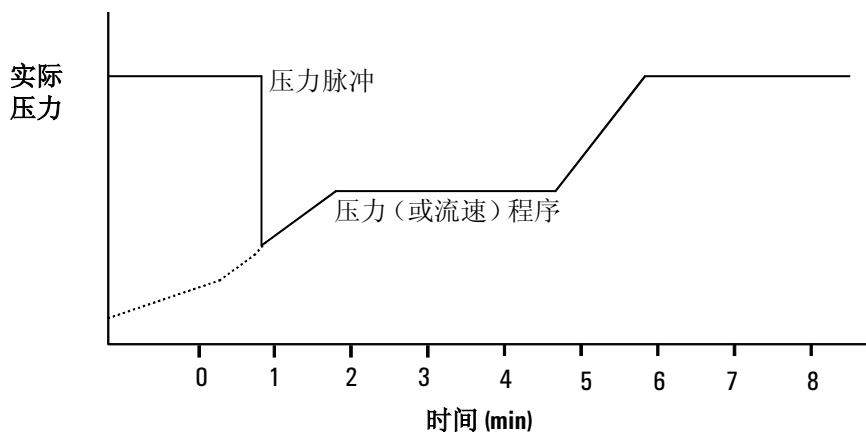
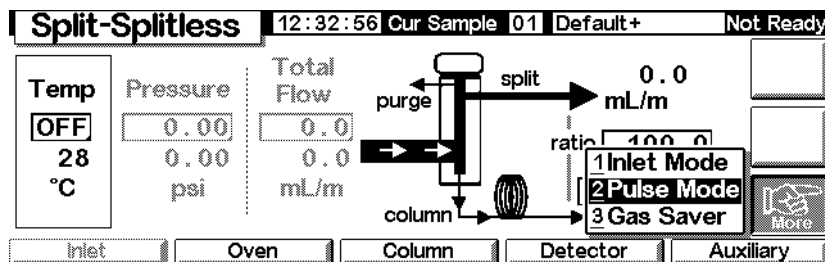


图 8. 压力脉冲和柱流速或压力

设定压力脉冲

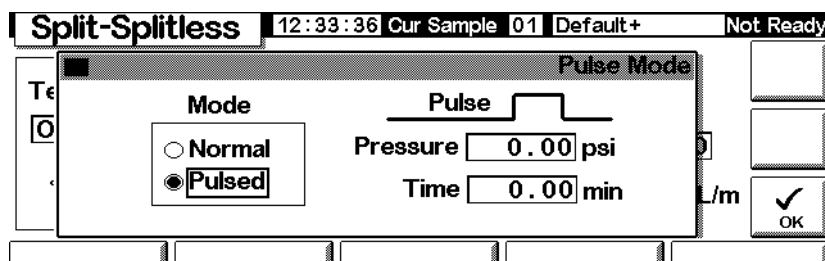
1. 如果需要通过色谱柱设定流速条件, 包括流速或压力程序 (参见第 42 页的 [程序控制流量或压力](#)) 然后显示下面的屏幕。

Status / Settings / Inlet / More



2. 选择 Pulse Mode 并按 Enter 显示下一个屏幕。

Status / Settings / More / Pulse Mode / Enter

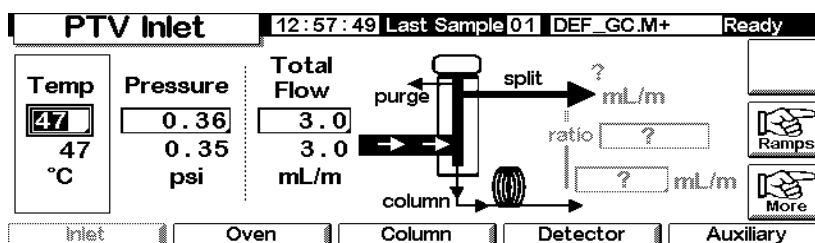


3. 选择 Pulsed 输入 Pressure 和 Time 的数据。
 - *Pressure* (压力), 从 Prep Run 到 Pulse Tim 的进样口压力。
 - *Time* (时间) (Start 以后的分钟)——当进样口压力从 Pulse Pressure 变到调用流速或压力程序 (参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))。
4. 按 OK 以便接受这些数值或按 Esc 取消此操作。

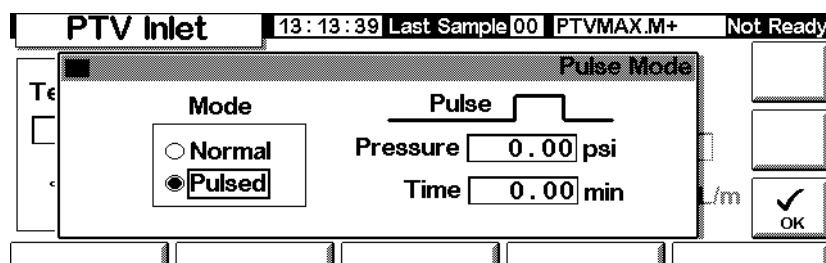
已经配置色谱柱时使用脉冲不分流模式

1. 核实:
 - 色谱柱作了配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))。
 - 配置了载气 (参见第 82 页的[进样口设定](#))。
 - 如果使用温度程序或压力程序, 对其进行配置。(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))。
2. 显示这一屏幕

Status / Settings / Inlet

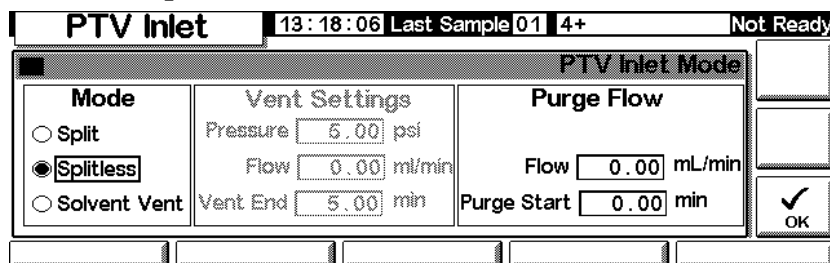


3. 设定进样口温度和任何需要的梯度。
4. 按 More 并选择 Pulse Mode。
5. 并选择 Pulse Mode。



6. 输入 Pulse Pressure 和 Pulse time 数值, 按 OK。
7. 按 More 并选择 Inlet Mode。

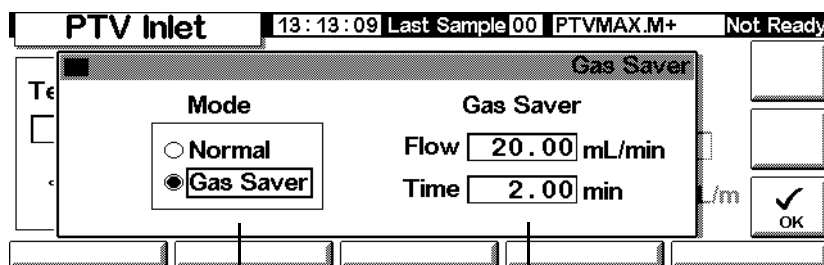
8. 选择 Splitless.



9. 当您想要打开吹扫阀时, 输入 Purge Start.

10. 输入一个 Purge flow 按 OK.

11. 如果需要, 把 Gas saver 打开, 在 Purge Start 以后 设定时间, 并按 OK.



选择载气节省

载气节省时间

12. 在用手动进样以前, 按 Prep Run (参见第 66 页)。

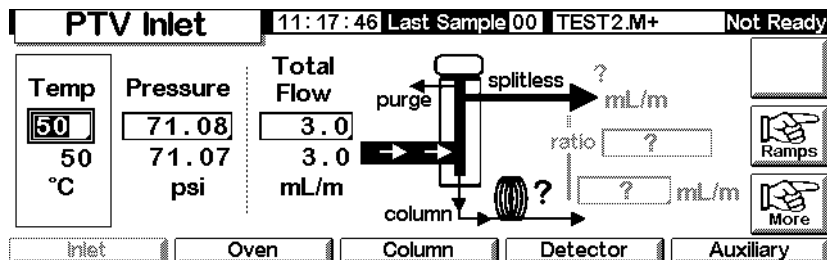
在色谱柱没有配置时使用脉冲无分流模式

1. 要核实:

- 色谱柱已经配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
- 配置了载气 (参见第 82 页的[进样口设定](#))
- 如果使用温度程序或压力程序, 对其进行配置。(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))

2. 显示这一屏幕。

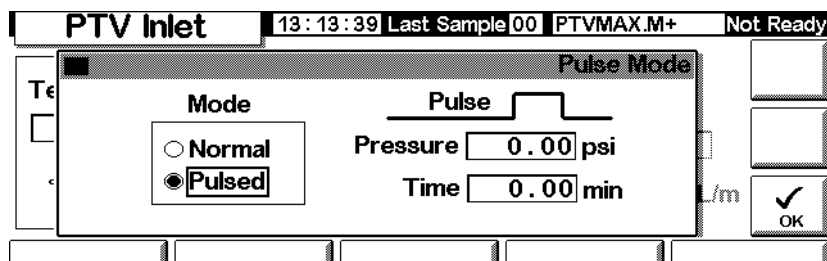
Status / Settings / Inlet



3. 设定进样口温度和任何需要的梯度。

4. 按 More 并选择 Pulse Mode 。

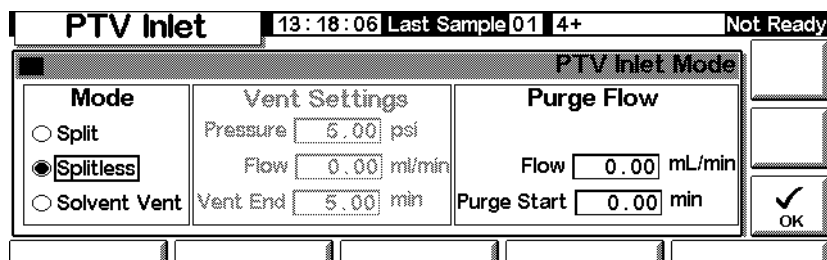
5. 选择 Pulse 模式 。



6. 输入 Pulse pressure 和 Pulse time 的数值，按 OK 。

7. 按 More 并选择 Inlet Mode 。

8. 当您想要打开吹扫阀时，输入 Purge Start。



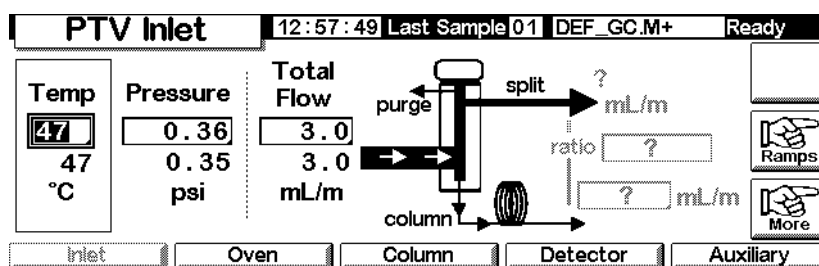
9. 按 OK 。

10. 在手动进样以前，按 Prep Run (参见第 66 页)。

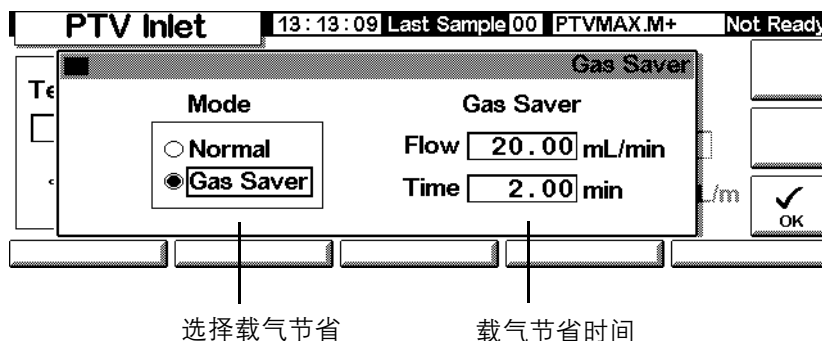
已经配置色谱柱时使用脉冲分流模式

- 核实：
 - 色谱柱作了配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
 - 配置了载气 (参见第 82 页的[进样口设定](#))
 - 如果使用温度程序或压力程序, 对其进行配置。(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))
 - 进样口是脉冲分流模式 (参见第 85 页的[设定进样口模式](#) 和第 89 页的[设定压力脉冲](#))
- 显示这一屏幕, 它可能有不同的形式 (一些字段可能或不能进行编辑), 这要决定于色谱柱是如何配置的。

Status / Settings / Inlet



- 设定温度, 设定柱流速 mL/min , 然后输入 Ratio 或您想要的 split mL/min。无论是那一种情况仪器计算并都显示其他的数值。
- 如果需要, 按 More 并选择 Gas Saver 打开载气节省, 在 Pulse time 之后设定节约气的时间, 按 OK 。

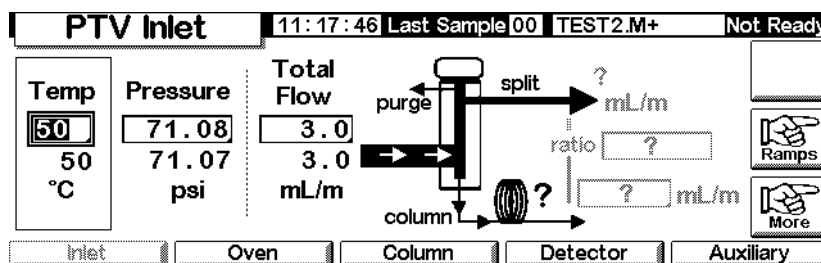


- 在用手动进样以前, 按 Prep Run (参见第 66 页)。

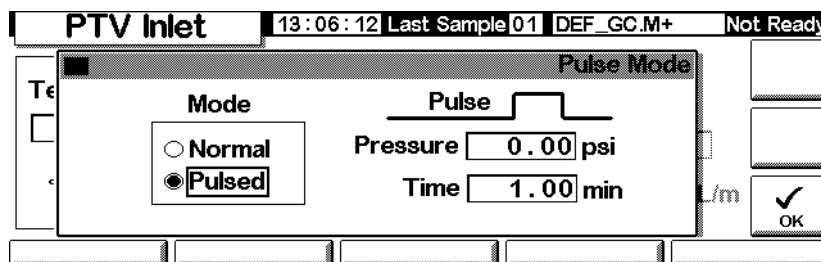
在色谱柱没有配置时使用脉冲分流模式

- 要核实：
 - 色谱柱已经配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
 - 配置了载气 (参见第 82 页的[进样口设定](#))
 - 如果使用温度程序或压力程序，对其进行配置。(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))
 - 进样口是脉冲分流模式 (参见第85 页的[设定进样口模式](#) 和第89 页的[设定压力脉冲](#))
- 显示这一屏幕。

Status / Settings / Inlet



- 设定进样口温度和任何需要的梯度。
- 按 More 并选择 Pulse Mode。
- 选择 Pulse Mode。

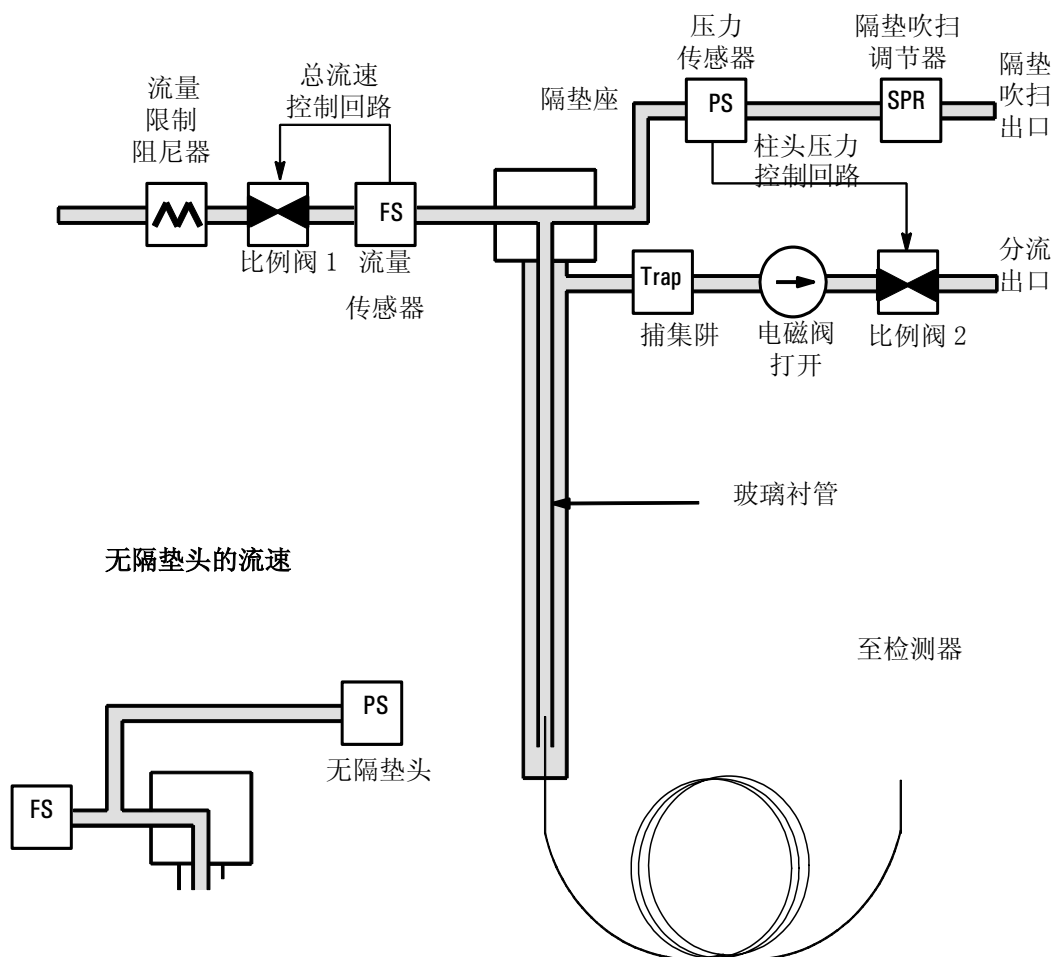


- 输入 Pulse pressure 和 Pulse time 的值，按 OK。
- 在进样口上设定总流速，用流量计在分流排放出口和隔垫吹扫排放出口处测定流速。
- 从总流速中减去隔垫吹扫流速。
- 计算分流比，必要时进行调整。

分流模式

有两种分流模式——带脉冲和不带脉冲——气流到进样口分为进入色谱柱的流速、通过电磁阀的分流放空流速（以 mL/min 计量，从分流 / 吹扫排放）和隔垫吹扫流速。分流放空流速和柱流速之比叫做分流比。

下图说明带隔垫头的流路，带无隔垫头的流路也一样，除去隔垫吹扫流路成旁路方式（左下方）



总流速是分流流速、柱流速和隔垫吹扫流速之和，当您改变总流速时，分流比和分流流速改变，而柱流速和压力保持不变。

对温度要考虑的事项

冷分流进样

对冷分流进样，使用低于溶剂正常沸点的进样口起始温度来进样。如果衬管体积足够保留被蒸发的溶剂，在 0.1 min 以高加热速率 (500°C/min 或更高) 开始进样口首次升温。最后一次升温要足够的高，以便把沸点最高的分析组分蒸发离开衬管，并且要保持 5 min。在 350°C 保持 5 min 保证可以把 C₄₄ 的组分定量地转移出去。

对大进样体积进样或为了赶走溶剂，要在起始温度下保持足够长的时间，以便把溶剂通过分流放空口排放出去，然后开始第一次梯度升温，对热稳定分析物使用快速加热，慢速升温有助于在进样口中的热降解。

对进样过程来说，一阶梯度就够了，剩余的梯度可以用于衬管的清洗，或降低进样口的温度准备下一次进样。

热分流进样

为了热分流进样，设定一个足够高的起始温度来汽化分析物，不需要附加的热参数作为进样口要保持的设定值。

因为衬管的体积小 (大约 120 µL)，PTV 在热分流进样时有一个限定的进样容量，在热分流模式下，进样量超过 1 µL 可能造成溢出，使分析带来问题，冷分流进样可以避免可能有这样的问题。

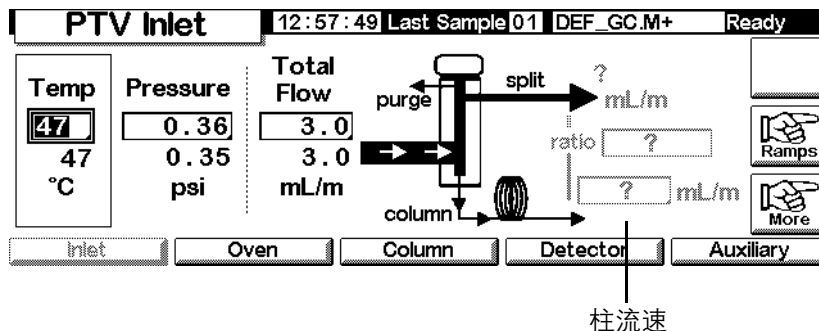
已配置了色谱柱使用分流模式

1. 核实：

- 色谱柱作了配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
- 配置了载气 (见第 82 页的[进样口设定](#))
- 如果使用温度程序或压力程序，对其进行配置。(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))
- 进样口是分流模式 (参见第 85 页的[设定进样口模式](#))

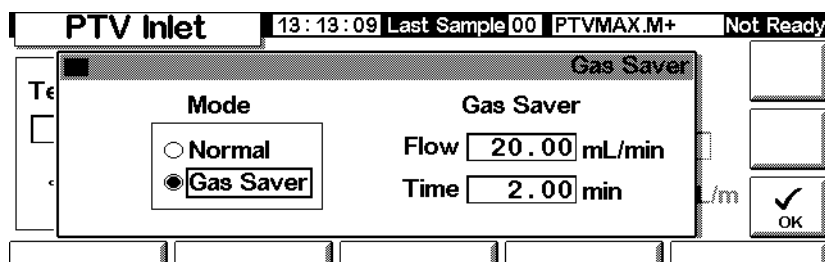
2. 显示这一屏幕，它可能有不同的形式（一些字段可能或不能进行编辑），这要取决于色谱柱是如何配置的。

Status / Settings / Inlet



3. 设定 Temp，进样口起始温度设定值。
4. 输入起始 pressure 或 total flow 。
5. 输入需要的 split ratio 或 column flow 。
6. 如果需要按 More 并选择 Gas Saver 打开载气节省，然后在下面的屏幕上输入参数的数值，按 OK 。

Status / Settings / Inlet / More / Gas Saver

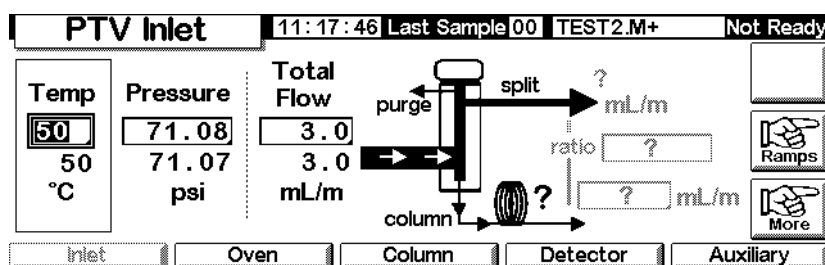


7. 如果载气节省是打开的，在手动进样以前，按 Prep Run (参见第 66 页)。

在没有配置色谱柱时使用分流模式

- 核实：
 - 色谱柱作了配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
 - 配置了载气 参见第 82 页的[进样口设定](#))
 - 如果使用温度程序或压力程序, 对其进行配置。(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))
 - 进样口是分流模式 (参见 第 85 页的[设定进样口模式](#))
- 显示这一屏幕。

Status / Settings / Inlet



- 设定进样口温度。
- 在进样口上设定总流速或压力, 用流量计在分流排放出口和隔垫吹扫排放出口处测定流速。
- 从总流速 (Total flow) 中减去隔垫吹扫流速, 得到分流流速。
- 计算分流比, 必要时进行调整。

参见 [图 3](#) 压力脉冲和柱流速或压力图。

不分流模式

流路图

在这些模式（带脉冲或不带脉冲）中，在进样和样品汽化时，以及停留并转移到色谱柱（见 图 9）的过程中，电磁阀是关闭的。在进样后的一段指定时间内，阀打开把停留在衬管里的蒸汽吹扫出分流出入口（见 图 10）。这样可以避免由于大进样体积和小色谱柱流速而造成的溶剂拖尾。

