

# 第一章 GC-7890 常规进样规则

[特别提醒：若 2 小时左右无气样，转化炉温度应关闭；用前半小时打开温度]

## 一. 1.进样条件(化验员交班需查项目)

- ① “准备灯”亮，五路温度正常；
- ② FID 已点火正常（在不调零时，为 3 个数的电平值）；
- ③ 桥流在 120 mA；
- ④ 各路流量压力显示正常；
- ⑤ FID1 和 TCD1 的方法文件显示正常，并且已点“应用设置”；
- ⑥ 谱图保存路径指向 E: \谱图；

## 2. 仪器具体工作参数

① 温度： 转化炉（进样器） 360℃；柱箱 90℃；

FID（检测器） 180℃；TCD（检 2）100℃；

进样器（进样 2）130℃；

② 压力流量：进样 1（载 1）52~46 KPa，19 sccm 左右；

进样 2（载 2）37 KPa 左右，30 sccm 左右；

进样 3（载 3）45 KPa 左右，16 sccm 左右；

检测 1（FID）氢气 40 sccm 左右；

空气 320~330 sccm 左右，尾吹 10sccm 左右；

检测 2（TCD）氢气 7.2 sccm 左右；尾吹 16 sccm 左右；

③ TCD1 中：桥流 120mA； 极性：【进水时为□，做 O<sub>2</sub>为,】  
停止时间为均 6 分； FID1 和 TCD1 均“结束后” ,点“应用设置”。

④FID1 中：“停止时间”为 6 分钟；若用 FID1 时“结束后”, 方法文件选“H<sub>2</sub>标样 2”文件，“定量结果计算”中选“H<sub>2</sub>组分表 2”，（查看积分事件），点“应用设置”。FID1“调零”应为□（不调零）

二.（一）若分析 H<sub>2</sub> 中的 CO, CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>:

TCD1 → 在“结束显示”为。再点“FID1”在其“结束后显示”中应为 → 把 FID1 的“调零”变成□, (FID1 不调零)。把“气体进样器 1”旋柄打开“取样”位置 → 从“专用小净化管中接入样气球胆” → 出气端的“水瓶”必须放在地面上 →

让样气进样 10~15 秒，“水瓶”中应有气泡 → 夹死球胆出口管 → 一手扳动“进样 1”旋柄至“进样位置”，另一只手同步按仪器上的“白按钮” → 6 分钟提示音，自动出结果，自动保存 → 若要打印，点“打印预览” → 打印。

（二） ①若要分析甲醇水：

TCD1 “结束后显示”应为 → 再把 TCD1 中的“调零” → □ → 。在“TCD1”“检测器设置”栏中“极性”为□。

用 1μL 针套上两个进样垫 → 在样液中，吸取大量样品，

在瓶外推掉，擦干净针头。这样重复 5 次 → 最后定容在 0.1 $\mu$ L，擦干净针头 → 快速注入载 3 进样口 → 同步按仪器“白按钮” → 其它步骤同 FID1 对应部分。

②若作 H<sub>2</sub> 中的氧，首先把 TCD1 “极性”变为 → 把氧的“方法文件”打开 → “应用设置” → 把 TCD1 的“调零” →  →  → 把“气体进样器 II”打到“取样” → 操作方法同上。

（三）进样注意点：

① 若下个要分析 CO, CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> 样气 2h 左右才有时，点“系统” → “控温配置” → “转化炉”“使能栏”中变成 → 点“设定”。此时仪器温度上的“进样器”应为“关”

若有了样气，提前半小时 → 把“转化炉”中的“使能”栏中的变为点“设定”。此时仪器温度上“进样器”应为“开” → 待“准备灯”常亮后 → 按上述“二”中的（一）操作。

②分析纯甲醇和甲醇水不能共用同一个针。否则，针中水有残留，且面积不重复。

③在任何条件下，FID1 必须“着火”才能出 CO, CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>。【FID1 “调零”在为好】，甲醇水与氧注意“极性”和“方法文件”及进样口的不同。

④若需更换进样垫；若需更换气瓶；若需更换净化器填料；

若休班。上述情况仪器都应关机，关机顺序如下：①关空气电源，按“排水按钮”使空气压力为零。②把柱箱温度“0” → “设置”，③“系统” → “控温配置” → 把“使能”栏中的除柱箱外变成 → “设定”。④仪器温度界面除柱箱外所有应显示“关”。⑤桥流 → “0” → “确定”。⑥打开柱箱前大门。⑦待“转化炉”温度均低于 100℃后，点“关闭控温”；关柱箱前大门。⑧关所有钢瓶总开关 调节柄不要动。⑨关所有电源。

