

第三章 操作使用

3.1 电源开启

GC7900 气相色谱仪的电源开关在仪器左侧后下方。把开关往标有[开]的位置按下，电源即被接通，然后仪器会进行大约 30 秒的初始化检查。初始化检查完成后，按键盘上的“主菜单”键，仪器显示屏将显示如图 3-1 所示的主菜单界面。

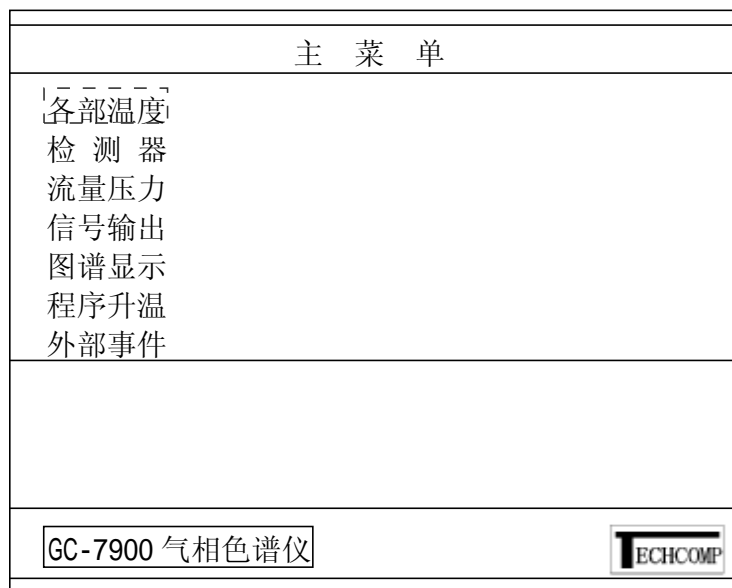


图 3-1 GC7900 主菜单界面

△ 留意事项

在进样垫、石英玻璃衬管的安装、更换工作完成之前，在色谱柱安装完成之前，在载气通入仪器之前，请不要打开电源，并让进样器、检测器、色谱柱箱的温度上升，因为这样有可能对仪器、色谱柱等造成损伤。

3.2 色谱柱箱门的开关方法

色谱柱箱门的下侧有抬板，用左手轻轻往里按住门，同时用右手把抬板向上抬，门锁就会松开。关门时，把门往色谱柱箱的方向轻轻推上，门锁就会扣住。



注 意

打开柱箱的门之前，先确认柱箱的温度已降到接近室温，在高温状态下开门容易烫伤。

3.3 毛细管柱进样器石英玻璃衬管的安装与更换

在出厂的 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱进样器中，已装有石英玻璃衬管。在仪器的附件中，也有石英玻璃衬管的备件。石英玻璃衬管属于易损易耗的配件，如果污染、碎裂等现象，则需要重新安装或更换。

安装或更换石英玻璃衬管请按以下步骤进行。

- (1) 使用尺寸合适的扳手，把毛细管柱进样器的石英玻璃衬管的固定螺帽逆时针方向旋松，取下该螺帽。
- (2) 用镊子夹住进样器内的石英玻璃衬管，垂直向上将其取出。
- (3) 将专用的 O 型密封圈(附件)装在准备换上的石英玻璃衬管上部 2~3mm 的位置上。
- (4) 把新的石英玻璃衬管垂直向下装入毛细管柱进样器内。
- (5) 装上固定螺帽。先用手将固定螺帽顺时针方向拧紧，再用扳手旋紧约 1/6 圈。装好之后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气请加力拧紧。但需注意如果紧固过头，石英玻璃衬管会有破损的可能。



警告

安装、更换石英玻璃衬管之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易烫伤。

△ 留意事项

- (1) 在安装、更换石英玻璃衬管时注意不要弄脏石英玻璃衬管的表面和内部，否则会对分析结果产生不良影响。
- (2) 石英玻璃衬管内部如果填有石英棉等，则在更换之前先将色谱柱的输入压力降下来，在高气压下打开进样器，里面的填充物可能会喷出。
- (3) 在已经安装好色谱柱的状态下更换石英玻璃衬管时，为避免色谱柱的性能退化，请务必把柱箱温度降下来。更换结束，柱箱重新升温之前，先用载气把可能混入系统内的空气吹掉。
- (4) 毛细管柱进样器中，根据进样模式不同，使用的石英玻璃衬管种类也不一样，请根据进样模式选择使用石英玻璃衬管。

3.4 进样垫的安装与更换

在出厂的 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱进样器中，已装有进样垫。在仪器的附件中，也有进样垫的备件。进样垫属于易损易耗的配件，多次进样后就需要重新安装或更换。

进样垫的安装、更换请按以下步骤进行。

- (1) 用手逆时针方向转动取下进样垫的固定螺帽。
- (2) 取下旧的进样垫时，用镊子等较为容易取出。
- (3) 把新的进样垫放入进样器中，请尽量用镊子，不要用手直接接触进样垫。
- (4) 装上进样垫固定螺帽，顺时针方向拧紧，固定进样垫。这时如果用力过头，注射器的针就不容易插进去，这是造成注射器的针弯曲或折断的原因，但是不拧紧又会引起漏气。因此请掌握力度用手轻轻拧到合适的位置，以既不漏气又容易进针为准。



安装、更换进样垫之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易烫伤。

△ 留意事项

- (1) 在安装、更换进样垫时，注意不要弄脏进样垫的表面，否则会对分析结果产生不良影响。
- (2) 石英玻璃衬管内部如果填有石英棉等，则在更换进样垫之前先将色谱柱的输入压力降下来，在高气压下打开进样器，里面的填充物可能会错位或喷出。
- (3) 在已经安装好色谱柱的状态下更换进样垫时，为避免色谱柱的性能退化，请务必把柱箱温度降下来。更换结束，柱箱重新升温之前，先用载气把可能混入系统内的空气吹掉。

3.5 毛细管色谱柱的安装

3.5.1 毛细管柱架的安装

为了将毛细管色谱柱安装在柱箱内，必须使用附件中的毛细管柱架，请按照以下步骤安装毛细管柱架。

- (1) 用左手轻轻往里按住门，同时用右手把门右侧下方的抬板向上抬起，打开柱箱的大门。
- (2) 将毛细管柱架放入柱箱内部。

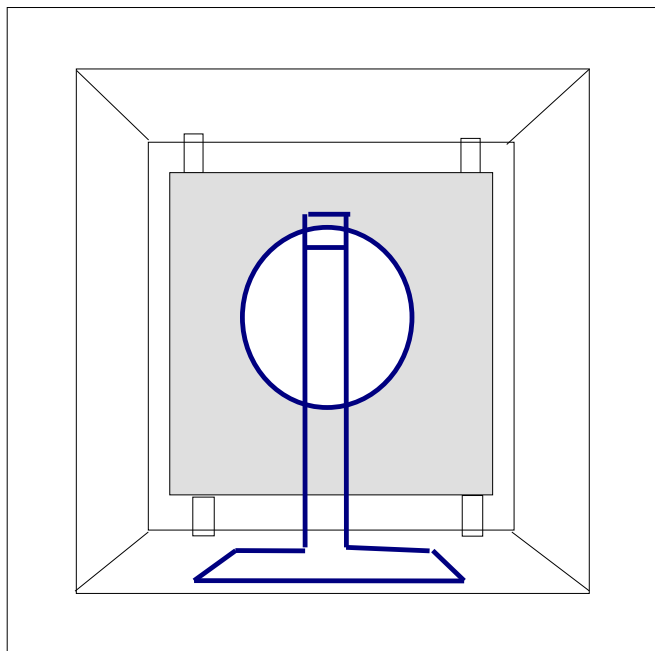
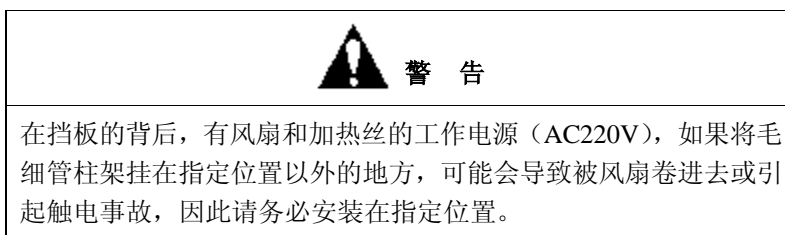


图 3-2 毛细管色谱柱架的安装

毛细管柱通常绕在金属框上，此框应悬挂在柱箱内的毛细管柱架上。悬挂位置取决于框的直径，最好使柱位于柱箱中央。柱两端由框的底部伸出，弯曲朝向进样器接口和检测器接口。不要让毛细管色谱柱的任何部位碰到柱箱内壁。毛细管柱架在柱箱内的位置，以及毛细管柱在悬挂在毛细管柱架上，如图 3-2 所示。

3.5.2 安装毛细管色谱柱的准备

请使用 GC7900 气相色谱仪专用的螺帽和石墨垫圈，将柔性石英毛细管色谱柱与进样器及检测器连接，石墨垫圈的选择根据使用的色谱柱口径尺寸决定。

毛细管色谱柱穿过石墨垫圈时，石墨垫圈的碎屑可能会附在色谱柱前端上。为防止碎屑进入、堵塞色谱柱以及由此引起峰的拖尾，在安装毛细管色谱柱之前，请依照以下步骤进行处理（参照图 3-3）。

(1) 把毛细管色谱柱穿过毛细管柱螺母和石墨垫圈，与毛细管柱进样器及检测器连接安装时，石墨垫圈的尖端朝上。

(2) 用锋利小刀在毛细管色谱柱前端数毫米的地方划出伤痕，再用手指轻轻将其掰断。

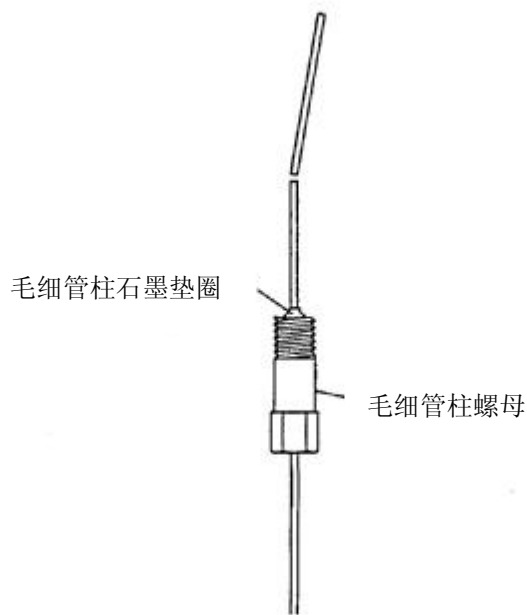
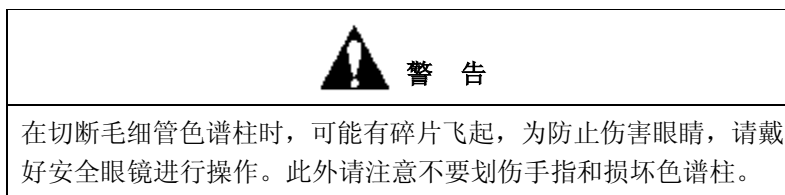


图 3-3 毛细管色谱柱的切断及石墨垫圈的尖端方向

3.5.3 毛细管色谱柱与毛细管柱进样器的连接安装

- (1) 将毛细管色谱柱架安装在色谱柱箱内。
- (2) 将安装在进样器一侧的色谱柱前端穿进毛细管柱螺帽和石墨垫圈，石墨垫圈的尖端朝向色谱柱前端（进样器方向），然后切去少许色谱柱（参照 3.5.2 小节）。
- (3) 让色谱柱前端伸出石墨垫圈的尖端约 12mm，用记号笔或涂改液在螺帽底部位置的色谱柱上做个记号。

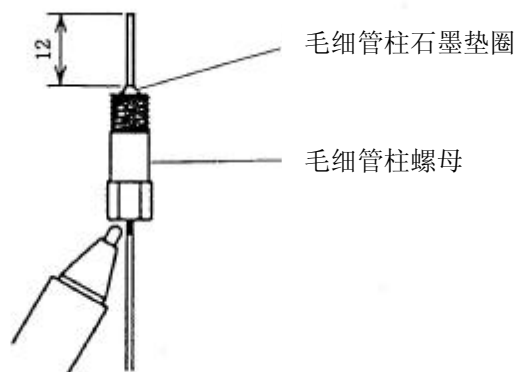


图 3-4 毛细管色谱柱的长度

- (4) 把毛细管色谱柱垂直的插入毛细管柱进样器的色谱柱安装部位，让色谱柱上的记号位置与毛细管柱螺母底部达到一致，再用手将毛细管柱螺母拧紧，然后使用扳手旋转 1/4 圈。最后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气，再稍稍拧紧一点，直到不漏气为止。

3.5.4 毛细管色谱柱与 FID 检测器的连接安装



警告

- (1) GC7900 气相色谱仪 FID 检测器的喷嘴上加有 $\pm 200\text{V}$ 的极化电压。因此金属制的或者镀有金属外层的毛细管色谱柱不能直接使用，否则会引起触电事故。请使用金属毛细管色谱柱的专用连接件。
- (2) 在加热丝挡板的背后，有风扇和加热丝的工作电源（AC220V），如果把手指或金属类物品插入加热丝挡板的背后，可能会导致被风扇卷进去或触电事故，因此请务必加以注意。

将毛细管色谱柱与 FID 检测器连接安装之前，请先把附件中的 FID 检测器用毛细管色谱柱过渡接头，装在 FID 检测器上。

- (1) 把 6.5mm 柱螺母和石墨垫圈穿进 FID 检测器用的毛细管色谱柱过渡接头，石墨垫圈的尖端向上（FID 检测器方向）。

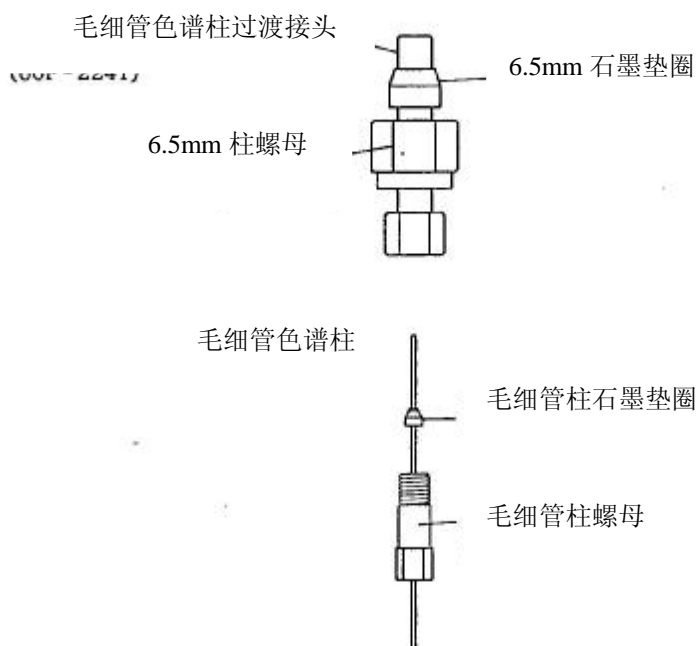


图 3-5 FID 检测器的毛细管柱过渡接头

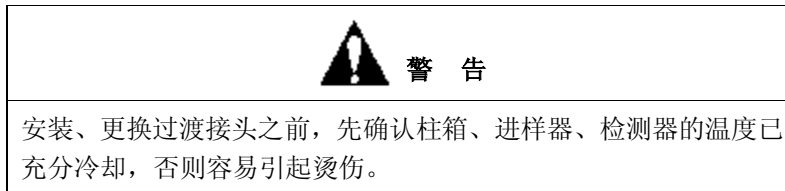
- (2) 将过渡接头垂直地装入 FID 检测器中，用手将 6.5mm 柱螺母拧紧。
- (3) 再用扳手紧固 1/4~1/2 圈。
- (4) 将安装在检测器一侧的毛细管色谱柱前端穿进毛细管柱螺母和石墨垫圈，石墨垫圈的尖端朝向色谱柱前端（FID 检测器方向），然后切断少许色谱柱先端。
- (5) 把毛细管色谱柱垂直平稳地插入过渡接头，当色谱柱的前端顶着喷嘴时，先用手拧紧毛细管柱螺母，然后把色谱柱退下来约 1mm 左右，再用扳手紧固约 1/4 圈。
- (6) 最后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气，再稍稍拧紧一点直到不漏气为止。

△ 留意事项
在其它检测器上安装毛细管色谱柱时，可以参照 FID 检测器的毛细管色谱柱安装方法。

3.6 不锈钢填充色谱柱的安装

在 GC7900 气相色谱仪上, 安装 3mm、4mm 的填充色谱柱需要使用过渡接头; 安装 5mm、6mm 的填充色谱柱不需要使用过渡接头, 可以直接装在填充柱进样器的接头上。

3.6.1 不锈钢填充色谱柱用进样器过渡接头的安装



- (1) 把 6mm 柱螺母和石墨垫圈穿进进样器的过渡接头, 石墨垫圈的尖端向上 (进样器方向)。
- (2) 将过渡接头垂直地插入进样器到底, 并用手将 6mm 柱螺母拧紧。
- (3) 再用扳手紧固 1/4~1/2 圈。
- (4) 安装好色谱柱后进行探漏试验, 确认无漏气现象。如果漏气, 再加力拧紧一点直到不漏气为止。

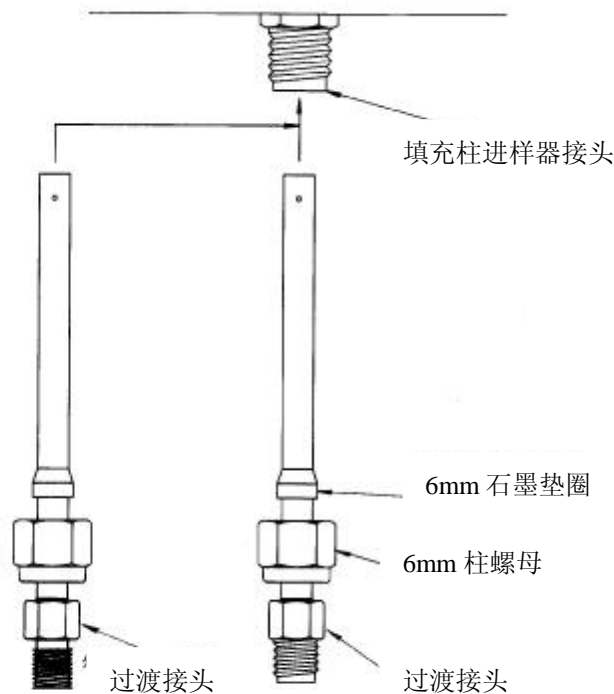



图 3-5 填充柱进样器过渡接头

3.6.2 不锈钢填充色谱柱用的 FID 检测器过渡接头的安装

在 GC7900 气相色谱仪上, 安装 3mm、4mm 的填充色谱柱需要使用过渡接头; 安装 5mm、6mm 的填充色谱柱不需要使用过渡接头, 可以直接装在检测器的接头上。

 警告
安装、更换过渡接头之前, 先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却, 否则容易引起烫伤。

(1) 把密封螺帽和石墨垫圈穿进 FID 检测器过渡接头, 石墨垫圈的尖端向上 (FID 检测器方向)。

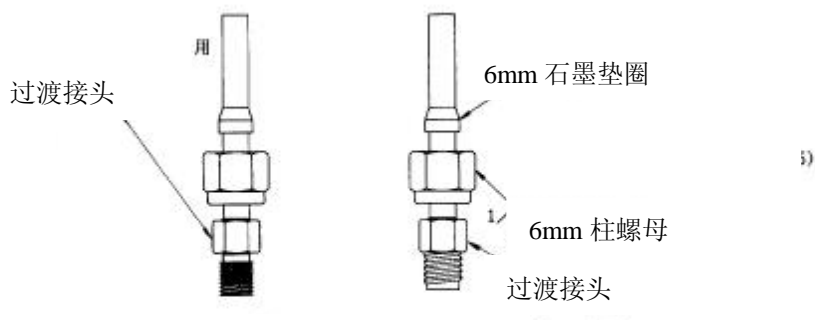


图 3-6 填充色谱柱用的 FID 检测器过渡接头的安装

- (2) 将过渡接头垂直地插入 FID 检测器到底, 并用手将 6mm 柱螺母拧紧。
- (3) 再用扳手紧固 1/4~1/2 圈。
- (4) 安装好色谱柱后进行探漏试验, 确认无漏气现象。如果漏气, 再加力拧紧一点直到不漏气为止。

△ 留意事项
在其它检测器上安装填充柱过渡接头时, 可以参照 FID 检测器的填充柱过渡接头安装方法。

3.6.3 不锈钢填充色谱柱的安装

安装不锈钢填充色谱柱之前，先将进样器、检测器的过渡接头安装好（参照 3.6.1~3.6.2 小节）。外径 5mm、6mm 的不锈钢填充色谱柱不需要过渡接头，可以直接装在检测器的接头上。



安装、更换色谱柱之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易引起烫伤。

- (1) 将 3mm、4mm 柱螺母和石墨垫圈穿进不锈钢填充色谱柱，石墨垫圈的尖端向上。
- (2) 将填充色谱柱垂直地插入过渡接头，当色谱柱的前端顶到底时，先用手拧紧柱螺母，然后把色谱柱退下来约 1mm~2mm 左右，再用扳手紧固约 3/4 圈。



安装不锈钢填充色谱柱时不可将色谱柱顶死，否则拧紧密封螺母后色谱柱的先端有可能会膨胀，不仅影响分析结果，还可能使色谱柱无法拆下。

- (3) 最后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气，再加力拧紧一点直到不漏气为止。



不能将密封螺帽拧紧过头，否则反而容易引起漏气。

△ 留意事项

- (1) 取下的色谱柱再次安装时，用手拧紧之后，再用扳手再增加紧固约 1/4 转即可。
- (2) 如果原来的石墨垫圈已损坏，请更换新的石墨垫圈。

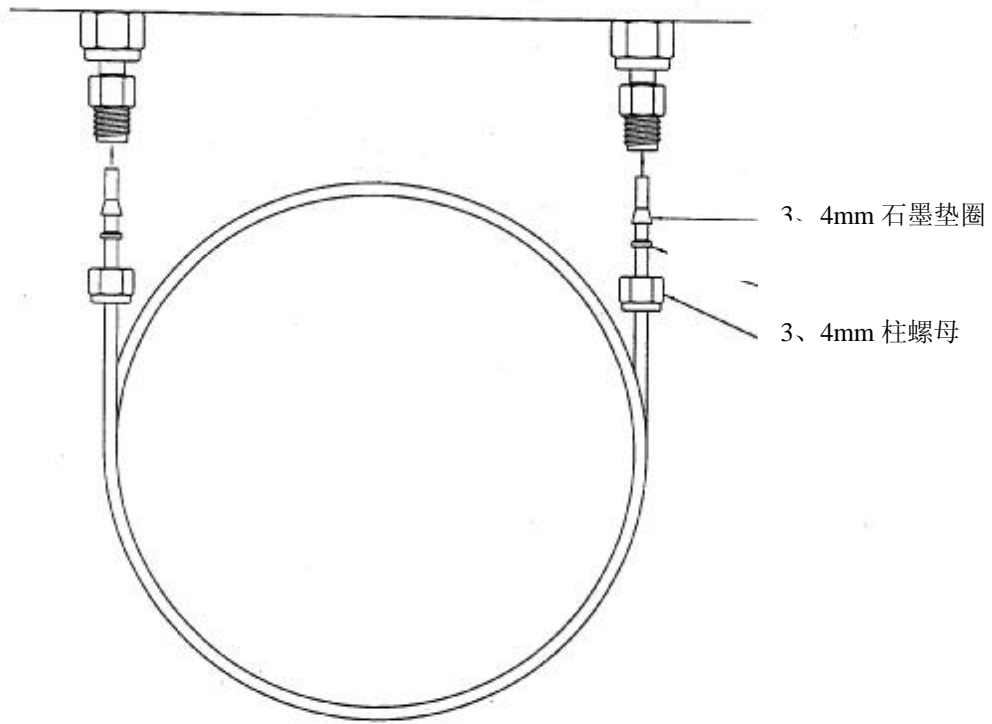


图 3-7 不锈钢填充色谱柱的安装

3.6.4 玻璃填充色谱柱的安装

GC7900 气相色谱仪专用的玻璃填充色谱柱（外径 6mm），可以直接安装在进样器和检测器上，不需要使用过渡接头。

安装玻璃填充色谱柱时，请使用石墨垫圈，在绝缘性和耐高温性方面，石墨垫圈有它的优越性，不过硅橡胶 O 型圈密封性好，比较容易安装玻璃填充色谱柱。



警告

安装、更换色谱柱之前，先确认柱箱、进样器、检测器的温度已充分冷却，否则容易引起烫伤。

- (1)首先在色谱柱的两穿进密封螺帽和石墨垫圈。
- (2)把色谱柱的两端，分别插入进样器和检测器。
- (3)把色谱柱顶到底后，再退出 1~2mm，用手把密封螺帽拧紧。
- (4)如果使用石墨垫圈和密封螺帽，用扳手拧紧约 1/2 圈；如果是硅橡胶 O 型圈，用手的力量就足够了。
- (5)最后进行探漏检测，确认无漏气现象，如果漏气，再加力拧紧一点直到不漏气为止。