图 9 表示带隔垫头的流路，带无隔垫头的流路也一样，除去隔垫吹扫流路成旁路方式（左下方）。

图 11 表示在这一过程中随时间变化的流速、压力和温度。

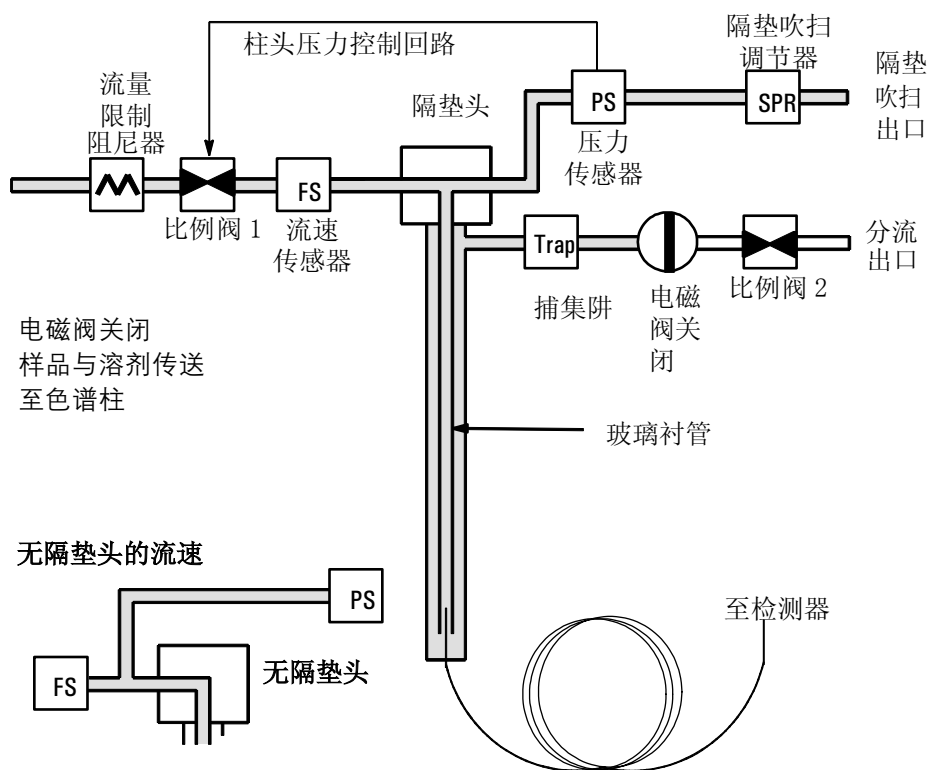


图 9. 第 1 步 进样

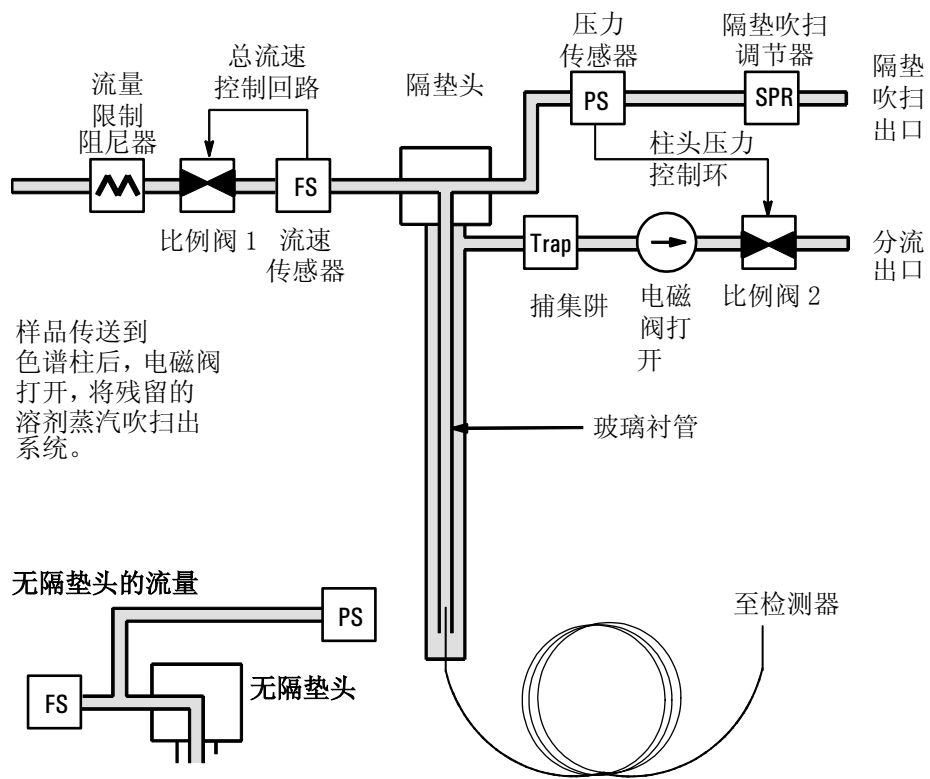


图 10. 第 2 步 吹扫

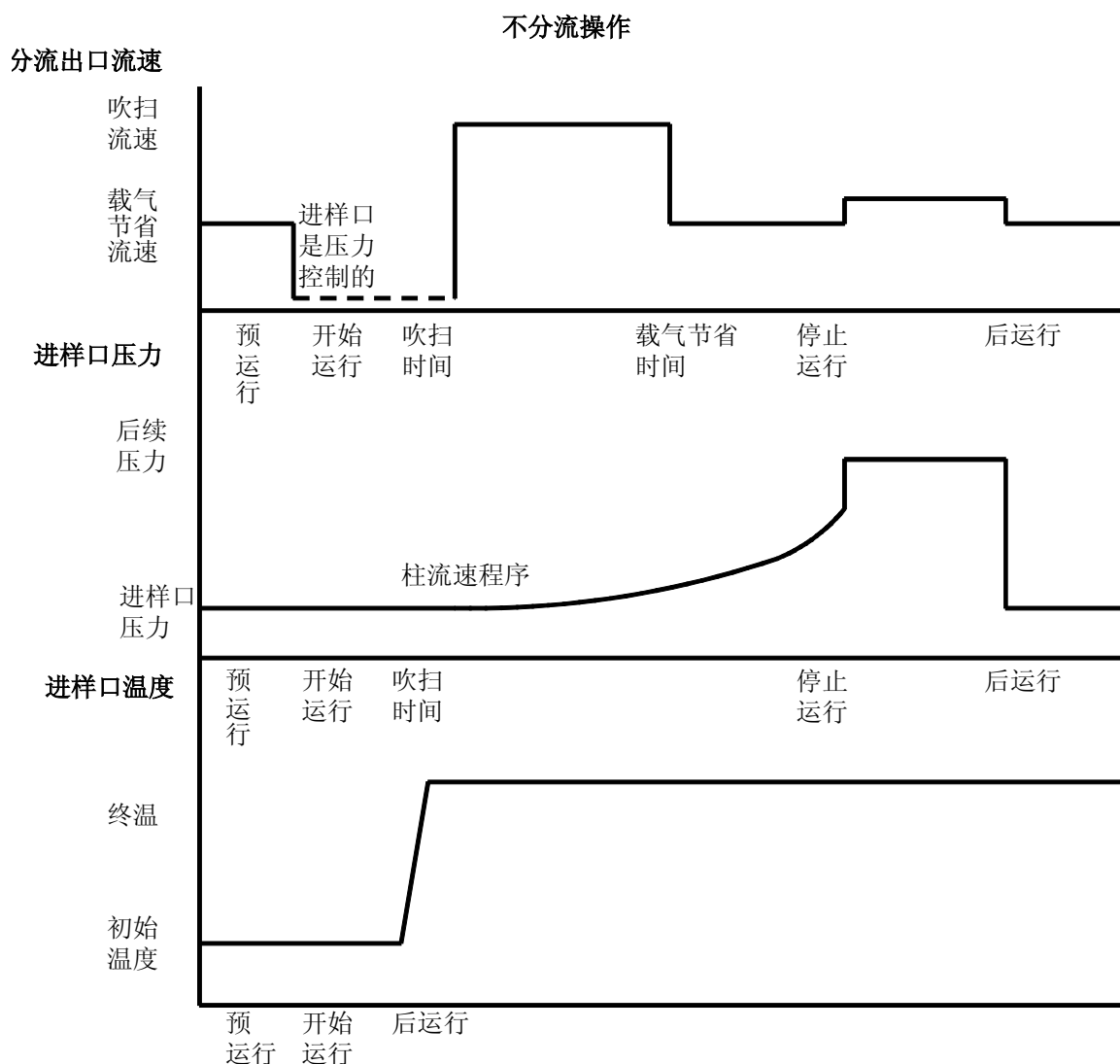


图 11. 流速、压力和温度

对温度要考虑的事项

冷不分流进样

对冷不分流进样，使用低于溶剂正常沸点的进样口起始温度来进样。对大多数溶剂，在 0.1 min 以第一个起始温度梯度可以很好的转移样品，并得到好的重复性。以加热速率 500°C/min 或更高适合于热稳定物质，最后温度 350°C 保持 5 min 可以把 C₄₄ 的烷烃组分定量地转移出去。

温度程序的主要优点是进样口可以缓慢地加热，转移稳定性差的分析物，如果柱温箱的温度足够低，可以把分析物再聚焦到色谱柱上，进样口的加热速率可以慢一些（例如 120°C/min），这样就可在进样口中减少热降解，改进色谱峰形和定量分析精密度。对于大多数冷不分流进样的应用，一阶温度梯度升温就足够了。剩余的梯度可以用于衬管的清洗，或降低进样口的温度准备下一次进样。

热不分流进样

为了热无分流进样，选择一个足够高的起始温度来汽化分析物，不需要附加的热参数作为进样口要保持的设定值贯穿整个运行过程。

因为衬管的体积小（约 120 μL ），PTV 不能承受大体积液体进样形成的蒸汽，进样体积超过 1 μL 可能造成溢出，使分析带来问题，冷不分流进样可以避免这样的问题。

启动值

成功的不分流进样包括以下几个步骤：

1. 在程序升温进样口进样使样品蒸发。
2. 使用低柱流速和低柱温，以便在柱头建立一个溶剂 - 饱和区。
3. 利用这一溶剂 - 饱和区在柱头捕集和再浓缩样品。
4. 等到全部，或绝大部分样品转移到柱头上，然后打开吹扫阀，放弃衬管中残余的蒸汽（大部分是溶剂），这样就消除了大的溶剂拖尾，如不吹走就会形成大的溶剂峰。
5. 提高柱温来分析样品。

要进行一些试验优化操作条件，提供一个标准参数的起始数值。

表 16. 无分流模式参数

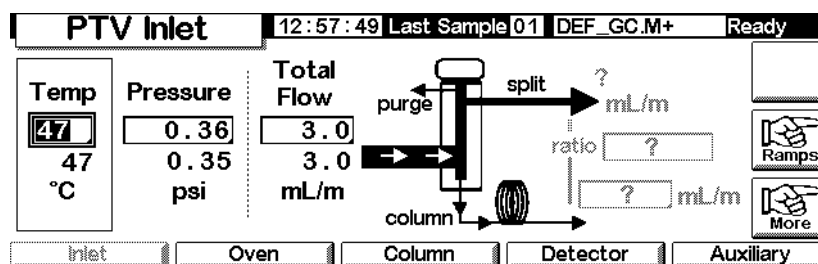
参数	设定值允许的范围	建议的设定值
柱温箱	无冷却, 室温 +10 °C 到 350 °C CO ₂ 冷却, -30 °C 到 350 °C	比溶剂沸点低 10 °C
柱温起始时间	0 到 999.9 min	≥ 进样口吹扫开始
进样口吹扫开始	0 到 999.9 min	$\frac{\text{衬管体积}}{\text{流速}} \times 5$
载气节省时间	0 到 999.9 min	在吹扫开始以后
载气节省流速	15 到 1000 mL/min	比最大柱流速大 15 mL/min
进样口温度	无冷却, 柱温 +10 °C 到 350 °C CO ₂ 冷却, -30 °C 到 350 °C	比溶剂沸点低 10 °C, 0.1 min 然后梯度升温

* 衬管体积大约 120 µL

已经配置色谱柱时使用不分流模式

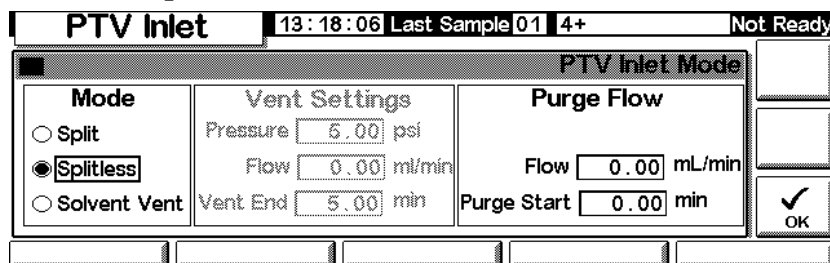
- 核实：
 - 色谱柱作了配置 (见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
 - 配置了载气 (见第 82 页的[进样口设定](#))
 - 如果使用温度程序或压力程序, 对其进行配置。(见第 42页的[程序控制流量或压力](#))
- 显示这一屏幕, 它将按您当前的设定值来变化。

Status / Settings / Inlet



3. 设定进样口温度以及所要求的梯度。
4. 输入 column mL/min。
5. 按 More 并选择 Inlet Mode。

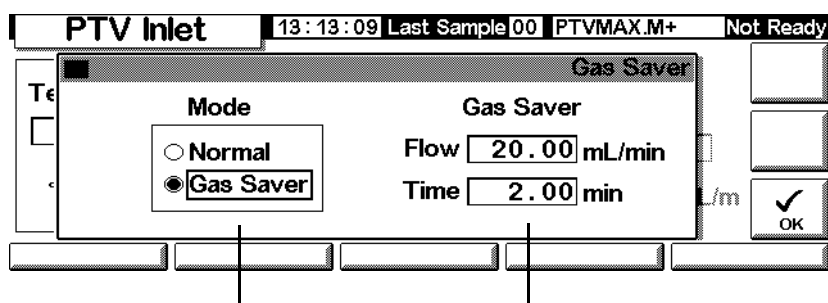
6. 选择 Splitless。



7. 输入一个 Flow 和 Purge Start。

8. 按 OK。

9. 如果需要按 More 打开载气节省，并选择 Gas Saver。设定在 Purge Start 以后的载气节省时间。



选择载气节省

载气节省时间

10. 按 OK。

11. 在使用手动进样以前按 Prep Run (见第 66 页)。

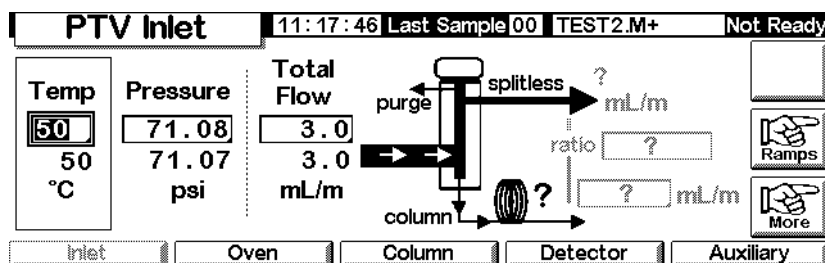
在没有配置色谱柱时使用无分流模式

1. 核实：

- 色谱柱作了配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
- 配置了载气 (参见第 82 页的[进样口设定](#))
- 如果使用温度程序或压力程序，对其进行配置。(参见第 42 页的[程序控制流量或压力](#))
- 进样口是不分流模式 (参见第 85 页的[设定进样口模式](#))

2. 显示这一屏幕。它将按您当前的设定值来变化。

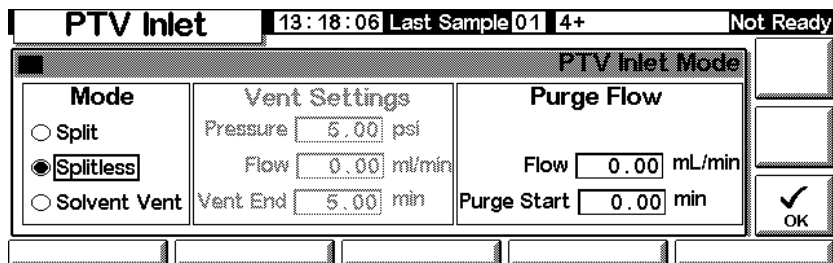
Status / Settings / Inlet



3. 设定进样口温度以及所要求的梯度。

4. 按 More 并选择 Inlet Mode。

5. 选择 Splitless。



6. 输入一个 Purge Start 和 Flow, 按 OK。

7. 在使用手动进样以前按 Prep Run (参见第 66 页)。

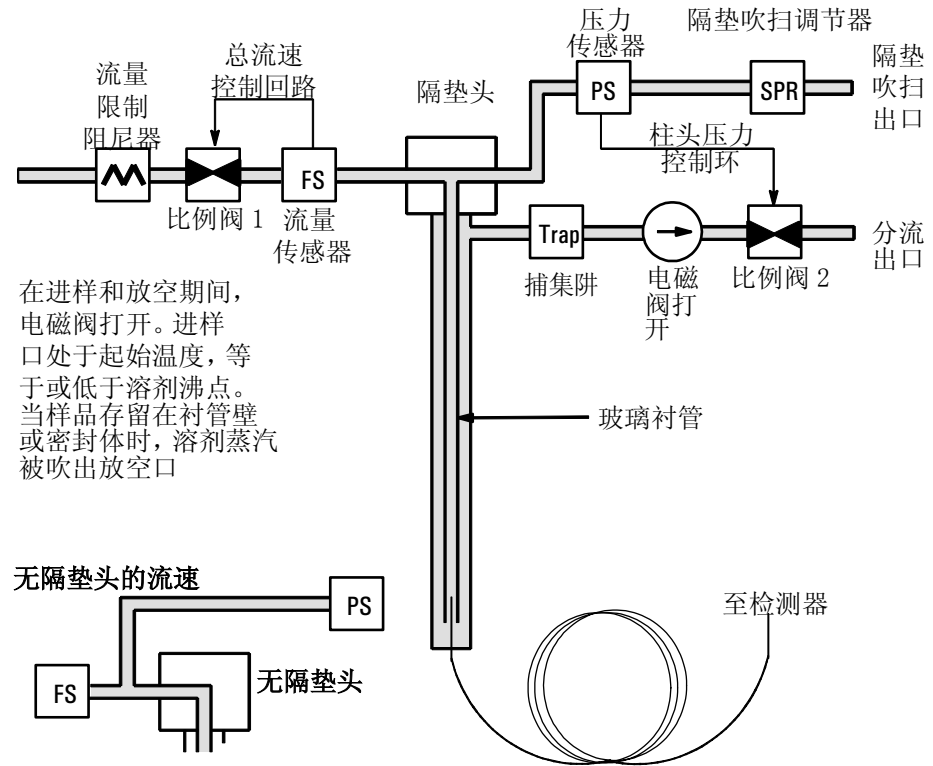
溶剂放空模式

流动形式

样品注射到冷的进样口, 如果条件选择合适而且样品也适宜, 当溶剂蒸发并吹扫到系统外面以后, 分析物就存留在进样口的衬管中, 在转移到色谱柱中进行分析以前, 大量或多次进样可以把样品浓缩到进样口中。

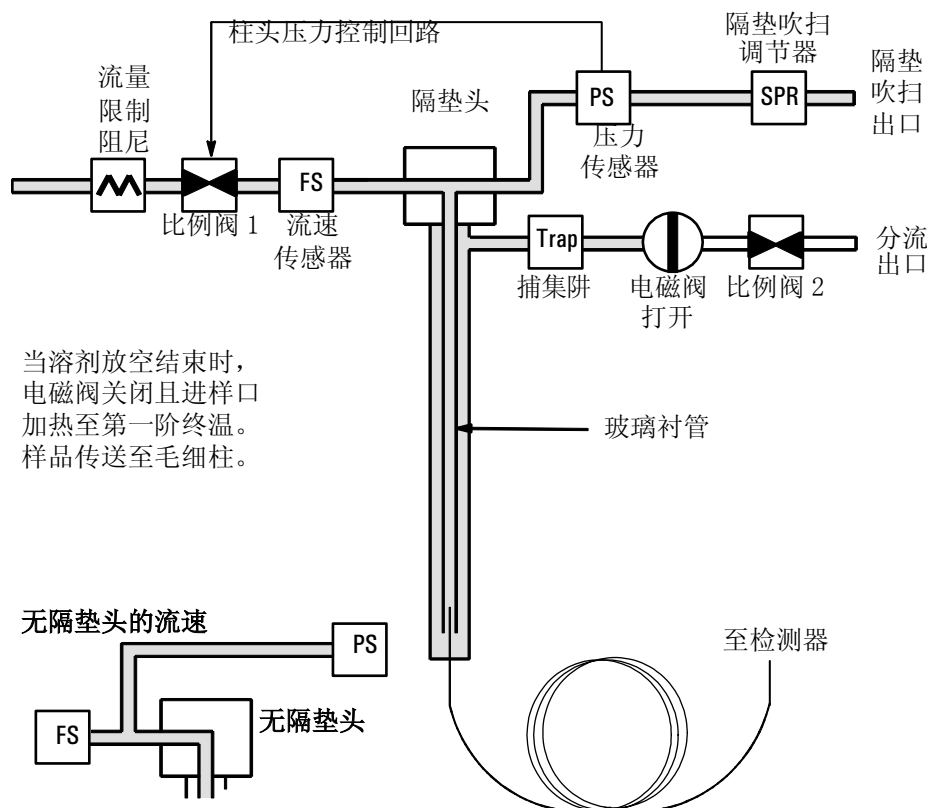
下面的图说明带隔垫头流路, 带无隔垫头的流路也一样, 除去隔垫吹扫流路成旁路方式 (左下方)。

第 1 步 . 进样和放空



在进样和放空期间，
电磁阀打开。进样
口处于起始温度，等
于或低于溶剂沸点。
当样品存留在衬管壁
或密封体时，溶剂蒸汽
被吹出放空口

第 2 步. 样品转移



步骤 3. 吹扫和净化

电磁阀再一次打开，系统回到步骤 1 的配置，但是其设定值不同，PTV 进样口被冲刷，使用附加的温度梯度，对进样口进行热清洗，或在样品转移之后降低其温度，这样可以延长衬管的寿命。

对温度、压力和流速要考虑的事项

溶剂放空模式经历三个完全不同的气路状态，放空、样品转移和吹扫，在放空状态要让进样口压力和放空流速调节到最佳的溶剂排出状态。在转移状态时模拟传统的不分流操作，把分析物从衬管转移到色谱柱中。吹扫模式为用户准备下一次分析的进样口。

溶剂放空模式的主要难点是挥发性溶剂样品会随溶剂损失，一些可能解决问题的办法包括：

- 在进样口衬管中填充一些易于保留样品的填充物，如 **Tenax**。这样可以大大提高挥发性样品的回收率，但是会影响高沸点物质的回收率。
- 在样品转移时有一些溶剂会留在衬管中，残余溶剂就像固定液一样会保留挥发性物质，但是消耗在大的溶剂峰当中。
- 进样口温度可以降低，这样就降低了挥发性分析物的蒸汽压，从而提高了回收率。

加速排除溶剂的方法有：

- 在进样过程中降低进样口的压力——Vent pressure 参数。
- 增加通过进样口的流速——Vent flow 参数。

所有这些可能性就让 PTV 的应用复杂化了，他们增加了使用 PTV 的灵活性，以及解决困难问题的新潜力。

操作次序

这是在使用溶剂放空模式作典型分析时的步骤。

步骤	参数	数值
1	进样以前	分流放空的流速 或是吹扫流速或是载气节省流速 进样口压力 从柱设定值派生出来
	系统处于静止状态，以吹扫流速（或载气节省流速，如果开着）通过进样口。	
2	预运行开始	分流放空的流速 放空流速设定值 进样口压力 放空压力设定值
	改变到进样的设定值，当 GC 就绪就进样，进样口和柱温箱温度程序从启动时间开始，溶剂放空和样品捕集开始。	
3	在放空结束时	分流放空的流速 没有，电磁阀关闭 进样口压力 柱压设定值
	溶剂放空结束，进样口加热开始转移分析物。	
4	在吹扫开始时	分流放空的流速 吹扫流速设定值 进样口压力 柱压设定值
	分析物转移结束，吹扫进样口残余溶剂，分析开始	
5	在载气节省工作的时间	分流放空的流速 气节省流速设定值 进样口压力 柱压设定值
	分析结束，载气气流降低到载气节省的流速（如果使用的话）	

要点

- 通过色谱柱的流速受进样口压力的控制，在分析程序进行中其流速受流速或压力设定值的控制，或者受用于色谱柱程序的控制。
- Vent End 和 Purge Start 必须在载气节省时间以前出现。
- Vent End 必须在进样口开始加热和转移分析物以前出现。
- Purge Start 必须在柱温箱开始加热转移分析物到色谱柱前出现。

