

GC Smart (GC-2018) 气相色谱仪操作规程

Lab Solutions LE 文件类型说明

1. **数据文件 (*.gcd):** 包含色谱图、峰面积与浓度计算结果; 数据采集时仪器的操作日志及错误日志; 分析使用的方法文件的内容; 报告格式文件的内容; 批处理文件的内容(执行批处理操作时)
2. **方法文件 (*.gcm):** 包含分析条件参数: 如柱流量、进样口压力、分流比(注: 上述参数在GC-2018主机上设定), 进样口、检测器和柱箱的温度, 升序升温程序及采集时间等; 数据分析参数: 如积分条件、定量方法及校准曲线信息等。这两部分参数可保存在同一方法文件中或分别保存。
3. **报告格式文件 (*.gcr):** 保存有关报告格式的信息, 布局及输出项目等。
4. **批处理文件 (*.gcb):** 保存数据的连续采集和再解析的批处理表。

开机及进样步骤

1. 根据要求配置好样品。
2. 根据标准方法要求选择合适的柱子, 并安装到方法所需的进样口及检测器上, 必要时进行隔垫和衬管的维护。
3. **打开载气** (氮气/氦气等) 气源阀门, 将输出压力调节至0.3~0.5 Mpa。
4. **打开主机电源开关**, 在主机自检完后, 打开工作站实时分析窗口。
5. 点击辅助工具栏主项目下“配置维护”图标, 再点击“系统配置”图标。从中设置好分析流路(包括进样口、色谱柱及检测器, 如有其他配置还需选好)及相关参数, 设定好参数后点确定。
6. 初步调节柱流量, 调节方法如下:
 - a) **DINJ进样口流量调节:** 按主机上【流量】键, 直至监控屏幕上显示DINJ流量监控界面, 调节主机前面流量A/流量B调节旋钮, 设定流量(边观察屏幕边调节对应的柱流量旋钮, 使流量初步达到方法所需流量)
 - b) **SPL进样口流量调节:** 按主机上【流量】键, 直至监控屏幕上显示SPL流量监控界面。**①调节初始流量:** 边观察SPL流量界面上总流量值, 边调节总流量调节旋钮。先调节入口压力后再调节总流量, 但是没有一定的总流量无法调节入口压力。调节

流量时，要比设定分析条件更大（如分析条件总流量是100ml/min，要调节至150ml/min以上的流量）。②**调节入口压力**：边观察SPL流量界面上入口压力值，边调节入口压调节旋钮，使入口压力达到设定值。③**调节隔垫吹扫流量**：一般不调整，按出厂设置即可。④**总流量调节**：转动总流量调节旋钮，调节分析条件的总流量。此时，入口压力有可能变化，重新进行入口压力微调整。总流量、入口压力要同时进行调节。

7. 流量初步调节好之后，**通气约15分钟后**，设定其他分析参数。点击辅助工具栏【仪器参数】图标，在仪器参数窗口根据方法标准设定进样口、检测器将柱箱温度，程序升温参数及检测器采集参数和采集时间等；参数设定好之后，点击【文件】菜单【方法另存为】保存新的方法（如果有设定好的方法，直接打开调用即可）。点击【下载】按钮。
8. **点击【开启系统】图标，启动仪器**，仪器开始升温。
9. 当温度达到设定值后，再**微调进样口流量**调节至所需流量。
10. 当温度达到设定值后，检测器的设定：
 - a) **FID检测器**：**打开氢气瓶阀门**，将输出压力调节至0.3 Mpa；打开空气瓶阀门，将输出压力调节至0.3 Mpa；（或者打开氢气发生器和空气泵电源）。调节FID检测器的流量：按主机上【流量】键，直至监控屏幕上显示FID流量监控界面。打开主机右边的流量控制盖，转动各调节阀的旋钮，设定各个流量。各气路流量推荐值：氢气约40ml/min，空气约400ml/min，尾吹气约30ml/min。再打开**点火**开关，点燃火焰（观察主机屏幕上的火焰是否点燃）。
11. 待所有调节设定值、出现准备就绪状态后，点击“零点调节”，**点击斜率测试（3000以下）**，查看基线相对平稳后，即可进行样品分析。
 - a) **单针进样分析**：点击数据采集中【单次分析】图标；编辑样品参数：样品名称，方法文件名（通常为当前使用的方法名称）如果使用不同的方法需重新平衡系统，数据存储路径，数据文件名等。如果使用自动进样器还需编辑瓶号。点击【确定】后，开始进样操作。依次采集标样及样品数据。
 - b) **批处理分析**：当配置有自动进样器时可使用批处理，连续采集数据。先将处理好的标样及样品溶液过滤后，装入样品瓶中，依次放置于自动进样器的样品架上，记录好对应的瓶号。点击【批处理】图标，点击“文件”→“新建批处理文件”→点击【向导】图标开始建立批处理文件：选择方法文件（通常为当前使用的方法文件），开始瓶号，进样体积→下一步→选择样品组类型→输入样品名称、ID、数据名称