△ 留意事项

- (1) 请选用专用的玻璃色谱柱，玻璃色谱柱的尺寸如果不对，将不能安装。
- (2) TCD 检测器上不能安装使用玻璃填充色谱柱。
- (3) 安装玻璃填充色谱柱时，密封螺帽不可拧紧过度，否则可能引起玻璃填充色谱柱碎裂。

3.7 气体流量的设定

3.7.1 分流进样时载气流量的设定

进行分流进样时，请把供应给仪器的载气压力（气瓶减压阀）设定在 $3.5\text{kg}/\text{cm}^2 \sim 4\text{kg}/\text{cm}^2$ 。

进行分流进样时，请使用载气流量调节部和分流/不分流进样器流量调节部中，下述的3个旋钮调节载气流量。

分流进样时载气流量的设定

气体流量调节	使用的调节旋钮种类
色谱柱流量	[分流] 调节旋钮
分流流量	[载气 3] 调节旋钮
隔膜清洗流量	[隔膜] 调节旋钮

色谱柱流量

毛细管色谱柱最合适的柱流量，可以根据色谱柱的内径、长度以及载气的种类，大致得到判定。通过绘制座标图的方式可以求得相应的 HETP 曲线，用氮作为载气时的 HETP 曲线如图 3-8 所示。

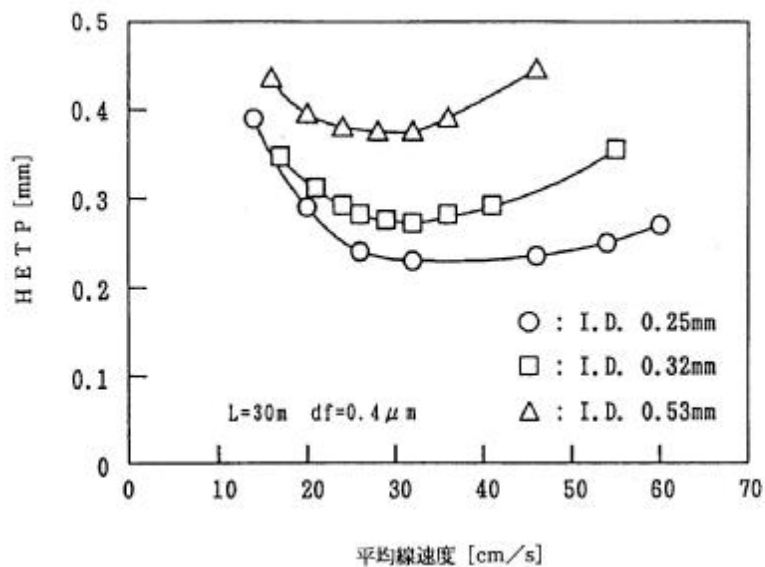


图 3-8 HETP 曲线

所谓 HETP 是指理论段数为 1 时所对应的色谱柱长度，该值越小，色谱柱的性能越好。线速度是指单位时间内载气在色谱柱内移动的距离，与色谱柱流量有下列的关系。

$$\text{色谱柱流量[ml/min]} = \text{线速度[cm/s]} \times 60[\text{s/min}] \times \text{色谱柱截面积[cm}^2\text{]}$$

从图 3-8 中可以看出，氦气为载气时，平均线速度为 30cm/s 时，HETP 的值最小，且与毛细管色谱柱的内径没有关系。

在下表中，列出了色谱柱长度为 30cm、平均线速度为 30cm/s 时色谱柱输入压力（柱前压）的值。如果色谱柱长度增加一倍，为得到相同的线速度色谱柱输入压力（柱前压）也需要增加一倍左右，其他长度的色谱柱也可参考。

以上所述均为大约数据，如果需要准确的平均线速度请参照流量测定的有关章节进行测量。

此外由于色谱柱流量是由背压阀调节控制的，柱箱升温时流量会随着色谱柱温度上升而减少，因此推荐在合适的色谱柱温度下设定色谱柱流量。

平均线速度为 30cm/s 时的色谱柱输入压力
(载气：氦气 色谱柱温度：40℃ 色谱柱长度：30m)

色谱柱内径	色谱柱输入压力（柱前压）	流量
0.25mm	95Kpa(0.97kgf/cm ²)	1.4ml/min
0.32mm	49Kpa(0.50kgf/cm ²)	1.8ml/min
0.53mm	23Kpa(0.23kgf/cm ²)	4.5ml/min

分流流量

毛细管色谱柱因容积小的缘故，对样品的进样量是有限制的，因此只能把样品的一小部分进入色谱柱，其余部分由分流气体排出仪器外。

在下表中，列出了各种规格的毛细管色谱柱允许的进样量。请根据样品的浓度和色谱柱的种类设定分流流量，防止进样量过大引起色谱柱的饱和、损坏。

毛细管色谱柱的种类及其允许进样量

色谱柱内径	液膜厚度	每次允许进样量
0.53mm	1.0~5.0um	1000ng~4000ng
0.32mm (0.35mm)	1.0um~5.0um	400ng~2000ng
	0.25um~0.5um	150ng~300ng
	0.1um~0.2um	60ng~150ng
0.25mm	1.0um~1.5um	300ng~450ng
	0.25um~0.5um	100ng~200ng
	0.1um~0.2um	40ng~100ng



警告

如果用分流进样方式分析有害样品，请把分流失空处排出的气体通入适当的过滤收集装置，或引到室外排放，避免对操作人员造成伤害。

隔膜清洗流量

进样垫在高温状态下可能挥发化学成分，要是进入毛细管色谱柱会影响分析结果。设置隔膜清洗功能，让载气气体带走可能挥发的化学成分，就是为了防止这种现象发生。使用 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱分流/不分流进样器时，请设置 3~5ml/min 的隔膜清洗流量。

各个流量的设定，按下列步骤进行。

(1) 选择外部事件子菜单画面中的“隔膜清洗”项，确认是否显示[开]，如果显示[关]，请设置为[开]。

(2) 把毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮逆时针旋转，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示为 0。

(3) 把毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮顺时针旋转到底，关闭隔膜清洗。

(4) 把皂膜流量计接到[分流出口]，旋转打开载气流量调节部的[载气 3]旋钮，调节载气流量（总流量 = 色谱柱流量 + 分流流量 + 隔膜清洗流量）。

(5) 调节色谱柱流量。顺时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示的数值符合希望的色谱柱输入压力（柱前压）。

(6) 然后调节隔膜清洗流量。把皂膜流量计接到[隔膜出口]，逆时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮，测定并使隔膜清洗流量符合要求。

(7) 分析开始之前，请参照[平均线速度的测定方法]一节测定线速度。如果需要调整线速度时，请用毛细管柱进样器流量调节部分的[分流]旋钮来调节。

平均线速度的测定方法

注入不会被色谱柱吸附的样品（通常用甲烷），把得到的该样品的保留时间代入下式，求出平均线速度。

$$\text{平均线速度[cm/s]} = \frac{\text{色谱柱长度[m]} \times 100[\text{cm/m}]}{\text{甲烷的保留时间[min]} \times 60[\text{min}]}$$

色谱柱流量的换算：

把求出的平均线速度代入下式，可以求得大致的色谱柱流量。

$$\text{色谱柱流量[ml/min]} = \text{平均线速度[cm/s]} \times 60[\text{s/cm}] \times (\text{色谱柱半径})^2[\text{cm}^2] \times \pi$$

如果要求得更为准确的色谱柱流量，需要把上述色谱柱流量除以修正系数<J>。

$$J = \frac{3\{(P1/P0)^2 - 1\}}{2\{(P1/P0)^3 - 1\}}$$

P0: 色谱柱输出压力 = 大气压 101.3KPa

P1: 色谱柱输入压力 = [载气 3 柱前压力]的显示值 + 大气压 101.3 KPa.

△ 留意事项

- (1) 如果色谱柱流量（线速度）变化，虽然隔膜清洗流量不变化，但分流流量会变化，请用[载气 3]旋钮重新调整。
- (2) 调整分流流量时，请使用[载气 3]旋钮，此时色谱柱流量和隔膜清洗流量不会变化。
- (3) 调整隔膜清洗流量时，请使用[隔膜]旋钮，此时虽然色谱柱流量不变化，但分流流量会变化。

3.7.2 不分流进样时载气流量的设定

进行不分流进样时,请把供应给仪器的载气压力(气瓶减压阀)设定在 $3.5\text{kg}/\text{cm}^2 \sim 4\text{kg}/\text{cm}^2$ 。

进行不分流进样与进行分流进样时一样,请使用载气流量调节部和毛细管柱进样器流量调节部中下述的3个旋钮调节载气流量。

不分流进样时载气流量的设定

气体流量调节	使用的调节旋钮种类
色谱柱流量	[分流] 调节旋钮
分流流量	[载气 3] 调节旋钮
隔膜清洗流量	[隔膜] 调节旋钮

色谱柱流量

不分流进样时,样品的进样量应根据色谱柱流量的不同而变化。图 3-9 显示的是色谱柱流量在 $1 \sim 10\text{ml}/\text{min}$ 时,不分流时间(分流[关]的模式)和峰面积值的关系。

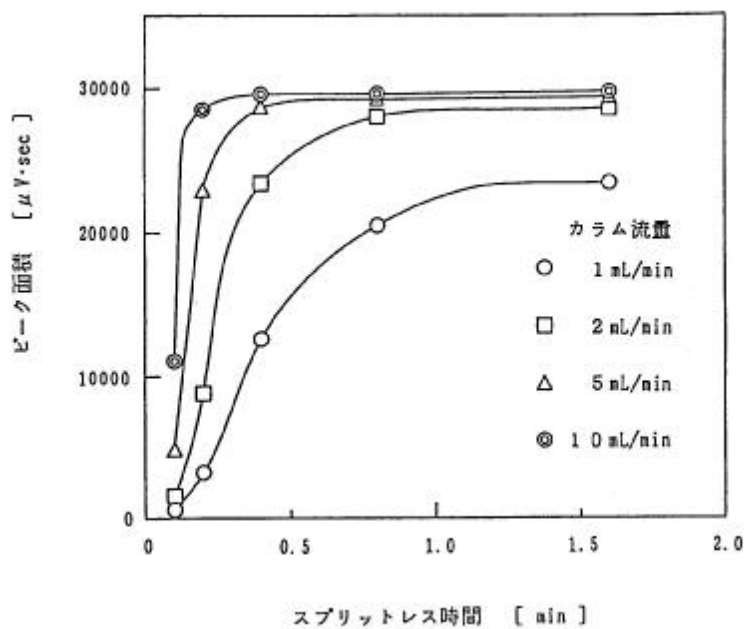


图 3-9 HETP 曲线

色谱柱流量在 5ml/min 以上、不分流时间在 0.4min 以上时，峰面积值基本保持一定。如果色谱柱流量为 2ml/min 时，得到大致相同峰面积值的不分流时间需要 0.8min 以上。如果色谱柱流量减少到 1ml/min，无论不分流时间设置多长也不可能得到大致相同的峰面积值，这是样品未完全进入色谱柱的情况。因此，要提高进样效率就应该设置较大的色谱柱流量。

但是，为了得到较好的分离效果，还要根据使用的毛细管色谱柱的内径、长度、载气的种类等，来设置最合适的色谱柱流量。色谱柱流量太大，分离效果就会下降。

由此得知，不分流进样时在保证分离效果的前提下，应设置合适的色谱柱流量，使尽可能多的样品进入色谱柱从而得到较大的峰面积值。推荐使用 2ml/min 以上的色谱柱流量。

分流流量

在不分流进样时，分流气体的作用是在进样大致结束时，把石英玻璃衬管内残留的溶剂蒸气清扫排出，抑制溶剂峰的拖尾现象。因此，分流流量与进入色谱柱的样品量没有直接关系，使用时请设置在 50ml/min 左右。

隔膜清洗流量

进样垫在高温状态下可能挥发化学成分，要是进入毛细管色谱柱会影响分析结果。设置隔膜清洗功能，让载气气体带走可能挥发的化学成分，就是为了防止这种现象发生。使用 GC7900 气相色谱仪的毛细管柱分流/不分流进样器时，请设置 3~5ml/min 的隔膜清洗流量。

各个流量的设定，按下列步骤进行。

(1) 选择外部事件子菜单画面中的“隔膜清洗”项，确认是否显示[开]，如果显示[关]，请设置为[开]。

(2) 把毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮逆时针旋转，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示为 0。

(3) 把毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮顺时针旋转到底，关闭隔膜清洗。

(4) 把皂膜流量计接到[分流出口]，旋转打开载气流量调节部的[载气 3]旋钮，调节载气流量（总流量 = 色谱柱流量 + 分流流量 + 隔膜清洗流量）。

(5) 调节色谱柱流量。顺时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[分流]旋钮，使流量压力子菜单中的[载气 3 柱前压力]显示的数值符合希望的色谱柱输入压力（柱前压）。

(6) 然后调节隔膜清洗流量。把皂膜流量计接到[隔膜出口]，逆时针旋转毛细管柱进样器流量调节部的[隔膜]旋钮，测定并使隔膜清洗流量符合要求。

(7) 分析开始之前，请参照[平均线速度的测定方法]一节测定线速度。如果需要调整线速度时，请用毛细管柱进样器流量调节部分的[分流]旋钮来调节。

平均线速度的测定方法

注入不会被色谱柱吸附的样品（通常用甲烷），把得到的该样品的保留时间代入下式，求出平均线速度。

$$\text{平均线速度[cm/s]} = \frac{\text{色谱柱长度[m]} \times 100[\text{cm/m}]}{\text{甲烷的保留时间[min]} \times 60[\text{min}]}$$

色谱柱流量的换算：

把求出的平均线速度代入下式，可以求得大致的色谱柱流量。

$$\text{色谱柱流量[ml/min]} = \text{平均线速度[cm/s]} \times 60[\text{s/cm}] \times (\text{色谱柱半径})^2[\text{cm}^2] \times \pi$$

如果要求得更为准确的色谱柱流量，需要把上述色谱柱流量除以修正系数<J>。

$$J = \frac{3\{(P1/P0)^2 - 1\}}{2\{(P1/P0)^3 - 1\}}$$

P0: 色谱柱输出压力 = 大气压 101.3KPa

P1: 色谱柱输入压力 = [载气 3 柱前压力]的显示值 + 大气压 101.3 KPa.

△ 留意事项

- (1) 如果色谱柱流量（线速度）变化，虽然隔膜清洗流量不变化，但分流流量会变化，请用[载气 3]旋钮重新调整。
- (2) 调整分流流量时，请使用[载气 3]旋钮，此时色谱柱流量和隔膜清洗流量不会变化。
- (3) 调整隔膜清洗流量时，请使用[隔膜]旋钮，此时虽然色谱柱流量不变化，但分流流量会变化。

3.7.3 填充柱进样时载气流量的设定

进行填充柱进样时,请使用载气流量调节部分的 [载气 1] 或[载气 2]旋钮来调节载气流量,因为色谱柱流量由质量稳流阀进行稳流,所以在升温分析时,即使柱箱(色谱柱)温度有变化,流量也能保持稳定。

但是质量稳流阀的输入压力和输出压力之差小于 $1\text{kg} / \text{cm}^2$ 的话,稳定的效果会降低。仪器出厂时,载气稳压阀(仪器背部)的输出压力被调整在 $3\text{kg} / \text{cm}^2$ 。如果分析时色谱柱输入压力(柱前压)需要超过 $3\text{kg} / \text{cm}^2$,则必须进行下列步骤的调整。

- (1) 把供应给仪器的载气压力(气瓶减压阀)设定在 $4.5\text{kg} / \text{cm}^2 \sim 5\text{kg} / \text{cm}^2$ 。
- (2) 用一字螺丝刀把仪器背部的载气稳压阀旋钮,顺时针旋转二圈。

直接进样时载气流量的设定旋钮

气体流量调节	使用的调节旋钮种类
进样器 1 色谱柱流量	[载气 1]调节旋钮
进样器 2 色谱柱流量	[载气 2]调节旋钮

△ 留意事项

一般情况下,请不要随意调整仪器背部的载气稳压阀的输出压力,避免造成意外的压力、流量波动。

测量填充色谱柱流量时,可将皂膜流量计接在填充色谱柱的出口处直接进行测量;使用 TCD 检测器时,也可把皂膜流量计接到 TCD 检测器的放空出口处进行测定。

可以调节[载气 1]、[载气 2] 旋钮,设置相应填充柱进样器的色谱柱流量。



警告

如果用 TCD 检测器分析有害样品,请把 TCD 检测器放空处排出的气体通入适当的过滤收集装置,或引到室外排放,避免对操作人员造成伤害。



注意

在检测器的放空处测定气体流量时,请先确认检测器和色谱柱箱等的温度已冷却到接近室温。必须在高温状态下测定气体流量时,请充分注意安全避免引起烫伤。

3.7.4 检测器气体流量的设定

GC7900 气相色谱仪采用组合阀，来提供给各个检测器正常工作所需的氢气、空气、尾吹气等辅助气。各个组合阀的输出流量，在仪器出厂时均已调整好。一般情况下使用时，只需打开/关闭组合阀上相关旋钮的开关阀（外圈）即可。

特殊情况下必须要调节辅助气的流量时，可用小起子调节组合阀上相关旋钮的针型阀（内圈）。逆时针旋转流量增大，反之减少。

请把供应给仪器的 FID、NPD、FPD 检测器用的气体压力（气瓶减压阀）按下表所述进行设定。

提供给 FID、NPD、FPD 检测器的辅助气体输入压力

气体	输入压力
氢气	2kg / cm ² ~4kg / cm ²
空气	3kg / cm ² ~4kg / cm ²
尾吹气	3.5kg / cm ² ~4kg / cm ²



警告

(1) FID、NPD、FPD 检测器是把氢气作为燃气使用的，有时氢气还会被用作 TCD 检测器的载气。由于氢气是易燃易爆气体，使用时请充分注意安全，对氢气管道的探漏试验应特别仔细。

(2) FID、NPD、FPD 检测器上未安装色谱柱，而将[氢气]旋钮打开的话，氢气可能进入色谱柱箱内，在加热状态下会有爆炸的危险。因此不使用 FID、NPD、FPD 检测器时，请务必将检测器组合阀上的[氢气]旋钮关闭。

氢气流量

为形成火焰燃烧而使用氢气作为燃气，氢气的压力通过仪器背部的氢气稳压阀来设定，流量可通过组合阀上的针型阀来调节，均已在仪器出厂时进行了调整。FID 检测器的灵敏度会随着氢气、空气、载气流量平衡状态的不同而变化。

空气流量

空气在 FID 检测器中作为助燃气，空气的压力通过仪器背部的空气稳压阀来设定，空气流量可通过组合阀上的针型阀来调节，均已在仪器出厂时进行了调整。

尾吹气流量

FID 检测器的灵敏度会随着载气流量变化而不同。GC7900 气相色谱仪的 FID 检测器在载气流量为 30ml/min 左右时，能得到最佳灵敏度。但是毛细管色谱柱的载气流量通常是较低的流量，因此在色谱柱的出口处追加 30ml/min 左右的载气流量，该追加的流量就称为尾吹气。

尾吹气和载气不是相同种类的气体也没关系，从提高检测灵敏度的角度考虑，推荐使用氮气。

尾吹气的流量由仪器正面右上方的 FID 组合阀上的[尾吹]旋钮来调节控制，内侧是针形阀用来调节流量大小，外侧是开关阀用来控制尾吹气的供应或停止。

3.8 温度的设定

GC7900 气相色谱仪可以对色谱柱箱、进样器、检测器等加热器部分进行温度控制，对色谱柱箱的温度控制可以编制最大 9 阶的升温程序。

在仪器的主菜单界面下，选择“各部温度”子菜单，即可对色谱柱箱、进样器、检测器等加热器部分进行温度设定。在工作站的主菜单界面下，输入色谱柱箱、进样器、检测器等加热器部分的数值，也可进行温度设定。

△ 留意事项

在进行各项设定时，如果输入值超过输入范围，显示屏会出现警告信息，出现这种情况请按正确的设定方法重新输入。

3.8.1 检测器温度的设定



注 意

TCD 检测器的温度上升之前，请先确认载气已进入 TCD 检测器。如果在载气未进入 TCD 检测器（即 TCD 检测器中有空气存在）的情况下升温，TCD 检测器的钨丝会被氧化，导致性能劣化。