## 第二章 GC-7890 开关机规则

- 一. 检查：净化管，气路管，电流，室温是否符合仪器要求（见仪器说明书）；
- 二. ①首先把所有钢瓶减压器“调节柄”逆时针全部松开 → 打开钢瓶总开关 → 顺时针调节“调节柄”使减压器输出压力为：N<sub>2</sub>为 0.4 MPa；H<sub>2</sub>为 0.28 MPa；打开空气电源 → 通气 5 分钟。②打开仪器电源 → 仪器自检后自动显示在温度界面 → 连续按仪器上的“1”两次。③打开电脑 → 插上加密狗 → 双击“在线”图标 → 在“设备管理”栏中双击亮绿的圆点图标。④在“流量控制”栏中分别点“进样 1，进样 2，进样 3，检测器 1，检测器 2”，查看有关栏，应有压力和

流量。⑤把柱箱温度→150℃→“设置”。点“开始控温”  
仪器应有启动声。⑥点“系统”→控温配置→把转化  
炉..FID.TCD.进样 2.对应“使能”栏中□变为，点“设  
定”。此时仪器温度界面上“进样器”“柱炉”“检测器”“进  
样 2”“检测 2”均应为“开”，并且温度上升，待“准备灯”  
亮。⑦“TCD1”→点“检测器设置”→桥流设定为 120 mA  
→【(做甲醇水时，极性为□；做 H<sub>2</sub> 中的 O<sub>2</sub>，极性为)  
点“确定”。】⑧FID1→在 FID1 栏中“调零”变为□→  
点“检测器设置”→(在检测器 1 栏中的 H<sub>2</sub> 为 40 sccm 条  
件下)，点“点火”→“点火”→至“当前电平为 3 个数  
以上”。在上述操作完成后，仪器需稳定 8 分钟。⑨把柱  
箱“90℃”→“设定”再稳定 15 分钟(稳定标志为 FID 和  
TCD 基线平直了)。然后按“进样规则中的有关步骤操作”。  
三. 关机：按“进样规则”中的三中④项进行。

四. 注意点：①对新电脑，再开机它可能记住关机时的“方  
法文件.mat”。在工作站温度界面上→点“仪器设置”→  
查看“文件方法”下列中的“积分事件”，“打印报告”和“定  
量结果计算”栏中的“组分表”是否正确，若正确，一定要  
点“应用设置”，若不正确，应找到正确的“方法文件”→  
打开→再查看→点“应用设置”。

② 长时间使用后，对样品浓度与标样浓度差别大的样品，  
其“保留时间”可能变化，这样表现为峰出了，但无对应组

分的结果。此时可变化离线工作站“积分事件”中对应组分的起始时间和终止时间。也可从组分表中，变化该组分的左右时间带 → 修改后，点“应用设置” → 如果结果对了 → 点“方法文件”下方的“另存” → 把原“方法文件”替代（注意，此种情况下，若修改了组分表，一定要点“保存组分表” → 此时弹出对话框 → 替代原组分表 → 然后在“定量结果计算”栏中 → 点“打开” → 找到新“组分表” → 打开。在“积分事件”正确后 → 点“应用设置”

在“积分事件”和“组分表”都正确前提下 → 点“另存” → 替代原“方法文件”。在“在线”方法文件界面上 → 点右上角的“小文件夹” → 找到新的方法文件.mat → 打开 → 查看是否是新的 → 点“应用设置”；

### 第三章 GC-7890 编辑组分表和积分事件 操作规则（技术员需会做）

（以 FID1 测微量 CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub> 为例说明）

一.在 E 盘中创建一个“CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub> 方法”文件夹。在“在线工作站”的“方法文件”界面上点“新建” → 点“应用设置”。这样“积分事件”为原始值，“组分表”也是空白的。在仪器满足“进样规则”条件下 → 把“标气”瓶接入“小净化管” → 把“气体进样 1”把柄放在“取样”位置。开关标气总开关大于 4 次（一定要放空，目标为了

排除表头中的空气 CO<sub>2</sub>)。 以下步骤见“进样规则”中的“二”中的①→ 当 6 分钟出提示音，自动显示谱图。 点“积分事件”。点“删除峰”→ 从头到尾全部删除→ 放大 CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub> 峰的底部 → 点“添加正峰”→ 从每个峰的起始拐点和终止拐点添加→ 这样逐个把 CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub> 峰添加完成→ 这每一步操作，“积分事件”都逐条自动记录（完全符合医药工作站国标要求）→ 注意 CO<sub>2</sub> 峰出峰较晚，在积分事件栏中必须适当增加它的起始和终止时间。点方法文件下的“保存”→ 自动弹出对话框→ E → “CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub> 方法”文件夹→ 新建一个临时的.mat（例如 000.mat）→ “保存”→ 在谱图下列组分名中添上组分名 CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub> → 点“保存目前谱图”。人工记住其保存路径（例如 A）→ 在“在线工作站”→ 点“仪器设置”→ 点方法文件右侧的“小文件夹”→ 找到“000.mat” → “打开”→ 查看新“积分事件”→ 点“应用设置”（此步重要）。再第二次进标气→ 步骤同“进样规则”中的“二”中的①→ 6 分钟后，自动弹出结果（此时是按新“积分事件”自动处理的）。把峰组分名添入 → 点“保存目前谱图文件”→ 人工记住 B → 以此类推（一般至少进三次标气）→ 这样就有了 A,B,C 三个标样了。