及存放路径、样品个数、每瓶重复次数→向导完成以后点击**确定**。在建立好的批处理表格中继续修改完善，点击**【保存】**，保存批处理文件，点击**【批处理开始】**图标，执行批处理，仪器即根据批处理依次采集数据。

关机步骤

1. 数据采集完成后，在仪器参数中，将进样口温度设置为60℃，将柱箱温度设置为40℃，将检测器温度设置为60℃。点击**【下载】**图标。
2. 在降温过程中检测器的操作：
 - a) **FID检测器**：按主机上**【流量】**键，直至监控屏幕上显示FID流量监控界面。打开主机右边的流量控制盖，转动氢气和空气调节阀的旋钮，关闭氢气和空气流量。仪器会自动提示火焰熄灭)，关闭氢气瓶和空气瓶的阀门，（或者关闭氢气发生器和空气泵电源），必要时关闭FID检测器。
3. 待进样口温度及检测器温度降到100℃以下，点击“关闭系统”图标。
4. 关闭工作站实时分析工作站；关闭主机电源开关；断开电源连接；关闭载气气源阀门。

数据处理计算（再解析）

数据采集完成以后，即可进行数据的分析计算，点击工作站图标→再解析图标进入再解析界面。

1. **建立分析方法文件**：点击助手栏主项目中**【数据处理】**图标→在资源管理器中打开数据存放文件夹→双击一个标样数据文件→点击向导→编辑积分条件（如斜率、最小峰面积等如有需要则进一步修改积分时间表）→下一步→根据保留时间勾选需要定量计算的色谱峰→下一步→编辑定量计算参数：定量方法（外标法等）、级别数（标样的浓度点算）、曲线拟合（一般为线性）、是否过原点→下一步→选择时间窗范围，峰识别（一般默认即可）→下一步→输入化合物名称，及浓度→完成→点击**【视图】**图标，点击“文件”→“另存方法为”保存方法文件，如001.gcm。
2. **建立标准曲线**：点击助手栏中**【校准曲线】**图标→打开上一步保存的方法文件，如001.gcm→将鼠标移至级别号上按右键，添加对应的标样数据文件。标样数据添加完成后，即可查看线性方程及相关系数等，点击**保存**图标，即把标准曲线保存在方法文件中，此时方法文件方可用于计算。

3. **查看保存样品计算结果：**切换至【数据处理】视图，打开一样品数据文件，点击“文件”→“加载方法文件”打开上一步保存的方法文件，在化合物视图中的结果标签即可看到计算的浓度或者其他结果，如需将结果保存于数据文件中，点击【保存】图标。
4. **用批处理进行数据分析：**先建立分析方法文件，同第1步。点击助手栏中【批处理】图标→点击【新建】图标→在资源管理器中打开数据存放文件夹，切换至数据文件类型视图→拖选需要处理的标样及样品数据文件→在批处理表中编辑样品类型（标准样、未知样，第一个标准样需初始化校准曲线）、方法文件全部修改为刚保存的分析方法文件（第一行选择好以后，选择向下填充功能即可）、标样数据文件的级别数与其浓度级别一一对应，编辑完成以后→点击【保存】图标→点击【批处理开始】图标，批处理开始执行。执行完成以后，校准曲线自动保存在方法文件中。计算结果自动保存在数据文件中。