(1) 选择“各部温度”子菜单，显示屏会显示出检测器 1~3 位置上，当前所安装的检测器的实际温度和设定值。

(2) 选中准备设置温度的检测器，用数值键和[输入]键设定温度值，该检测器即会显示温度的设定值和实际值。

(3) 温度的设定值和实际值达到一致时，即表明该检测器的温度已经稳定。

(4) 如果准备改变检测器的温度设定，同样选中准备改变温度的检测器，用数值键和[输入]键输入数值，该检测器即会显示新的温度设定值和实际值，并最终达到稳定。

(5) 在工作站的主菜单界面下，输入相应“检测器”温度值，并点击[检测器]键，也可进行温度设定和显示。（参见图 2-31）

△ 留意事项

(1) 发现数值输入错误，若是在按[输入]键之前，可按[清除]键清除，再重新输入。如果是在按[输入]键之后，重新输入新的数值即可。

(2) 设定好的检测器温度数值，即使切断电源，仪器也会记忆。

3.8.2 进样器温度的设定

(1) 选择“各部温度”子菜单，显示屏会显示出当前所安装的进样器的实际温度和设定值。

(2) 选中准备设置温度的进样器，用数值键和[输入]键设定温度值，进样器即会显示温度的设定值和实际值。

(3) 温度的设定值和实际值达到一致时，即表明进样器的温度已经稳定。

(4) 如果准备改变进样器的温度设定，同样选中准备改变温度的进样器，用数值键和[输入]键输入数值，进样器即会显示新的温度设定值和实际值，并最终达到稳定。

(5) 在工作站的主菜单界面下，输入“进样口”温度值，并点击[进样口]键，也可进行温度设定和显示。（参见图 2-31）

△ 留意事项

(1) 发现数值输入错误，若是在按[输入]键之前，可按[清除]键清除，再重新输入。如果是在按[输入]键之后，重新输入新的数值即可。

(2) 设定好的进样器温度数值，即使切断电源，仪器也会记忆。

3.8.3 色谱柱箱温度的设定

(1) 选择“各部温度”子菜单，显示屏会显示出当前色谱柱箱的实际温度和设定值。

(2) 选中准备设置温度的色谱柱箱，用数值键和[输入]键设定温度值，色谱柱箱即会显示温度的设定值和实际值。

(3) 温度的设定值和实际值达到一致时，即表明色谱柱箱的温度已经稳定。

(4) 如果准备改变色谱柱箱的温度设定，同样选中准备改变温度的色谱柱箱，用数值键和[输入]键输入数值，色谱柱箱即会显示新的温度设定值和实际值，并最终达到稳定。

(5) 在工作站的主菜单界面下，输入“柱箱”温度值，并点击[柱箱]键，也可进行温度设定和显示。（参见图 2-31）

△ 留意事项

(1) 使用柱箱改变设定值时，温度程序中的[初始温度]的设定值也会同时改变，两者是连动的。

(2) 发现数值输入错误，若是在按[输入]键之前，可按[清除]键清除，再重新输入。如果是在按[输入]键之后，重新输入新的数值即可。

(3) 设定好的进样器温度数值，即使切断电源，仪器也会记忆。

3.8.4 色谱柱箱温度程序的设定

GC7900 气相色谱仪的色谱柱箱，可以设定包括初始温度在内最大九阶的升温程序。图 3-10 是一个三阶升温程序的示意图。

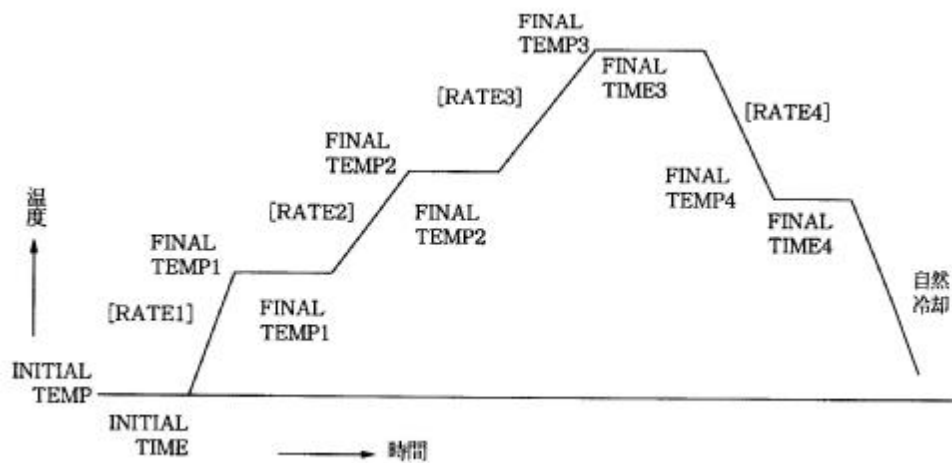


图 3-10 温度程序图示

温度程序设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“程序升温”项，按[确定]键，进入“程序升温”子菜单界面。

(2) 在“程序升温”子菜单中，选中“初始温度”项，用[数值]键和[确定]键输入初始温度值。

(3) 在“程序升温”子菜单中，选中“初始时间”项，用[数值]键和[确定]键输入初始时间值。

(4) 重复(2)、(3)的步骤，依次进行其余项目的程序设定。

(5) [速率]设定为[0]时，程序在此处结束。

(6) 按[主菜单]键返回仪器的主菜单，温度程序设定模式结束。

温度程序设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 工作站的主菜单中，打勾选“温度程序”项，并点击“温度程序”，进入“温度程序”子菜单界面。（参见图 2-31、图 2-32）

(2) 在“温度程序”子菜单中，输入初始温度值。

(3) 在“温度程序”子菜单中，输入初始时间值。

(4) 在“温度程序”子菜单中，输入一阶速率、一阶温度、一阶时间值。

(5) 重复(4)的步骤，输入其他速率、温度、时间值。

(5) [速率]设定为[0]时，程序在此处结束。

(6) 按[确定]键，温度程序设定模式结束。

3.9 检测器的设定

3.9.1 FID 检测器的设定方法

FID 检测器的设定方法介绍如下 (GC7900 键盘控制)。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中, 选中“检测器”项, 按[确定]键, 进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 FID 检测器, 可在“检测器”子菜单中, 选中“氢火焰检测器”项, 按[确定]键, 进入“氢火焰检测器”子菜单界面。

(3) 在“氢火焰检测器”子菜单中, 选中“温度”项, 用[数值]键和[确定]键输入氢火焰检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过氢火焰检测器的温度, 则此处也可不再设置。

(4) 在“氢火焰检测器”子菜单中, 选中“量程”项, 用[数值]键和[确定]键输入氢火焰检测器的量程指数值。

(5) 按键盘上的点火键, 点燃 FID 氢火焰。

(6) 基线稳定后, 在“氢火焰检测器”子菜单中, 选中“调零”项, 用[确定]键对氢火焰检测器进行零点调整。

FID 检测器的设定方法介绍如下 (D-7900 工作站控制)。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中, 选中“FID °C”项, 用[数值]键输入氢火焰检测器的温度值。(参见图 2-31、图 2-32)

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中, 选中“FID 量程”项, 用[数值]键输入氢火焰检测器的量程指数值。

(3) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中, 点击“点火”键, 点燃 FID 氢火焰。

(4) 基线稳定后, 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中, 点击“调零”键, 对氢火焰检测器进行零点调整。



为防止触电事故的发生, 进行 FID 检测器零件的清洗、更换等日常保养时, 请关闭 GC7900 主机电源, 并放置 1 分钟以上再进行, 务必不要将主机电源关闭之后马上开始保养工作。严禁在仪器电源接通的情况下进行 FID 检测器零件的清洗、更换等日常保养工作。

3.9.2 FID 检测器的点火

开始分析之前，按以下步骤给 FID 检测器点火并等待基线稳定。

(1) 把 FID 检测器组合阀的氢气、空气、尾气气（外圈）的旋钮逆时针旋转到底，打开开关阀。

(2) 按[点火]键，听见轻微的爆鸣声，表示火已点着。不容易听到爆鸣声时，请用扳手等镜面物体靠近 FID 检测器的放空出口，观察有无水蒸气来确认是否已点火成功。

也可以利用 D-7900 色谱工作站的数据采集功能，观察点火成功或基线稳定。

△ 留意事项

点火比较困难时，请用下述方法试一试。

- (1) 在空气流量较小的情况下（按[辅助]键）点火试试看。
- (2) 将尾气气关闭，用上述方法点火试试看，火点着后请不要忘记打开尾气气。
- (3) 暂时关闭空气开关阀，一边点火一边慢慢打开空气试试看。

3.9.3 基流值的确认

在“氢火焰检测器”子菜单中，选中“信号输出”项，用[开]键和[确定]键打开 FID 检测器的信号输出。

同样在“氢火焰检测器”子菜单中，利用“基流显示”项，可以观察 FID 检测器的基流信号，了解 FID 检测器的点火、基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“FID 通道 1”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 FID 检测器的基流信号，了解 FID 检测器的点火、基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 FID 检测器的点火、稳定等情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 1 未必一定对应 FID 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.4 FID 检测器量程的设定

FID 检测器的量程，可以从 10^0 （10 的 0 次方）到 $\sim 10^4$ （10 的 4 次方）范围内设定，实际设定时，只输入指数部分的数值（0~4）。FID 检测器的量程可以通过键盘设定，也可以通过工作站设定。

FID 检测器的量程

量程	信号大小
10^0	最大
10^1	10^0 量程的 1/10
10^2	10^0 量程的 1/100
10^3	10^0 量程的 1/1000
10^4	10^0 量程的 1/10000

3.9.5 FID 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪可以自动对 FID 检测器的输出信号进行调零。可以通过键盘进行调零，也可以通过工作站进行调零。分析开始之前，请务必进行输出信号的零点进行调整。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在点火之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

3.9.6 TCD 检测器的设定方法

TCD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 TCD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“热导池检测器”项，按[确定]键，进入“热导池检测器”子菜单界面。

(3) 在“热导池检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入热导池检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过热导池检测器的温度，则此处也可不再设置。

(4) 在“热导池检测器”子菜单中，选中“电流”项，用[数值]键和[确定]键输入热导池检测器的电流值。

(5) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对热导池检测器进行零点调整。

TCD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“TCD °C”项，用[数值]键输入热导池检测器的温度值。（参见图 2-31、图 2-32）

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“TCD 电流”项，用[数值]键输入热导池检测器的电流值。

(3) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对热导池检测器进行零点调整。

3.9.7 TCD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 TCD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 TCD 检测器的基流信号，了解 TCD 检测器的基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“TCD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 TCD 检测器的基流信号，了解 TCD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 TCD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 TCD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.8 TCD 检测器电流的设定



注意

在 TCD 检测器的钨丝上加电流之前，请确认载气已进入 TCD 检测器。如果在载气未进入 TCD 检测器（即 TCD 检测器中有空气存在）的情况下加电流，TCD 检测器的钨丝会被氧化，导致性能劣化甚至烧断钨丝。



注意

TCD 检测器的灵敏度与钨丝电流的大小成正比。但是不能为了提高灵敏度，而把钨丝电流无限增大，钨丝电流的设定要根据载气的种类和 TCD 检测器的温度来决定。请尽可能选择较低的钨丝电流值，可以延长钨丝的使用寿命。钨丝电流如果设置太大，钨丝会由于异常的高温而退化，甚至导致钨丝烧断。

TCD 检测器电流与温度的关系，如图 3-11 所示。

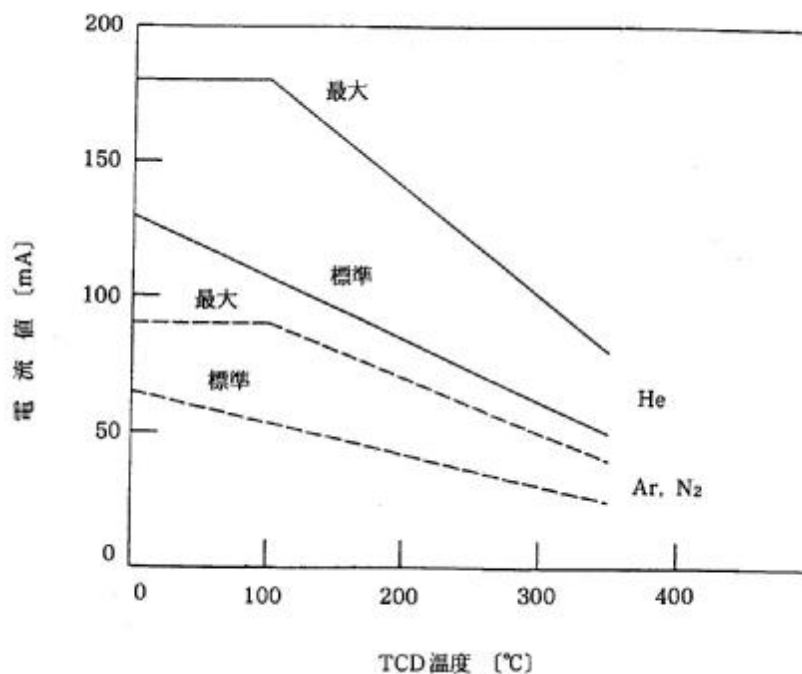


图 3-11 对应 TCD 检测器温度的钨丝电流值

3.9.9 ECD 检测器的设定方法

ECD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 ECD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“电子捕获检测器”项，按[确定]键，进入“电子捕获检测器”子菜单界面。

(3) 在“电子捕获检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入电子捕获检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过电子捕获检测器的温度，则此处也可不再设置。

(4) 在“电子捕获检测器”子菜单中，选中“电流”项，用[数值]键和[确定]键输入电子捕获检测器的电流值。

(5) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对电子捕获检测器进行零点调整。

ECD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“ECD °C”项，用[数值]键输入电子捕获检测器的温度值。

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“ECD 电流”项，用[数值]键输入电子捕获检测器的电流值。

(3) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对电子捕获检测器进行零点调整。



GC7900 气相色谱仪的 ECD 检测器使用 ^{63}Ni 放射源，直接面对时，会对人体造成伤害。使用 ECD 检测器时，排出的废气必须接到室外，管子出口的高度应在实验室建筑物顶 2 公尺以上，避免载气带出的放射性物质伤害人体或污染环境。



如果 ECD 检测器发生故障，必须送回本公司处理。请不要自行打开 ECD 检测器，避免受到放射性物质的伤害。在处理废弃的 ECD 检测器时，必须请有资质的部门、机构进行处理，禁止随意丢弃，避免造成对人体的伤害和对环境的污染。

3.9.10 ECD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 ECD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。
- (3) ECD 检测器如果被氧化，会有不能调零、基线漂移严重的情况，此时请对 ECD 检测器进行充分的老化，再进行使用。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 ECD 检测器的基流信号，了解 ECD 检测器的基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“ECD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 ECD 检测器的基流信号，了解 ECD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 ECD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 ECD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.11 NPD 检测器的设定方法

NPD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 NPD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“氮磷检测器”项，按[确定]键，进入“氮磷检测器”子菜单界面。

(3) 在“氮磷检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入氮磷检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过氮磷检测器的温度，则此处也可不再设置。

(4) 在“氮磷检测器”子菜单中，选中“量程”项，用[数值]键和[确定]键输入氮磷检测器的量程指数值。

(5) 打开 NPD 检测器的外置式专用工作电源，设置 NPD 检测器的铷珠工作电流。

(6) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对氮磷检测器进行零点调整。

NPD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“NPD °C”项，用[数值]键输入氮磷检测器的温度值。

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“NPD 量程”项，用[数值]键输入氮磷检测器的量程指数值。

(3) 打开 NPD 检测器的外置式专用工作电源，设置 NPD 检测器的铷珠工作电流。

(4) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对氮磷检测器进行零点调整。



注 意

在 NPD 检测器的铷珠上加电流之前，请确认载气、氢气、空气已进入 NPD 检测器。如果在载气、氢气、空气未进入 NPD 检测器的情况下加电流，NPD 检测器的铷珠会因温度过高，导致性能劣化甚至烧断。



注 意

NPD 检测器的灵敏度与铷珠电流的大小成正比。但是不能为了提高灵敏度，而把铷珠电流无限增大，铷珠电流的设定要根据载气、氢气、空气的流量大小来决定。请尽可能选择较低的铷珠电流值，可以延长铷珠的使用寿命。铷珠电流如果设置太大，铷珠会由于异常的高温而退化，甚至导致铷珠烧断。



警告

为防止触电事故的发生，进行 NPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养时，请关闭 GC7900 主机电源，并放置 1 分钟以上再进行，务必不要将主机电源关闭之后马上开始保养工作。严禁在仪器电源接通的情况下进行 NPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养工作。

3.9.12 NPD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 NPD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 NPD 检测器的基流信号，了解 NPD 检测器的点火、基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“NPD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 NPD 检测器的基流信号，了解 NPD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 NPD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 NPD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.9.13 FPD 检测器的设定方法

FPD 检测器的设定方法介绍如下（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“检测器”项，按[确定]键，进入“检测器”子菜单界面。

(2) 如果仪器上已安装了 FPD 检测器，可在“检测器”子菜单中，选中“火焰光度检测器”项，按[确定]键，进入“火焰光度检测器”子菜单界面。

(3) 在“火焰光度检测器”子菜单中，选中“温度”项，用[数值]键和[确定]键输入火焰光度检测器的温度值。如果在“各部温度”子菜单中已设定过火焰光度检测器的温度，则此处也可不再设置。

(4) 在“火焰光度检测器”子菜单中，选中“量程”项，用[数值]键和[确定]键输入火焰光度检测器的量程指数值。

(5) 按键盘上的点火键，点燃 FPD 火焰。

(6) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对火焰光度检测器进行零点调整。

FPD 检测器的设定方法介绍如下（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“FPD °C”项，用[数值]键输入火焰光度检测器的温度值。

(2) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，选中“FPD 量程”项，用[数值]键输入火焰光度检测器的量程指数值。

(3) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，点击“点火”键，点燃 FPD 氢火焰。

(4) 基线稳定后，利用仪器右侧的调零电位器拨盘，对火焰光度检测器进行零点调整。



为防止触电事故的发生，进行 FPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养时，请关闭 GC7900 主机电源，并放置 1 分钟以上再进行，务必不要将主机电源关闭之后马上开始保养工作。严禁在仪器电源接通的情况下进行 FPD 检测器零件的清洗、更换等日常保养工作。

3.9.14 FPD 检测器输出信号的调零

GC7900 气相色谱仪的 FPD 检测器，是利用仪器右侧的调零电位器，对输出信号进行调零的。分析开始之前，请务必进行输出信号的调零。

△ 留意事项

- (1) 请在基线稳定以后进行调零，尤其不要在加上电流之后不久，基线还在飘移没有稳定的情况下进行调零，否则工作站采集的数据可能会不准确。
- (2) 请不要在分析过程中进行调零，在分析过程中调零会引起基线变动，数据采集的结果肯定不会准确。

在仪器的“检测器”子菜单中，利用仪器的“基流显示”项，可以观察 FPD 检测器的基流信号，了解 FPD 检测器的点火、基线稳定等情况。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，按“FPD 通道 2”键，可以打开信号采集画面，同样可以观察 FPD 检测器的基流信号，了解 FPD 检测器的基线稳定等情况。

△ 留意事项

- (1) 仪器的基流显示功能仅作为了解 FPD 检测器的信号输出情况的参考，其数值未必准确，在分析过程中请不要使用该基流值。
- (2) 如果仪器安装了三个检测器，则在 D-7900 色谱工作站中，通道 2 未必一定对应 FPD 检测器，这要取决于各个检测器“信号输出”的设定。

3.10 分流/不分流进样模式的时间程序的设定

GC7900 气相色谱仪的毛细管柱进样器利用内藏的电磁阀的切换，可以使用分流和不分流两种进样模式。在不分流进样时可以根据编制的时间程序自动进行电磁阀的切换。

3.10.1 分流进样模式的设定

分流进样时，按照以下步骤在进样分析之前，切换成分流模式（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“外部事件”项，按[确定]键，进入“外部事件”子菜单界面。

(2) 在“外部事件”子菜单中，选中“隔膜清洗”项，按[开]键，设置分流进样模式。

隔膜清洗 开 → 分流进样模式。

隔膜清洗 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“隔膜清洗”项原来显示为[关]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成分流模式。

分流进样时，也可按照以下步骤在进样分析之前，切换成分流模式（D-7900 色谱工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，打勾选中“隔膜清洗”项，并点击[隔膜清洗]键，进入“隔膜清洗”子菜单界面。

(2) 在“隔膜清洗”子菜单中，选中“初始状态”项，按[开]键，设置分流进样模式。

初始状态 开 → 分流进样模式。

初始状态 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“初始状态”原来显示为[关]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成分流模式。

3.10.2 分流进样模式的时间程序

分流进样模式时，在分析过程中不需要切换电磁阀，因此“动作时间”可以输入[0]分钟。

3.10.3 不分流进样模式的设定

不分流进样时，按照以下步骤在进样分析之前，切换成不分流模式（GC7900 键盘控制）。

(1) 在 GC7900 气相色谱仪的主菜单中，选中“外部事件”项，按[确定]键，进入“外部事件”子菜单界面。

(2) 在“外部事件”子菜单中，选中“隔膜清洗”项，按[关]键，设置不分流进样模式。

隔膜清洗 开 → 分流进样模式。

隔膜清洗 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“隔膜清洗”项原来显示为[开]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成不分流模式。

不分流进样时，也可按照以下步骤在进样分析之前，切换成不分流模式（D-7900 工作站控制）。

(1) 在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，打勾选“隔膜清洗”项，并点击[隔膜清洗]键，进入“隔膜清洗”子菜单界面。

(2) 在“隔膜清洗”子菜单中，选中“初始状态”项，按[关]键，设置不分流进样模式。

初始状态 开 → 分流进样模式。

初始状态 关 → 不分流进样模式。

(3) 如果“初始状态”原来显示为[开]时，按[确定]键，伴随轻微声响，电磁阀会被切换成分流模式。

3.10.4 不分流进样模式的时间程序

不分流进样模式时，进样开始时处于不分流模式，进样之后经过一定的时间，通过电磁阀切换成分流模式。使用此方法可以吹扫排除进样器内残留的溶剂蒸气，抑制溶剂峰拖尾。并在下次的进样之前返回到不分流模式，

动作时间是指从启动到切换成分流模式的时间，这段时间实际上处在不分流模式，因此，这个时间也可以称为不分流时间。虽然根据具体分析条件可能会所不同，但通常是设定在 0.3~1 分钟之间。

返回时间是指从启动到返回下一次不分流模式准备进样的时间，可以设定成下次之前，正好切换成不分流模式。如果使用自动进样器，则可达到同步。

在 GC7900 气相色谱仪的“外部事件”菜单中，或 D-7900 色谱工作站的“隔膜清洗”菜单中，均可以设置动作时间和返回时间。

3.11 分析条件文件的保存和执行

GC7900 气相色谱仪可以记忆上次使用仪器的工作条件，但是不能形成文件保存形式。

D-7900 色谱工作站则可以把仪器操作过程中设定好的温度或检测器等的分析条件，作为文件保存在电脑中。只要调出该文件，文件中的操作条件就会执行。

在 D-7900 色谱工作站的主菜单中，在“仪器参数文件”栏为当前的仪器工作条件起一个文件名，然后利用“保存”或“另存”键，将该文件保存在指定的文件夹中。

执行该文件的操作条件时，只需选中该文件，然后点击“加载”即可。

3.12 进样分析

3.12.1 分流方式进样分析

分析开始前的检查事项

- (1) 毛细管色谱柱是否可靠地安装好了？
- (2) 各种气体是否已提供给仪器了？
- (3) 各种气体的流量是否已设定好了？
- (4) 各部分的温度是否都设定好了？
- (5) 色谱柱箱的温度程序是否设定好了？
- (6) 检测器的信号输出通道是否选择好了？
- (7) FID 检测器是否已点好火了？
- (8) [辅助]按钮是否已回到原来位置？
- (9) FID 检测器的量程是否已设定好了？
- (10) FID 检测器的基流信号是否正常？
- (11) FID 检测器输出信号的调零是否调好了？
- (12) 仪器是否处于隔膜清洗[开]的状态？
- (13) 动作时间和返回时间均已设为[0]了？
- (14) 显示屏的状态显示是否处于准备状态？
- (15) 色谱工作站的数据采集是否处于准备工作状态？

-----以上的确认结束之后，准备开始进样分析-----

- (1) 使用微量注射器从进样器注入样品，同时按仪器键盘上的[开始]键启动色谱工作站采集数据信号（不使用温度程序时，请将相关升温速率设置为[0]）。
- (2) 使用色谱柱箱的温度程序时，请在注入样品的同时按仪器键盘上的[开始]键，执行温度程序并启动色谱工作站采集数据信号。
- (3) 样品出峰完毕后，停止色谱工作站的数据采集，使其计算分析结果。

△ 留意事项
请保证进样、启动积分仪、执行温度程序这三者的同步，以保证样品出峰保留时间的准确性。

3.12.2 不分流方式进样分析

分析开始前的检查事项

- (1) 毛细管色谱柱是否可靠地安装好了？
- (2) 各种气体是否已提供给仪器了？
- (3) 各种气体的流量是否已设定好了？
- (4) 各部分的温度是否都设定好了？
- (5) 色谱柱箱的温度程序是否设定好了？
- (6) 检测器的信号输出通道是否选择好了？
- (7) FID 检测器是否已点好火了？
- (8) [辅助]按钮是否已回到原来位置？
- (9) FID 检测器的量程是否已设定好了？
- (10) FID 检测器的基流信号是否正常？
- (11) FID 检测器输出信号的调零是否调好了？
- (12) 不分流进样方式的时间程序是否设定好了？
- (13) 显示屏的状态显示是否处于准备状态？
- (14) 色谱工作站的数据采集是否处于准备工作状态？