时间排列

向下是时间增加，向右是其他量的增加 图 12 就是这一关系

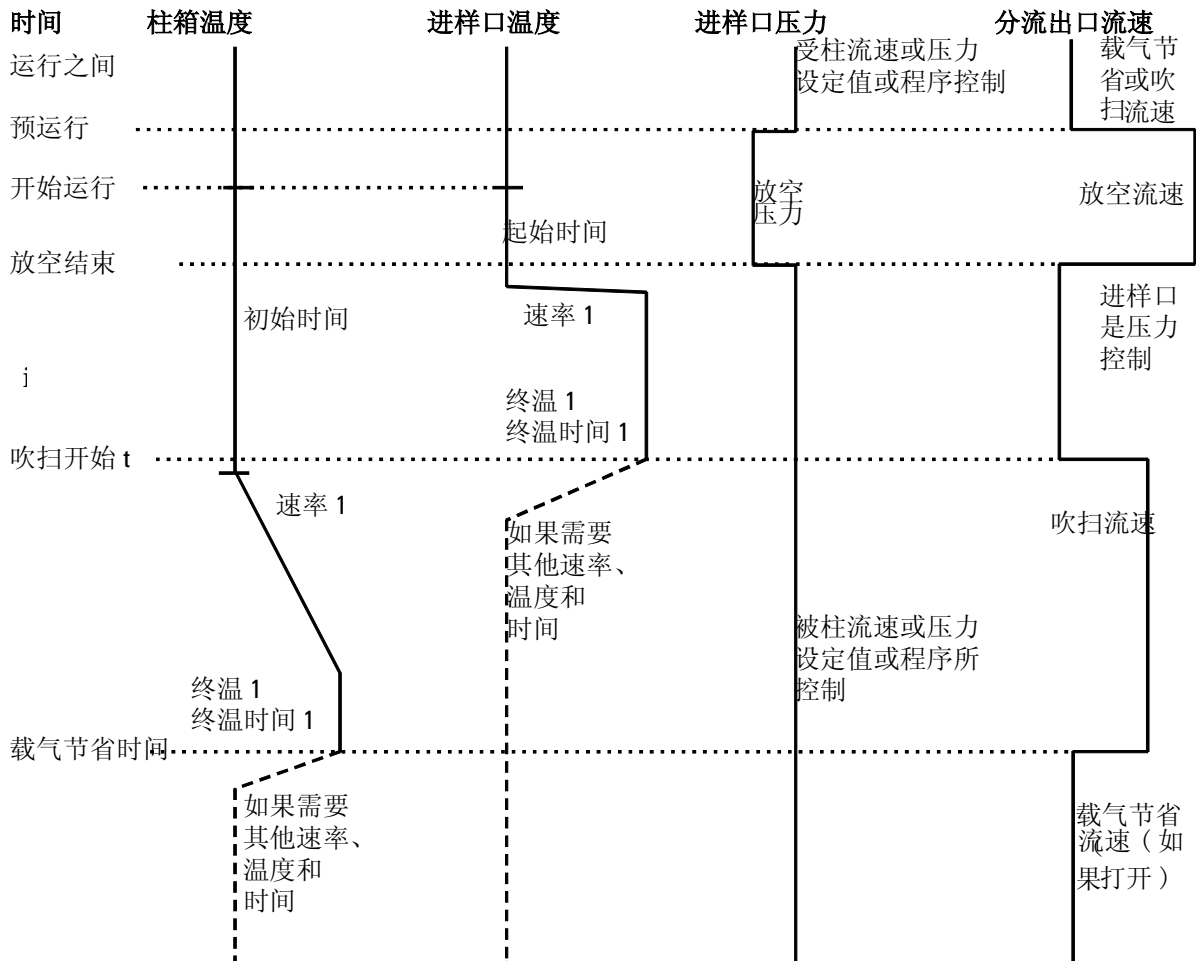
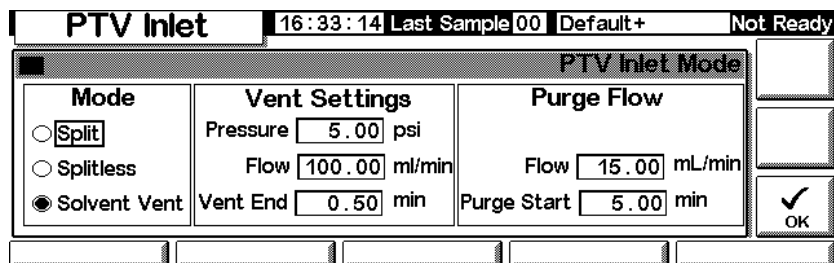
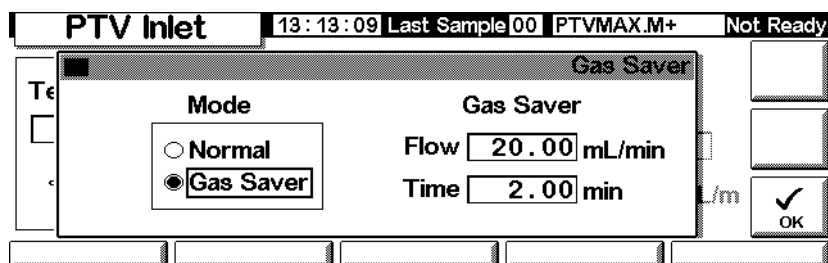


图 12. 时间关系

3. 按 More, 选择 Inlet Mode.
 - a. 为了这一模式选择 Solvent vent.



- b. 输入放空 Pressure, Flow 和 Vent End. Vent End 应当比任何一个梯度开始的时间设定值要提前。
- c. 输入 Purge Start 和 Flow, 按 OK。
- d. 如果需要, 设定进样口温度和梯度。
- e. 如果需要, 把 Gas saver 打开并按 OK. 要确定设顶的时间必须在 Purge Start 之后。



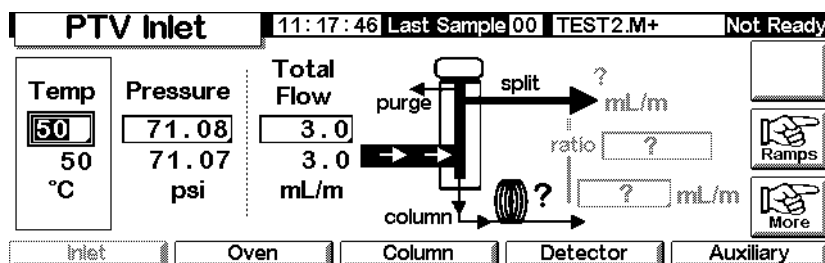
4. 在手动进样之前, 按 Prep Run (参见第 66 页)。

未配置色谱柱使用溶剂放空模式

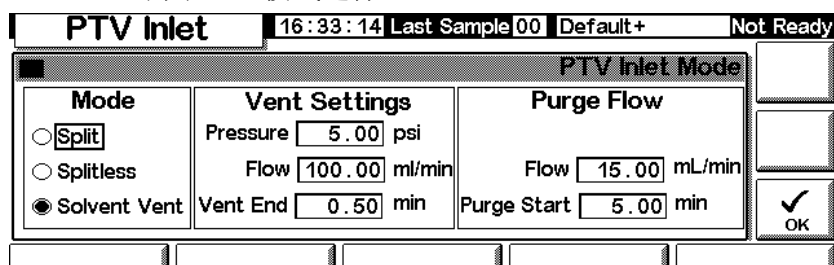
1. 核实:
 - 色谱柱作了配置 (参见第 9 页的[浏览屏幕](#) 和第 37 页的[配置色谱柱](#))
 - 配置了载气 (参见第 82 页的[进样口设定](#))
 - 如果使用温度程序或压力程序, 对其进行配置(参见第 42页的[程序控制流量或压力](#))

- 显示这一屏幕，它将按您当前的设定值来变化。

Status / Settings / Inlet



- 按 More 选择 Inlet Mode。
 - 为了这一模式选择 Solvent vent。



- 输入放空 Pressure, Flow 和 Vent End。Vent End 应当比任何一个梯度开始的时间设定值要提前。
 - 输入 Purge Start 按 OK。
 - 如果需要，设定进样口温度和梯度。
- 在手动进样之前，按 Prep Run (参见第 66 页)。

大体积进样

这一功能需要 G2613A 或 G2880A 进样器，它需要 Agilent Data System (安捷伦数据系统)：

- GC ChemStation 化学工作站 (A.10.01 版或更高的 6850 补丁程序)
- Cerity Chemical (4.07 版或更新的版本)

大多数蒸发进样口的设计是进样 1 到 5 μL 的范围，大体积进样时，样品蒸发形成的蒸汽云可能溢出进样口，恶化色谱分离。图 17 列出标称衬管的液体容量。

表 17. 衬管的容量

衬管	标称液体容量	惰性
开口隔板	5 μL	高
玻璃毛填充	25 μL	低，因为面积增大

在溶剂放空模式下，分析物在排除溶剂过程中被热捕集留在衬管里，把溶剂赶走以后衬管的容积可以用于另外的进样，可以重复几次进样，把大体积样品中的分析物浓缩，在进样和排除溶剂以后把分析物转移到色谱柱中，这样可以代替脱机浓缩，以便减少样品的损失。

您可以规定的控制参数是：

- 注射器满量程体积 (0.1 到 100 μL ; 默认值 10 μL)。
- 如果每次分析进样器要多次注射到进样口，要按照其他的参数（单次或多次进样，默认为单次）。对多次进样，只在第一次进样时发出开始运行命令。对单次进样，每次运行都要发出开始运行的命令。
- 进样量指定为 X（进样量用 μL 计量）和 Y（进样的次数）的乘积。（X: 0.1 到 0.5 乘以进样体积； Y: 1 到 100；默认为 0.1 \times 进样体积（对 X）和 1（对 Y））。
- 进样之间的暂停时间，以秒计，这一数值要加上最小的硬件循环的时间（0 到 100; 默认为 0）。
- 在第一次进样以前用溶剂或 / 和样品洗针的次数，在多次进样组合（0 到 15，默认为 0）进行其余的进样以前不再洗针。
- 在最后一次进样以后用溶剂洗针的次数，在多次进样组合（0 到 15，默认值为 0）进行其余的进样以后不再洗针。
- 在拉起测量样品以前抽动注射器活塞的次数，在多次进样组合（0 到 15，默认值为 0）时，只是第一次进样以前完成的抽动活塞数。

计算出的数值

软件进行计算并显示：

- X（进样体积）和 Y（每次分析的进样数）的乘积
- 大约的总时间，以分钟计，计算是基于输入的参数和一组多次进样的进样器机械循环时间，包括每次进样之间的延迟时间，进样前后的停留时间和由于粘滞性延迟的时间。

一个实例

这些数值用于宽沸程样品。

一般参数

名称	数值
样品	己烷中的 C ₁₀ 到 C ₄₄ 烃类
模式	溶剂
PTY 衬管	玻璃毛填充物
进样体积	一次进样 10.0 μL (25 μL 注射器)
进样速度	快
色谱柱	30 m x 320 μm x 0.25 μm HP5, p/n 19091J-413E
柱流速	4 mL/min 恒流速

进样口参数

名称	数值	名称	起始温度40°C
起始温度	40°C	速度 2 (关)	
起始时间	0.3 min	压力	15.6 psig
速度 1	720°C/min	放空压力	0.0 psig
终温 1	375°C	放空流速	100 mL/min
终温时间 1	5 min	放空结束	0.2 min
速度 2	100°C/min	吹扫开始	2.0 min
终温 2	250°C	吹扫流速	50 mL/min
终温时间 2	0 min		

柱温箱参数

名称	数值
起始温度	40°C
起始时间	2.5 min
速度 1	25°C/min
终温 1	320°C
终温时间 1	10.0 min
速度 2(关)	

检测器参数

名称	数值
检测器	FID
检测器温度	400°C
氢气流速	40 mL/min
空气流速	450 mL/min
尾吹气流速 (N ₂)	45 mL/min

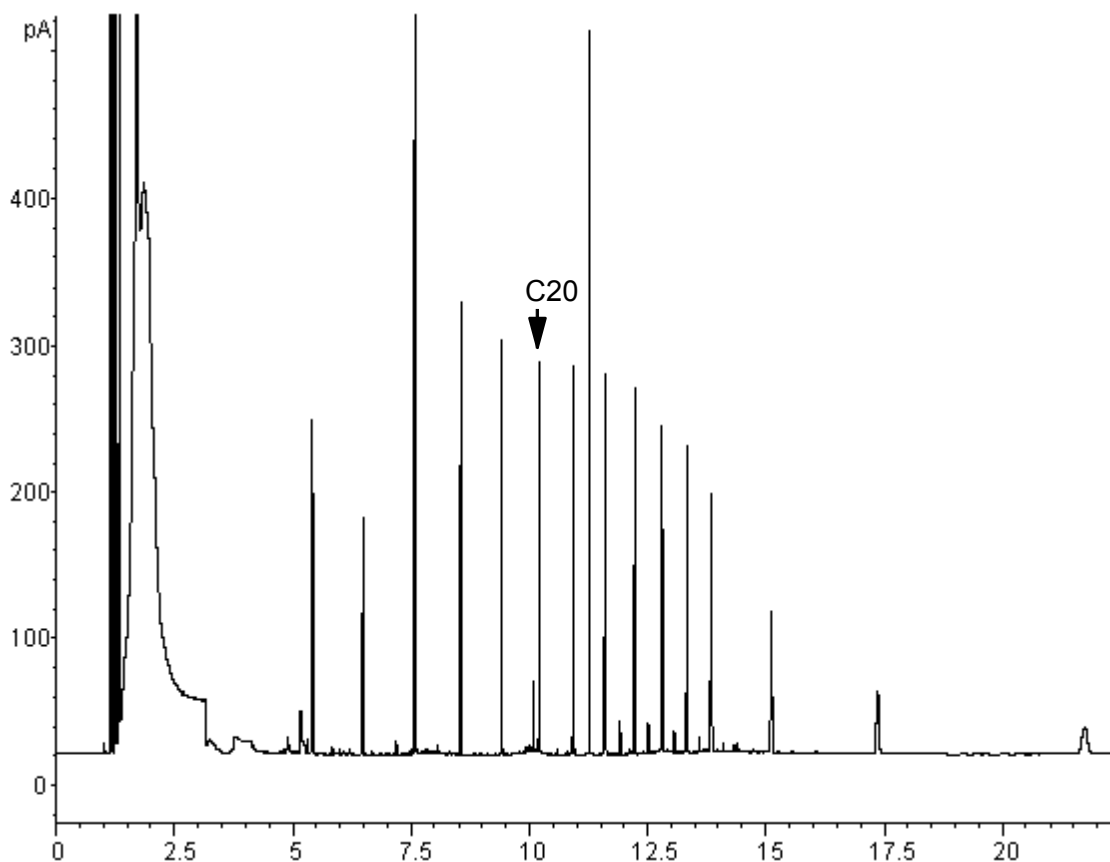


图 13. 一次 10 μL 进样的色谱

图 13 表示用无分流分析时，对所有分析物应该是 100% 回收率样品的比较。数据说明在此条件下， C_{20} 以上的化合物可以完全回收，而且回收率与进样量有关， C_{20} 以下的化合物有一部分随溶剂放空排走。

可能的调节

根据您要设法完成的工作，有一些可能调节办法。

消除更多的溶剂

- 增加放空结束、进样口起始时间，和吹扫起始时间。这样不会影响分析物，分析物被定量地捕集，但是可以更多地消除溶剂峰。
- 增加放空流速以便在同样的衬管规定时间里更快地吹扫衬管中的溶剂，如果设定为 0，增加放空流速、提高放空压力，这样会有更多溶剂进入色谱柱。
- 提高进样口起始温度，使更多的溶剂蒸发排出，这样会增加挥发性分析物的损失，因为挥发性分析物的蒸汽压也增加。

为了提高低沸点分析物的回收率

- 降低进样口温度以便降低分析物的蒸汽压，从而提高分析物的捕集率，这样也会降低溶剂的蒸汽压，从而排出溶剂也需要更多的时间。
- 在衬管中使用填充物，使用的填充物如 **Tenax** 可以提高挥发性分析物的回收率，但是不能释放较高沸点的化合物，如果要定量分析这种较高沸点的化合物，这一方法就要考虑了。
- 在衬管中留有较多的溶剂，溶剂可以作为假固定相来保留挥发性分析物，这一点一定要把溶剂对检测器的干扰进行平衡。

继续——实例

在最后几页上的单次进样分析说明 10 μ L 进样不会使含有玻璃毛的衬管溢出，这表明 10 μ L 的多次进样是可以的。

决定每次分析进样 10 次，每次进样 10 μ L，这样就会大大提高分析的灵敏度。不去调整提高低沸点物质的回收率，因为这一分析的目的是检测和测定高沸点化合物。

化学工作站估算 10 次进样需要总时间为 1.3 min，下面对定时做一改变：

参数	增加	到
进样口起始时间	0.3 min	1.6 min
放空结束	0.2 min	1.5 min
吹扫开始	2.0 min	3.0 min
柱温箱起始时间	2.5 min	3.0 min

结果显示在 图 14。

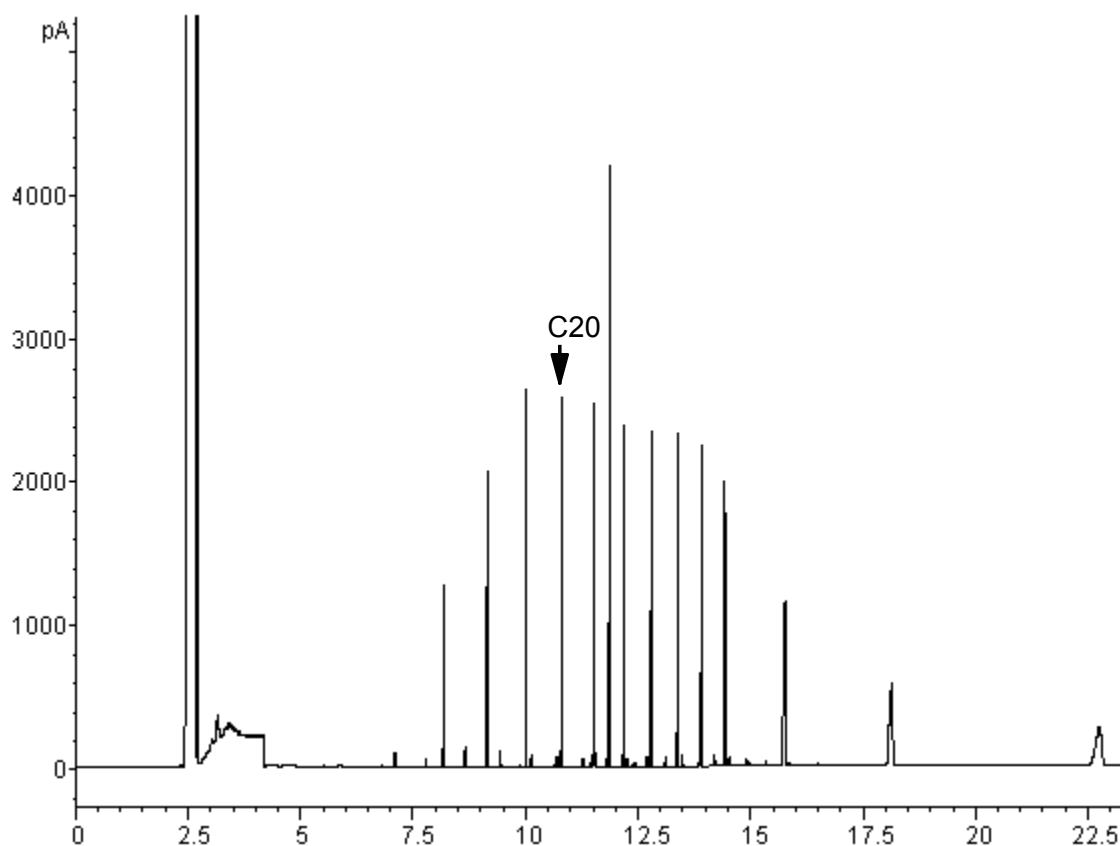


图 14. 十次 10 μ L 进样的色谱图

冷柱头进样口

使用冷柱头进样口

警告

这种进样口是把液体样品直接注射到毛细管柱中，为此，无论是进样口还是柱温箱在进样时必须冷却，温度要在溶剂的沸点或低于溶剂的沸点，因为样品在进样口中不能立即蒸发，可以减少样品的歧视和样品的变化，如果处理得当冷柱头进样也会得到准确和重复的结果。

您可以跟踪柱温箱模式操作进样口，在此模式下进样口温度服从于柱温箱，或者您可以进行三个梯度的程序温度操作，也可以选择使用液态 CO_2 对进样口冷却，在低于环境温度下操作。

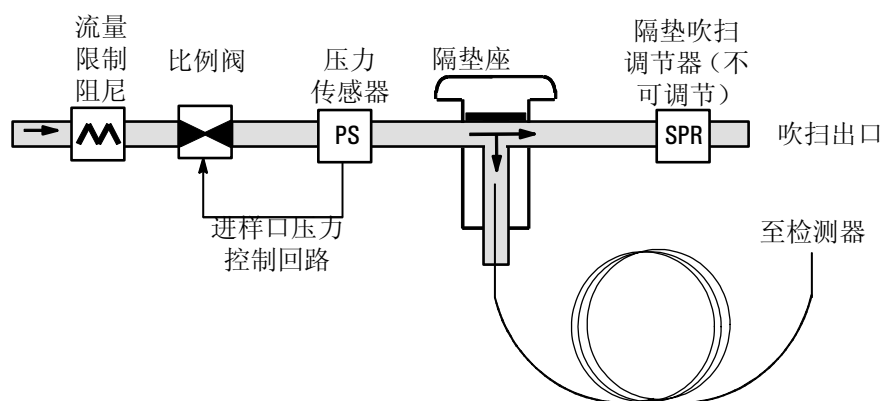


图 15. 带 EPC 的冷柱头毛细管进样口

进样口温度

冷气流（选项）

冷气流可以缩短每次分析之间的循环时间，如果您有 CO_2 冷却阀和冷气流的功能，您可以跟踪柱温箱模式把进样口冷却到 -17°C 和 -20°C 的程序温度模式。

跟踪柱温箱模式

在 Track oven 模式下，进样口温度保持在高于柱温箱 3°C 跟踪柱温箱的程序。您不能输入温度设定值——它是自动设定的，如果您有 CryoBlast（冷气流），进样口将跟踪柱温箱到 -17°C，要是没有 CryoBlast，温度的下限被设定为室温。

温度程序模式

在此模式下，您可以输入三个温度梯度的程序，这样，进样口和柱温箱可以独立地操作。在这些很低的温度下，进样口温度应当至少高于柱温箱 20°C，这样将会更适合于溶剂的聚焦。在高于环境温度时，进样口应当总是至少高于柱温箱 3°C，以便恰当地控制进样口的温度。柱温箱温度的程序控制分析，如果它的时间长于进样口温度程序，进样口将会保持其最后的温度一直到柱温箱程序（和分析）的结束。

设定值的范围

下表列出进样口参数设定值的范围

温度	允许的设定值范围
跟踪柱温箱	高于柱温箱 3°C 到最高温度 375°C，如果您有 CryoBlast，进样口能够保持温度低至 -17°C，尽管允许把柱温箱设定到 -60°C。
没有冷气流的梯度温度	环境温度到 375°C
有冷气流的梯度温度	-20°C 到 375°C

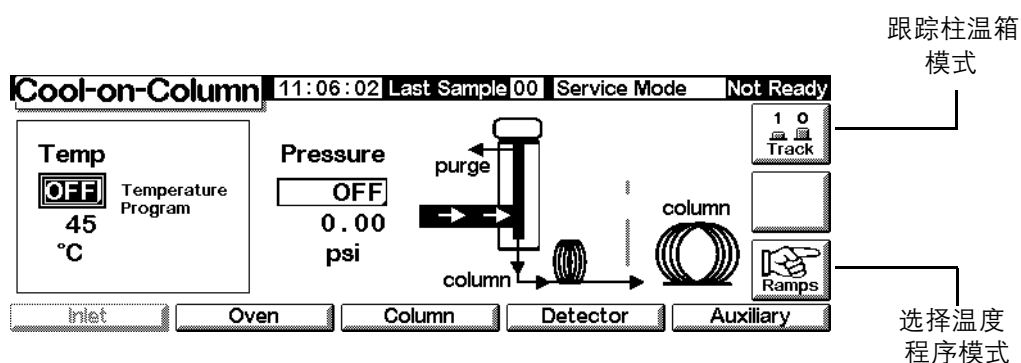
操作冷柱头进样口

核实已经安装了色谱柱及适当的填充物和隔垫螺帽或冷却塔，确认您使用的针和色谱柱是匹配的。

1. 核实色谱柱、载气、和流速或压力程序（如果使用的话）已经正确地配置，（参见第 35 页的[流量和压力控制](#)）。

压力可以从色谱柱或进样口表上来设定。在恒定或梯度流速模式下，压力可以按流速的要求来确定，最好是只设定流速。

2. 按 Inlet。



3. 选择温度模式
 - 按 Track 使用柱温箱跟踪模式。
 - 按 Ramps 定义温度梯度，您可以设置类似于柱温箱梯度的程序梯度。（参见第 151 页的[程序升温](#)）。
4. 输入起始温度（只对温度程序）。
5. 输入需要的进样口压力或流速值。
6. 进样。