二. 在“离线工作站”中点“文件” → 点“编辑组分表”

→ 点“打开标样” → E → 谱图 → 找到 A → 点 A → 打开 → 点“添加所有峰” → 命名各组分名称 → 输入标气中各组分的浓度数据 → 在空白处点一下 → A 中各组分的“校正因子”自动计算出 → 此时记录为“1”。点“选项” → 在单位栏中输入“ppm” → 点“默认” → 选“面积”，在原点栏选“考虑” → 在“曲线类型”中点“单点校正线性”（注意在甲醇水中为“校正归一”） → 点“确定”。再次点“打开标样” → 找到 B → “打开” → 点“添加已有组分”（此步骤重要，不能点“添加所有峰”） → 此时 2 个图叠加在一起，记录自动变为“2” → 点“取校正因子” → 此时自动显示两次的“校正因子”的平均值。以此类推，找到 C，步骤同上（此时显示 3 次的平均值）。点“保存组分表” → E → CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub>方法” → 新建一个“H<sub>2</sub>组分表②”.cal 文件 → 保存。（注意组分表文件均为.cal）。

三. 在“离线工作站”中，上述的操作肯定是在临时的“000.mat”方法文件进行的。点“定量结果计算”栏中“打开” → 找到刚新建的“H<sub>2</sub>组分表②”.cal → 点“打开” → 点“查看” → 若正确 → 点右上方的“另存” → “在 CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub>方法”文件夹中新建一个“H<sub>2</sub>标样②”文件，显示“H<sub>2</sub>标样②.mat”。把原来临时的“000.mat”删除。

四. “在线”工作站中，点“仪器设置” → 点方法文件右边“小文件夹” → E → “CO、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub>方法”文件 → “H<sub>2</sub>标样②.mat”文件 → “打开” → 查看“积分事件”“H<sub>2</sub>标样②”“打印报告” → 填写有关信息 → 点“应用设置”（此点重要）。

五. TCD1 的组分表和积分事件方法同 FID1

六. 注意点：

① 标样与样品进样量和进样方式必须一样（气体样必须关死气泡，再同步进样，液体样用 1 μL 针进 0.1 μL 液体，进前擦干净针头）

② 要注意第一章和第二章的“注意点”。

## 第四章 H<sub>2</sub> N<sub>2</sub>瓶更换注意（化验员需会）

一. H<sub>2</sub> 瓶：

①当老 H<sub>2</sub> 瓶总压不足时（不能用光） → 在 H<sub>2</sub> 净化器入口接入 H<sub>2</sub> 发生器。新的 H<sub>2</sub> 瓶为样气，用 FID1 分析新 H<sub>2</sub> 瓶中的 CO，CH<sub>4</sub>，CO<sub>2</sub> 含量是否符合高纯氢出厂要求；用 TCD1 中的测 H<sub>2</sub> 中的 O<sub>2</sub>，测 H<sub>2</sub> 瓶中 O<sub>2</sub> 含量是否达到高纯氢要求；方法同上【注意：用“气体进样 2”；TCD 极性为 ，分析 O<sub>2</sub>】

②上述正常后，按第二章关机步骤关机，降温 → 关 H<sub>2</sub> 发

生器→ 把新 H<sub>2</sub> 瓶接入 H<sub>2</sub> 净化器入口→ 新 H<sub>2</sub> 输出要求 0.28MPa → 新 H<sub>2</sub> 瓶使用。

## 二. N<sub>2</sub> 瓶:

①对老 N<sub>2</sub> 瓶（同样 N<sub>2</sub> 瓶不能用光）→在任何条件不变时→用新 N<sub>2</sub> 瓶气为样气，其它步骤同上。

② 按“一”中②方法 降温关机后→ 把 N<sub>2</sub> 瓶更换→ 新 N<sub>2</sub> 瓶输出为 0.4MPa;

三. 开关钢瓶气同第二章的有关步骤（注意钢瓶气不能用光，应留有 0.05 MPa 的瓶压力，否则再装气不纯了）。

## 四. 使用问题解决:

（一）当在 FID1 不进样基线有波动时，（可能是此瓶标气的原因）解决：把柱箱温度“150℃”→“设置”活化半小时→柱箱→“90℃”→“设置”即可。

（二）当仪器有报警声时，此时在“工作站”上温度栏中的左上角的“关闭控温”会自动变为→“开始控温”（这主要是外部电源不稳定引起的）解决：①点→“开始控温”→听到仪器转动声。②在“TCD1”栏中点“检测器设置”→此时桥流→“120”→“确定”即可。

联系人：张玉民 13326320602, 15306321808, 13336370602