-----以上的确认结束之后，准备开始进样分析-----

- (1) 使用微量注射器从进样器注入样品，同时按仪器键盘上的[开始]键启动色谱工作站采集数据信号（不使用温度程序时，请将相关升温速率设置为[0]）。
- (2) 使用色谱柱箱的温度程序时，请在注入样品的同时按仪器键盘上的[开始]键，执行温度程序并启动色谱工作站采集数据信号。
- (3) 样品出峰完毕后，停止色谱工作站的数据采集，使其计算分析结果。

△ 留意事项
请保证进样、启动积分仪、执行温度程序这三者的同步，以保证样品出峰保留时间的准确性。

3.12.3 填充柱进样方式进样分析

分析开始前的检查事项

- (1) 填充色谱柱是否可靠地安装好了？
- (2) 各种气体是否已提供给仪器了？
- (3) 各种气体的流量是否已设定好了？
- (4) 各部分的温度是否都设定好了？
- (5) 色谱柱箱的温度程序是否设定好了？

使用 FID 检测器时：确认(6)~(11)及(16)(17)步骤。

- (6) 检测器的信号输出通道是否选择好了？
- (7) FID 检测器是否已点好火了？
- (8) [辅助]按钮是否已回到原来位置？
- (9) FID 检测器的量程是否已设定好了？
- (10) FID 检测器的基流信号是否正常？
- (11) FID 检测器输出信号的调零是否调好了？

使用 TCD 检测器时：确认(12)~(15)及(16)(17)步骤。

- (12) TCD 检测器的电流设置是否处于正常状态？
- (13) TCD 检测器的量程是否已设定好了？
- (14) TCD 检测器的基流信号是否正常？
- (15) TCD 检测器输出信号的调零是否调好了？
- (16) 显示屏的状态显示是否处于准备状态？
- (17) 色谱工作站的数据采集是否处于准备工作状态？

-----以上的确认结束之后，准备开始进样分析-----

- (1) 使用微量注射器从进样器注入样品，同时按仪器键盘上的[开始]键启动色谱工作站采集数据信号（不使用温度程序时，请将相关升温速率设置为[0]）。
- (2) 使用色谱柱箱的温度程序时，请在注入样品的同时按仪器键盘上的[开始]键，执行温度程序并启动色谱工作站采集数据信号。
- (3) 样品出峰完毕后，停止色谱工作站的数据采集，使其计算分析结果。

△ 留意事项

请保证进样、启动积分仪、执行温度程序这三者的同步，以保证样品出峰保留时间的准确性。

3.13 数据处理

3.13.1 色谱图的有关概念

- (1) 色谱图：色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生的响应信号对时间的曲线图。
- (2) 色谱峰：色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生的响应信号的微分曲线。
- (3) 峰底：峰的起点与终点之间的连接的直线。
- (4) 峰高：从峰高度的最大值到峰底的垂直距离。
- (5) 峰宽：在峰两侧拐点处所作切线与峰底相交两点之间的距离。
- (6) 半峰宽：通过峰高的中点作平行于峰底的直线，此直线与峰两侧相交两点之间的距离。
- (7) 峰面积：峰曲线与峰底之间所围的闭合面积。

3.13.2 峰处理参数

色谱峰检测、基线漂移的修正、分割分离不完全的峰、测定峰面积等谱峰处理，全是根据设定的峰处理参数（如峰宽、噪声、峰高、峰面积、基线等）来进行处理的。有关概念见下表：

参数	单位及范围	功能与说明
峰宽	0- 1 (分钟)	删除半峰宽比设置值小的峰，过程如同筛子以最小有效峰的半高处的宽度为依据来设置，最小半峰宽，可从谱图显示处估计该设置值。
噪声	0-99999.99 (微伏)	峰检测灵敏度，用于确定峰的起点与终点
最小峰高	0-99999 (微伏)	删除峰高比设定值小的峰,用于删除分析过程中峰高相对较小的不相关的峰(如仪器噪声)
最小峰面积	0-999999 (微伏*秒)	删除面积比设定值小的峰,用于删除分析过程中面积相对较小的不相关的峰(如仪器噪声)
起始时间	0-999 分钟 (分)	删除分析开始至起始时间之间的峰,主要用于删除分析开始的一段时间内出现的空气峰,溶剂峰,负峰等不相关峰或不希望计算的峰
停止时间	0-99999 (分)	分析自动停止时间,虽不用人工手停止,但到了此时间,将自动停止采样,并进行您所设置好的定量计算

3.13.3 数据采集的含义

在采集数据的过程中，仪器检测器的信号由模拟信号转化为数字信号。数字信号传送到 T2000P 色谱工作站并保存在信号数据文件中。

(1) 积分

积分是对峰面积进行积分计算，以确定峰面积的大小。积分是定量计算必不可少的。T2000P 色谱工作站对色谱图进行积分时，先是判别出每一个峰的开始点及结束点时间，建立基线。同时寻找这些峰的顶点，以确定保留时间。然后计算峰面积、峰高及峰宽。这些过程由积分参数表、时间程序表、手动积分事件表控制。

在实际运行中，色谱工作站常常必须处理非常复杂的色谱问题。在一次运行中，峰的大小可能变化很大，系统噪声，漂移等干扰会影响工作站对峰的判别。只要有可能，就应该优化色谱分析方法来产生较好分离效果。当由于某些原因而难以做到时，色谱工作站必须处理复杂峰。因此，我们知道峰的积分是一项复杂的工作，尽管我们的增强型智能算法不能对较差的色谱峰完全补偿。但我们的 T2000P 型色谱工作站能够克服噪声、漂移和峰的不完全分离等问题，并在较差的色谱图中获得可重复的结果。

(2) 定量

使用峰面积或峰高来确定样品中化合物的浓度，包括以下过程：

- ① 弄清并鉴别您所分析的化合物。
- ② 建立分析含有这种化合物样品的分析方法。
- ③ 分析含有已知化合物浓度的一个或几个标准样品，以获得该浓度下的响应，并计算出响应因子。
- ④ 分析未知浓度的化合物样品，以得到未知浓度的响应。
- ⑤ 将未知浓度的样品与标准样品进行比较，并利用标准样品的校正因子来确定未知样品中化合物的浓度。

为了获得未知样品响应与标准样品的有效比较，必须在相同的条件下采集和处理数据。

(3) 校准

校准是通过注射指定的准备好的标准样品，来确定计算绝对组分浓度的响应因子的过程。

- ① 重复次数：同一浓度的标准样品平行进样的次数。
- ② 校准点数：同一个校准样品的不同浓度点数。
- ③ 标准样品：也叫校准样品或标准混合物，是含有用于定量的已知数量的化合物样品。标准样品可从国家标准试剂供应商处买到。

④ 标准曲线：是从一个或多个标准样品中获得的化合物的含量与响应数据（峰面积或峰高）的图形表示。

(4) 报告

报告包含所分析样品的质及量的信息。报告可以直接打印，或在屏幕上显示。报告可包括运行中所测峰的详细信息、所得的信号图以及所使用色谱仪的条件等实验信息。

(5) 方法

方法是指控制工作站对色谱仪的信号进行显示、采样保存、分析计算。包括积分参数、组分表等。

(6) 组分表

工作站用来鉴别峰，判定组分名称，进行非归一法计算时的依据。

(7) SMP 文件

即样品图谱文件。

(8) STD 文件

即标样图谱文件。

(9) BSL 文件

即基线图谱文件。

(10) 手动积分事件表

即您对谱图进行手动修改的手动积分事件集合

(11) 自动峰宽参数

本色谱工作站具有自动峰宽测试功能，所测得的峰宽参数能满足一般的色谱分析需要。

(12) 自动噪声参数

本色谱工作站具有自动噪声测试功能，所测得的噪声参数能满足一般的分析需要。

(13) 谱图的放大

在谱图窗口内，按住鼠标左键，从左上角到右下角选一个区域，放开鼠标，所选区域即被放大至全窗口。

(14) 谱图的还原

与放大的操作步骤相反，即在谱图窗口内，按住鼠标左键，从右下角到左上角拉一个区域，放开鼠标，谱图即还原回被放大前的全窗口。

(15) 谱图的拖动

即在谱图窗口内，按住鼠标右键，任意移动鼠标，即可将谱图的其他部分显示在窗口内。

(16) 选择一个色谱峰

用鼠标在谱图上双击所需要的色谱峰，工作站自动给出相应的保留时间，以方便您进行组分表的编辑。

3.13.4 D-7900 工作站对计算机要求

- (1) 相当于奔腾 II/350 或更高配置的 CPU
- (2) 128M 或更多内存
- (3) 2G 或更大容量的硬盘
- (4) 至少带 1 个有效的窄型(9 芯)串口
- (5) 至少带 1 个有效的 PCI 插槽
- (6) 操作系统为 Windows 2000 或 Windows XP 或 Windows 98 标准版第二版

※注：推荐安装 Windows 2000 操作系统。

- (7) 显示器要求 800×600 或更高分辨率的彩色显示器
- (8) 至少带 1 个 CD-ROM 驱动器
- (9) 激光或喷墨打印机，并安装了打印机驱动程序

3.13.5 色谱工作站操作的一般步骤

建立样品项（标样或试样）
↓
在建立的样品项下采样（标样或试样）
↓
报告输出

(1) 实时采样界面，如图 3-10 所示。

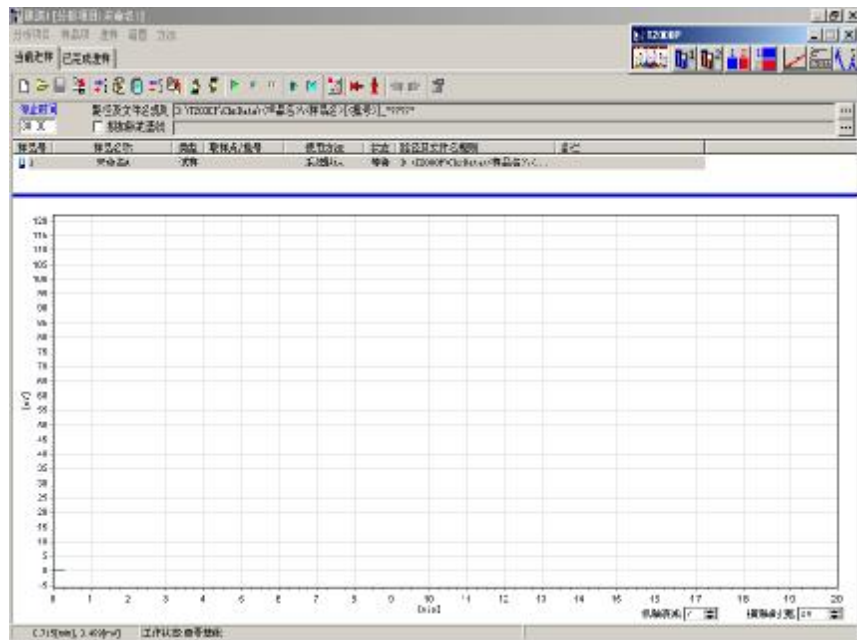


图 3-10

(a) 分析项目表

T2000P 色谱工作站安装完成后，相对于每一个通道提供一个缺省的分析项目表。用户可以新建一个分析项目表，打开一个已存在的分析项目表，保存分析项目表，或另存分析项目表。

(b) 样品项

在分析项目表中，色谱工作站提供一个缺省的样品项（未命名 A 或未命名 B）。用户可以在该样品项下进行样品分析。

样品项包括样品的称量信息、谱图处理方法和报告的输出格式。样品项是对应于一类样品的，因此在分析某一类样品时必须选择相应的样品项。

(c) 新建样品项

样品项的建立可以选择样品项菜单中的添加或点击添加样品项快捷图标，如图 3-11 所示。



图 3-11

点击“新建”按钮，新建一个样品项，如图 3-12 所示。



图 3-12

在样品名称栏中输入样品名“测试”；根据样品类型选择“试样”、“标样”、“基线”。如果对样品进行过稀释请根据实际稀释比例更改“样品量”或“定容体积”；更改分析时长为“15”；选择“浓度单位”。根据进样量改写“进样体积”；如果样品没有被浓缩“转换系数”为 1。如果需要用户可以在“取样点/批号”栏填写取样点/批号，可以在“备注”栏输入备注信息。

(d) 文件保存路径及文件名规则

通过设定“路径及文件名规则”，可对样品进样分析后所形成的谱图文件进行更细致的分类。本软件还提供了一个默认的路径及文件名。

点击保存路径及文件名规则的按钮，可打开规则设定对话框，如图 3-14 所示。

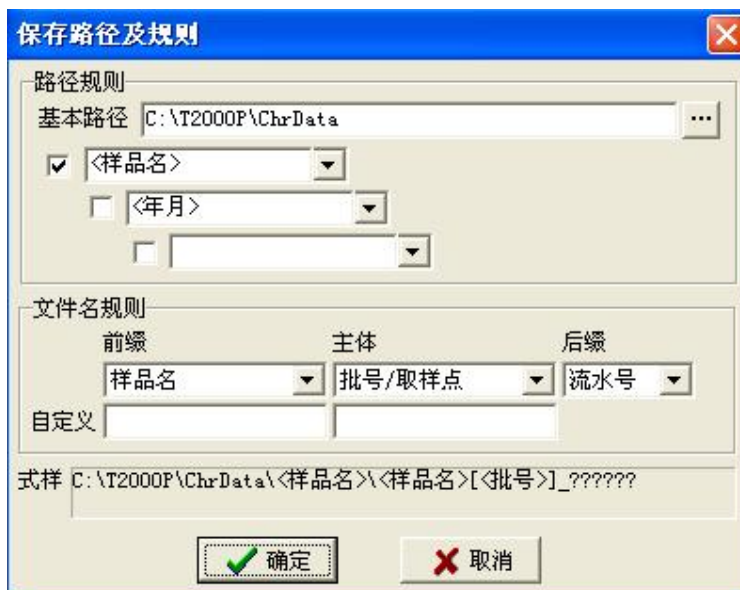


图 3-14

点击基本路径右边的按钮，可打开路径设定对话框，如图 3-15 所示。



图 3-15

选择一个合适的路径确定谱图文件的存放位置，然后进行文件名的命名规则定义，如图 3-15 所示。

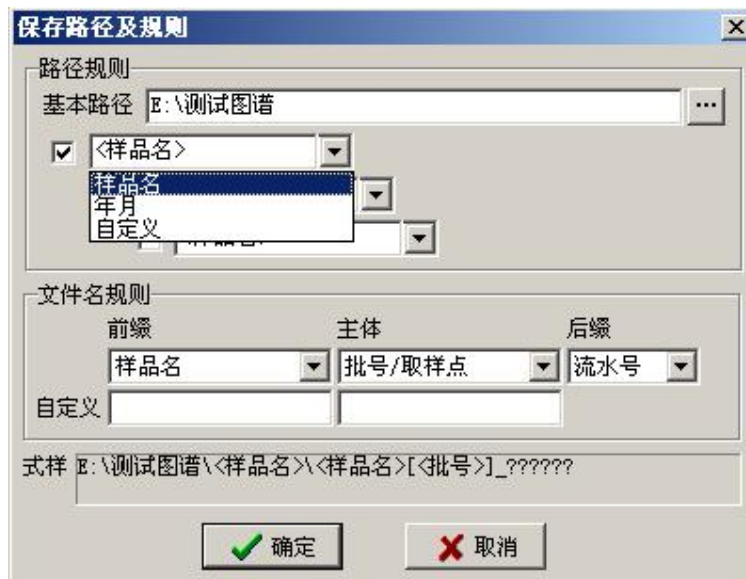


图 3-15

点击“确定”完成路径及文件名规则的设置，如图 3-16 所示。

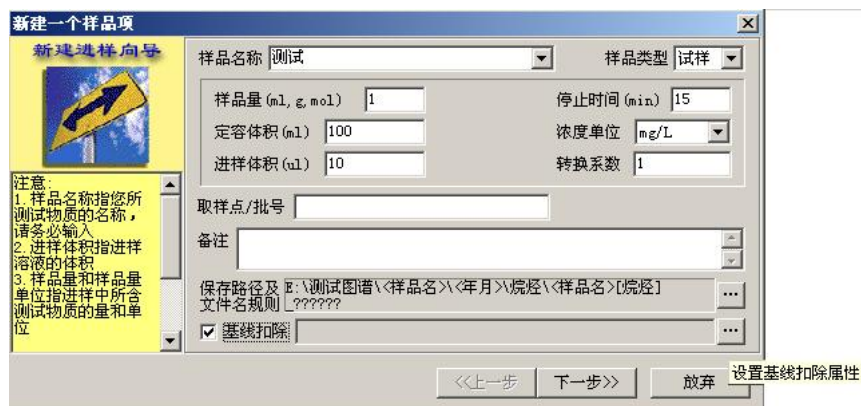


图 3-16

(e) 点击“下一步”进行方法的设置，如图 3-17 所示。

本色谱工作站提供一个系统默认的分析方法，可用于一般面积归一法的分析。用户可以点击新建按钮新建一个方法或在方法列表选中某一个需要的方法。

点击修改可以对此选中的方法进行修改。

如果要删除某一个方法，请选中并点击删除按钮。



图 3-17

点击“新建”新建一个分析方法，先要给新建的命名，如图 3-18 所示。

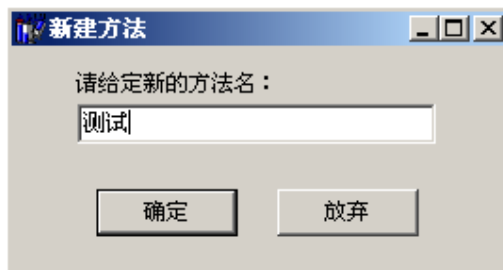


图 3-18

点击“确定”进入方法的设置的第一部，如图 3-19 所示。

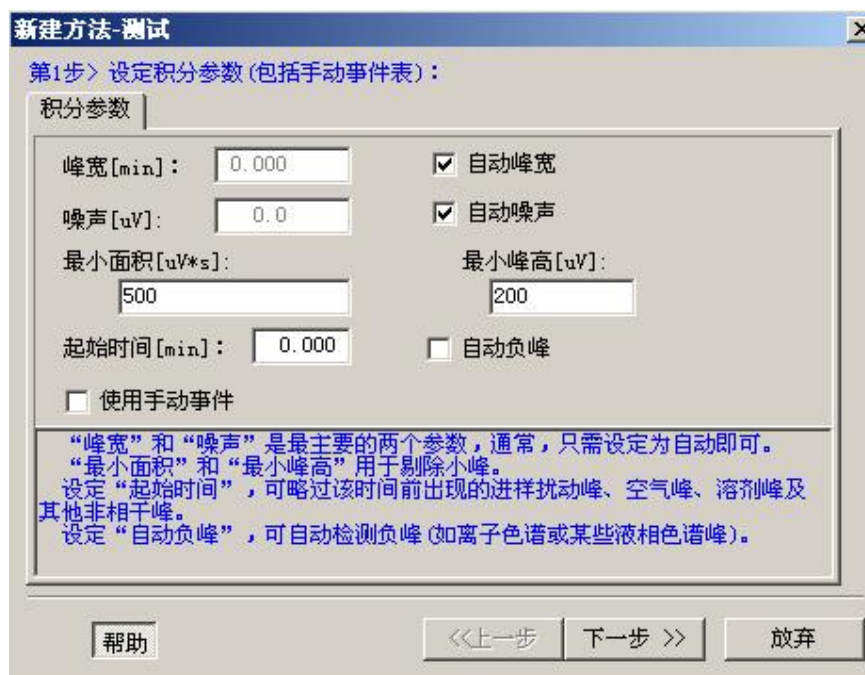


图 3-19

(1) 设置峰宽：在峰宽输入栏输入一个适当的值用于除去半峰宽比设置值小的峰（过程如同筛子），以最小有效峰的半高处的宽度为依据来设置，最小半峰宽，可从谱图显示处估计该设置值。本工作站有自动峰宽测试功能，所测得参数能满足一般的分析需要。

(2) 设置噪声：在噪声输入栏输入一个适当的值用于峰检测，确定峰的起点与终点。本工作站有自动噪声测试功能，所测得参数能满足一般的分析需要。

(3) 设置最小面积：在最小面积输入栏输入一个适当的值用于删除面积比设定值小的峰。可用于删除分析过程中面积相对较小的不相关峰。(如仪器噪声)

(4) 设置最小峰高：在最小峰高输入栏输入一个适当的值用于删除峰高比设定值小的峰，可用于删除分析过程中峰高相对较小的不相关峰。(如仪器噪声)

(5) 设置起始时间：在起始时间输入栏输入一个适当的值用于删除分析开始至起始时间之间的峰,主要用于删除分析开始的一段时间内出现的空气峰、溶剂峰、负峰等不相关峰。

(6) 选择自动检测负峰：本色谱工作站具有负峰自动识别功能，可以对负峰进行自动判别。

(f) 进行了以上设置，点击“下一步”按钮，继续方法第二部的设置，如图 3-20 所示。



图 3-20

- (1) 定量基准的选择：定量基准可以根据需要选择面积或高度。
- (2) 定量方法的选择：按需选择归一法、校正归一法、内标法、外标法和指数法。
- (3) 如果选择的是归一法，请点击下一步按钮，继续方法的设置。
- (4) 如果选择的是非归一法，请在组分表中输入样品的组分名并点击确定按钮，如图 3-21 所示。