热导检测器

使用氢气

警告

当使用氢气作载气或燃气时，应意识到氢气可能流入柱箱并引起爆炸危险。因此，确信通入仪器之前气源是关闭的，直至所有连接都完成并保证进样口和检测器柱接头都连到柱上或始终加盖，再通入氢气。

警告

氢气是可燃性气体，当被限定在密闭空间时泄漏可能引起燃烧或爆炸的危险。在任何使用氢气的场合，操作仪器前对所有接头，管线和阀都进行检漏。开机前，确保氢气气源是关闭的。

操作条件

如遇下列情况，检测器将不工作：

- 热丝断开或短路
- 参考气流量设定小于 5 mL/min

TCD 参数

使用相同气体作参比气，尾吹气和载气。根据进样口和检测器配置，最大气体流量参照 [表 19](#)。

对 TCD，用 [表 18](#) 选择温度和流量，用 [图 16](#) 和 [图 17](#) 找到最小气源压力。

表 18. 推荐的气体流速和温度

气体类型	流量范围
载气 (氢气, 氦气, 氮气)	填充柱: 10-60 mL/min 毛细管柱: 1-5 mL/min
参比气 (气体类型同载气)	15 至 60ml/min 参见 图 16 选择一个数值
毛细管柱尾吹气 (气体类型同载气)	填充柱: 2-3 mL/min 毛细管柱: 5-15 mL/min

检测器温度

如果 < 150 °C, 不能开启热丝。

检测器温度应比最高柱箱温度高 30 °C 至 50 °C。

表 19. 最大气体流量

气体	最大流量 mL/min	
	参考气	尾吹气
氮气	100	12
氦气	100	12
氢气	100	12
氩气	100	12

对于毛细管柱, 用 图 16 选择参比气流速的一个数值。在图中 ± 0.25 范围内的任何比率都是合适的, 例如, 色谱柱和尾吹气总的气体流量为 30 mL/min, 参比气体流速应大于 1.5 至 2.0 倍, 或 45 至 60 mL/min。

当使用填充色谱柱我们建议使用小流速的尾吹气 (2-3 mL/min) 以便得到好的峰形。

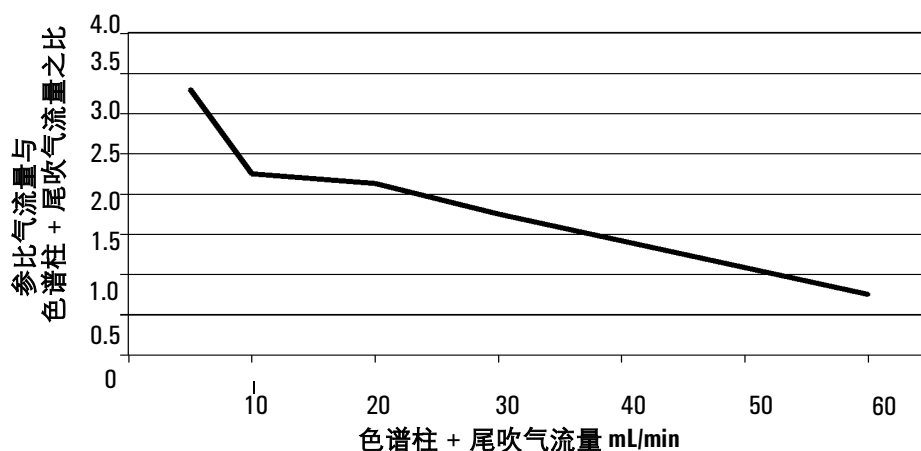
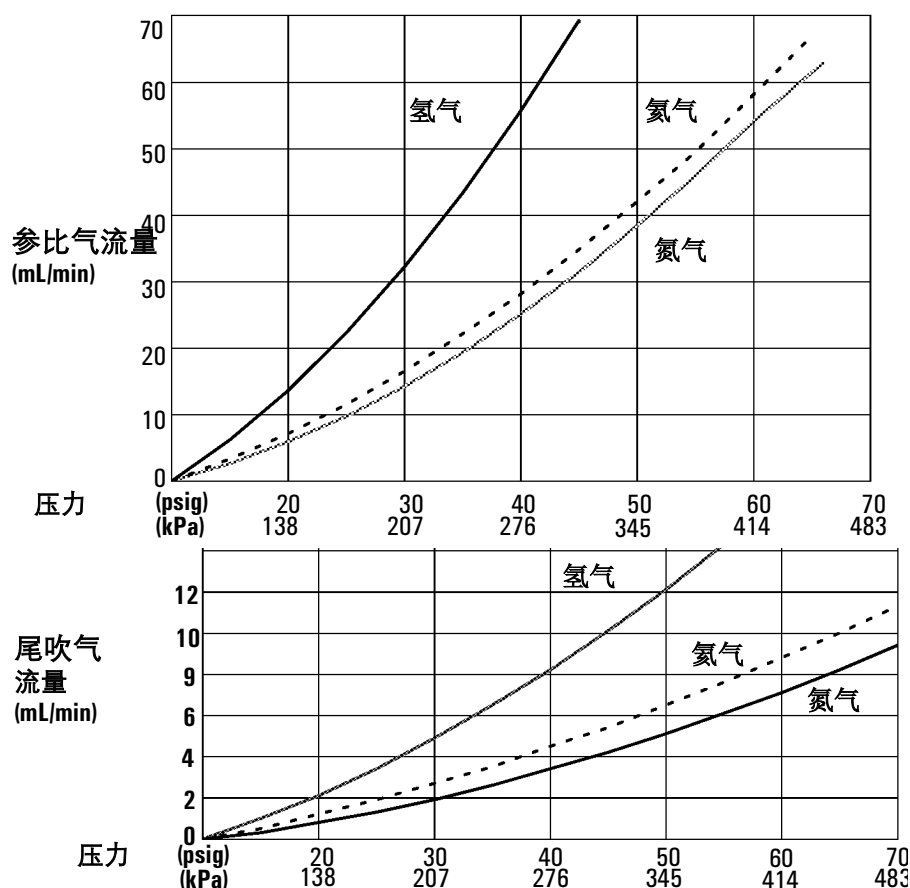


图 16. 选择参比气流量



* 压力包括气路控制器中压力降的允许量

图 17. 典型气源压力 / 流量关系, 尾吹气和参比气在 25 °C 和一个大气压力下测定

尾吹气

尾吹气从柱末端附近进入检测器，它加速样品通过检测器，因此由色谱获得的分离组分不致于在检测器中再混合。如果您使用填充色谱柱不需要尾吹气。

如果毛细管柱未定义，尾吹流量是恒定的。对于如何定义一根色谱柱，参见第 37 页的[配置色谱柱](#)。

如果毛细管柱已定义，有二种尾吹气模式可供选择。

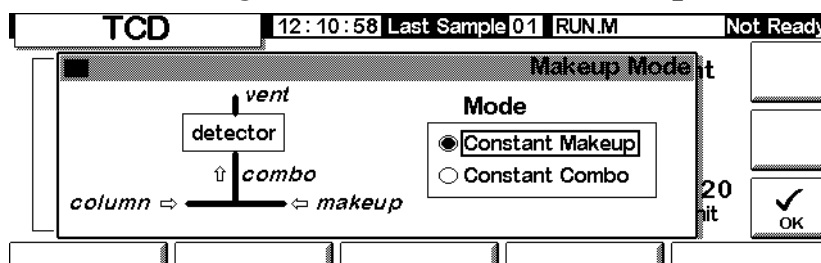
选择尾吹气模式

The Constant Makeup 模式，到检测器的尾吹气是恒流。

The Constant Combo 模式，到检测器的尾吹气是可变的流量。当柱流量是变化时，调节尾吹气流量以便提供给检测器一个恒定的总流量。

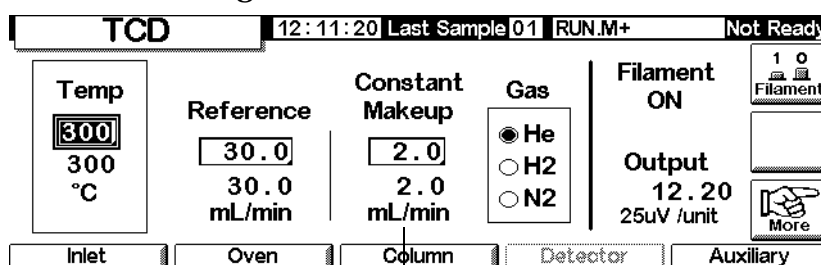
显示如下屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



选择 Makeup 模式。按 OK。

Status / Settings / Detector



尾吹气流量

设定尾吹气流量

现在检测器屏幕显示出尾吹气模式的选择，输入 Constant Makeup 流量或 Constant Combo 流量。

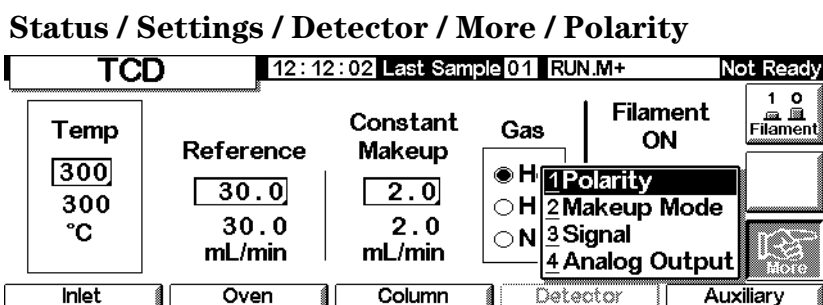
极性

用氮气或氩气作载气分析氢气或氦气时会产生负峰。而有些系统可对负峰进行积分处理，一个比较好的解决办法是把信号范围反转并以有效的正峰处理。

信号转换通常使用运行表输入来完成（参见第 57 页的[运行表](#)），但也可按如下方法手动完成。

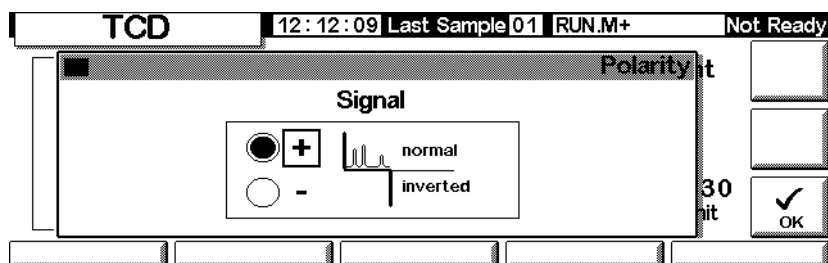
转换检测器信号

1. 显示如下屏幕。



2. 按 Enter，显示下一个屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Polarity / Enter



3. 选择 normal 或 inverted 信号。

分析氢气

氢气是热导率比氦气大的唯一元素。在中等温度下，氦气中含少量的氢气 (<20%)，其热导比任何单独组元都小。如果用氦气作载气，氢气峰可能出现正峰、负峰或作为一个分裂峰。

对这问题有两种解决办法：

- 用氮气或氩气作载气，这就消除了用氦气作载气带来的固有问题但是灵敏度要低些。
- 在高温下操作检测器—从 200 °C 到 300 °C 。

为寻找一个合适的检测器操作温度，分析一个已知浓度范围的氢气，升高检测器的温度，直到氢气峰显示出正常峰形并对所有浓度总是在同一方向（对空气或丙烷相对响应是负的）。

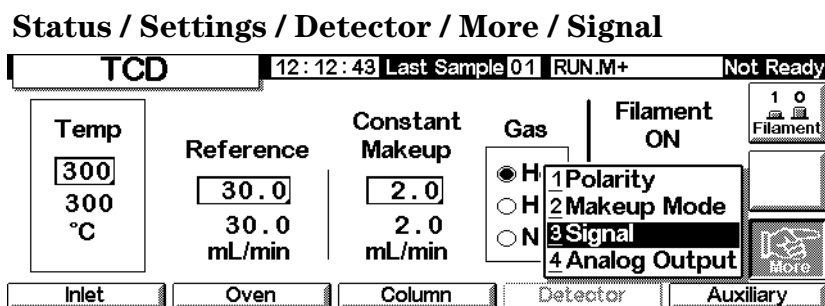
由于氢气峰是负的，因此，必须在分析期间适当的时间内把信号反转。

信号选择

有几种信号类型可选为信号输出。当机箱后面板上 SIG 接头用于积分仪，长的纸记录器或其它外部装置进行数据处理时，所选用的信号类型是有效的。所选择的信号也可通过 RS - 232 接插件和选件 LAN 通讯卡进行数据输出。

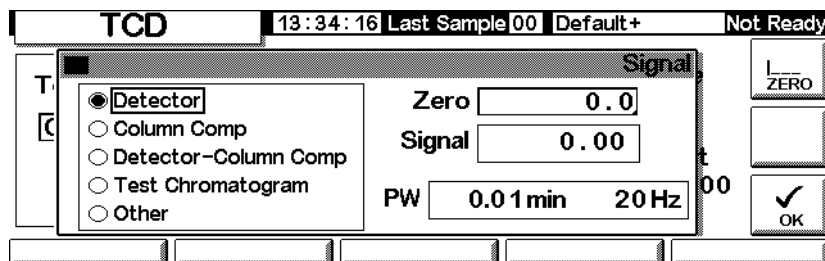
选择输出信号

1. 显示如下屏幕。



2. 按 Enter, 显示下一个屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter



3. 选择目录中四个信号之一。

- *Detector* ——由检测器产生的原始信号。
- *Column Comp* ——对检测器存储的柱补偿谱图。
- *Detector - Column Comp* ——检测器信号减去柱补偿信号的结果。
- *Test Chromatogram* ——存储于仪器中, 它把能再现的信号提供给外部信号处理设备。

信号类型通过化学工作站改变为其它类型。

归零信号

- 在 zero 字段中输入一个数值, 从所有未来信号值减去该数值。

或

- 在 zero 字段中留下空白区, 然后按 zero 键, GC 就存储当前的信号值, 并从所有未来信号值减去该值。

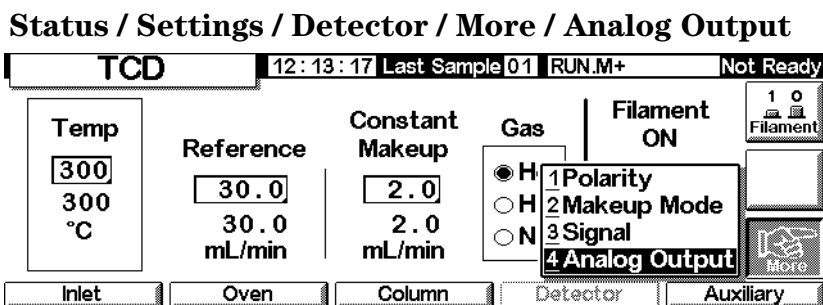
峰宽窗口

这窗口显示出数字信号数据速率。

模拟输出

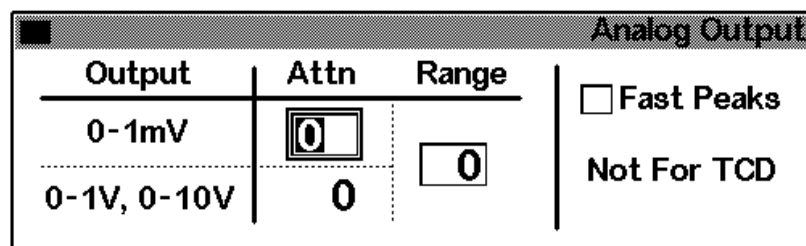
按比例调节信号使之适合长条纸记录器：

1. 显示如下屏幕。



2. 按 Enter, 显示下一个屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter

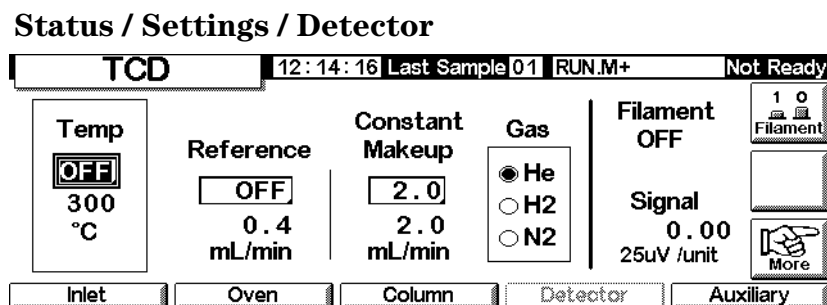


3. 对输出信号输入适当的数值，量程和衰减两者都是二进制（2次方）定标器。在任何方向改变1个单位，则信号以2的倍数改变。
 - Range 通过三个模拟输出标度信号
 - Attenuation 只标度 0 – 1mV 的输出

使用 TCD 时，不能检测快速色谱出峰。

使用 TCD

显示如下屏幕。



1. 设定检测器温度 (参见第 126 页的[推荐的气体流速和温度](#))。避免在柱极限温度之上，因为有一段色谱柱伸到检测器金属块中。
2. 对参比气流量输入一个数值 (参见图 16 选择参比气流量)。
3. 确保尾吹气类型与连接到仪器的气体类型是一样的。
 - 如果毛细管柱未定义，输入一个恒定尾吹气流速。
 - 如果毛细管柱已定义，选择尾吹模式和流速 (参见第 128 页的[尾吹气](#))。
 - 如果您要使用填充色谱柱或是不用尾吹气，或是使用小流速的尾吹气 (2-3 ml/min)。
4. 打开热丝开关，热稳定约 30 分钟。
5. 如果需要，使用信号反转 (参见第 129 页的[极性](#)) 来转换负峰。当一个样品含有给出正相和反相峰的组分，在运行期间，利用运行表事件来开和关信号反转。

火焰离子化检测器

使用氢气

警告

当使用氢气作载气或燃气时，应意识到氢气可能流入柱箱并引起爆炸危险。因此，确保通入仪器前气源是关闭的，直至所有连接都完成并保证进样口和检测器柱接头都连到柱上或始终加盖，再通入氢气。

警告

氢气是可燃性气体，当被限定在密闭空间时，泄漏可能引起燃烧或爆炸的危险。在任何使用氢气的场合，操作仪器前对所有接头，管线和阀都进行检漏。开机前，确保氢气气源是关闭的。

检测器操作注意事项

如遇下列情况，检测器将不工作：

- 空气或氢气流量设定在 off 或设定为 0.0
- 火焰未点燃

检测器关闭

如果 GC 由于气路原因或点火失败而关闭检测器气体，除加热器和尾吹气流量外，它也关闭检测器所有功能。

喷嘴

检测器附带一个毛细管柱喷嘴。如果正在做模拟蒸馏或高温运行，或使用填充柱必须参照表 20 更换喷嘴。

表 20. FID 的喷嘴

喷嘴类型	部件号	喷嘴口内径
毛细管柱	19244-80560	0.29 mm (0.011-inch)
填充柱	18710-20119	0.47 mm (0.018 in.)
填充大口径柱 (用于高流失应用)	18789-80070	0.030 in.
高温 (用于模拟蒸馏)	19244-80620	0.47 mm (0.018-inch)

电位计

电位计放大样品燃烧时产生的电流，操作 FID 时，不必开和关电位计，只有清洗检测器时才需关闭电位计。否则，都放置于开的位置。

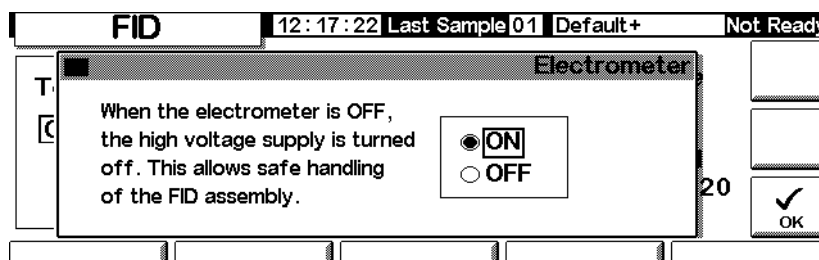
注意

在运行期间切勿关闭电位计，否则它将使检测器无输出。

电位计开或关

1. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Electrometer / Enter



2. 用 ↑ 和 ↓ 键开或关电位计，按 OK。

尾吹气

尾吹气进入靠近柱末端的检测器，它加速样品通过检测器，以便在柱中获得的分离不致于使组分在检测器中再混合。

尾吹气模式

如果柱未配置，尾吹气流量是恒定的（如何定义一根色谱柱，见第 37 页的[配置色谱柱](#)）。

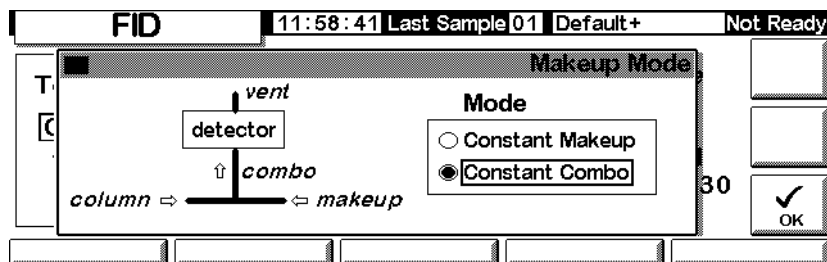
如果柱已定义，可从二种尾吹气模式中选择一种。

- Const Makeup 模式对检测器给出恒流尾吹气
- Constant Combo 模式对检测器提供一个可变的尾吹气流量

选择一种尾吹气模式

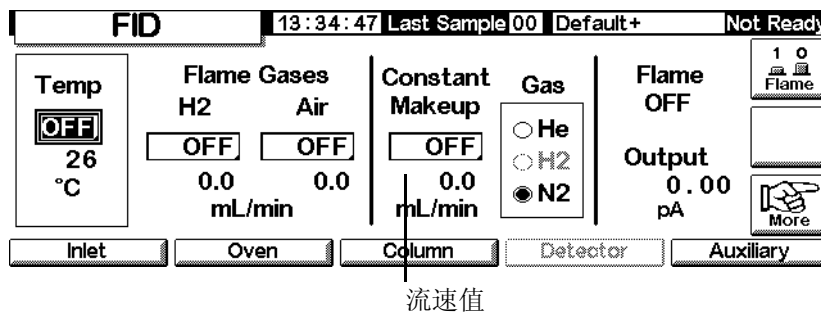
1. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



2. 选择 Constant Makeup 或 Constant Combo。按 OK，返回到 FID 屏幕。

Status / Settings / Detector



3. 输入流量值按 enter。
4. 按 Esc 回到前一屏幕。

为了设定尾吹气流速

现在的检测器屏幕反映您的尾吹气的模式选择，或是输入 Constant Makeup 流速或是 Constant Combo 流速。

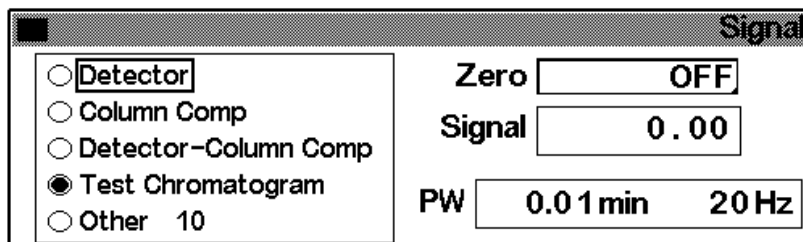
信号选择

可选择几种信号类型作为信号输出，所选择的信号类型在机箱后面板的 SIG 插头上，用积分仪、长条纸记录仪或其它外部装置进行数据处理都是有效的。所选用的信号也可通过 RS-232 接插件和选件 LAN 通讯卡作数字化输出。

选择输出信号

1. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter



2. 在目录中选择四种信号之一。
 - *Detector* ——由检测器产生的信号。
 - *Column Comp* —— 被存储的柱补偿谱图(参见第 154 页的[柱补偿](#))。
 - *Detector - Column Comp* ——从检测器信号减去柱补偿信号的结果。
 - *Test Chromatogram* ——存储于仪器中, 它把能再现的信号提供给外部信号处理设备。