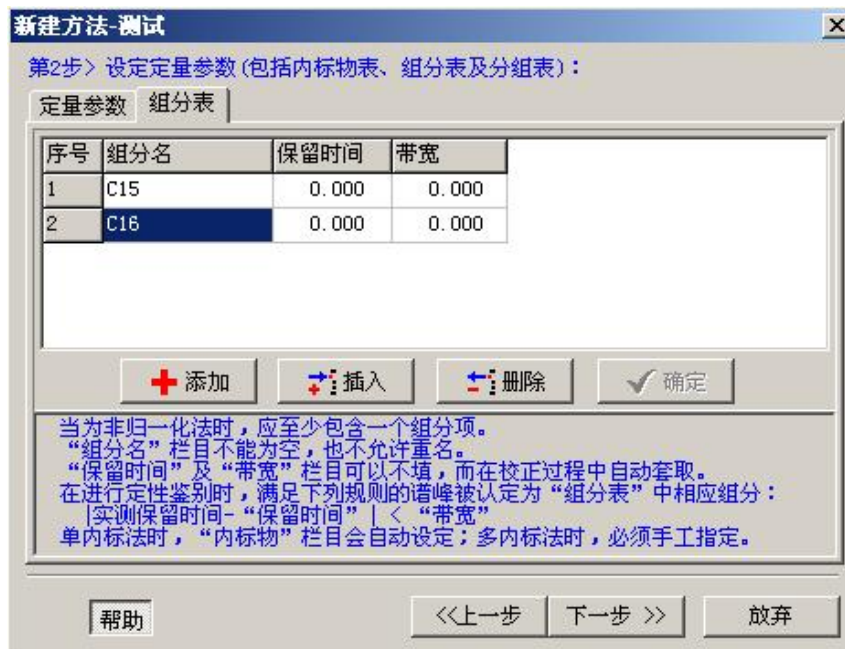


图 3-21

(g) 点击“下一步”继续方法第三部的设置，如图 3-22 所示。



图 3-22

一般情况下，用户可以选择系统默认的报告风格。但也可以新建报告风格，或选择一个现有的报告风格进行修改或删除。

(h) 确定了报告风格以后，点击下一步按钮继续方法的设置。然后点击完成按钮完成方法的设置，如图 3-23 所示。

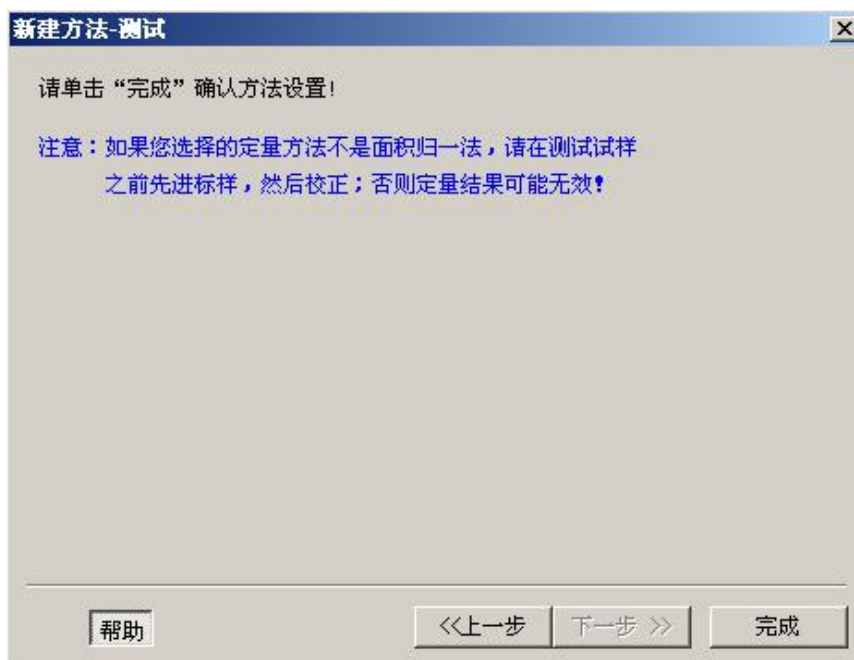


图 3-23

(i) 在方法列表里选择好所想使用的方法，点击“下一步”继续样品项的设置，如图 3-24 所示。



图 3-24

(j) 点击“下一步”按钮继续样品项的设置。最后点击“完成”按钮完成样品项的设置过程，如图 3-25 所示。

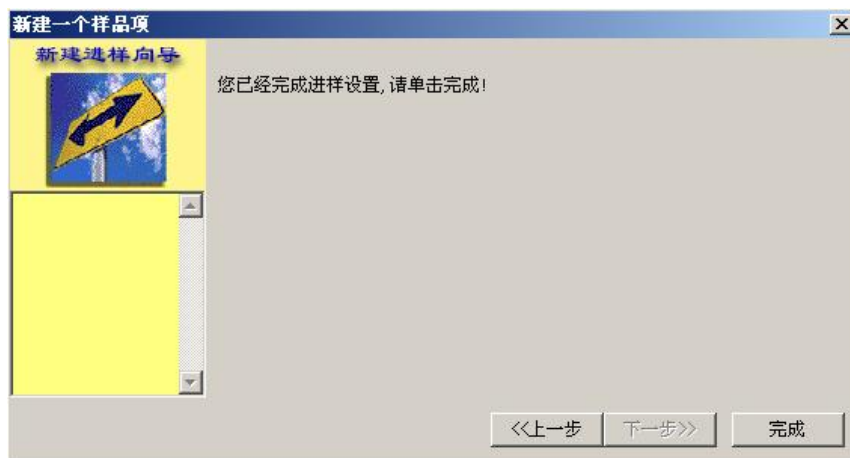


图 3-25

新建了一个样品项后，可以看到在样品项设置列表中新增了一个样品项，如图 3-26 所示。



图 3-26

选择一个样品项，并点击加入按钮，在当前的分析项目表中加入新建的样品项，如图 3-27 所示。

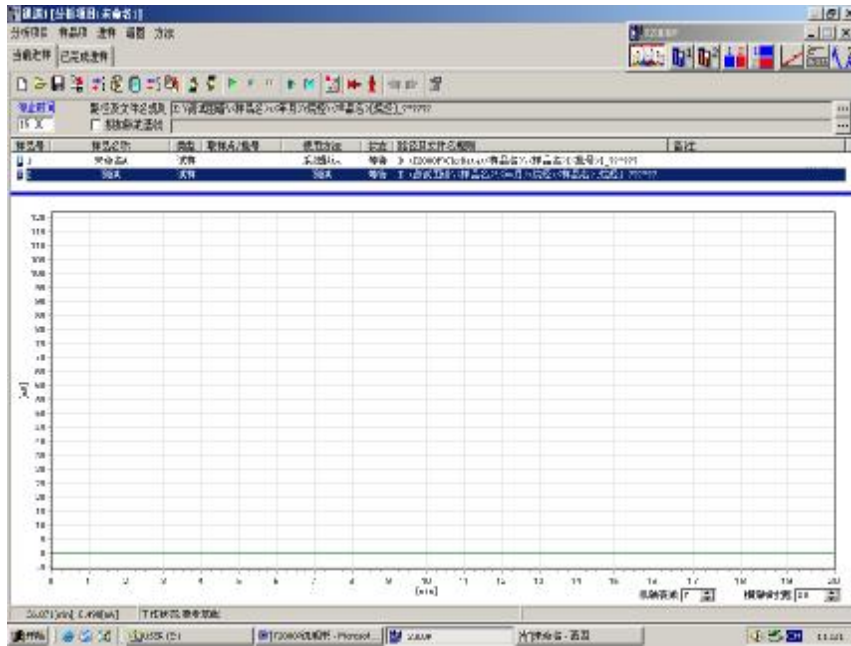


图 3-27

(2) 完成了样品项的设置，并将该样品项加入到当前的分析项目表后就可以对您的样品进行实时采样了。首先在分析项目表中选中与您的样品所对应的样品项。在色谱仪进样的同时点击开始进样按钮或按动遥控开关系统开始实时采样，如图 3-28 所示。

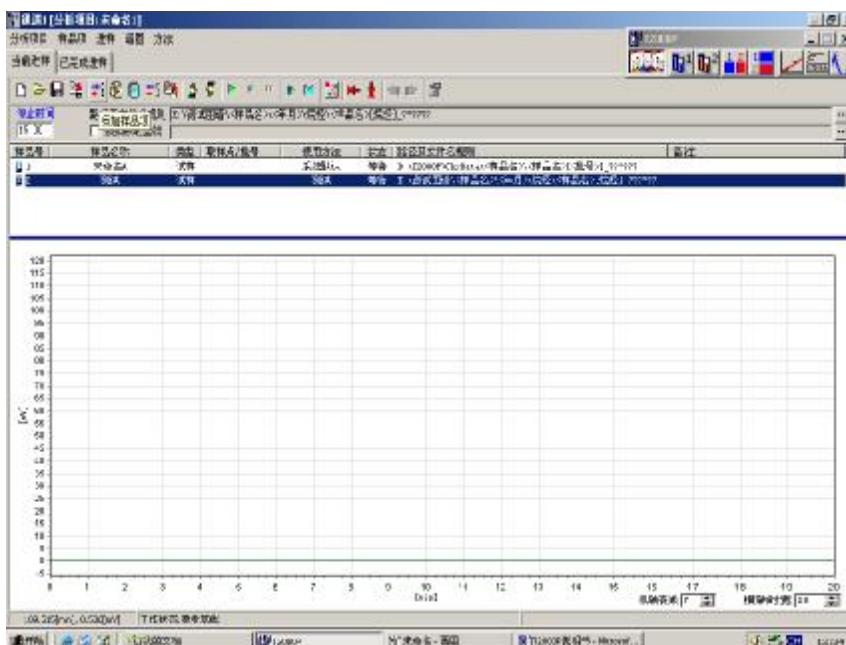


图 3-28

这时，您可以观察到时间坐标复零，工作状态由原来的查看基线变为采集试样（或标样或基线），并出现谱图文件名。

谱图文件名是由样品项名加六位记数构成记数从 000001 开始，文件名后缀由样品类型决定。

样品文件名后缀为 (.smp)、标样文件名后缀为 (.std)、基线文件名后缀为 (.bsl)。

当一个样品的组分全部流出，可以点击停止采样按钮或待停止时间到达。这时系统停止采样，并对谱图进行处理。同时将谱图文件存盘。

注意：本软件对停止时间参数的修改可以随时进行。

当一个样品分析失败时，可以点击放弃采集按钮。这样系统不对所采的谱图进行处理，也不将谱图文件存盘。

(a) 谱图区工具栏介绍

1.1.1 分析项目

T2000P 色谱工作站安装完成后，相对于每一个通道提供一个缺省的分析项目表。分析项目表用于存放样品项，用户可以新建一个分析项目表，打开一个已存在的分析项目表，保存分析项目表，或另存分析项目表。如图 3-29 所示：



图 3-29

1.1.2 样品项

T2000P 色谱工作站对应每一个通道提供一个缺省的样品项（未命名 A 或未命名 B）。用户可以在该样品项下进行样品分析。用户可以添加样品项，修改已存在的样品项，对样品项进行快速修改，删除样品项，复制样品项。如图 3-30 所示：



图 3-30

1.1.3 移动样品项在分析项目表中的上下位置。如图 3-31 所示：



图 3-31

1.1.4 进样处理。启动采样、停止采样和放弃采样。如图 3-32 所示：

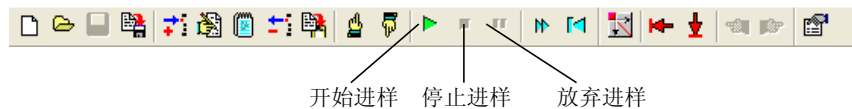


图 3-32

1.1.5 单一进样和序列进样。如图 3-33 所示：

单一进样方式：每次进样前必须在分析项目表中选择对应的样品项。

序列进样方式：对于序列样品或重复进样可以选择序列进样。即在分析项目表中选择某样品项，连续进样时样品项序列按照重复次数和向下的序列进行。一组连续进样后可单击“项目表复位”以便另一组连续进样的进样。



图 3-33

1.1.6 谱图显示属性。如图 3-34 所示：

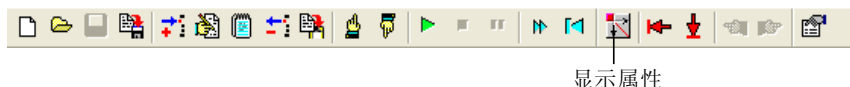


图 3-34

点击该工具钮，可弹出右图 3-35 所示的“谱图显示属性”菜单：



图 3-35

可以重新设置坐标范围、选择显示网格线、坐标轴、组分名（标定了时间）和积分基线。

1.1.7 “基线回零”与“时间回零”。如图 3-36 所示：

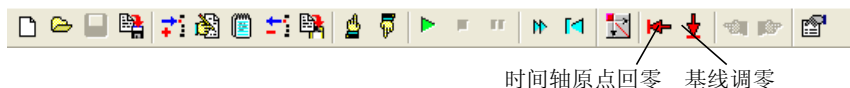


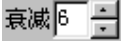


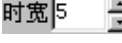
图 3-36

* 当谱图基线漂移较大(未能显示在谱图区内)时,可点击“基线回零”功能按钮将其拉回到合理位置(即保持基线显示在坐标高度 5%的位置附近)。采样开始时刻,系统会自动执行“基线回零”功能。

* 点击可执行“时间回零”功能(使横轴原点回到 0 的位置)。

1.1.8 “衰减”及“时宽”

点击  右端的上、下小按钮,可调整“衰减”值(-5~12),纵轴高度与衰减值的换算关系是:纵轴高度=2^{衰减值}。

点击  右端的上、下小按钮,可调整“时宽”值(1~1440min)。您也可以在上述、下小按钮左边的白框内直接输入时间宽度值。

1.1.9 谱图缩放与拖动。如图 3-37 所示:

按下鼠标左键不放,向右下方移动鼠标,再松开手指,可将矩形框内的局部谱图放大至整个谱图区。该放大操作可反复进行(称为多级放大)。

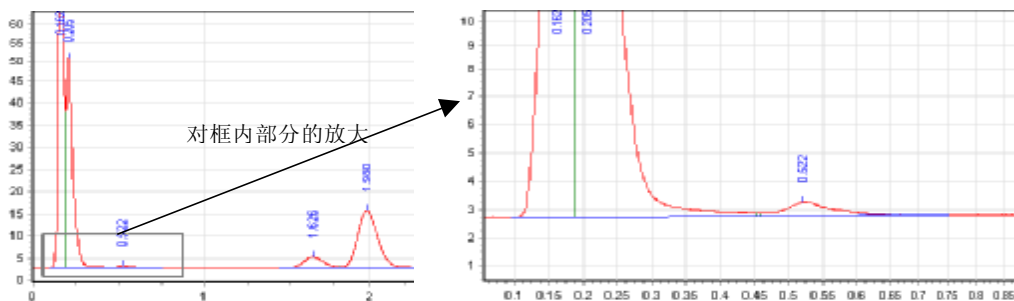



图 3-37

当进行了多级放大时,点击可返回至前一级放大状态,点击可返回至前一级放大状态。

按下鼠标左键不放,向左上方移动鼠标,再松开手指,可恢复到原来的状态。
按下鼠标右键不放,任意角度移动鼠标,可任意方向拖动谱图。

(3) 报告的编辑与输出

点击“快捷面板”中的按钮，可切换到“报告”窗体：



(a) 打开样品谱图

1.1.1 点击“谱图”菜单中的“打开”，可弹出“打开谱图”对话框。如图 4-1 所示：

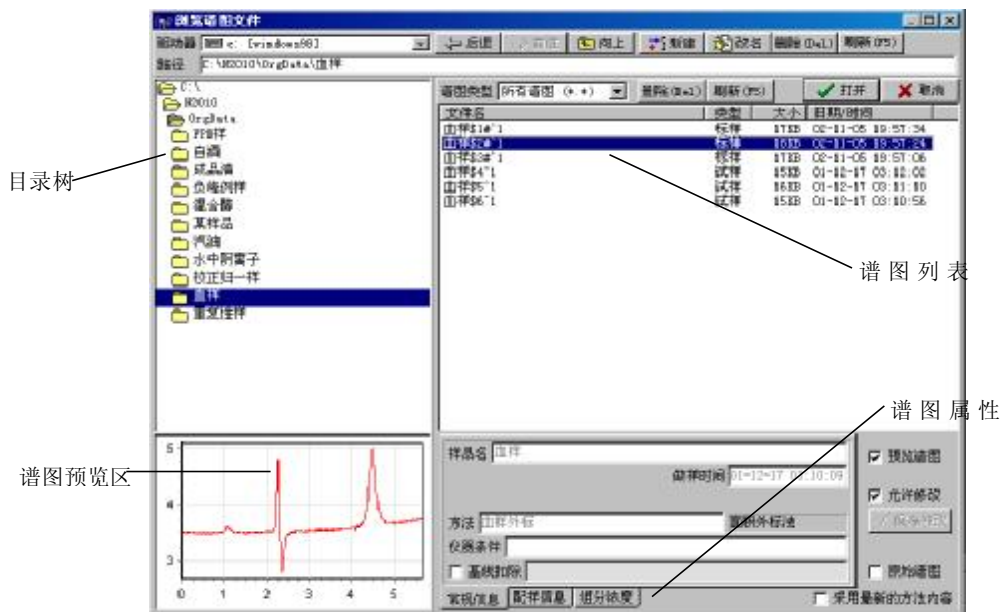


图 4-1

1.1.2 从“目录树”中选点某项样品名文件夹节点

1.1.3 从“谱图列表”中选点某谱图文件

如果“预览谱图”项处于选中(即打√)状态，则在“谱图预览区”会显示该进样的谱图轮廓。

1.1.4 点击“打开”，即可自动生成完整的“报告页面”如图 4-2 所示：

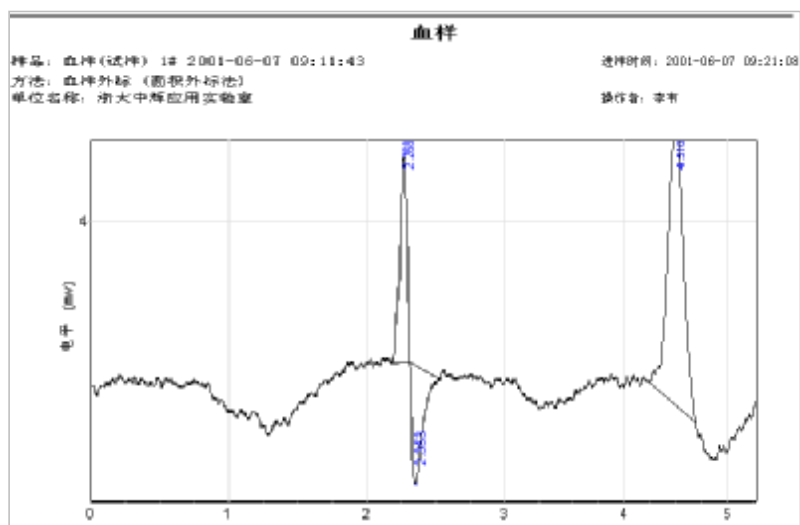


图 4-2

(b) 调整报告页面尺寸

通常，“报告页面”总是 100%(未经任何缩放)地显示。

点击“缩放”按钮的下拉选项菜单，可设定“报告页面”缩放比。如图 4-3 所示：

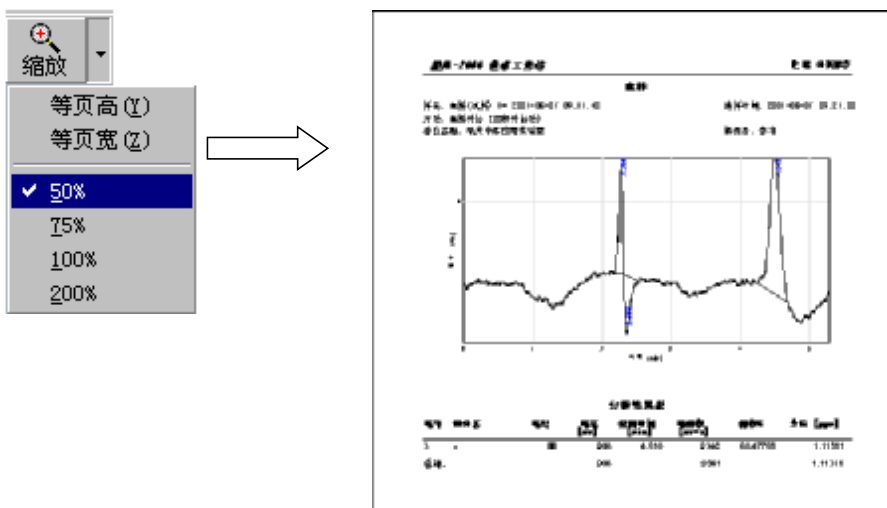


图 4-3

(c) 任意指定谱图范围

1.2 点击“谱图”按钮，弹出“谱图坐标范围”对话框。如图 4-4 所示：

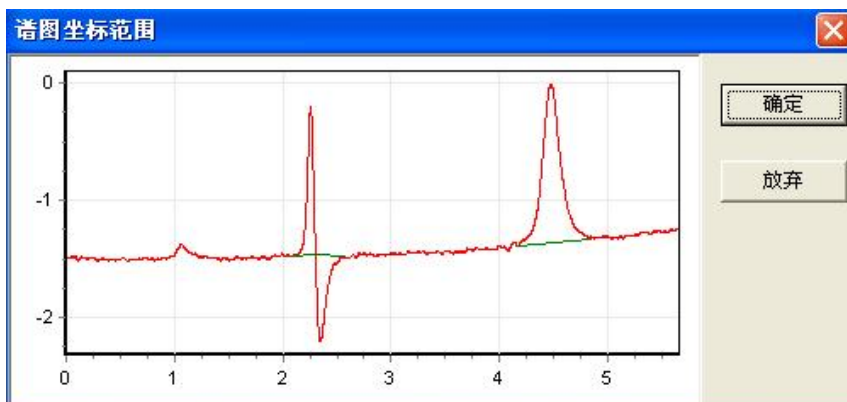


图 4-4

1.3 按下鼠标左键向右下角移动，可框定某一范围的谱图局部。如图 4-5 所示：

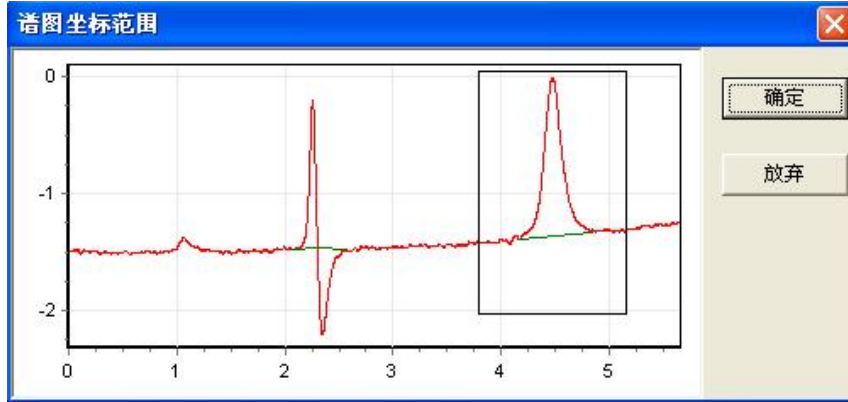


图 4-5

- 1.4 松开鼠标左键后，可将局部谱图放大至整个谱图区。如图 4-6 所示：

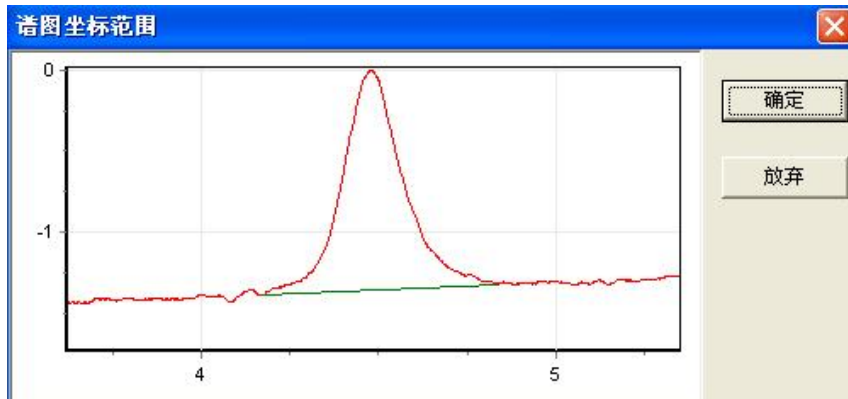


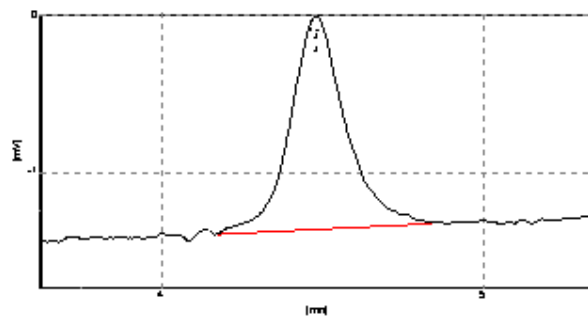
图 4-6

- 1.5 点击“确定”，即指定了“报告页面”的谱图范围。如图 4-7 所示：

峰名

谱图名: C:\TE000P\ChrData\血样\血样22.smp (01-06-05 02:41:09)

方法名: 血样外标 (同标外标法)



分析结果表

峰号	峰名	保留时间 [min]	峰高 [mV]	峰面积 [a.u.]	面积%	含量 [mg/L]	峰型
1	X	4.477	1562	16554	64.62117	1.55966	SS

图 4-7

(d) 调整报告风格

1.6 修改当前报告风格

1.6.1 点击“风格”或“报告风格”菜单中的“修改”，可弹出“报告风格”对话框。如图 4-8 所示：

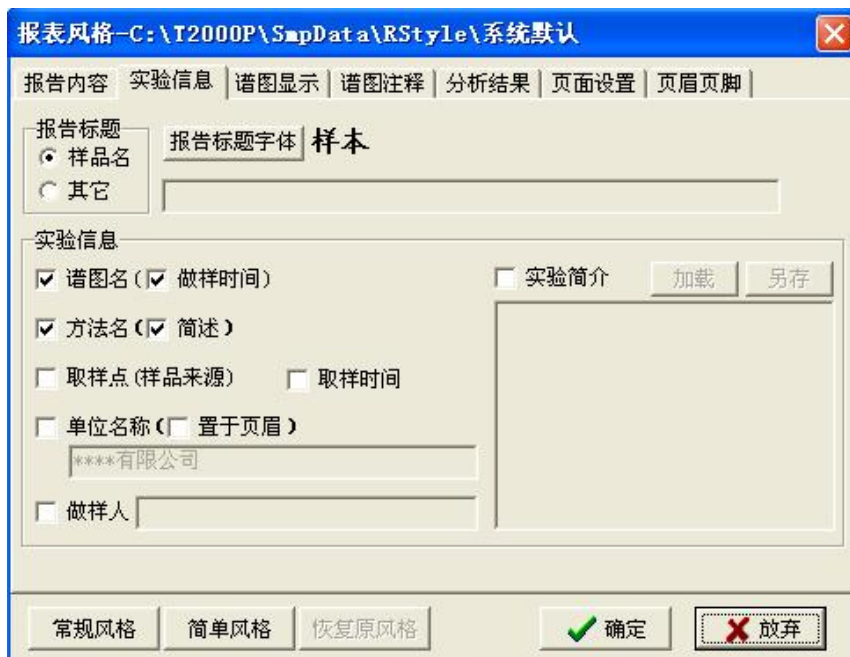


图 4-8

您可以任意修改“报告风格”各页签的内容，也可以点击“常规风格”或“简单风格”这两种风格模式，再按“确定”保存修改后的内容。

1.6.2 “报告内容”页签。如图 4-9 所示：

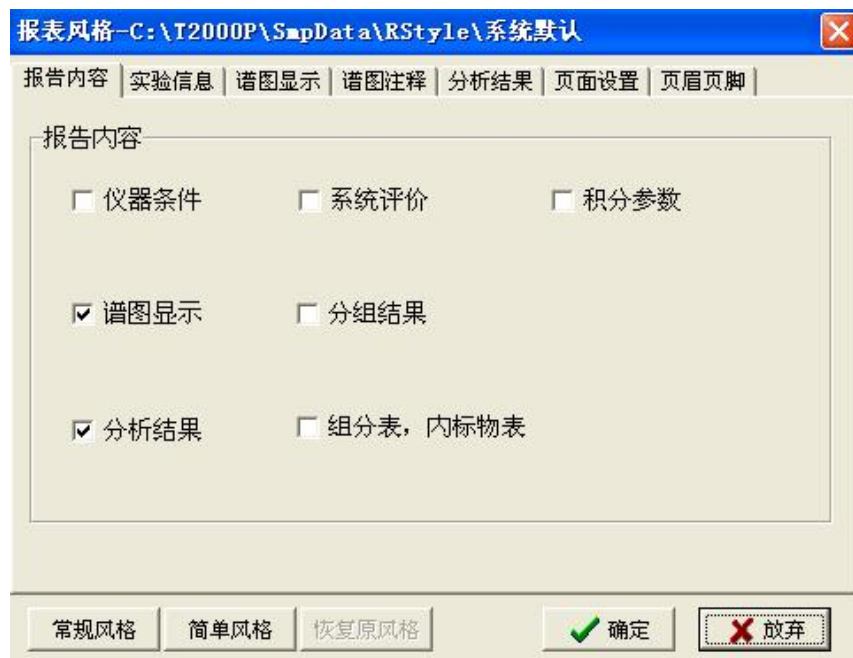


图 4-9

该页签指明了分析报告包含了哪几部分内容。默认情况下，仅包含谱图及分析结果两部分。

1.6.3 “谱图显示”页签。如图 4-10 所示：



图 4-10

当“报告内容”页签选定了“谱图显示”项时，出现该页签。

1.6.4 “分析结果”页签。如图 4-11 所示：



图 4-11

当“报告内容”页签选定了“分析结果”项时，出现该页签。

1.6.5 “实验信息”页签。如图 4-12 所示：

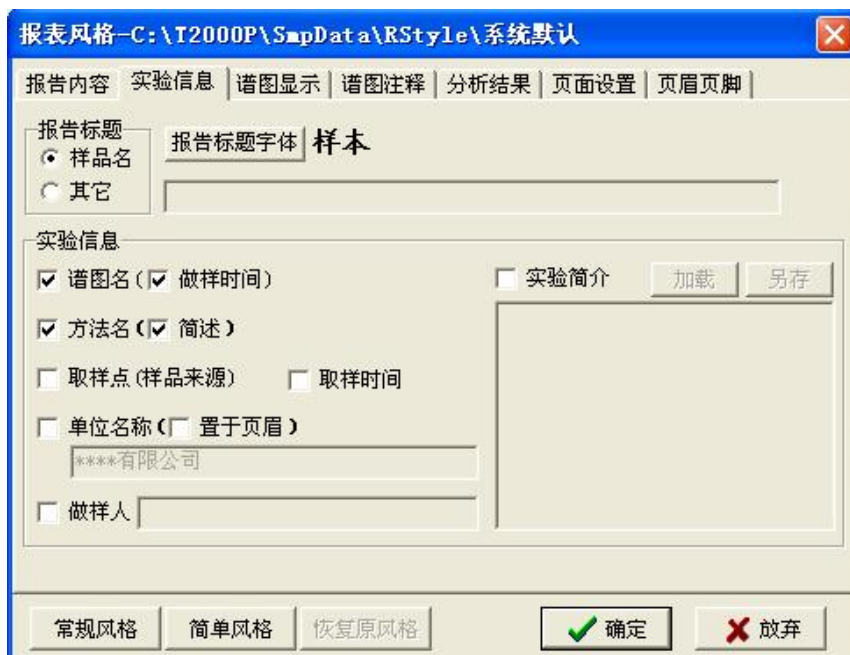


图 4-12

若要求给出“实验简介”，请选中“实验简介”项(使其打√)，并在“实验简介”框中输入相应的内容。

点击“另存”，可将当前“实验简介”内容保存。

点击“加载”，可从文件中读取。

1.6.6 “系统评价”页签。如图 4-13 所示：



图 4-13

当“报告内容”页签选定了“系统评价”项时，出现该页签。

1.6.7 “分组结果”页签。如图 4-14 所示：



图 4-14

当“报告内容”页签选定了“分组结果”项时，出现该页签。

1.6.8 “页眉页脚”页签。如图 4-15 所示：



图 4-15

1.6.9 “页面设置”页签。如图 4-16 所示：

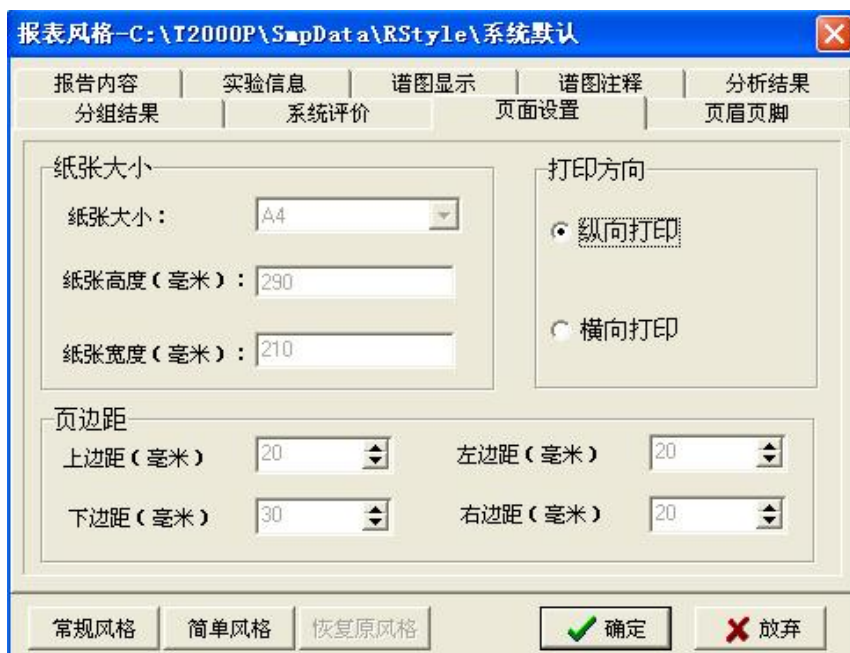


图 4-16

(e) 举例

针对上节中“血样”，假定将“报告风格”调整为如下内容：

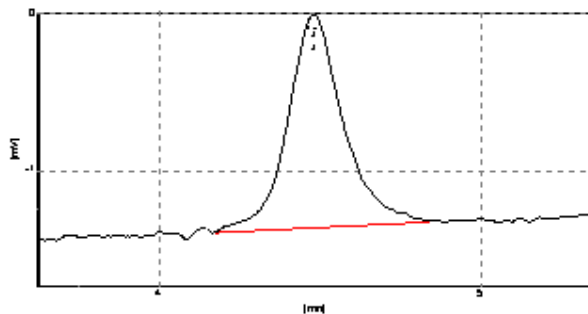
- * “报告内容”页签：包含“谱图”、“分析结果”及“系统评价”三部分；
- * “谱图属性”页签：选中“垂直打印”项，注释内容选定“保留时间”及“组分名”其他选项按默认设置；
- * “分析结果”页签：按默认设置；
- * “系统评价”页签：按默认设置；
- * “页面设置”页签：按默认设置；
- * “页眉页脚”页签：按默认设置。

点击“报告风格”对话框的“确定”后，可得出如下分析报告。如图 4-17 所示：

峰名

谱图名: C:\TE2000P\ChrData\血样\血样\$2.smp (01-06-05 02:41:09)

方法名: 血样外标 (面积外标法)



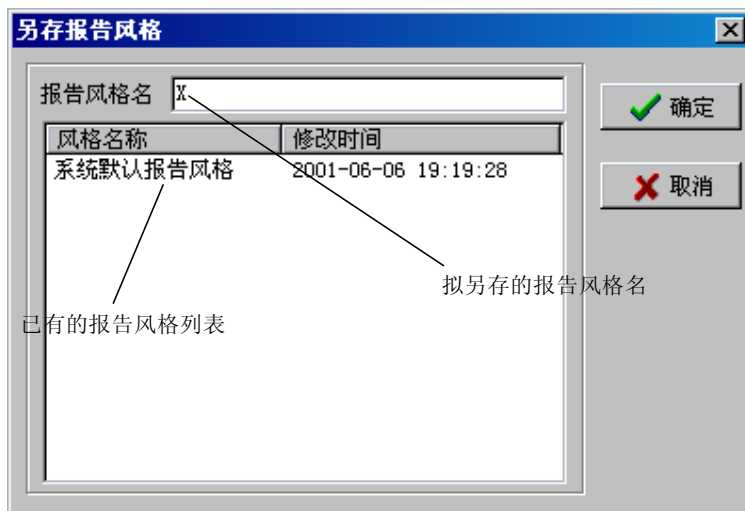
分析结果表

峰号	峰名	保留时间 [min]	峰高 [mV]	峰面积 [mV*min]	面积%	含量 [mg/L]	峰型
5	x	4.477	1568	16564	64.6211T	1.55966	GG

图 4-17

(f) 另存及引入报告风格

点击“风格”菜单中的“另存”，可将当前报告风格内容另取名保存。如图 4-18 所示：



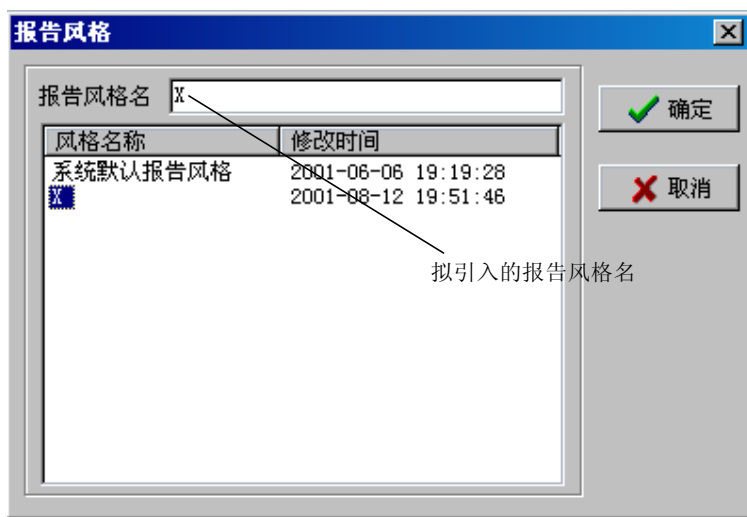
先另取一个不存在的报告风格名；

再点击“确定”。

也可以选定一个已存在的报告风格名，此时，点击“确定”后，原内容将被新内容覆盖。

图 4-18

点击“风格”菜单中的“引入”，可引入其他的报告风格，同时，按新引入的报告风格内容重新生成当前谱图的分析报告(如果已打开谱图的话)。如图 4-19 所示：



先选定一个已存在的报告风格名；
再点击“确定”。

图 4-19

(g) 退出

点击“退出”或“谱图”菜单中的“退出”，可关闭“报告”窗体。

3.13.6 再处理

T2000P色谱工作站为分析工作者提供了一个对原始分析数据（文件）特别是复杂色谱数据进行重处理或再分析的工具。具有手动调整基线、添加/删除色谱峰、剪切数据（供其它文档使用）、多谱图比较、平行样的重复性分析等功能。

(1) 打开谱图

点击快捷按钮面板上的再处理按钮，将工作界面切换到再处理工作界面。如图5-1所示：

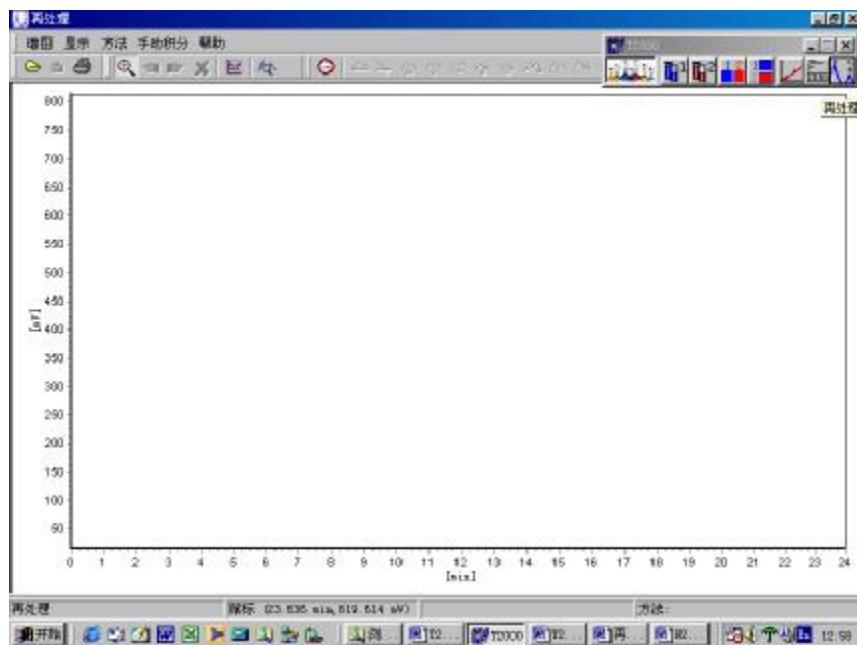


图5-1

点击谱图菜单，选“打开”。如图 5-2 所示：

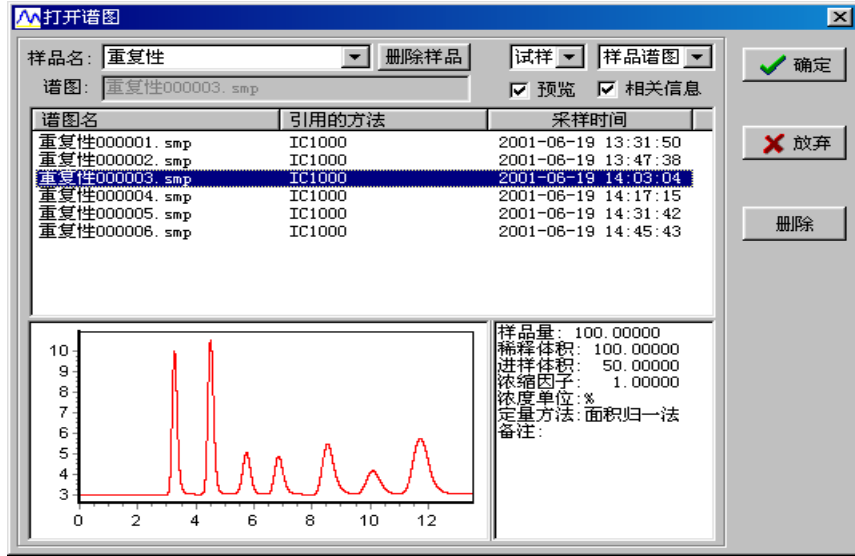


图 5-2

首先根据要打开的样品图谱类型选择具体的样品类型，再选中一个要打开的样品名，样品类型包括是试样(.smp)、标样(.std)或基线(.bsl)，谱图文件也有样品谱图、原始谱图和修改谱图的区别。

点“确认”，即得如下谱图。如图 5-3 所示：

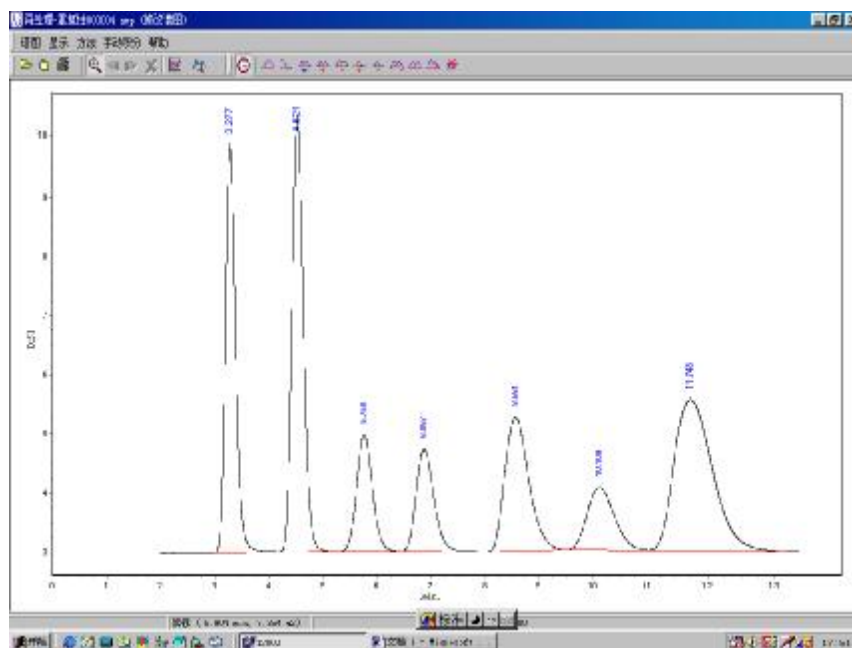


图 5-3

谱图菜单介绍，点击谱图菜单。如图 5-4 所示：

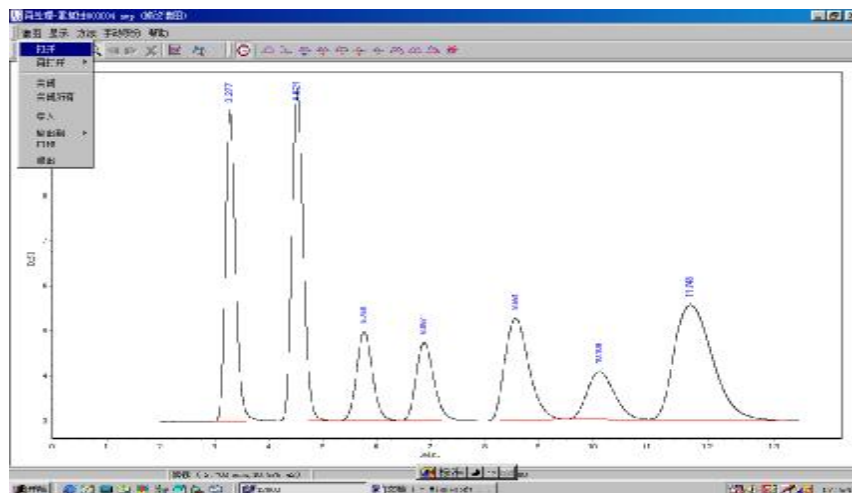


图 5-4

谱图菜单各选项：

1. 打开：
打开需再处理的谱图。打开的谱图可以是样品谱图（.smp）、标样谱图（.std）和基线谱图（.bsl）。T2000 色谱工作站提供多谱图同时打开功能，最多可同时打开六个谱图文件。为平行样的重复性分析提供了极大的方便。
2. 再打开：
打开最近打开过的谱图。
3. 关闭：
关闭选中打开的谱图。
4. 关闭所有：
关闭所有已打开的谱图。
5. 导入：
指从本工作站外导入相应的谱图数据文件，包括 N2000 的 dat 文件。
6. 输出到：
指把当前的谱图输出到位图文件、剪贴板或文本文件。
7. 打印：
打印当前处理的谱图。
8. 退出：
退出再处理。

显示菜单介绍，点击显示菜单。如图 5-5 所示：

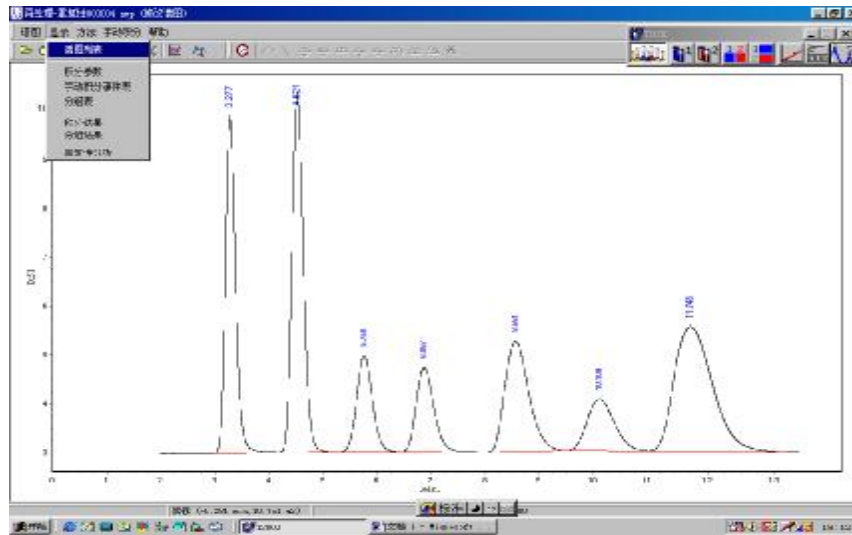


图 5-5

显示菜单各选项：

1. “谱图列表”显示当前已打开的所有谱图名。如图 5-6 所示：

谱图文件名	样品名	X轴偏移	Y轴偏移	显示基线	备注
<input checked="" type="checkbox"/> 重复性000001.smp	重复性	0.000	0.000	否	样品谱图
<input checked="" type="checkbox"/> 重复性000002.smp	重复性	0.000	0.000	否	样品谱图
<input checked="" type="checkbox"/> 重复性000003.smp	重复性	0.000	0.000	否	样品谱图
<input checked="" type="checkbox"/> 重复性000004.smp	重复性	0.000	0.000	否	样品谱图
<input checked="" type="checkbox"/> 重复性000005.smp	重复性	0.000	0.000	否	样品谱图
<input checked="" type="checkbox"/> 重复性000006.smp	重复性	0.000	0.000	否	样品谱图