Signal type ——通过化学工作站或 Cerity Chemical 软件改变为其他类型。

3. 按 OK。

归零信号

- 在 zero 字段中输入一个数值, 从所有未来信号值减去该数值, 然后按 OK。
- 或
- 在 zero 字段中留下空白区, 然后按 zero 键, GC 就存储当前的信号值并从所有未来信号值减去它。

峰宽窗口

这窗口显示出数字信号数据速率。

模拟输出

这些控制用于标度信号，使之适合于在长条纸记录器上。

调节输出信号

1. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter

Analog Output			
Output	Attn	Range	
0-1mV	0		<input type="checkbox"/> Fast Peaks
0-1V, 0-10V	0	0	Not For TCD

2. 对输出信号输入适当的数值，量程和衰减两者都是二进制（2次方）。在任何方向改变1个单位，则信号值以2的倍数改变。
 - Range 标度所有的三个模拟信号输出
 - Attenuation 只标度0到1mV的输出
3. 如需要选择 Fast Peak 功能，Fast Peak（快速峰）是能使检测峰宽为0.004分钟的窄峰。而标准速度最小峰宽是0.01分钟。使用快速峰性能，积分仪必须足够快（至少15 Hz带宽）以便处理来自GC的数据。
4. 按OK。

自动再点火一点火补偿

Lit Offset（点火补偿）是FID火焰点着的输出和火焰熄灭的输出之间的预期差值。如果输出低于这个差值，FID就认定火焰熄灭并试着再点燃几次。如果Lit offset最低限度值的输出不增加，那么检测将关闭除温度和尾吹气外的所有功能。

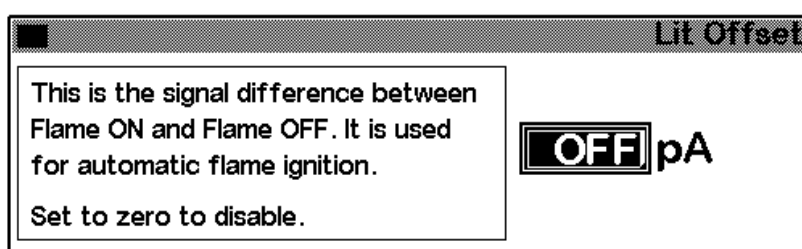
Lit offset 缺省设定值是 2.0 pA，这对于几乎每种纯净气体和系统都是很好的工作值。如有下列情况，要改变此设定值：

- 当火焰仍点燃，又想让检测器再点火。因此导致检测器关闭。
- 当火焰熄灭，检测器又不再点火。

调节点火补偿

1. 显示特性屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Lit Offset / Enter



2. 调节上述讨论所指出的值，如果您输入零，方框中的字改变为 off，按 OK。

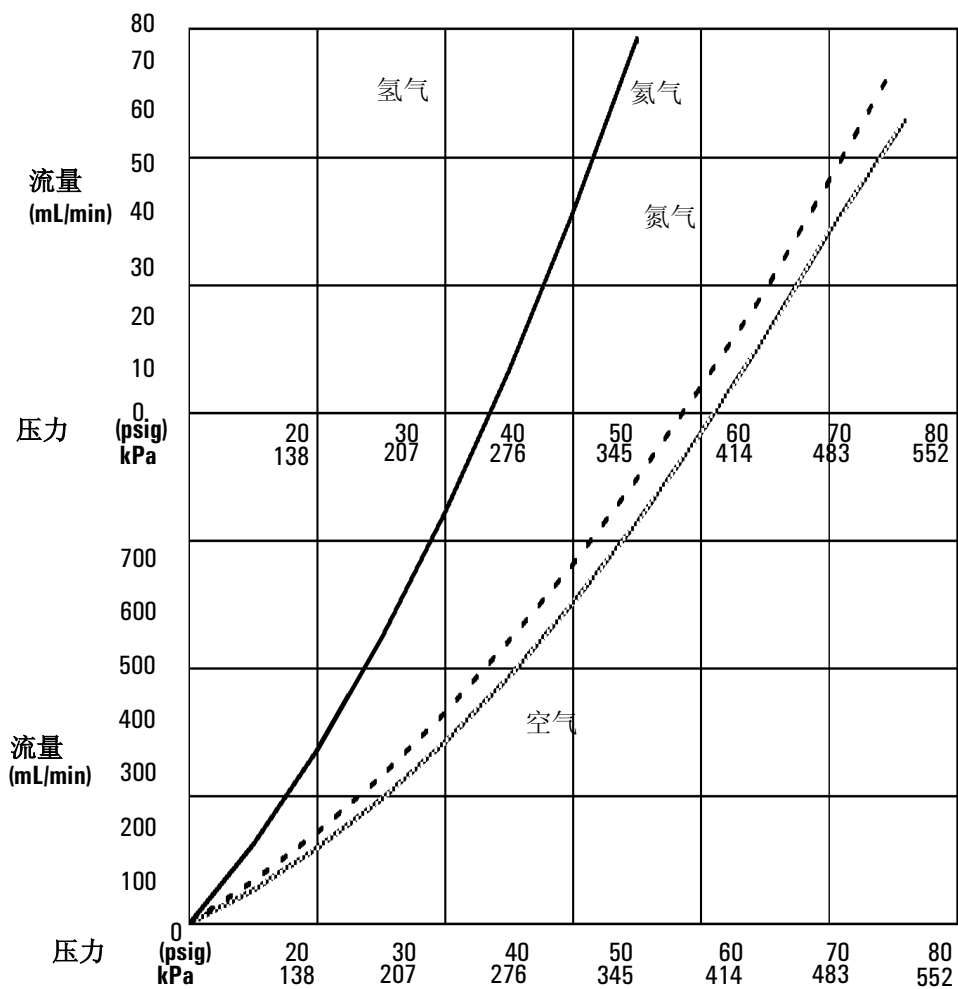
FID 参数

当选择流速时，使用 表 21 的数据。从图 18 选择一个气源压力最小值。

表 21. 推荐的流速

气体类型	流量范围 mL/min	推荐流量 mL/min
载气 (氢气、氦气、氮气)	毛细管柱: 1 至 5 填充柱: 10 至 60	
检测器		
氢气	24 到 60*	40
空气	200 到 600*	450
柱 + 毛细管柱尾吹气 推荐: 氮气 或: 氦气	10 到 60	50

* 氢气对空气比率应在 8%至 12%之间，以保持火焰点燃。



* 压力包括气路的多路歧管中压力降的允许量。

图 18. 典型气源压力 / 流量关系, FID 气体在 25 °C 和一个大气压下测量

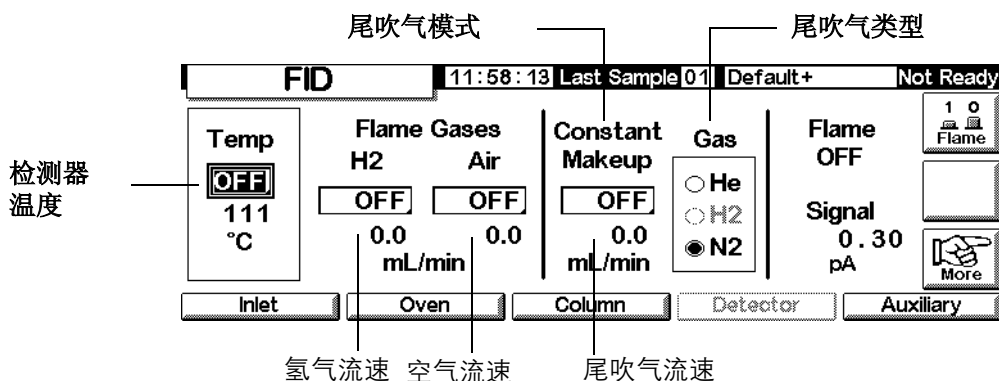
使用 FID

警告

打开氢气或空气之前，确保柱已安装或 FID 柱接头上，或接头已堵住。如果让氢气和空气泄漏到柱箱，可能发生爆炸。

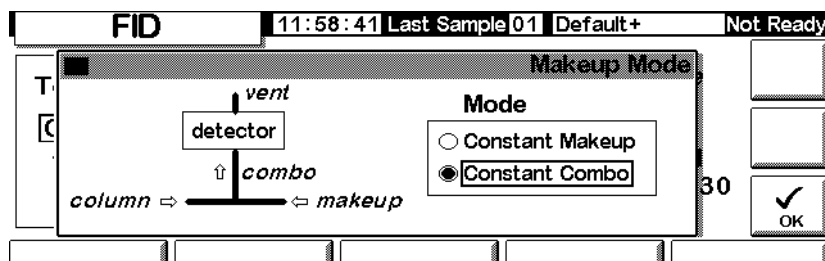
1. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Detector



2. 设定检测器温度，火焰点燃时该温度必须大于 150 °C 并且应比最高柱箱温度高约 20 °C。
3. 输入氢气和空气流速值。
4. 确保尾吹气类型与连接到仪器的气体类型一样。
 - 如果毛细管柱未配置，输入尾吹气流量。在这种情况下，只有恒流才有效。如何定义柱参见第 37 页的[配置色谱柱](#)。
 - 如果毛细管柱已配置，按 More，选择 Makeup Mode，按 Enter，显示下一个屏幕。
 - 如果您使用填充色谱柱不需要尾吹气。

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



5. 选择尾吹模式，按 OK，返回原先屏幕，输入 Makeup 或 Combo 流速。
6. 按 Flame 键，打开空气或氢气并启动点火步骤。点火后，信号通常增加到 5 至 20 pA。拿一块冷的、表面如镜子般光亮的工具或镀铬的扳手，放在收集极出口上方，检查火焰是否点燃，若持续出现水珠表示火焰已点燃。

微池电子捕获检测器

概述

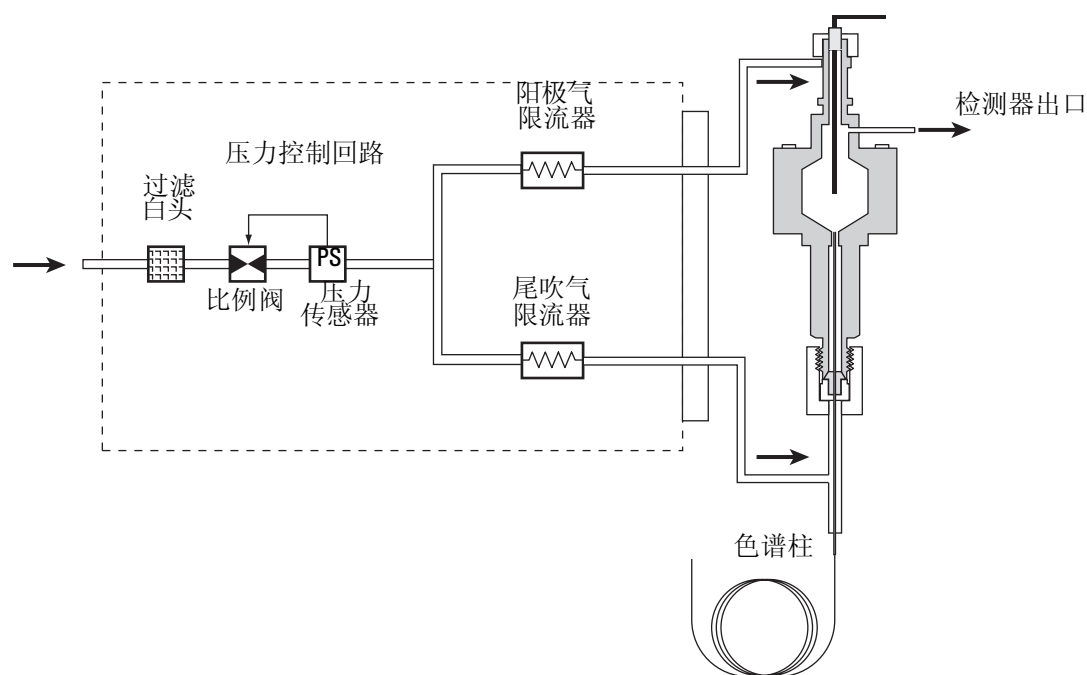


图 19. μ ECD 气路

线性

微池电子捕获检测器 (μ ECD) 对宽范围化合物的响应因子和浓度曲线的线性有四个数量级, 或更大一些 (线性动态范围 = 10^4 或更高一些)。您还是应该针对您的样品测定其校准曲线, 找到各个化合物线性范围的极限。

检测器气体

μ ECD 使用氮气或氩气 / 甲烷作尾吹气和阳极气。

因为高灵敏度要求载气和尾吹气必须干燥和无氧，在载气和尾吹气供气管路上必须安装老化好的水份、化学品和氧气的捕集阱。

温度

为了避免峰形拖尾和保持池体干净，检测器温度必须设定为高于柱温箱的最高温度——设定值要根据最后流出化合物的温度来决定。如果您在超过最高温度的条件下操作，您的结果决不可能改善，而且会增加样品和色谱柱的破坏。

电位计

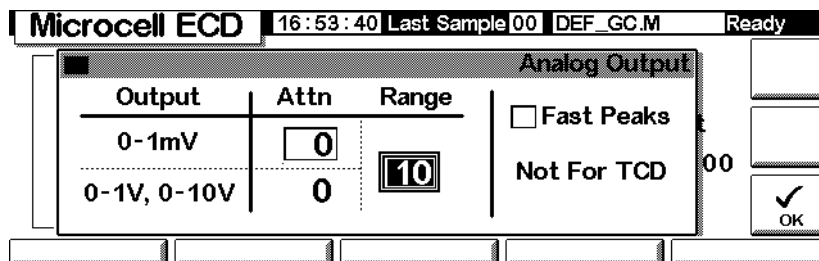
检测器的配置包括电位计的一个 on/off 的设定值，在使用检测器的全部时间里都要让电位计保持开的状态。

模拟输出

如果您想要从 μ ECD 得到模拟输出，按下面步骤将输出范围设定到 10:

1. 显示这一屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter



2. 对您的输出信号输入适当的数值，无论信号范围还是衰减都是二进制（2的幂）比例，无论向那个方向改变一个单位，信号值都乘以 2。
 - *Range* (value :10) 范围（数值 :10）划分所有三个模拟输出。
 - *Attenuation* 衰减只划分 0 - 1 mV 输出。
3. 如果需要，选择 **Fast Peaks**（快流出峰）功能，**Fast Peaks** 可以让您检测峰宽只有 0.004 min 的峰，而标准峰的最小宽度是 0.01 min。如果要使用 **Fast Peaks** 功能您的积分仪必须有足够快的采集速度（至少要有 15 Hz 的带宽）来处理来自 GC 的数据。
4. 按 OK。

操作检测器

在选择温度和流速时使用 [表 1](#) 的信息。最大的气源压力不应超过 100 psi，使用最大的气源压力是为了达到最大的尾吹气流速。

表 1. 操作参数

气体	建议的流速范围
填充柱（氮气或氦·甲烷）	30 到 60 mL/min
毛细管柱（氢气，氮气，或氦·甲烷）	0.1 到 20 mL/min, 依直径而定
毛细管柱尾吹气（氮气或氦·甲烷）	10 到 150 mL/min (30 到 60 mL/min 典型值)
温度	
250°C 到 400°C	
设定检测器的典型温度要高于梯度柱温箱最高温度 25°C	

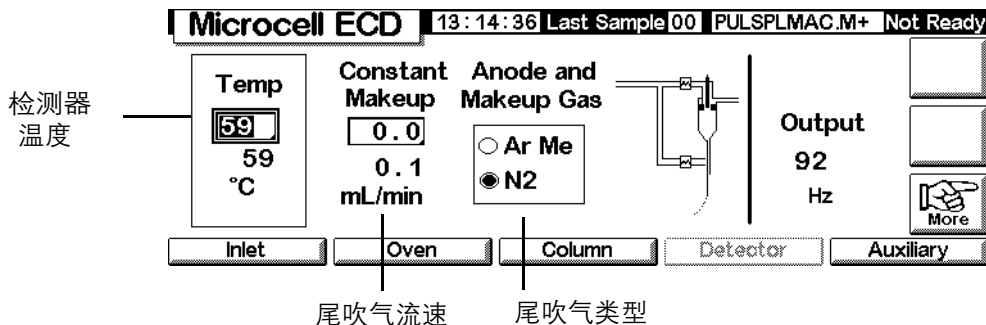
注:

- 如果载气的类型不同于尾吹气，尾吹气的流速至少要三倍于载气的流速。
- 减小尾吹气的流速可以增加 μ ECD 的灵敏度。
- μ ECD 气相色谱的速度（对快速峰）可以用增加尾吹气的流速来加快。

核实您的检测器已经连接上了气体，安装了适当的色谱柱，并且对系统进行了检漏，没有泄漏。设定了柱温箱的温度和进样口的温度和流速，确认您的载气类型和通到 GC 的管路气体相同。

1. 显示这一屏幕。

Status / Settings / Detector



2. 设定检测器温度，为了保持 μ ECD 池体干净，这一温度必须高于柱温箱的温度。

注意

检测器电路部件决定于正确的气体配置。

3. 确认尾吹气类型和通到您的仪器管路气体相同，如果需要，要更换气体类型。
4. 输入尾吹气的数值。

如果您使用填充柱，关闭尾吹气。

如果您的毛细管柱已经配置，选择一个新的流路模式，如果必要，并设定尾吹气或混合气流。

如果您的毛细管柱没有配置，只能有恒定的尾吹气流速，输入一个尾吹气流速。

柱箱

柱箱性能

- 温度范围，室温以上 10 °C 至 350 °C，用 CO₂ 冷却，从 -20 °C 至 350 °C
 - 程序升温——多达 6 阶 7 平台
 - 最大运行时间——999.99 分钟
 - 程序升温速率——0 至 120 °C /min
 - 柱箱能容纳一个进样口，一个检测器和一根色谱柱
-

柱箱安全措施

手动关闭

拉开柱箱盖，关闭柱箱加热器，风扇和低温阀（如果已安装）电源，但在内存中仍维持原设定值。关闭柱箱盖，柱箱复原正常操作。

自动关闭

正常操作期间，如果柱箱不能达到或维持输入的温度设定值，GC 就关闭柱箱的风扇和加热器，在状态屏幕上关闭信息闪烁，并显示的一条提示。

可能出现的故障如下：

- 柱箱排风口叶片不工作
- 柱箱风扇，加热器或温度传感器工作不正常
- 电路故障

当自动关闭发生时，直到使用控制器（Status/Setting/Oven）重新设定时柱箱一直保持关闭。可能需要关闭仪器电源，然后再打开。

当活门打开时，柱箱也会自动停止加热。

柱箱设定

设定柱箱：

1. 显示如下屏幕。

Status / Setup / Oven Setup

Oven Setup		13:08:42	Last Sample 01	DEF_GC.M+	Not Ready
Equip Time	0.00 min	Cryo Type CO2		<input type="checkbox"/> Oven Cryo	<input type="checkbox"/> Quick Cryo Cool
Max Temp	350 °C	Cryo Timeout	120 min	<input checked="" type="checkbox"/> Cryo Fault	Ambient Temp
					25 °C

2. 输入 Equip Time 和 Max Temp 值。
 - *Equip Time* ——当柱箱温度达到设定值 ± 1 °C时，GC 按指定时间使柱箱温度平衡至就绪状态。
 - *Max Temp* ——柱箱温度极限。大多数色谱柱和附件都有特定的温度限制。当配置 Max Temp 时，这些极限值应认为是预防危险的措施。
3. 如果安装了低温阀并希望用它，则选择 Enable Oven Cryo，并输入 Cryo Ambient Temp 和 Cryo Timeout 值。

注意

如果使用低温柱箱，一定要使用有侧翼的色谱柱支架，以免色谱柱局部冷却。

当不需要低温冷却或没有低温冷却剂时，切勿选择这一项。如果不选择这一项，保持适当的柱箱温度是不可能的，特别是温度接近于室温。

- *Cryo ambient temp* ——实验室温度，这个设定值决定低温冷却开始的温度。对于常规的 Cryo（低温）操作，温度为 Cryo Ambient Temp + 25 °C。对于 Quick Cryo Cool，温度为 Cryo Ambient Temp + 45 °C。

- *Cryo Timeout* ——当柱箱平衡之后在指定时间内（10 至 120 min）运行 仍不启动时，仪器出现暂停和柱箱关闭。Cryo Timeout 关闭则终止 此性能。在方法结束或自动操作出故障时，为了节约冷却剂，我们推 荐低温暂停仍开着。
4. 如果有，使用或不使用 Cryo Fault 和 Quick Cryo Cool。
- *Cryo Fault* ——如果连续低温操作 16 分钟以后未达到（稳定将花较长 时间）设定值温度，则柱箱关闭。
 - *Quick Cryo Cool* ——此功能与 Enable Oven Cryo 有区别。Quick Cryo Cool 在运行之后使柱箱冷却更快。当需要分析大量样品时，此性 能是有用的。然而，它使用更多的冷却剂。如有必要，QuickCryo Cool 在柱箱达到它的设定值之后不久就关闭并取代 Enable Oven Cryo 。

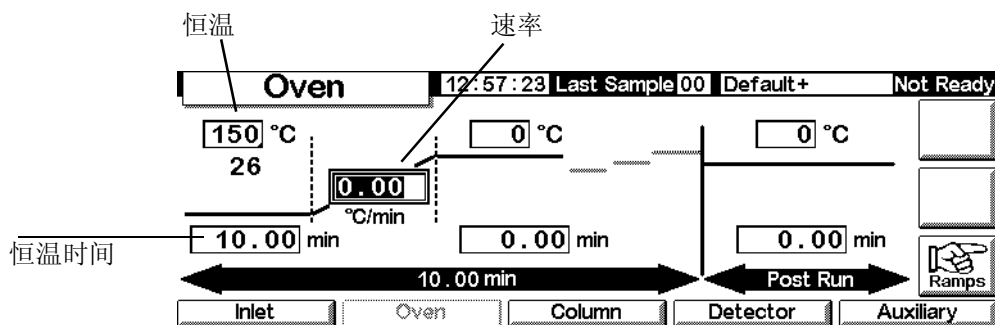
建立恒温运行

恒温运行是指柱箱维持在一个恒定的温度下运行。为了建立恒温运行，设定程 序速率（°C/min）为零。

设定恒温柱箱程序

显示如下屏幕。

Status / Settings



1. 在恒温范围（°C）中输入运行的柱箱温度。按 Enter。
2. 在恒温时间（min）字段中输入柱箱保持在该温度下的分钟数。这时间是运行的维持时间（最大 999.99 分钟）。按 Enter。

3. 设定 Rate（速率）（ $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ）为 0.00。按 Enter，这就完成恒温运行设定。
4. 如果需要，输入 Post-Run(后运行) 温度和时间，把残留的高沸点组分吹洗出色谱柱。

程序升温

您可以编程控制柱箱温度，从初始温度到终温，在一次运行时间可多达六阶。

一次运行的总时间是由柱箱温度程序来决定的。一次运行最大可允许时间是 999.99 分钟。如果程序在当时仍在运行就自动结束。

最高程序升温速率与很多因素有关。包括室温，进样口和检测器温度。柱箱内的部件数（色谱柱，阀件等），无论如何，这是一天的首次运行。典型值在表 22。

表 22. 柱箱升温速率*

温度范围 ($^{\circ}\text{C}$)	最高升温速率 ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)
50 至 75	120
75 至 115	95
115 至 175	65
175 至 300	45
300 至 350	35

* 这一速率是针对标准 GC 的，最大的梯度速率大约是三倍于这一速率。

如果安装了柱箱冷却，升温速率不可能很高。

单阶程序升温

一个单阶温度程序, (见图 20) 是从初始温度值改变到指定速率的最终值并在指定的时间周期内保持升温在终温的程序。

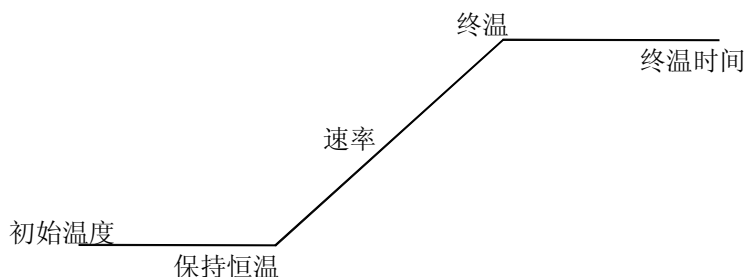


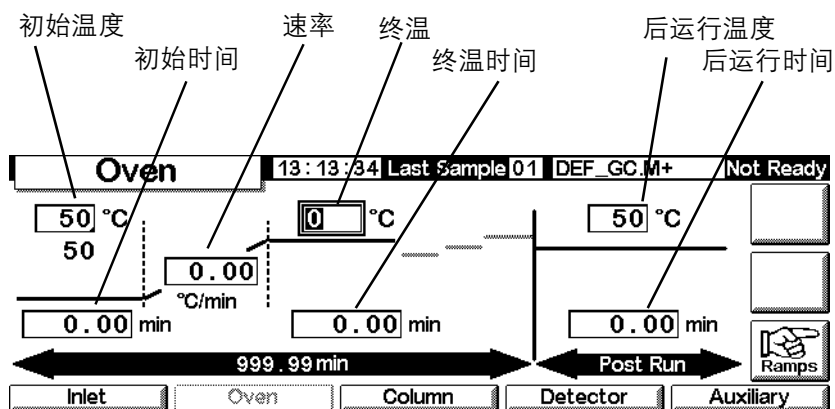
图 20. 单阶程序升温

建立一个单阶程序

本例的下列屏幕开始在 50 °C，保持该温度 2 分钟，然后，温度增加到 150 °C，以 10 °C /min 速率并保持 5 分钟。

1. 显示如下屏幕。

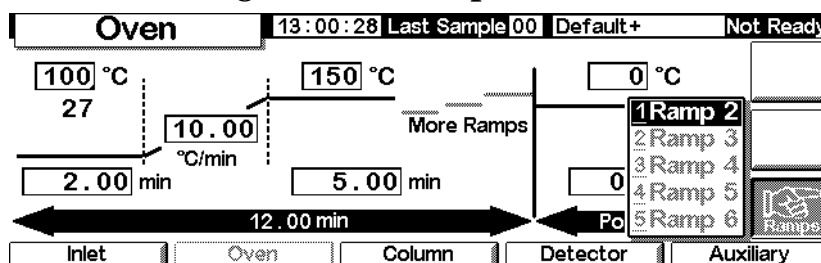
Status / Settings / Oven



2. 输入开始条件—初始温度 (50 °C) 和初始时间 (2 min)。
3. 输入速率 (10 °C /min)，以此速率增加柱箱温度。
4. 输入最终温度和最终时间 (150 °C，持续 5min)。

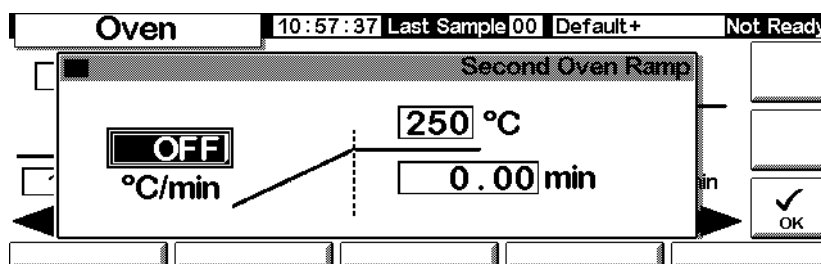
5. 如果要在冷却到开始温度之前清洗色谱柱，输入 Post Run 和 Post Run 时间。
6. 如果确认最近用过单阶程序升温，可跳跃保留的步骤，如果不能肯定，则按 Ramps 继续。

Status / Settings / Oven / Ramps



7. 选择 Ramp 2 并按 Enter。

Status / Settings / Oven / Ramps / Ramp 2



8. 为确定程序是单阶，把 °C /min 数值设定为 OFF，然后按 OK，当遇到速率为 OFF 时，程序就结束。

建立多阶温度程序

一个多阶温度程序升温见图 21，是从初始值的柱箱温度改变到终温，但每个间隔有不同速率，时间和温度，象程序升温一样，可多阶程序降温。

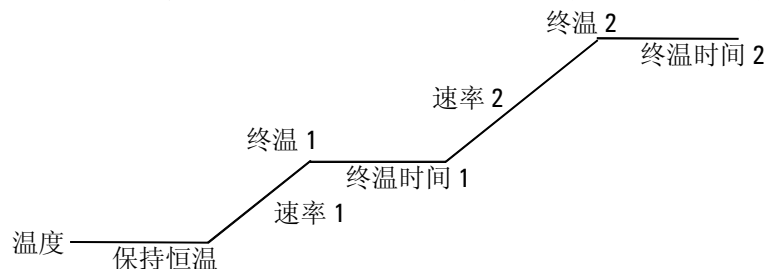


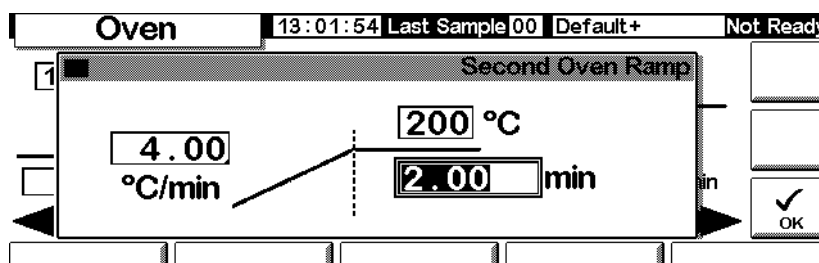
图 21. 多阶程序

建立一个多阶程序

从上一节的例子开始在 50 °C，在该温度下保持 2 分钟，然后以 10 °C /min 速率升温至 150 °C 并在 150 °C 下保持 5 分钟，然后继续进行第二个梯度，此梯度以 4 °C /min 升至 200 °C 并保持 2 分钟。

1. 设定第一阶柱箱温度，如上页所述。
2. 当设置 2 阶时，在 °C /min 字段中输入 4，在 °C 字段中输入 200 °C 并在 min 字段输入 2。

Status / Settings / Oven / Ramps / Ramp 2



3. 按 OK，返回原先屏幕。
4. 如果已确认只用二阶。可跳跃保持的步骤。如果尚未确定，连续按 Ramps，选择 Ramp3 并按 Enter。
5. 设定 °C /min 数值为 OFF，然后按 OK，当遇到速率为 OFF 时，程序就结束。
6. 以相同的方法，增加更多的阶数，最大多达六阶。

柱补偿

虽然程序升温改善了峰形，但它也引起可能造成积分困难的基线上升。用热导检测器，这通常不是一个问题，因为它的灵敏度低。但用火焰离子化检测器和其它检测器，就可能是一个严重的问题。

柱补偿是用存储一个空白运行基线谱图来校正升高的基线—不进行样品注射，从随后样品运行基线减去空白运行基线，这就消除了基线上升，图 22 说明了此概念。

在补偿运行和实际运行中，所有条件都必须相同；检测器和色谱柱，相同温度和气体流量条件。

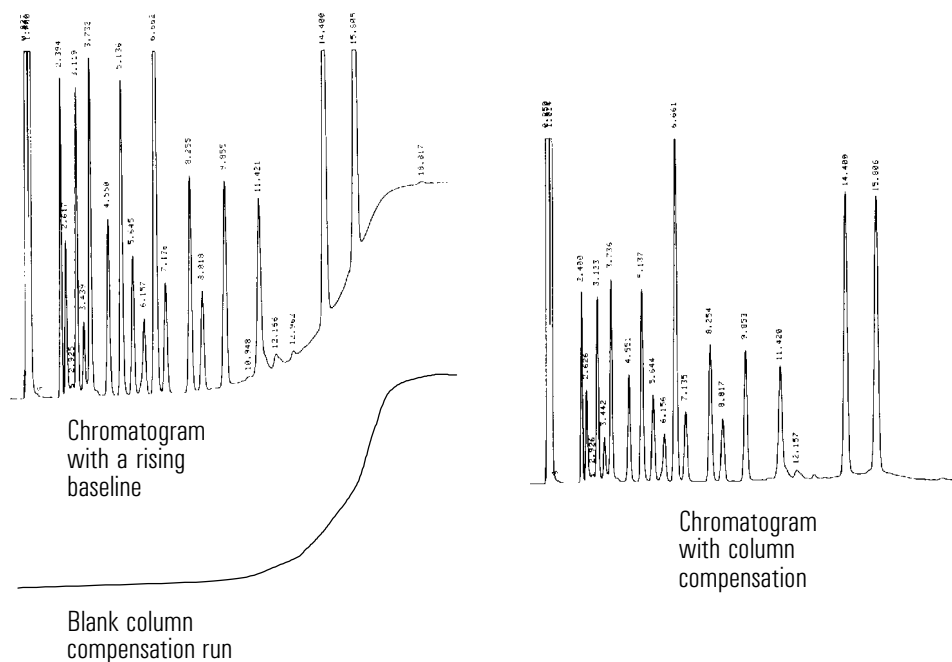
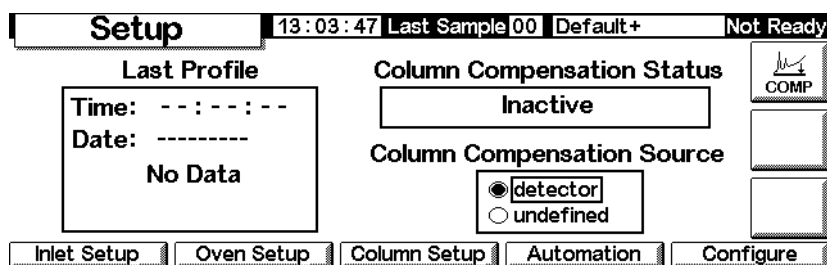


图 22. 柱补偿

建立柱补偿图

1. 显示如下屏幕。

Status / Setup



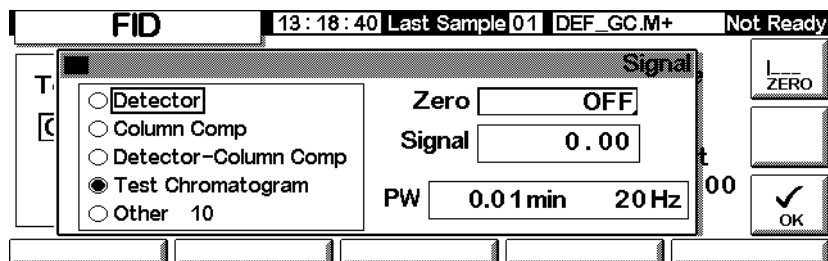
2. 调用被建立的空白运行谱图的方法，按 COMP。

GC 将等待，直至平衡建立，然后，进行一次空白运行（不注射样品）并作为柱补偿谱图的存储数据。

应用柱补偿谱图

显示如下屏幕，它根据您使用的检测器而改变。

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter



1. 选择 Detector - Column Comp 并按 OK。
2. 现在输出信号是检测器输出减去被存储的柱补偿谱图。

火焰光度检测器 (FPD)

使用氢气

警告 当使用氢气 (H_2) 作为载气或燃烧气，但是要意识到氢气可能进入柱温箱引起爆炸，所以在把管线连接好以前一定要把气源关闭，并且在把氢气连接到仪器上以前，一定要把进样口和检测器的接头连接到色谱柱，或全部带上堵头。

警告 氢气是可燃性气体。泄漏并限制在一个密闭空间就会引起燃烧和爆炸的危险。在任何需要使用氢气的场合，在使用仪器以前，要对所有的连接处、管线和阀进行检漏，在使用仪器以前一定要把氢气气源关闭。

概述

样品在富氢火焰中燃烧，在火焰中一些碎片被还原和激发，气流把这些激发的碎片移动到火焰上方较冷的发射区，它们在此处衰变并发光，一个窄的带宽滤光片只能让特定的碎片发射光通过，而屏蔽防止了碳发射光进入光电倍增管 (PMT)。

光冲击 PMT 的光敏表面，在此处光子打击释放出电子，在 PMT 内被放大得到高达百万倍的增益。

PMT 放大的电流在 FPD 电路板上进行数字化转变，获得的信号或是数字信号进行输出，或是电压值以模拟信号输出。

FPD 不应在 50°C 以上保存，根据原生产厂家的 PMT 说明书进行保存。

线性

产生硫发射光的有几种机理，被激发的碎片是两个原子，所以发射光强大致上与硫原子浓度的平方成比例关系。磷的激发碎片模式是单原子的，因而发射光强度是与原子浓度成比例关系。

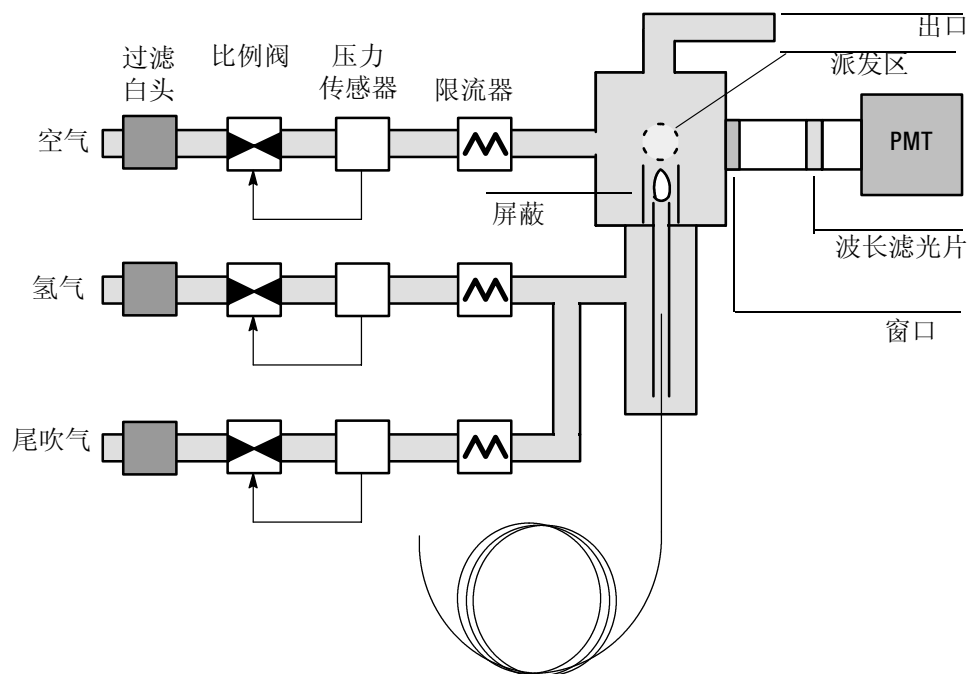


图 23. 火焰光度检测器示意图

使用点火补偿

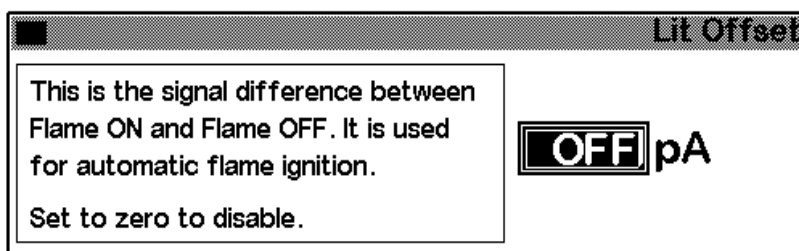
点火补偿是 FPD 点燃火焰输出和灭火输出之间差别的预期值，它是用于决定尝试点火是否成功，和检测火焰熄灭的条件。如果点燃火焰的输出减去灭火输出大于点火补偿，可以认为火焰是点燃了。

对 Lit offset 的默认设定值是 2.0 pA，这对所有的，但是是清洁气流和系统的一个好的工作数值，如果有下面的情况您可能要改变这一设定值：

- 如果您的检测器仍在点燃着，要再一次点火，就会停止工作。
- 当火焰熄灭，您不想再点燃检测器的火焰。

改变点火补偿设定值

- 1 按 More 并选择。



1. 输入一个数值，默认值是 2.0 pA，输入 0 是不要自动点火，设定值范围是从 0 到 99.9 pA。
2. 按 OK。

点燃火焰

当使用下一页的火焰点燃方法或进行 FPD 自动点火时，按下列次序进行：

- 1 把所有检测器的气体——空气、氢气、尾气——打开，载气保持打开。
- 2 设定空气流速为 200 mL/min。
- 3 把点火发热塞打开。
- 4 把氢气流速从 10 跳到 70 mL/min。
- 5 把空气流速重新设定到空气的设定值。
- 6 把氢气流速重新设定到氢气的设定值。
- 7 把尾气打开。

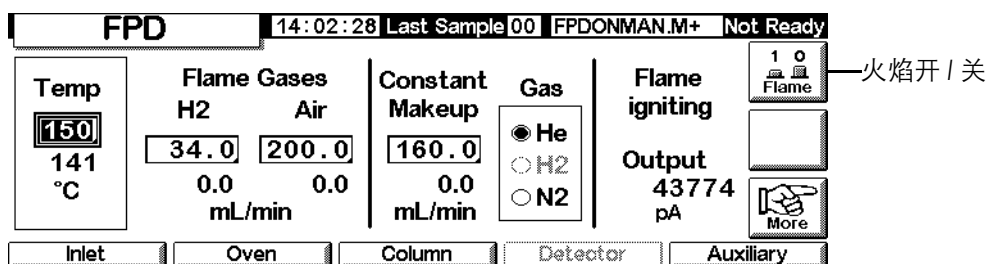
- 8 比较信号值与 lit offset 值的变化，如果大于 lit offset 值说明火已经点燃。

为了能达到点燃火焰的目的，气路部件的空气压力要足够高，以便提供 200 mL/min 的流速，我们建议要加 90 psi 的压力。

手动点火

要启动火焰点燃次序，显示这一屏幕，并按 Flame 。

Status / Settings / Detector



自动点火

如果 FPD 在火焰点燃时的输出低于灭火时输出和点火补偿值之和，这说明是火焰熄灭的条件，执行 PDF 的点火次序，重新点燃火焰，如果点火失败，再重复一次点火。如果再次失败，除去还有温度以及尾吹气还开着以外，检测器就关闭所有的功能。

使用电位计

配置检测器包括一个电位计的 on/off 设定值，除非在维护电位计的时候，不需要把电位计打开或关闭。

表 23. 电位计设定值

设定值	说明
开	高压并且信号处理电路打开，如果光电倍增管暴露在室内光线下，而且电位计是开着的，这样就会损坏光电倍增管。
关	高压并且信号处理电路关闭，在此条件下，光电倍增管暴露在室内光线下是安全的。

注意

把 PMT 的罩取下以前，要始终关闭电位计，以免损坏光电倍增管。

信号选择

可以选择几种类型的输出信号，所选的信号类型可以用 SIG 接口连接到后面板上，用积分仪、条形记录仪、或其他外设进行处理。所选的信号也可用数字输出通过 RS-232 接口连接，并选择 LAN 通信卡。

为了要选择输出信号

1. 显示这一屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

Signal	
<input type="radio"/> Detector	Zero <input type="text" value="OFF"/>
<input type="radio"/> Column Comp	Signal <input type="text" value="0.00"/>
<input checked="" type="radio"/> Detector-Column Comp	
<input checked="" type="radio"/> Test Chromatogram	PW <input type="text" value="0.01 min"/> <input type="text" value="20 Hz"/>
<input type="radio"/> Other 10	

2. 在表中的 5 个信号中选择一个。
 - *检测器*——由检测器产生信号。
 - *色谱柱补偿*——储存的色谱柱补偿图形 (参见第 155 页的 [柱补偿](#))。
 - *检测器—色谱柱补偿*——从检测器信号中减去色谱柱补偿图形的结果。
 - *检测色谱图*——在仪器里储存的，它提供一个可重复的信号，用以检测外部信号处理设备。
 - *其他*——由化学工作站 或 Cerity Chemical 设定的信号。
3. 按 OK。

给信号置零

- 在 zero 字段里输入一个值，这一数值是从所有未来信号值中减去的数值，然后按 OK。

或者

- 让 zero 字段空着，然后按 zero 键，GC 就存储现有的信号值，并从所有未来的信号值中减去它，然后按 OK。

峰宽窗口

这一窗口显示数字信号数据的速率。

数据速率

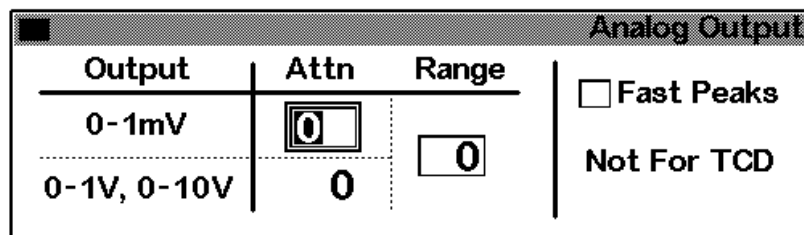
对 FPD 的模拟信号可以用两种速率输出，较快的速率可以处理最小峰宽为 0.004 min 的峰，而标准速率可以处理峰宽为 0.01 min 的峰。

使用快速出峰

如果您要使用快速出峰的功能，您的积分仪必须有足够快的处理来自 GC 数据的速率，建议您的积分仪带宽至少要有 15 Hz。

为了使用快速峰:

1. 按 More 并选择 Analog output。



2. 选择 Fast Peaks 快速出峰。

快速峰的功能不能使用数字输出。

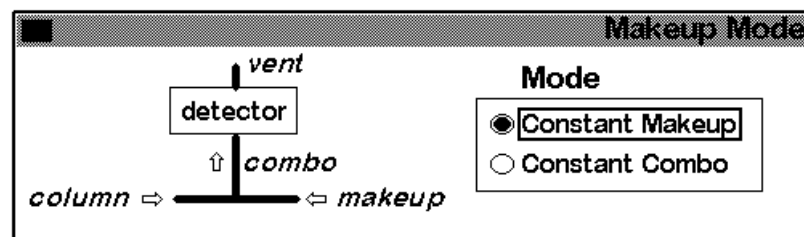
选择尾吹气模式

Constant Makeup (恒定补充) 模式的尾吹气以恒定流速流到检测器。

Constant Combo (恒定混合) 模式的尾吹气是以可变流速流到检测器, 当色谱柱流速改变时, 尾吹气流速也改变, 以便提供恒定的混合气流速到检测器。

1. 显示这一屏幕。

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



2. 选择尾吹气模式并按 OK。

使用检测器

加热器配置

检测器本体上 FPD 炉子部件有一个加热区。

FPD 参数

表 24 给出最高灵敏度 FPD 火焰的气体流速，它是富氢和缺氧的火焰，在这一流速下很难点燃火焰，特别是在测硫的模式下，作为载气的氦气会使检测器气体冷却到点火的温度以下，我们建议使用氮气而不用氦气。

表 24. 建议使用的温度和流速

	测硫模式流速 mL/min	测磷模式流速 mL/min
载气 (氢、氦、氮、氩)		
填充柱	10 到 60	10 到 60
毛细管柱	1 到 5	1 到 5
检测器气体		
氢气	50	150
空气	60	110
载气 + 尾吹气	60	60

气源压力

至少 90 psi 用于点火程序，所有其他气体：达到所需要的流速。

检测器温度

低于 120 °C 火焰不能点燃。设定的温度要高于柱温箱最高温度约 25 °C——极限是 250 °C。

点火补偿

如果检测器输出（火焰点燃时）减去输出（灭火时）低于点火补偿值，要把 FPD 重新点火两次，如果输出值没有增加明显高于此数值，检测器就会关闭。

建议设定点火补偿值为 2.0 pA。设定值为 0 或 off 就不能进行自动点火。

如果在测硫模式下以所示的流速不能点燃火焰，改变到测磷模式下的数值，等火焰点燃以后，逐渐把流速减少到测硫模式下的数值。要做一些试验找到适合您的特定检测器的流速。

使用 FPD

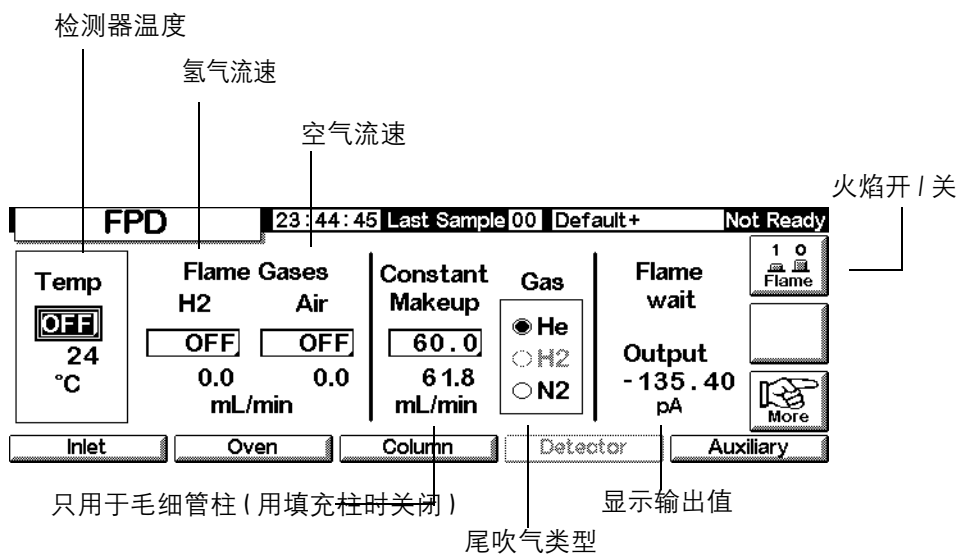
核实所有检测器气体已经连接好，色谱柱也装上了，而且系统没有泄漏，检查柱温箱的温度、进样口的温度和柱流速。