图 5-6

2. “积分参数”显示当前选中谱图的积分参数，可修改。如图 5-7 所示：

积分参数		确定
<input checked="" type="checkbox"/> 自动峰宽参数	<input checked="" type="checkbox"/> 自动噪声参数	
峰宽 [min] <input type="text" value="0.000"/>	噪声 [nS] <input type="text" value="0.0"/>	
最小面积 [nS*s] <input type="text" value="0"/>	最小峰高 [nS] <input type="text" value="50"/>	
起始时间 [min] <input type="text" value="2.0"/>	<input checked="" type="checkbox"/> 自动检测负峰	<input type="button" value="应用"/>

图 5-7

例“起始时间”设为“2”，表示从两分钟开始积分。

3. “手动积分事件表”显示当前的手动事件，可修改。如图 5-8 所示：

序号	事件类型	时间1	时间2	有效
1	谷-谷基线	2.602	13.707	是

图 5-8

4. 分组表：显示当前的分组情况。

5. 积分结果：显示当前选中谱图的积分结果。如图 5-9 所示：

序号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	峰面积%	含量	峰标记	半峰宽	塔板数	分离度	非对称度
1		3.276	6662	835703	67.629	6.763E+001	BB	1.906	16	0.000	19.840
2		4.521	7245	107898	8.732	8.732E+000	BB	0.234	2073	0.685	1.206
3		5.758	2023	40420	3.271	3.271E+000	BB	0.314	1868	2.660	1.178
4		6.867	1755	39795	3.220	3.220E+000	BB	0.356	2064	1.951	1.338
5		8.560	2296	70630	5.716	5.716E+000	BB	0.483	1742	2.376	1.382
6		10.108	1066	36873	2.984	2.984E+000	BB	0.543	1922	1.776	1.284
7		11.744	2580	104390	8.448	8.448E+000	BB	0.635	1896	1.635	1.376

图 5-9

几种典型的峰类型代码可解释如下：

- BB: 该峰起于基线，止于基线；
- BV: 该峰起于基线，止于谷点；
- VV: 该峰起于谷点，止于谷点；
- SPB: 该峰为溶剂峰，且起于穿透点，止于基线；
- TBV: 该峰为拖尾峰，且起于切点，止于谷点；
- TBB: 该峰为拖尾峰，且起于切点，止于切点；
- XB: 该峰起于肩点，止于基线。

6.分组结果：显示分组的结果。

7.重复性分析：显示当前打开的多个谱图的定性定量重复性结果。如图 5-10 所示：

峰号	组分名	平均保留时间	保留时间Cv	平均面积	面积Cv	平均峰高	峰高Cv	平均含量	含量Cv	统计谱图个数
1		3.270	0.301%	14033941	129.805%	454961	1.207%	2.653E+001	69.298%	6
2		4.512	0.266%	7034657	0.442%	491187	3.510%	1.966E+001	24.875%	6
3		5.749	0.230%	2628519	0.797%	134484	2.679%	7.345E+000	24.823%	6
4		6.855	0.222%	2618697	0.670%	120577	5.496%	7.328E+000	25.069%	6
5		8.545	0.214%	4636961	0.934%	159812	6.871%	1.297E+001	25.023%	6
6		10.105	0.165%	2450720	1.244%	73379	5.475%	6.865E+000	25.295%	6
7		11.745	0.169%	6894699	1.028%	177635	5.820%	1.930E+001	25.155%	6

图 5-10

注意：需先清除以前的数据，再点“+”，即可。

方法菜单介绍，单击方法菜单。如图 5-11

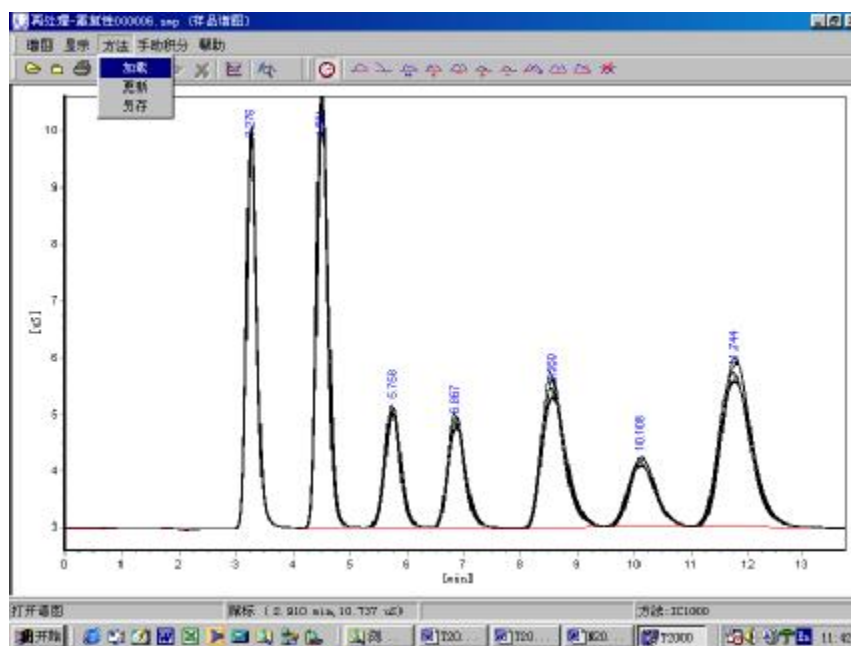


图 5-11

- 1 加载：
从已有方法中选一个加载到目前的谱图中，然后按所加载的方法对当前谱图进行再处理。

注意：加载方法前必须先打开要处理的谱图。

- 2 更新：
修改积分参数或手动事件后，以当前方法更新，则该样品名对应的方法就被更新，包括实时采样方法。
- 3 另存：把当前方法另存为新的方法。

(2) 平行重复性实例

首先在实时采样的分析项目表中建立平行样的样品项，并在此样品项下采集一组平行样图谱。然后点击再处理图标，进入再处理界面。

点击打开图标，打开所要处理的平行样。如图 5-12 所示：

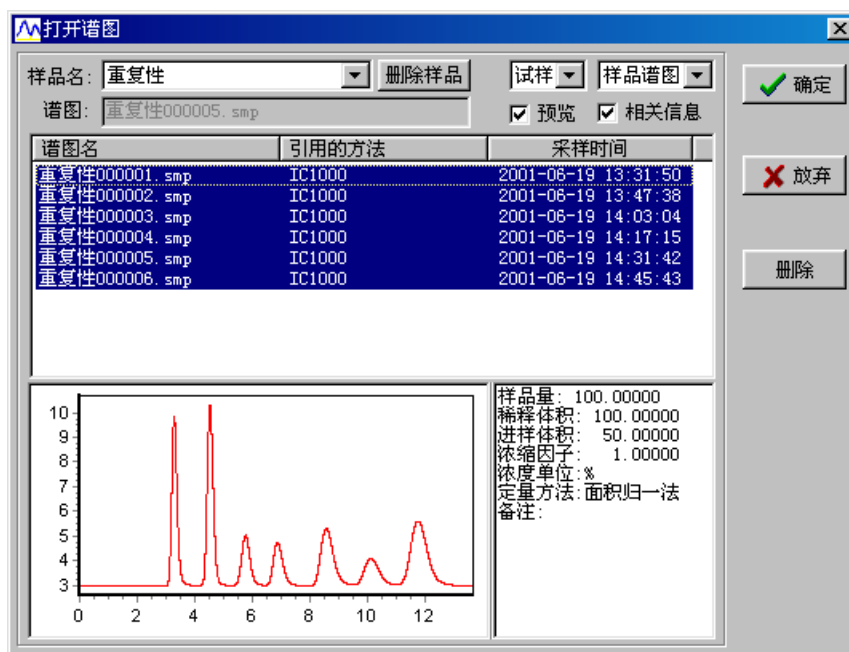


图 5-12

选择所需打开的图谱文件，可选多个文件。点确定按钮同时打开。如图 5-13 所示：

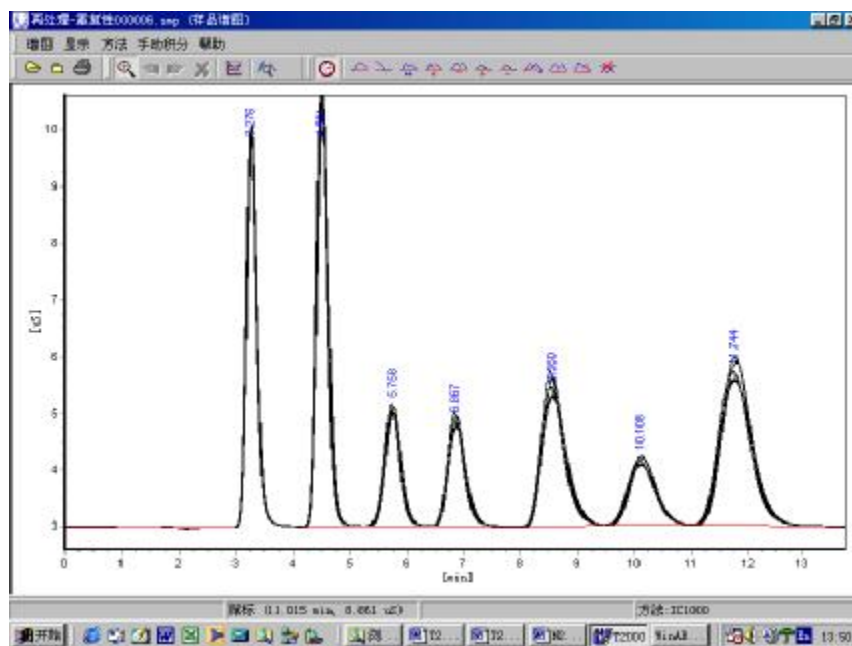


图 5-13

然后，点击显示菜单重复性分析选项。出现重复性分析表，点“+”图标加入重复性分析数据。如图 5-14 所示：



图 5-14

在做重复性分析时，可以点击移去一个谱峰按钮，删除一个不需要的谱峰。也点击清除按钮，删除所有的谱峰。

T2000P 色谱工作站提供数据输出功能。点击复制到剪贴板按钮，可以将重复性数据输出。

点击重复性报告按钮，可以预览重复性报告。如图 5-15 所示：

峰号	峰名	平均时间 (min)	时间 (min)	平均面积 (uV*s)	面积 (uV*s)	平均峰高 (uV)	峰高 (uV)	平均含量 (%)	含量 (%)	谱数
1		3.270	0.301%	14033041	129.805	454061	1.21%	2.653E+00	69.006%	6
2		4.512	0.296%	7034667	0.442%	491167	3.51%	1.966E+00	24.875%	6
3		5.749	0.230%	2629519	0.797%	134484	2.66%	7.345E+00	24.823%	6
4		6.855	0.222%	2618607	0.670%	100577	5.50%	7.388E+00	25.060%	6
5		8.545	0.214%	4636961	0.934%	159812	6.67%	1.297E+00	25.023%	6
6		10.105	0.185%	2450720	1.244%	73379	5.48%	6.665E+00	25.256%	6
7		11.745	0.180%	6894666	1.028%	177635	5.82%	1.930E+00	25.155%	6

样品谱型:
 重复性0000001.smp
 重复性0000002.smp
 重复性0000003.smp
 重复性0000004.smp
 重复性0000005.smp
 重复性0000006.smp
 重复性0000007.smp
 重复性0000008.smp

图 5-15

这时点击打印机图标，可以打印输出重复性分析报告。

(3) 手动积分

实际分析中由于有时的样品十分复杂，T2000P 色谱工作站提供了一个人工对色谱峰的识别进行补充处理的工具，这就是手动积分。手动积分是对工作站智能自动判别的一种合理补充。

手动积分的各个功能使用方法如下：您必须先用鼠标按下手动按钮，或者点击手动积分菜单选中使用功能，等到手动积分的各功能按钮弹出。如图 5-16 所示

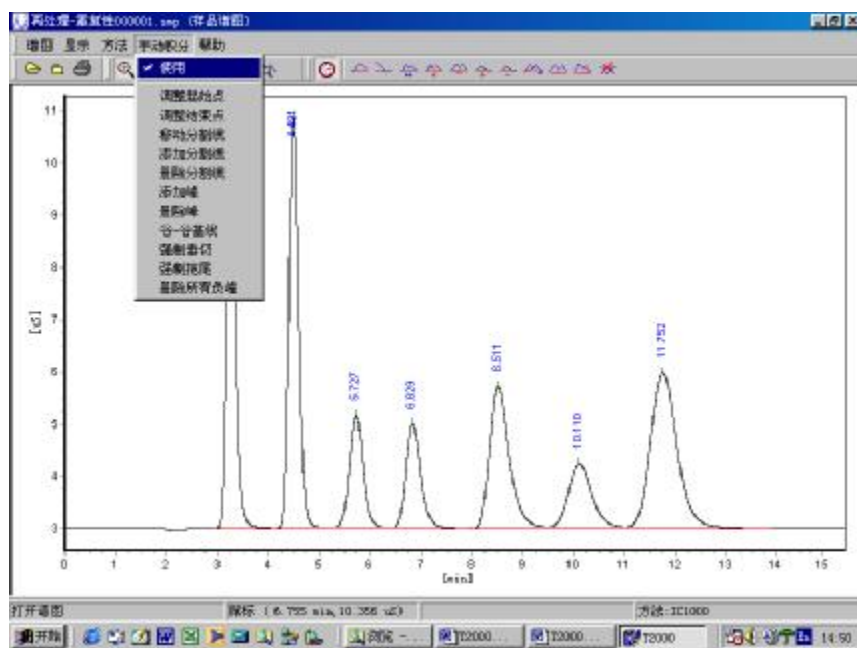


图 5-16

然后您可以根据需要，用鼠标单击选择功能按钮，使该按钮按下，并在谱图上选择需改变的目标点以及改动以后的点即可。具体各功能的操作如下：

移动起点 / 移动结束点：

用鼠标按下移动起点（或结束点）按钮或在菜单上选中该功能，然后依下方的提示用鼠标在色谱图上单击在移动的目标峰，然后用鼠标单击选择新的起点（或结束点）

移动分割线：

用鼠标按下移动分割线按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标在色谱图上单击寻找新的分割线位置，并双击鼠标。工作站即自动将分割线移到新的您所选的位置

增加分割线 / 删除分割线：

用鼠标按下增加分割线按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标在色谱图上双击选择所要添加分割线的位置，工作站即自动在您所选的位置强制添加一条分割线。

如果您要想删除分割线，则在用鼠标按下删除分割线按钮或在菜单上选中该功能后，然后用鼠标在色谱图上双击选择所要删除的分割线，工作站即自动将您所选分割线删除。

添加峰:

用鼠标按下添加峰按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所要添加色谱峰的起点与结束点。

删除峰:

用鼠标按下删除峰按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需删除峰的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间删除峰。

谷-谷基线:

用鼠标按下谷-谷基线按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需谷-谷基线的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间进行谷-谷基线。在设定的时间内连接所有峰谷点构造出基线。

强制垂切:

用鼠标按下强制垂切按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需强制垂切的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间进行强制垂切。用于修改未垂切的峰。

强制拖尾:

用鼠标按下强制拖尾按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需强制拖尾峰的起点及终点，工作站即自动在按您所给出的两个点之间进行强制拖尾。强制设定指定峰拖尾的起始时间和结束时间。

删除所有负峰:

用鼠标按下删除所有负峰按钮或在菜单上选中该功能，然后用鼠标分别在色谱图上双击选择所需删除所有负峰，工作站即自动在按您所给出的要求删除所有的负峰。

选中某一项目，按提示，双击鼠标，结束后，“Esc”键或按另一手动事件。处理完后，按“关闭当前谱图”，这样修改后的结果就保存下来了。再打开相应的文件，就是修改过的谱图和结果。

3.13.7 校正

(1) 操作步骤

1.1 打开“方法校正”对话框：



点击“快捷面板”中的按钮，可弹出“方法校正”对话框。如图 6-1 所示：



图 6-1

1.2 指定待校正的方法，打开“校正”对话框。如图 6-2 所示：

点击方法列表中的某一方法(假定为“血样外标”)，再点击“校正”。您也可以
在“实时进样”窗体“进样后处理”画面或“再处理”窗体中直接点击“组分表”页
签的校正小按钮，取代 1.1、1.2。

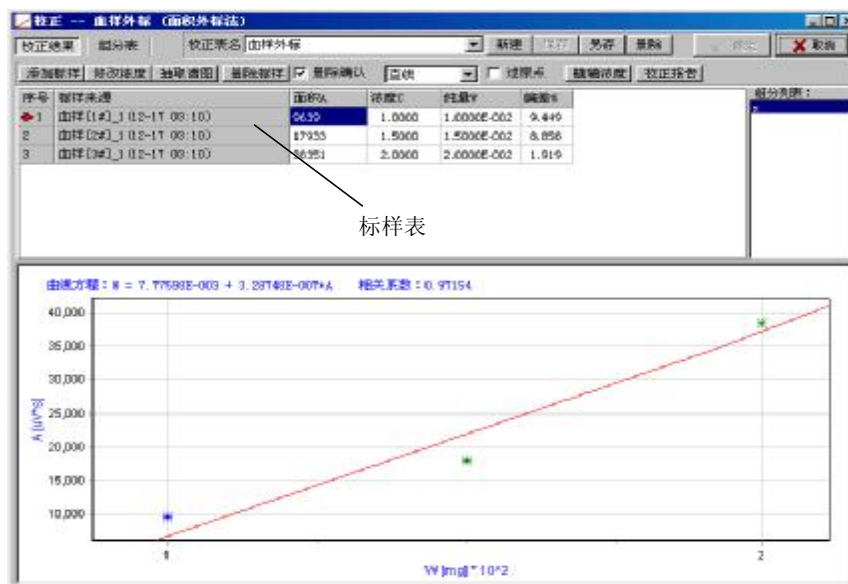
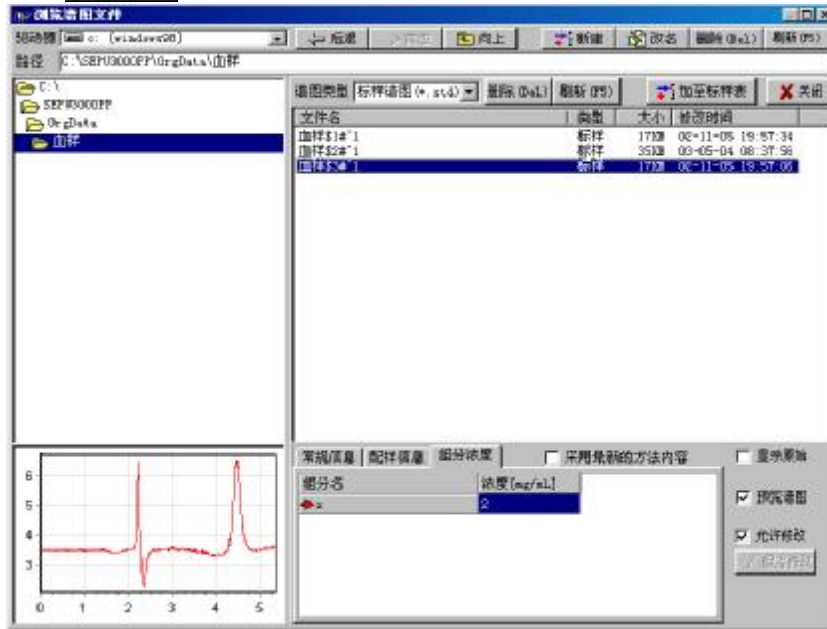


图 6-2

1.4 第四步、加入标样:

1) 点击 **添加标样**，弹出如下对话框；



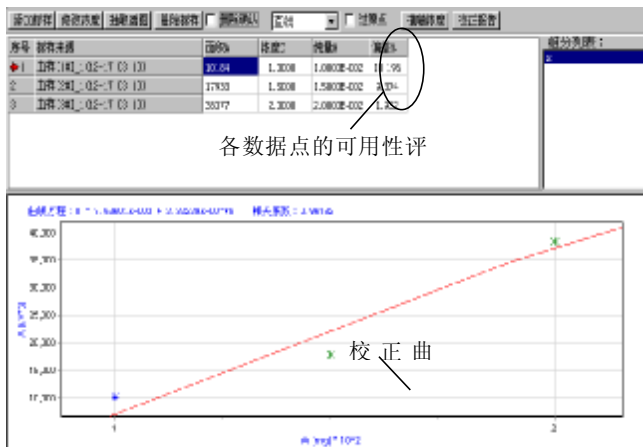
2) 加入标样谱图:

点击“目录树”中某项样品名文件夹节点，再在谱图列表中选点可用的谱图文件后点击“加至标样表”(或双击该谱图文件)；直到所有要采用的标样谱图文件均加入为止。

3) 点击“关闭”。

1.5 确认校正结果：

逐一点击“组分列表”框中的某组分，可给出该组分的校正曲线，并标注出其各项校正因子及相关系数，并给出各数据点的可用性评价(相对偏差)。



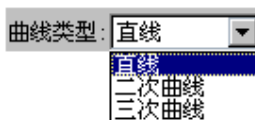
f0: 校正因子常数项
f1: 校正因子常数项
f2: 校正因子常数项
f3: 校正因子常数项
r: 相关系数

“直线”校正时：
f2=0, f3=0
“二次曲线”校正时：
f3=0
单点校正或多点过原点校正时：
f0=0

1、改变“曲线类型”

本工作站系统提供三种“曲线类型”供用户选择：

曲线类型	曲线方程范式
直线	$Y = f_0 + f_1 * X$
二次曲线	$Y = f_0 + f_1 * X + f_2 * X^2$
三次曲线	$Y = f_0 + f_1 * X + f_2 * X^2 + f_3 * X^3$



当您改变“曲线类型”后，系统会立即重新校正。

2、改变“原点策略”

本工作站系统提供两种“原点策略”供用户选择：

原点策略	说明
“过原点” 打上√	曲线过坐标原点(即 $f_0=0$)
“过原点” 不打√	曲线不过坐标原点(即 $f_0 \neq 0$)

当您改变“原点策略”后，系统会立即重新校正。

注意：1) 单点校正时，无论“原点策略”如何设定，曲线总是过原点的；

2) 当采用“指数法”定量时，“标样表”应至少包含 2 个不同浓度的标样进样，且“原点策略”不能设定为“采用并过原点”，原因如下：

因指数法时，组分纯量与响应的关系为“双对数多项式关系”，若曲线过原点，则意味着当组分纯量为 1 时，组分的响应值(面积或峰高)也为 1，而这几乎是不可能的。

3、修改标样“组分浓度”或(及)“称量信息”


- 点中某待修改的组分行，再点击“修改浓度”，弹出相应的对话框；
- 重新输入其“组分含量”或(及)“称量信息”；
- 再点击“确定”，即可依据修改后的“组分浓度”或(及)“称量信息”重新校正。

4、删除标样谱图：点击“删除标样”。

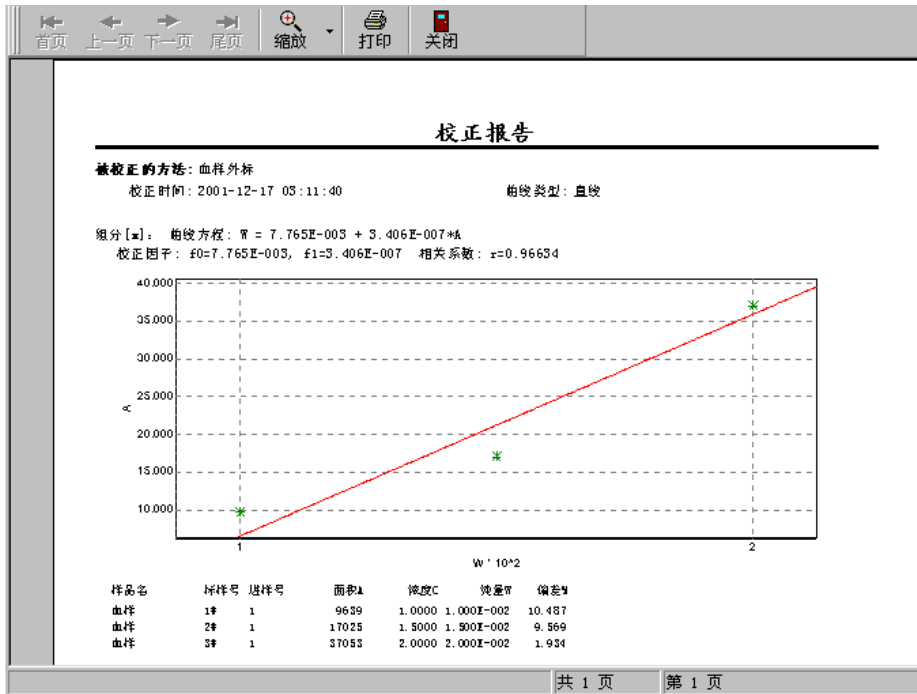
5、对调校正曲线的坐标轴

默认状态下，横轴为浓度轴，纵轴为响应轴。点击“横轴浓度”，可将坐标轴对调。

1.6 预览校正报告：

点击“报告报告”，可给出完整的校正报告(点击按钮可打印出校正报告；点击“关闭”可关闭校正报告)。

双击“组分列表框”中的某一组分，仅给出该组分的校正报告。



1.7 保存校正结果： 点击“保存”。

(2) 多重校正

本系统允许对同一“方法”(假定为“X”)建立不同的校正曲线(称为“多重校正”)。

比如：您可以利用低浓度标样数据点(假定为1#、2#、3#号标样)建立低浓度范围的校正曲线，将校正结果“另存”为一校正表(名为“X-低浓度校正”)；然后，再利用高浓度数据点(假定为4#、5#、6#号标样)建立高浓度范围的校正曲线，将校正结果“另存”为另一校正表(名为“X-高浓度校正”)。

此后，只要在“实时进样”窗体“进样后处理”画面或“再处理”窗体中直接点击“组分表”页签的“校正表”下拉式选项框中选定某一校正表，然后重新积分即可。

节 1.01 典型实例


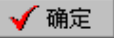
(a) “校正归一法”校正(单点多次平行样)

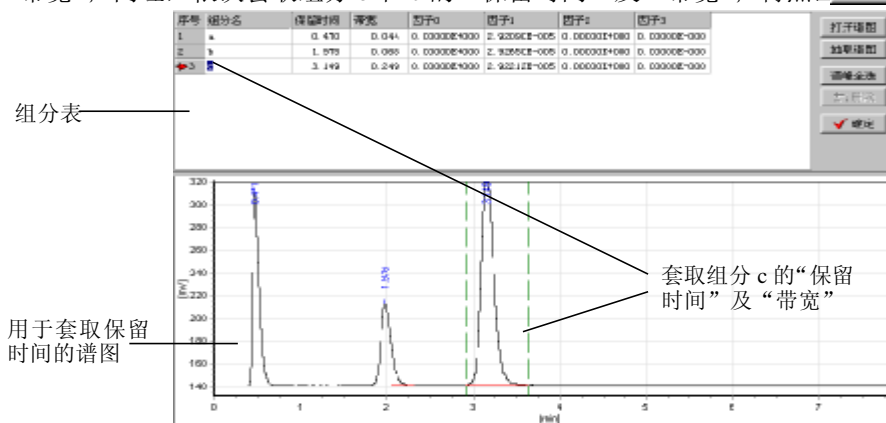
在本系统样品实例库中，“校正归一样”的1#标样，含有3个组分，各组分浓度如下：

组分名	组分浓度[%]
A	26.97
B	17.58
C	55.45

该样品所引用的方法为“校正归一”，且已对该标样进行了4次平行进样(重复进样)。现要求对方法进行单点四次的校正归一法校正。

参照本章第一节的叙述，其校正步骤如下：

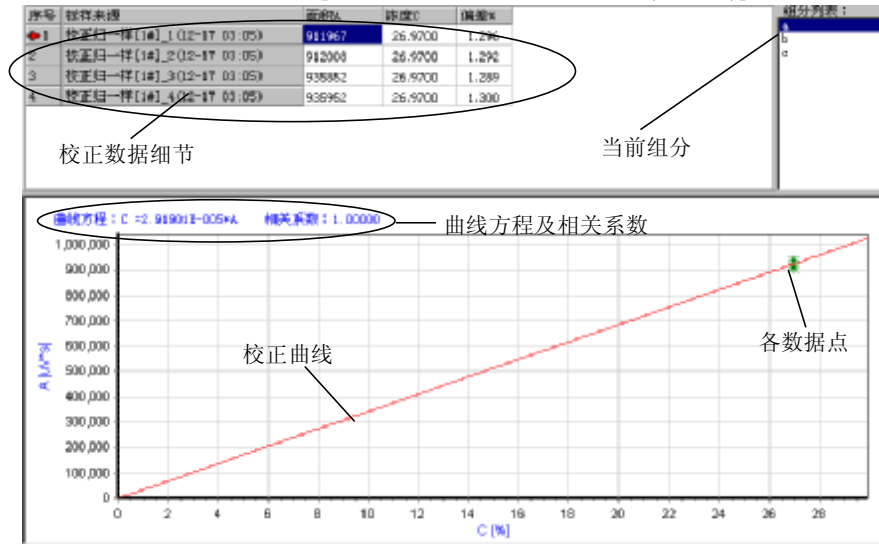
- 1、点击“快捷面板”中的按钮，弹出“方法校正”对话框；
- 2、点击方法列表中的“校正归一”项，再点击“校正”；
- 3、点击“组分表”页签，再点击“打开谱图”，然后：
 - 1) 点击“样品树”中的“校正归一样”样品节点，再点击“展开”按钮；
 - 2) 点击“校正归一样”节点下“1#”标样下的某一进样节点；
 - 3) 再点击“确定”。
- 4、点击“组分表”中的组分 a，再双击第 1 个谱峰，可自动套取该组分的“保留时间”及“带宽”；同理，依次套取组分 b 和 c 的“保留时间”及“带宽”；再点击。



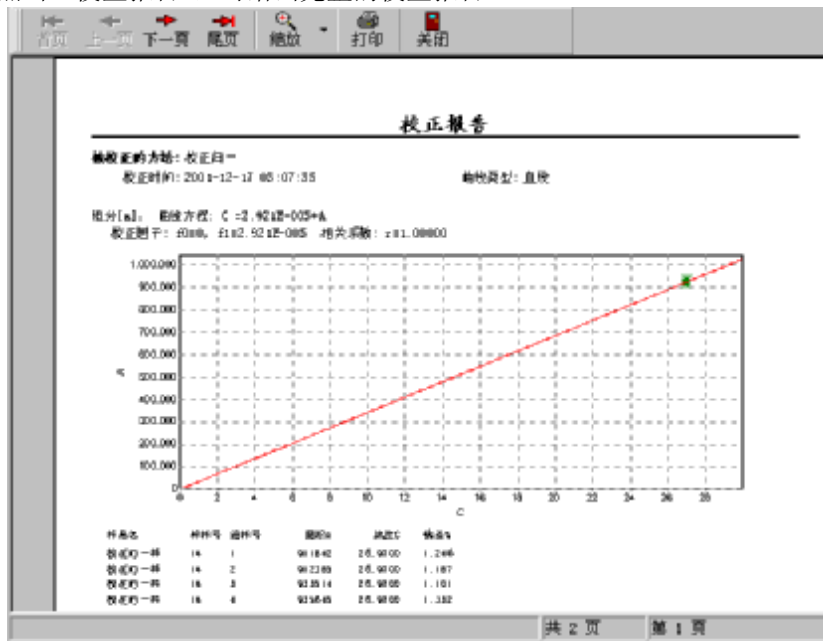
- 5、点击“添加标样”页签，弹出“添加标样”对话框，然后：
 - 1) 点击“样品树”中的“校正归一样”样品节点，再点击“展开”按钮；
 - 2) 双击“1#”标样下的第1号进样(或点击后再点击“加入标样”)，可将该进样加入到标样表中；同理，依次将第2、3、4号进样加入到标样表中；
 - 3) 再点击“关闭”，即完成了该方法的单点4次校正计算。


平行样响应值自动平均机制：本系统会将浓度相同的数据点对其响应值(面积或峰高)自动取平均，从而实现平行样的校正计算。

- 6、点击组分列表框中的某项，可查看该组分的校正曲线、校正因子及相关系数，同时，给出了该组分的校正数据细节[包括各数据点的可用性指标(偏差%)]。



- 7、点击“校正报告”，可给出完整的校正报告：



点击“下一页”查看下一页，点击“上一页”查看上一页，点击“尾页”查看最后一页，点击“首页”查看第一页；点击  可将校正报告输出到打印机，点击“关闭”可关闭“校正报告”。

- 8、点击“确定”或“保存”保存本次校正结果。


(b) “外标法”校正(单组分多点一次)

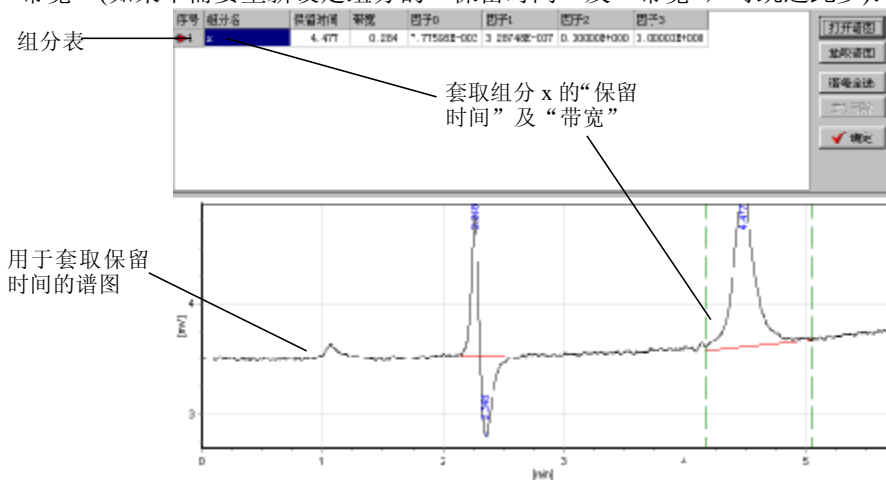
在本系统样品实例库中，有3个标样“血样”(待标定的组分为x)，各标样的浓度如下：

标样号	组分浓度[mg/mL]
1#	1.0
2#	1.5
3#	2.0

该样品所引用的方法为“血样外标”，且已对其3个标样各进行了1次进样。现要求对方法“血样外标”进行三点一次外标法校正。

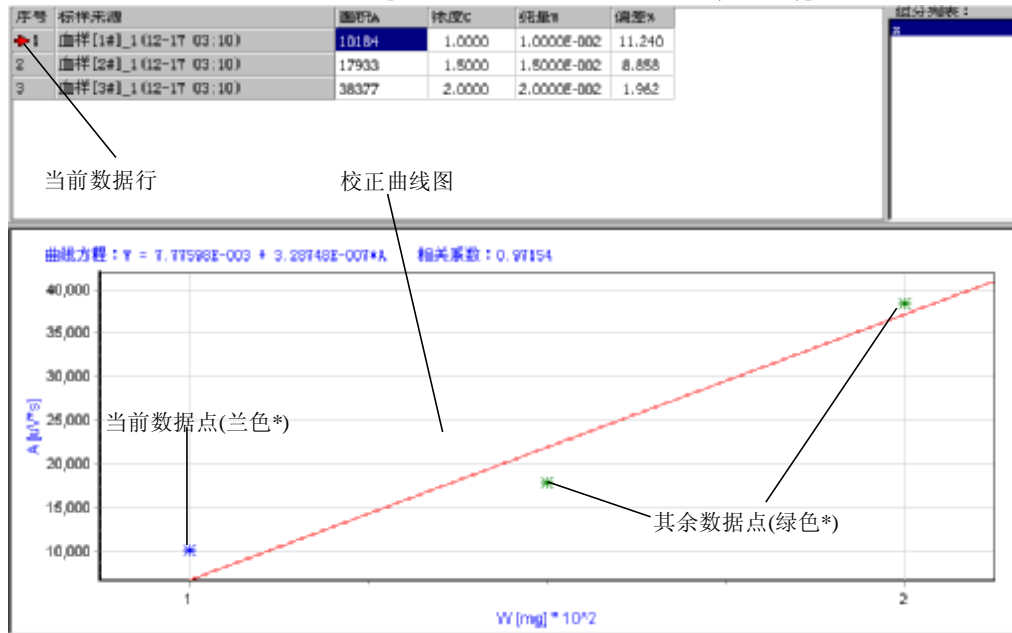
参照本章第一节的叙述，其校正步骤如下：

- 1、点击“快捷面板”中的按钮，弹出“方法校正”对话框；
- 2、点击方法列表中的“血样外标”项，再点击“校正”按钮；
- 3、点击“组分表”页签，再点击“打开谱图”，然后：
 - 1) 点击“样品树”中的“血样”样品节点，再点击“展开”按钮；
 - 2) 点击“血样”节点“2#”标样下的进样；
 - 3) 再点击“确定”。
- 4、点击“组分表”中的x组分，再双击第3号谱峰，可自动套取该组分的“保留时间”及“带宽”(如果不需要重新设定组分的“保留时间”及“带宽”，可跳过此步)：



- 5、点击“添加标样”页签，弹出“添加标样”对话框，然后：
 - 1) 点击“样品树”中的“血样”样品节点，再点击“展开”按钮；
 - 2) 双击“1#”标样下的进样(或点击后再点击“添加标样”)，可将该进样加入到标样表中；同理，依次将第2#、3#号标样的进样加入到标样表中；
 - 3) 再点击“确定”，即完成了该方法的三点一次校正计算。

- 6、点击组分列表框中的 x 组分，可查看该组分的校正曲线、校正因子及相关系数，同时，给出了该组分的校正数据细节[包括各数据点的可用性指标(偏差%)]。



点击“标样表”中的某标样数据行，“校正曲线图”中相应的“*”数据点会变为兰色，其余数据点为绿色“*”；反之，点击某数据点“*”，会自动指向“标样表”中相应的标样数据行(以红色箭头 指明)。

- 7、点击“校正报告”，可给出完整的校正报告(参阅本节第一部分第7步)。
- 8、点击“确定”或“保存”保存本次校正结果。


(c) “内标法”校正(多组分单点一次)

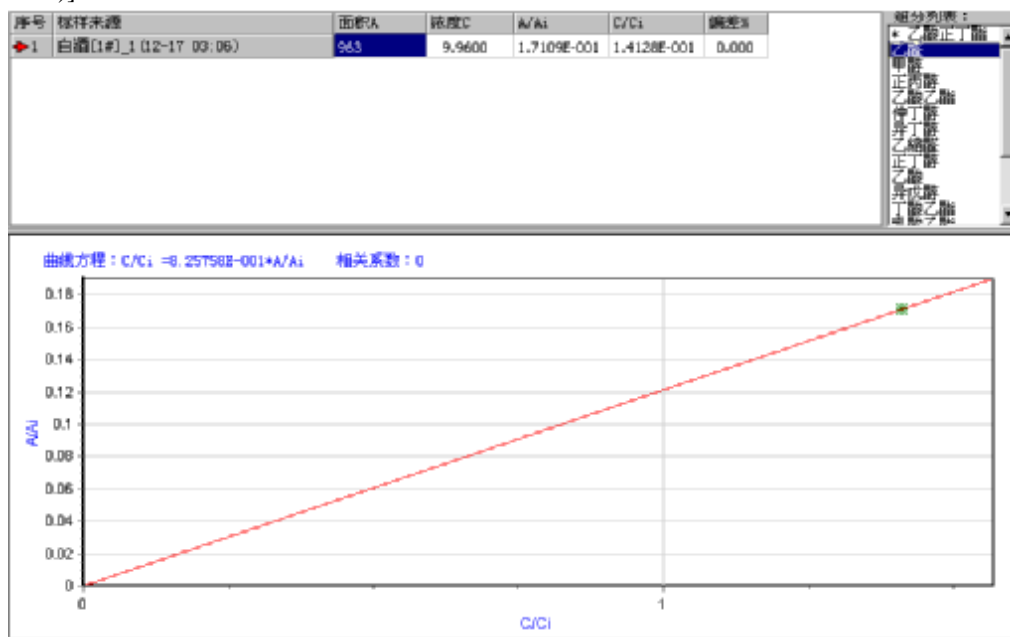
在本系统样品实例库中的“白酒”标样，包含多个待标定的组分，各组分的浓度如下：

组分名	组分浓度[mg/100mL]
乙酸正丁酯 (内标物)	70.50
乙醛	9.96
甲醇	14.93
.....
己酸乙酯	120.60

该样品所引用的方法为“白酒内标”。现要求对该方法进行单点一次内标法校正。

参照本章第一节的叙述，其校正步骤如下：

- 1、点击“快捷面板”中的按钮，弹出“方法校正”对话框；
- 2、点击方法列表中的“白酒内标”项，再点击“校正”按钮；
- 1、点击“组分表”页签，再点击“打开谱图”，设定各组分的“保留时间”及“带宽”(参阅本节第一部分第3步)。
如果不需要重新设定组分的“保留时间”及“带宽”，可跳过此步。
- 4、点击“添加标样”按钮，然后加入标样谱图(参阅本节第一部分第5步)。
- 5、逐一点击组分列表框中的各项(内标组分应跳过)，可查看各组分的校正曲线、校正因子及相关系数，同时，给出了当前组分的校正数据细节[包括各数据点的可用性指标(偏差%)]。



- 6、点击“校正报告”，可给出完整的校正报告(参阅本节第一部分第7步)。
- 7、点击“确定”或“保存”保存本次校正结果。


(d) “指数法”校正(单组分多点一次)

在本系统样品实例库中，有“FPD 样”标样(仅要求标定一个组分)，各标样的浓度如下：

标样号	组分浓度[ppm]
1#	0.8
2#	2.0
3#	3.2
4#	4.0

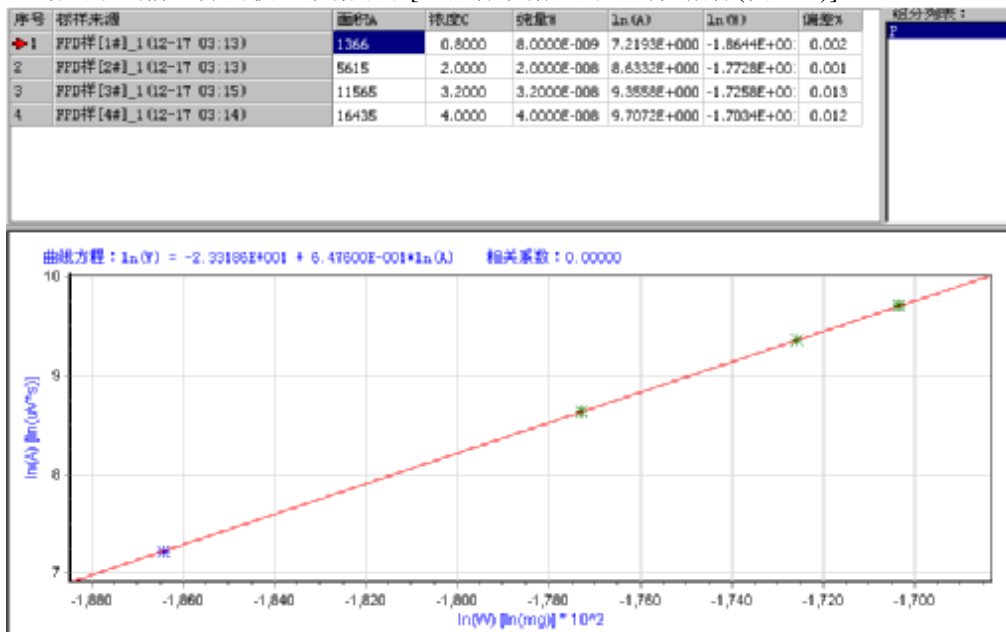
该样品所引用的方法为“FPD”。现要求对该方法进行四点一次指数法校正。

参照本章第一节的叙述，其校正步骤如下：

- 1、点击“快捷面板”中的按钮，弹出“方法校正”对话框；
- 2、点击方法列表中的“FPD”项，再点击“校正”按钮；
- 3、点击“组分表”页签，再点击“打开谱图”，设定各组分的“保留时间”及“带宽”(参阅本节第一部分第3步)。

如果不需要重新设定组分的“保留时间”及“带宽”，可跳过此步。

- 4、点击“添加标样”，然后加入标样(参阅本节第一部分第5步)。
- 5、点击组分列表框中的P组分，可查看该组分的校正曲线、校正因子及相关系数，同时，给出了当前组分的校正数据细节[包括各数据点的可用性指标(偏差%)]。



- 6、点击“校正报告”，可给出完整的校正报告(参阅本节第一部分第7步)。
- 7、点击“确定”或“保存”保存本次校正结果。

3.14 仪器运行的结束

3.14.1 FID 检测器的运行结束

分析结束之后，按照以下步骤结束 GC7900 气相色谱仪的运行。

(1) 把 FID 检测器流量调节部分的氢气、空气、尾吹气的开关阀，顺时针旋转到底关闭，使 FID 检测器的火焰熄灭。

(2) 关闭色谱柱箱、进样器、检测器的温度控制，使各加热部分冷却，操作步骤如下：

(A) 将色谱柱箱的温度设低，让色谱柱箱降温。

(B) 将进样器的温度设低，让进样器降温。

(C) 将检测器的温度设低，让检测器降温。

(D) 如果想让色谱柱箱快速冷却，可设定比室温更低的温度。

(3) 各部分的温度冷却到接近室温之后，关闭各种气体的高压储气瓶的总阀。

(4) 切断 GC7900 气相色谱仪的主机电源（关闭电源开关）。

△ 留意事项

各部分的温度条件或温度程序、时间程序等内容，即使切断主机电源，仪器也会记忆。

3.14.2 TCD 检测器的运行结束

分析结束之后，按照以下步骤结束 GC7900 气相色谱仪的运行。

(1) 切断 TCD 检测器的钨丝电流。

(2) 关闭色谱柱箱、进样器、检测器的温度控制，使各加热部分冷却，操作步骤如下：

(A) 将色谱柱箱的温度设低，让色谱柱箱降温。

(B) 将进样器的温度设低，让进样器降温。

(C) 将检测器的温度设低，让检测器降温。

(D) 如果想让色谱柱箱快速冷却，可设定比室温更低的温度。

(3) 各部分的温度冷却到接近室温之后，关闭载气的高压储气瓶的总阀。

(4) 切断 GC7900 气相色谱仪的主机电源（关闭电源开关）。



注 意

TCD 检测器的温度下降到 100℃ 以下之前，请保持载气在 TCD 检测器中的流通。如果在高温状态下切断载气，让空气混入 TCD 检测器，则 TCD 检测器的钨丝会被氧化，导致性能劣化。