警告

检查色谱柱确实是安装上了，或 FPD 到色谱柱的接头在打开空气和氢气以前是堵上的，如果让空气和氢气进入柱温箱可能会发生爆炸。

- 1 显示下面的屏幕。

Status / Settings / Detector



- 2 设定检测器温度，为了点燃火焰温度必须高于 120°C。
- 3 输入氢气流速。
- 4 输入空气流速。
- 5 如果您要使用填充柱 (packed columns)，关闭尾吹气并执行步骤 8。

- 6 如果您要使用 *毛细管柱*
 - a. 如果您的毛细管柱是配置过的，选择新的流速模式，如果需要，同时设定尾吹气流速或混合气流速。参见第 165 页的[选择尾吹气模式](#)。
 - b. 如果您的毛细管柱是 *没有配置* 过的，输入尾吹气流速，只能使用恒定流速。
 - c. 核实尾吹气类型和从气路输入到仪器的气体是一致的，如果需要，改变气体类型。
- 7 按 **Flame**，这样就打开了空气和氢气，并启动了点火次序。在点火时信号值增加，典型的数值对测硫模式为 4 到 40 pA，对测磷模式为 10 到 70 pA。检查火焰是否点燃，可以拿一个冷的、有光泽的表面，如镜子或镀铬扳手，放在火焰出口处，有明显的冷凝水滴就表示火焰点燃了。
- 8 按 **OK**。

阀

6850 系列气相色谱仪在柱箱顶部加热阀箱中装有一个气体或液体进样阀，一个可控的物流选择阀（多通阀）安装在外部。

阀件可受控制：

- 自动控制，使用阀件序列（参见在第 56 页的[输入阀参数值](#)）
- 手动控制（参见在第 173 页的[手动控制阀](#)）
- 使用运行表事件，主要用于切换阀（参见第 59 页的[阀事件](#)）
- 使用时钟表事件，当您不在实验室时又要完成分析（参见第 61 页的[时钟表](#)）

阀类型

有四种可能的阀类型：

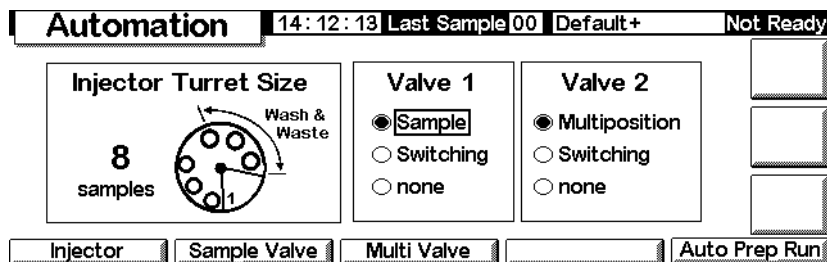
- 气体进样阀——是具有两个状态（取样和进样）的阀。在取样状态，外部样品气流（可高达 300 psi）通过一个定量管并排出多余的气体样品。而在进样状态，充满样品的定量管被引入载气流，都可以使用不同尺寸的定量管。
- 液体进样阀——类似于气体进样阀，但有不同的机械结构，它们能处理压力高达 300 psi 的被液化的气体并有 0.5 μ l 和 1 μ l 两种进样量。
- 切换阀——用于反吹色谱柱，柱选择和其它用途与柱如何连接有关。
- 多通阀（Multi Valve）——由用户提供，多通阀从几个样品流中选择一个并把所选择的样品流送到取样阀。其组合的例子参见第 172 页的[带进样阀的多通阀](#)。

配置阀

配置 GC 阀

1. 显示如下屏幕。

Status / Setup / Automation



2. 选择阀 1 和阀 2 类型。

进样阀

管路

有两种连接进样阀的方法：

- 在进样口流路部件和进样口之间插入进样阀，样品流经进样口到达色谱柱头部。
- 在吹扫填充进样口流路部件和色谱柱头之间（分流 / 不分流进样口不能使用）插入进样阀，样品绕过进样口。

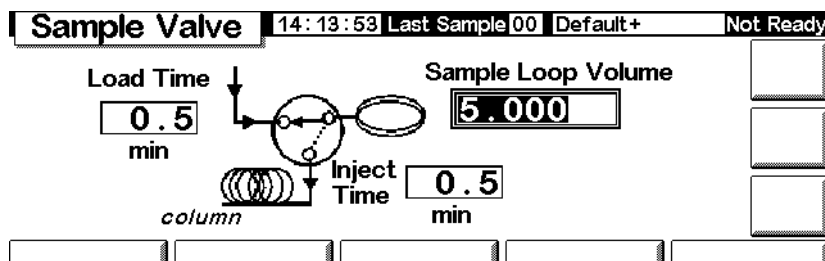
如使用这一安排并用非配置柱时，您只能把色谱柱设定为流量模式。按要求设定总流量并显示流量值。

如果使用配置柱，GC 校正柱流量设定值并显示流量值，不用进样口，显示值为 0。在流量模式中实际柱流量要比设定值小 1 ~ 2 mL/min，在压力模式中总流量就是实际的柱流量。

配置一个进样阀

1. 显示如下屏幕。

Status / Setup / Automation / Sample Valve



2. 输入 Load time, 以 min 为单位。
3. 可输入 Sample Loop Volume, 这输入仅是参考, 它对阀没有影响。
4. 输入 Inject time, 以 min 为单位。
5. 按 Esc, 存储输入值并返回到原先的屏幕。

进样阀循环

1. 进样阀改变为取样状态, 从 Load min 开始。阀处于未就绪状态。

Load state (取样状态) —— 运行之间间隙状态。用样品流清洗定量管; 直接用定量管连续不断清洗或用气体、液体注射器清洗它, 用载气清洗色谱柱。

2. *Load min* 结束, 阀变成就绪状态。
3. 如果所有条件就绪, 则仪器也变成就绪状态。
4. 用户把样品引入定量管 (如果没有样品流到阀) 并按 Start。
5. 进样阀变成进样状态, *Inject min* 开始则运行开始。

Inject state —— 激活状态。充满样品的定量管引入载气流, 样品被吹入色谱柱, 分析自动开始。在 *Inject min* 结束后, 阀返回变为取样状态。

6. *Inject min* 结束, 返回第 1 步。

带进样阀的多通阀

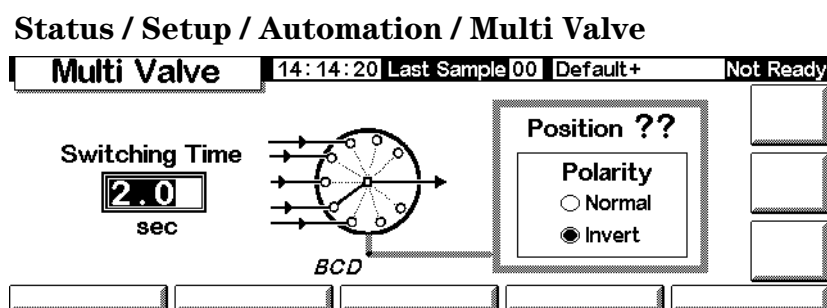
如果进样阀和多通阀都已配置，GC 就假定用多通阀（阀 2）给进样阀（阀 1）输入样品。

有几个厂家提供的多通阀，可由 6850 GC 驱动。如果所配置的阀作为多通阀和具有 BCD 位置输出与 GC 相连，那么，阀的位置可直接选择。

GC 从 BCD 输入读出现有阀的位置。如果所需要的位置不同，驱动器（关一次，开一次）循环一次并再检查位置。重复操作直到阀达到正确的位置。如果阀不转动是因为放置时间太长以至于不转动或不报告准确的最后位置，表明出现故障。

配置一个多通阀

1. 显示如下屏幕。



2. 输入 Switching Time，以秒计数，粘稠样品可能需要更长时间，缺省时间为 1.0 秒。
3. 选择 Normal 或 InvertBCD。转换成 BCD 输入补码— 1's 变 0's 和 0's 变 1's。用来调节阀厂家之间补码协定的差异。缺省值是 Normal。




手动控制阀

当开发一个基于阀的方法时，可能要用手动来控制阀件。

手动转动一个阀

1. 显示如下屏幕。

Status / Automation / Valves

Valves		14:14:53 Last Sample 00	Default+	Not Ready
Valve 1	Valve 2	ACTION 		
OFF	OFF			
<input type="checkbox"/> Toggle Switching Valve	<input type="checkbox"/> Toggle Switching Valve			
<input type="checkbox"/> Toggle Sampling Valve	Multiposition Valve	RESET 		
Load  Inject	Current ?? Next <input type="text" value="0"/>			
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

GC 有一个进样阀（阀 1）和一个多通阀（阀 2）。

2. 选择被控制的阀和转动方向，按 Action 使之改变。按 Reset 清除没有执行任何动作的屏幕。

进样阀和切换阀在两个可能状态之间连接成为一个多通阀，可在 Next 字段输入所需要位置（1 至 16）。当按下 Action 时，如果 BCD 信号传感器已连接（本例未连接），且外部驱动线路是准确的，阀就前进至该位置。

设定阀箱温度

阀箱包含一个加热块，其中装有阀，由辅助加热器控制温度。

1. 显示如下屏幕。

Status / Settings / Auxiliary

Auxiliary		14:15:15 Last Sample 00	Default+	Not Ready
Temperature <input type="checkbox"/> OFF °C 25				<input type="text"/>
				<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary

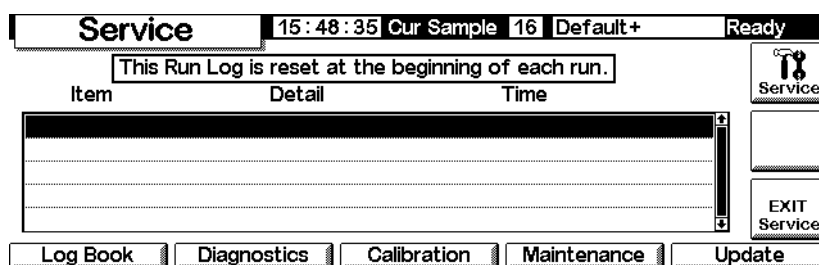
2. 输入所需要的温度（从 10 °C 到 200 °C），按 Esc，关闭屏幕。

维修方法

维修屏幕

该屏幕显示一个 Run Log（运行记录本），这是最近运行期间产生故障的一个详细列表。每次运行开始都被清除。

Status / Service.



输入维修模式

按 Service，这是在存储器中存储的激活方法并调用 Service 方法。

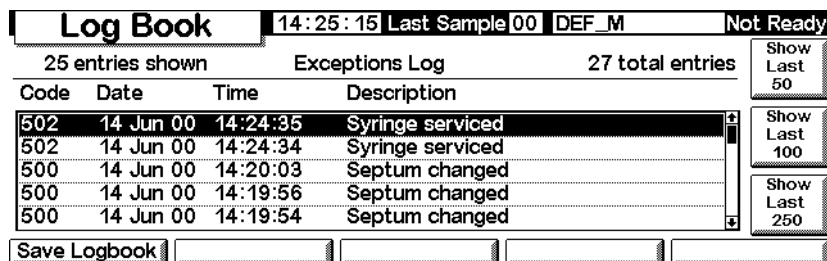
退出维修模式

按 Exit Service，这是调用以前存储的激活方法。

运行记录本

GC 保留最近发生的五十个重要事件的运行记录。这些事件包括关闭、故障、固件更新以及泄漏检测结果，为了察看运行记录本，显示如下屏幕。

Status / Service / Log Book



正常情况下列出 25 个最近的事件，可以查看最近的 50,100 或 250 个事件。

在运行记录本中的全部事件（高达 1024 个条目）存储到 PC 卡的文本文件中，按 Save Logbook (参见第 30 页的[使用 PC 卡](#))。

故障诊断

查看诊断状态

显示如下屏幕。

Status / Service / Diagnostics

Diagnostics	12:11:04	Last Sample 00	Service Mo	Not Ready
GC Serial Number US00000000				<input type="text"/>
Atmospheric Pressure 15.254 psi				<input type="text"/>
GC Start Runs	9	⌚		
GC Uptime	5	7	6	7
	days	hrs	mins	secs
				since last GC memory reset
<input type="text"/>		<input type="text"/>		<input type="text"/>
		Inlet Test		Detector Test
				Keyboard Test

检测器测试只在使用 FID 时有效。

表示的大气压是仪器测定的值，用它进行所有的计算工作。

对两个进样口进行测试：检漏和分流放空测试。

泄漏检测（所有的进样口）

泄漏试验是对进样口加压并检查持续一段时间压力是否下降，检测应在进样口常规维护之后以及正常操作条件下（温度）进行。如果进样口出现故障，检查所有接头是否有泄漏。

检查漏气的结果记录在记事簿（Log Book）中。

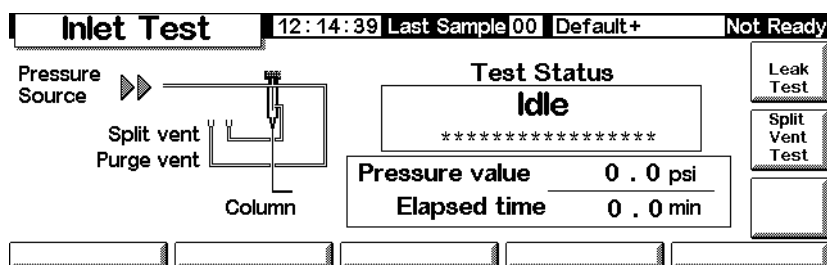
表 25. 泄漏检测部件

名称	部件号
1/8-in 黄铜螺帽	5180-4103
1/8-in Vespel/ 石墨垫圈	0100-1372
柱螺帽	5181-8830
Vespel/ 石墨垫圈	5020-8294

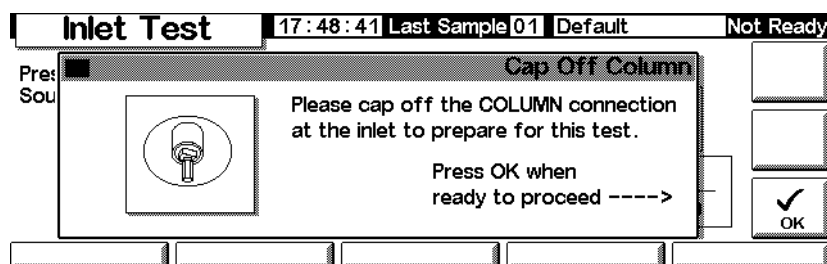
运行泄漏检测

1. 屏幕显示如下，它根据您使用的进样口的不同而有所改变。

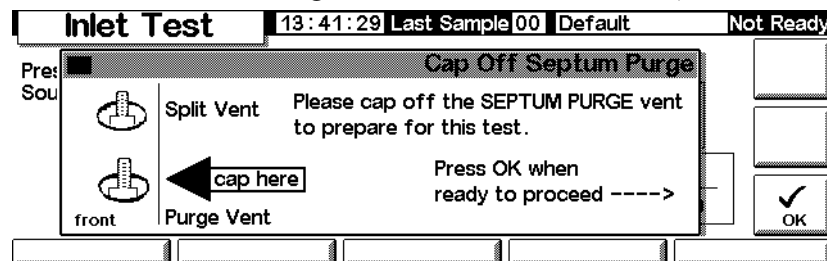
Status / Service / Diagnostics / Inlet Test



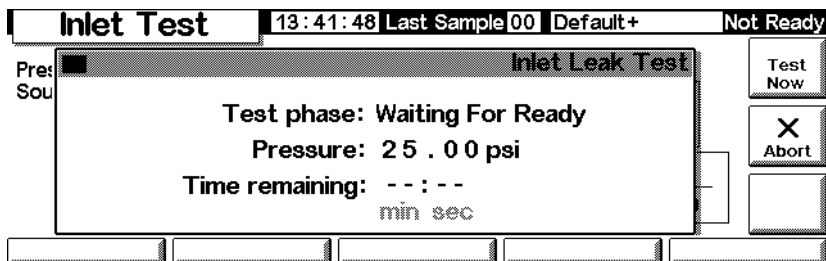
2. 按 Leak Test。
3. 如果已安装了色谱柱，则拆下色谱柱。用柱螺帽和无孔密封圈或 Vespel[®] 塞（填充柱）把色谱柱端口堵住，按 OK。



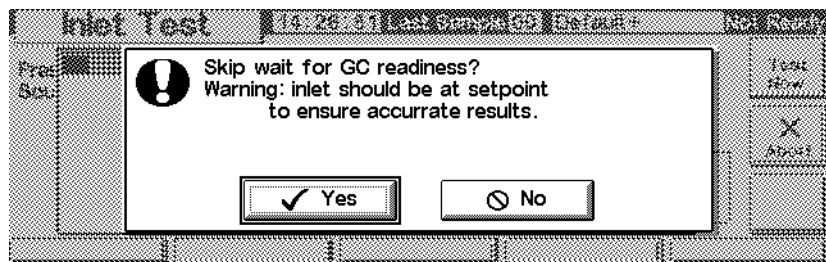
4. 用一个 1/8 吋 Swagelok[®] 帽把隔垫放空口堵上，并按 OK。



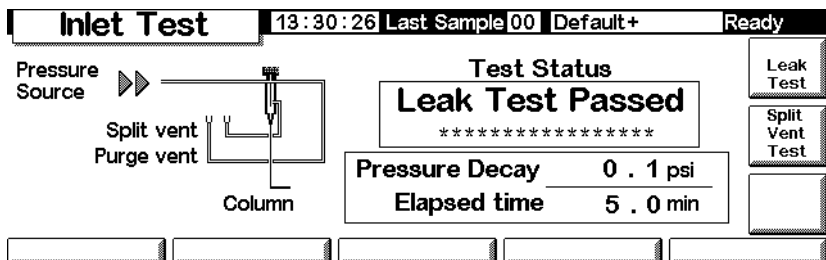
5. 在堵住隔垫吹扫出口之后，进样口测试出现如下屏幕。(可能稍有延迟)。



当 GC 达到运行的条件就自动进行测试。正常情况下，等待测试自动进行。如果您不想等到运行温度之后再测试，按 Test Now 开始测试。



6. 如果选择 Yes，就马上开始测试。大约要五分钟可以完成测试。



可能的测试结果：

- *Passed*——在运行温度下无漏气。
- *Failed*——对所有的接口处检漏。
- *Override*——进样口通过检漏，但是测试是在按 Test Now 键前，没有达到运行温度时进行检测的，进样口不漏气。但是在运行温度下可能漏气。

7. 从这步的开始时重新调用方法。

- 取下堵塞接头的帽，重新安装色谱柱并且如有必要，配置色谱柱，并重新设定压力与流速。

分流出口检测（仅用于分流 / 不分流进样口和 PTV 进样口）

分流出口检测是检查进样口衬管和出口净化器是否有阻力，持续一段时间后，出口净化器和进样口衬管由于样品冷凝而受阻。如果进样口出故障，最大可能原因是出口净化器、进样口衬管和镀金密封垫圈。详细情况，请参考 6850 用户手册。

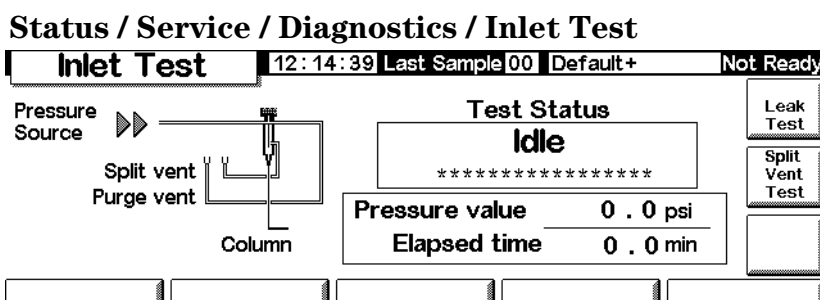
分流出口检测结果记录在记事本中（Log Book）。

表 26. 分流出口试验部件

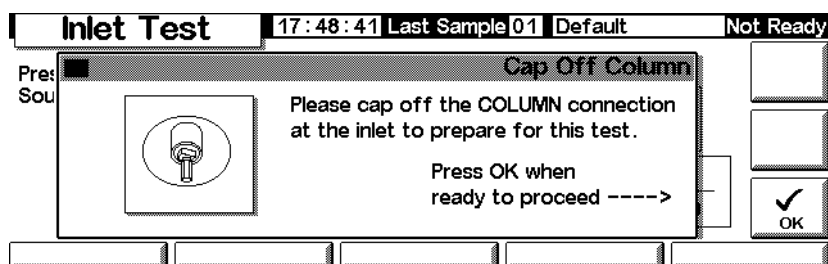
名称	部件号
柱螺帽	5181-8830
Vespel/ 石墨垫圈	5020-8294

分流出口检测

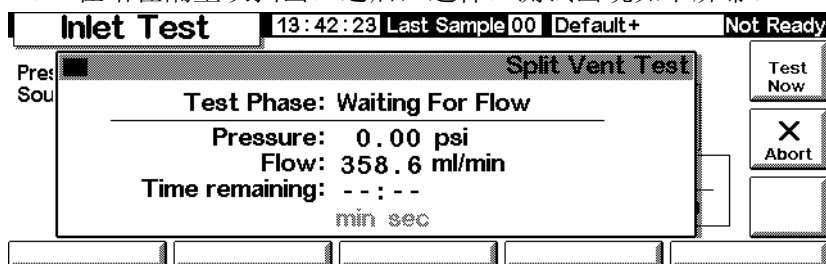
- 显示如下屏幕。



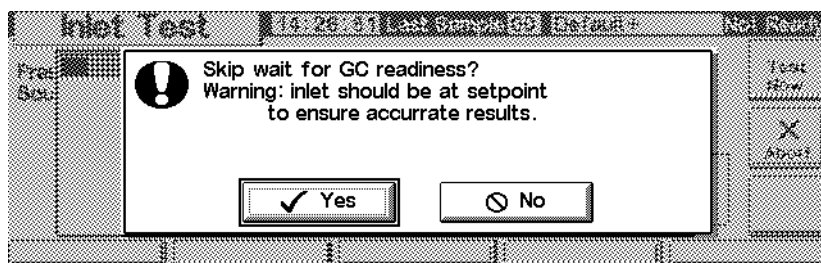
- 按 Split Vent Test 键。
- 按屏幕指令操作。



4. 在堵住隔垫吹扫出口之后，进样口测试出现如下屏幕。

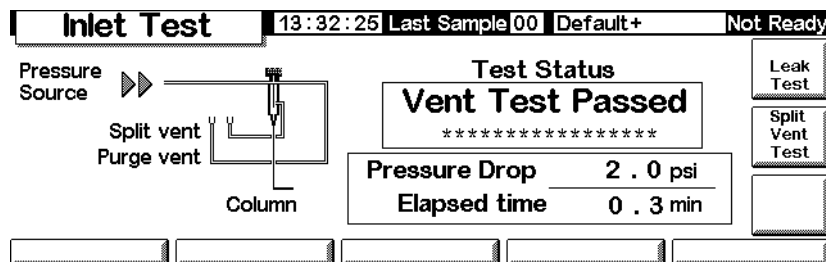


当 GC 达到运行的条件就自动进行测试。正常情况下，等待测试自动进行。如果您不想等到运行温度之后再测试，按 **Test Now** 开始测试。



如果选择 **Yes**，就马上开始测试。

5. 完成测试后，测试结果如下。



可能的测试结果：

- *Passed* —— 在运行温度下无漏气。
- *Failed* —— 对所有的接口处检漏。详细说明参见 6850 用户手册。
- *Override* —— 进样口通过检漏，但是测试是在按 **Test Now** 键前，没有达到运行温度时进行检测的，进样口不漏气。但是在运行温度下可能漏气。

喷嘴检测

当火焰不能点燃或运行期间突然又点火时，对 FID 喷嘴进行检测。检测是检查喷嘴顶端是否有阻力。如果喷嘴有故障，更换或清洗喷嘴。详细说明参见 6850 用户手册。

喷嘴检查的结果记录在记事簿 (Log Book) 中。

为了测试结果有效，要在操作条件下进行测试。

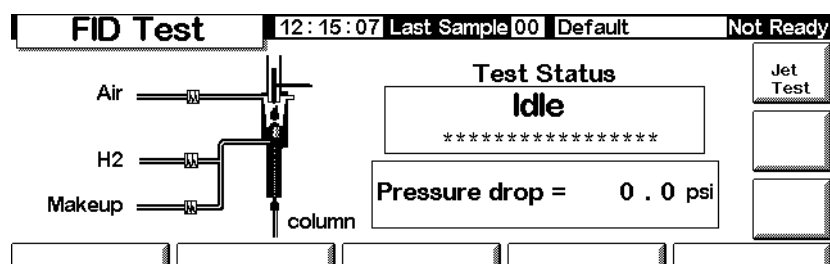
表 27. 检测喷嘴部件

名称	部件号
柱螺帽	5181-8830
Vespel/ 石墨垫圈	5020-8294

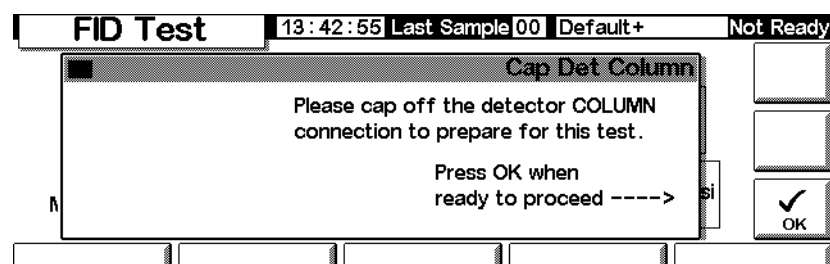
运行检测器检测

1. 显示如下屏幕。

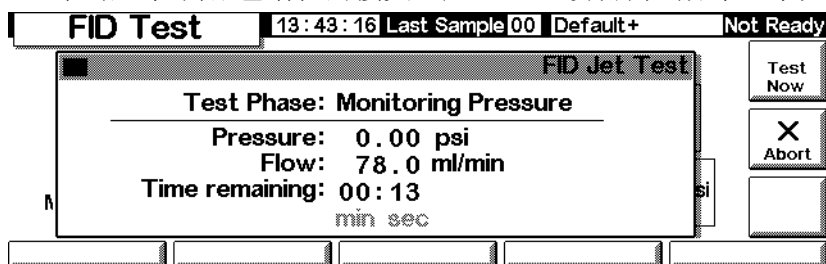
Status / Service / Diagnostics / Detector Test



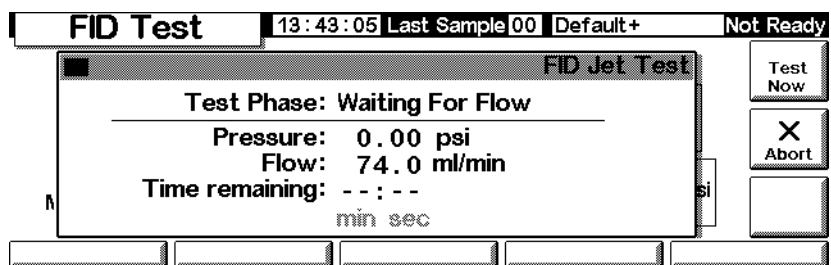
2. 按 Jet Test，遵循屏幕上的指令。



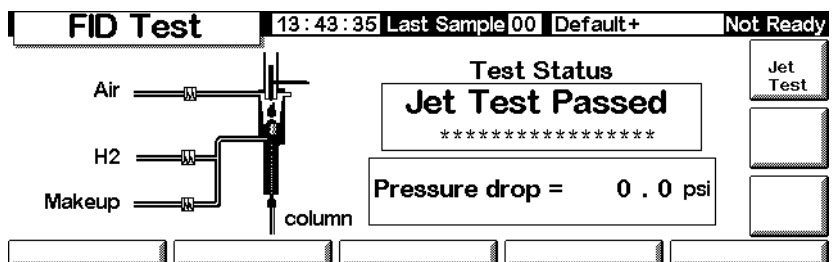
3. 在堵上检测器色谱柱的接头之后，FID 喷嘴测试屏幕显示如下。



当 GC 达到运行的条件就自动进行测试。正常情况下，等待测试开始。如果不想等到运行温度之后再测试，按 Test Now，然后选择 Yes，测试就马上开始。



4. 完成测试后，测试结果如下。



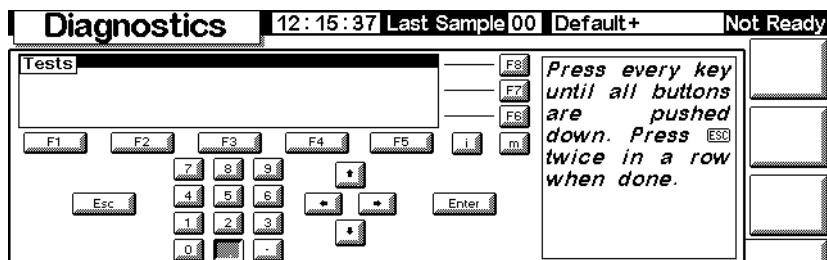
可能的测试结果：

- *Passed* ——喷嘴很干净或受到限制。
- *Failed* ——清洗或更换喷嘴。
- *Override* ——通过喷嘴测试，但是测试是在达到运行温度之前按 Test Now 键进行。喷嘴通过测试可以使用，但是在运行温度下还是要严格限制。

键盘检测

1. 显示如下屏幕。

Status / Service / Keyboard Test



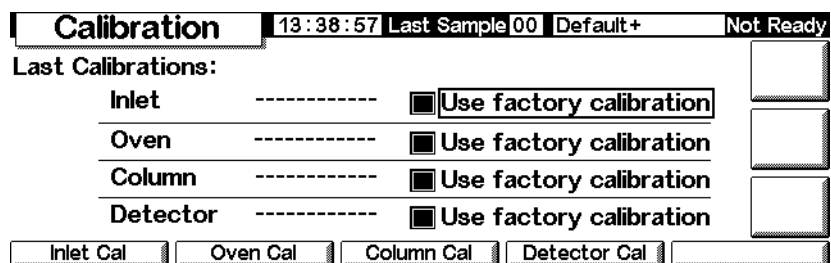
2. 在控制器上按每一个键，其屏幕图象应变成灰色。

校正

查看校正状态

显示如下屏幕。显示出用户校正数据，而原工厂校正数据宣布无效。

Status / Service / Calibration



恢复工厂校正

在上面的屏幕上，选择 item(s) 并按 Enter。

流量和压力传感器

这些传感器的斜率（灵敏度）相当稳定。零点补偿（Zero Offset）应周期性检查。

分流/不分流进样口器使用一个流量传感器。选择 Enable Auto Flow Zero 性能(参见第 184 页的[进样口传感器调零](#))，在每次运行之后自动把这传感器调零。

所有气体控制器都使用压力传感器，这些传感器必须手动调零表 28 给出推荐的调零时间间隔。

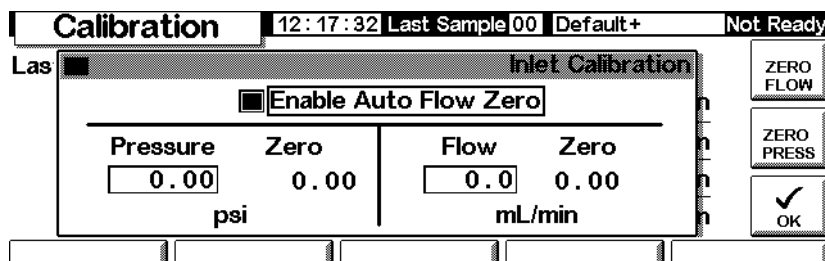
表 28. 流量和压力传感器调零时间间隔

传感器类型	柱尺寸	调零时间间隔
流量	全部	使用 Enable Auto Flow Zero
压力	小孔径毛细管柱 (内径 320 μm 或更小)	每 12 个月
	大孔径毛细管柱 (> 320 μm)	开始时 3 个月, 6 个月, 以后每 12 个月
	填充柱	每 12 个月

进样口传感器调零

1. 显示如下屏幕。

Status / Service / Calibration / Inlet Cal



2. 选择 Enable Auto Flow Zero，在每次运行结束时自动再校正零点。
3. 流量传感器手动调零，按 Flow Zero，进样口流量会瞬间中断，过程约持续 2s。
4. 压力传感器手动调零，关闭载气源，断开供气管线一个接头，确定净化器管线没有压力的情况下，按 ZERO PRESS。
5. 恢复正常载气流量。

校正进样口传感器

1. 给定进样口已知压力（70 至 100 psig 或 480 至 690 kPa）或流量（500 至 1000 ml/min）。
2. 在屏幕上合适字段中输入已知压力或流量。
3. 按 Enter，重新校正传感器。

重新校正柱箱温度传感器

1. 如这里所示，把热电偶固定在柱悬挂架上，这是在工厂里所用的位置，确保悬挂在空气中不要接触柱箱中任何东西。

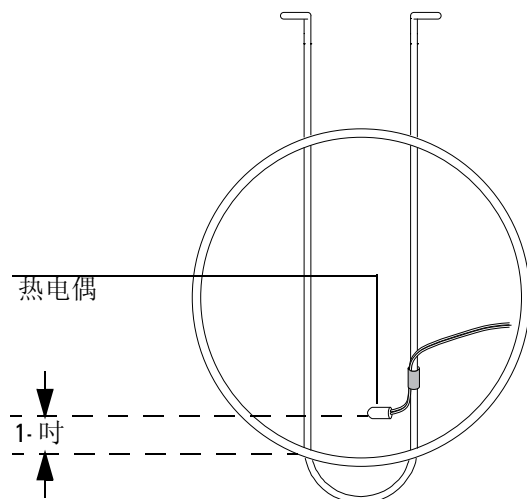
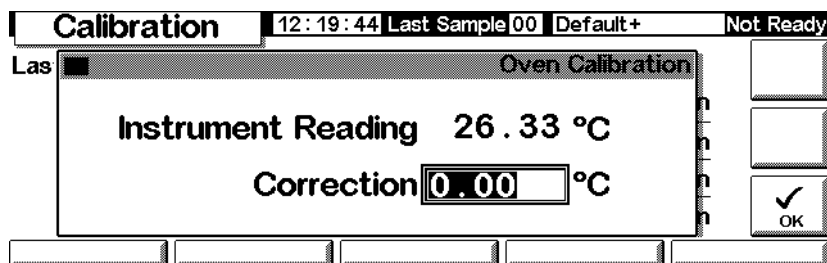


图 24. 热电偶和色谱柱悬挂架

2. 设定柱箱温度到使用的典型值。在该温度下让柱箱至少稳定 5 分钟。
3. 从仪器温度减去实际温度（热电偶温度）得到校正温度。
4. 显示如下屏幕并输入 Correction 值。（-10.00 至 +10.00）。

Status / Service / Calibration / Oven Cal



5. 按 OK。

校正色谱柱

如果一个或多个柱尺寸都不知道，使用此功能就会得到错误的信息。

1. 显示如下屏幕。

Status / Service / Calibration / Column Cal

2. 把色谱柱安装在柱箱内，确定载气流量。
3. 在屏幕右边选择您要估计的尺寸
 - 为要估计柱长或直径,您需要输入或是测量的柱流速或是不保留峰的流出时间
 - 为要估计柱长和直径二者,您需要输入或是测量的柱流速和不保留峰的流出时间
4. *确定测量的流量*: 这时候柱出口的流量,可以在检测器出口处测量(确认检测器气流关闭),使用电子流量传感器测量,但是也可以使用皂膜流量计测量,测量几次取平均值。请注意把结果换算为标准状况下的数据。
5. *确定不保留峰*: 这是从进样到检测器出峰的时间(min),该峰的组分不与色谱柱作用。
6. 在适当字段中输入数据,每输入一次后Enter,仪器将计算和显示柱尺寸。
7. 按OK,关闭屏幕。

检测器流量调零

1. 显示如下屏幕。

Status / Service / Calibration / Detector Cal

Calibration		13:39:06	Last Sample 00	Default+	Not Ready	
FID Gas Calibrations						
H2 Fuel		Oxidizer (utility)		Makeup		ZERO FUEL
Reading	Zero	Reading	Zero	Reading	Zero	ZERO UTILITY
0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	ZERO MAKEUP
mL/min		mL/min		mL/min		

2. 开气后分别按每一个 zero 键。在两次按键之间要有足够时间以便进行调零操作，推荐最少 10 s。

维修

6850 GC 有一个功能叫做早期维修反馈 (EMF)，利用此功能可以跟踪进样口隔垫、进样口衬管、色谱柱和注射器的使用情况，对上述部件可以设定一个使用极限，仪器可以提醒您按时进行更换和维修，例如 GC 会提醒您在进样 200 次之后就要更换隔垫。

早期维修反馈 (EMF)，以最近一次更换和维修算起跟踪自动进样器的进样次数，不能对手动进样记数，您要预先设定一个高限（例如隔垫），在达到此极限值时，在用户界面上可以看到“维修警告”提示，这个提示不影响 GC 准备；只是一个信息而已。您还可以正常地使用 GC。此外每个 EMF 项目可单独激活、单独设定。

使用早期维修反馈

使用早期维修反馈显示如下：

Status / Service / Maintenance

Maintenance		14:19:16	Last Sample 00	DEF_M	Ready
Septum	<input type="text" value="0%"/>	EMF Runs remaining before Early Maintenance Feedback	START SERVICE		<input type="text"/>
Liner	<input type="text" value="0%"/>				
Syringe	<input type="text" value="0%"/>				
Column	<input type="text" value="0%"/>				
Service Limits	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

显示每个跟踪的项目，以及使用时间剩余的百分数，例如我们设定隔垫的维修期限。

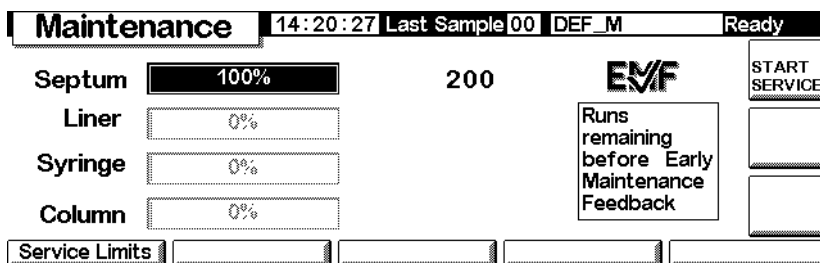
1. 按 Service Limits。

Service Limits		14:19:31	Last Sample 00	DEF_M	Ready
# of Injections before service					<input type="text"/>
Septum	<input type="text" value="OFF"/>	Syringe	<input type="text" value="OFF"/>		<input type="text"/>
Liner	<input type="text" value="OFF"/>	Column	<input type="text" value="OFF"/>		<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

2. 选择隔垫一栏，用键盘输入一个值，在此例中我们设定为 200 次进样。

Service Limits		14:20:09	Last Sample 00	DEF_M	Ready
# of Injections before service					<input type="text"/>
Septum	<input type="text" value="200"/>	Syringe	<input type="text" value="OFF"/>		<input type="text"/>
Liner	<input type="text" value="OFF"/>	Column	<input type="text" value="OFF"/>		<input type="text"/>
<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

3. 返回到上一个屏幕。注意隔垫的状态条显示100%，进样次数仍保持为 200。



GC 现在会跟踪隔垫的使用情况。

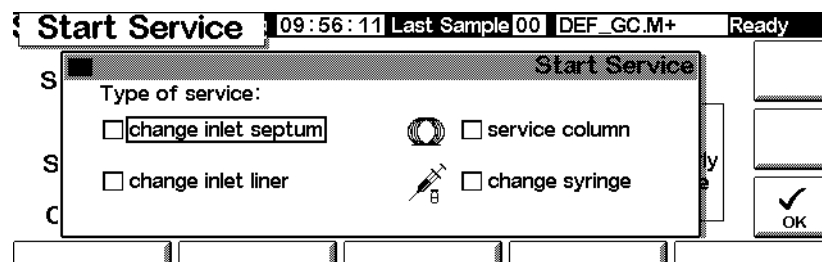
重新设定维修期限

当超出维修期限时，在 GC 和控制器上显示警告提示，为了要取消这一提示必须把这一项目的 EMF 关闭或重新设定维修期限。

重新设定维修期限方法如下：

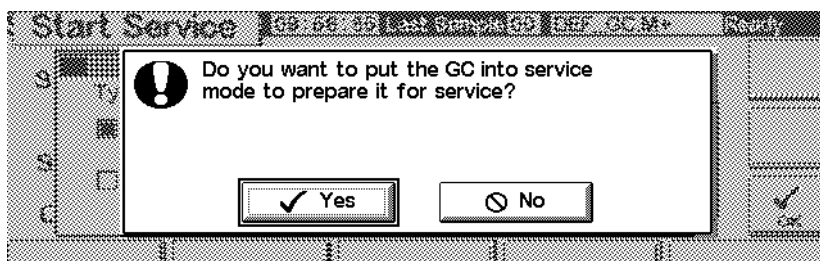
1. 等到不在进行分析或进行序列分析，并进入 replace/service（维修 / 更换）项目时，屏幕显示如下：

Status / Service / Maintenance / Start Service

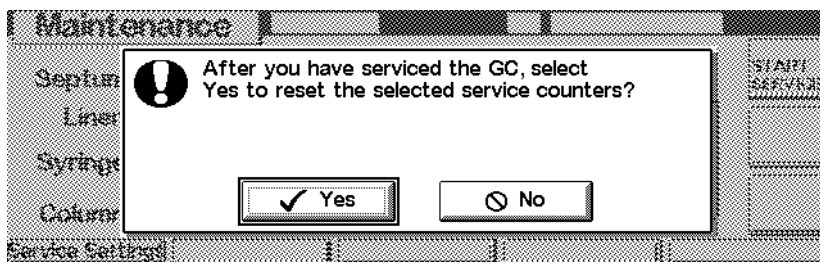


2. 选择您要进行维修的项目，按 OK。

3. 出现下面的屏幕，选择 Yes 或 No。



- **Yes** : GC 将调用 **SERVICE** 方法，这样进样口和柱箱冷却到安全的温度便于处理（详细内容参见 6850 GC CD-ROM 资料中有好的 **SERVICE** 方法设定）。
 - **No** : 不调用 **SERVICE** 方法。不需要把进样口和柱箱冷却到安全的温度，例如，注射器。要处理热的部件，注意不要被烫伤。
4. 当您要维修某一些项目时，出现以下的屏幕，按 Yes 按上述方法选择维修期限。如果按 No（例如，您不想做任何改变），不重新设定维修期限，维修警告会继续保留。



决定维修期限

隔垫、进样口衬管、色谱柱和注射器的维修期限取决于使用情况。选择好一个维修期限有助于在仪器性能变坏（如隔垫或注射器漏气、或由于隔垫中心碎屑造成污染等）以前更换或维修有关部件。

升级功能

要了解当前 GC 的情况，注射器和控制器信号，系列号和固件信息显示于如下屏幕：

Status / Service / Update

Update		14:17:45	Last Sample 00	DEF_M	Not Ready
	GC	Control Mod	Injector		
Model Number	6850	G2629A	G2880		
Serial Number	US00000628	DE85100001	PP00000104		
Mfg Date	30 Jul 99	-----	-----		
FW Revision	A.03.00	A.03.00	A.09.21		
FW Build Date	25 May 00	13 Jun 00	-----		
GC Update	Injector Update	Mod Update			

建议把这些数据记录到其它的地方，以便需要安捷伦科技公司进行维修时使用。

如要进行升级，要使用有升级文件的控制器和 PC 卡。

在进行分析时不能对固件升级。

GC 升级

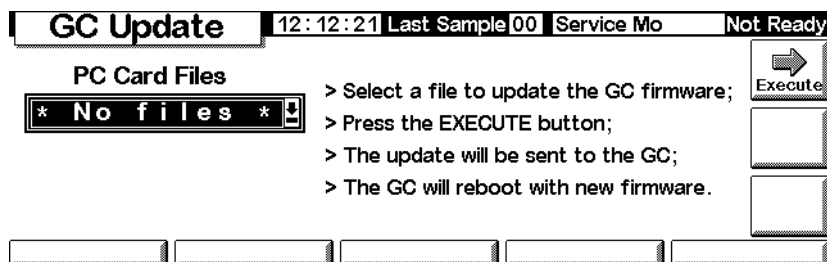
当您要进行 GC 升级时，存储的方法和本地机 LAN 卡的地址全部丢失。在进行升级以前：

- 把GC中的所有的方法记录下来，以便使用控制器重新存入PC卡(参见第 31 页的[从 GC 把一个方法拷贝到 PC 卡上](#))。
- 如果使用本地机LAN地址控制(参见第 18 页的[IP 地址设定](#))，则进入Status/Service/LAN Comm 并记录 LAN 的信息以便重新输入。

升级 GC 固件：

1. 把控制器和 GC 断开。
2. 把带有 GC 固件的 PC 卡插到控制器中，并把控制器和 GC 连接在一起。
3. 屏幕显示如下：

Status / Service / Update / GC Update



4. 选择 GC 升级文件（.asc extension）按 Execute。

注意

升级程序还没有完成或取消升级时，不要把 GC 电源关闭，把 GC 电源线拔下来，或把控制器和 GC 的连接断开。如果在固件升级过程中断开控制器，GC 就不能运转。

5. 当确认屏幕出现时，要回答：
 - Yes 调用 GC 的固件，此过程要用 10 min 的时间。
 - No 取消调用 GC 的固件，原有固件保持不变。
6. 当完成升级后，需要重新启动 GC 使用新的固件。
7. 重新存储方法和 LAN 卡的地址（如果使用的话）。

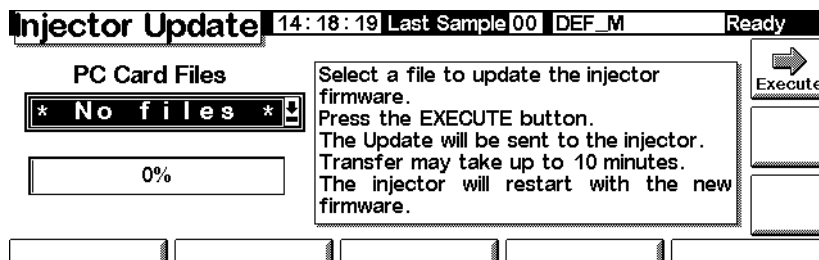
进样器固件升级

要使进样器固件升级，控制器的固件文本要在 A.03.00 或更高。如果没有，请与安捷伦科技有限公司联系。

1. 把控制器和 GC 断开。
2. 把带有 GC 固件的 PC 卡插到控制部器中，并把控制器和 GC 连接在一起。

3. 屏幕显示如下:

Status / Service / Update / Injector Update



4. 选择注射器升级文件按 Execute。

注意

升级程序还没有完成或取消升级时, 不要把注射器电源从 GC 上关闭, 或把控制器和 GC 的连接断开。如果在固件升级过程中断开控制器, 注射器就不能运转。

5. 当确认屏幕出现时, 要回答:

- Yes 调用注射器的固件, 此过程要用 2 min 的时间。
- No 取消调用 GC 的固件, 原有固件保持不变。

6. 当完成升级后, 需要重新启动 GC 使用新的固件。

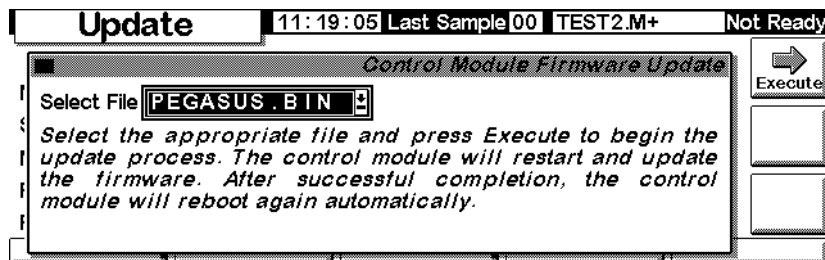
控制器固件升级

1. 把控制器和 GC 断开。

2. 把带有 GC 固件的 PC 卡插到控制部器中, 并把控制器和 GC 连接在一起。

3. 屏幕显示如下:

Status / Service / Update / Mod Update



4. 选择控制器升级文件按 **Execute**。

注意

升级程序还没有完成或取消升级时，不要把控制器和 GC 的连接断开。如果在固件升级过程中断开控制器，就会破坏控制器的程序使控制不能运转。

5. 当确认屏幕出现时，要回答：
 - **Yes** 调用控制器的固件，此过程要用 2 min 的时间。
 - **No** 取消调用控制器的固件，原有固件保持不变。
6. 当完成升级后，需要重新启动控制器使用新的固件。