

# 岛津气相色谱仪

(LabSolutions 工作站)

## 培训教材



岛津企业管理（中国）有限公司

分析中心

本页空白

# 目 录

<b>1 启动 GC</b>	
1.1 打开气源、电源	7
1.2 系统配置	12
1.3 系统启动	21
1.4 系统关闭	21
<b>2 创建方法文件</b>	
2.1 新建方法文件	22
2.2 设置自动进样器参数	24
2.3 设置进样口参数	26
2.4 设置柱箱参数	28
2.5 设置 FID 参数	29
2.6 设置常规参数	30
2.7 保存方法文件	30
2.8 下载方法文件	31
<b>3 数据采集</b>	
3.1 斜率测定	31
3.2 单次进样分析	32
3.2.1 空白基线采集	32
3.2.2 标样数据采集	33
3.2.3 扣除基线数据	34
3.2.4 待机	35
3.2.5 采集	35
3.2.6 采集停止	35

<b>4 定性定量分析</b>	
4.1 进入再解析处理数据	37
4.2 外标法	38
4.2.1 打开数据文件	38
4.2.2 数据文件积分条件修正	38
4.2.3 创建方法名称	39
4.2.4 创建组分表	40
4.2.5 保存组分表至方法文件	43
4.2.6 校准曲线制作	44
4.2.6.1 打开方法文件	44
4.2.6.2 创建批处理表	44
4.2.6.3 运行批处理表	49
4.2.6.4 检查校准曲线	49
4.2.7 定量未知样品	52
4.3 内标法	53
4.3.1 打开数据文件	53
4.3.2 数据文件积分条件修正	54
4.3.3 创建方法名称	54
4.3.4 创建组分表	55
4.3.5 保存组分表至方法文件	58
4.3.6 校准曲线制作	59
4.3.6.1 打开方法文件	59
4.3.6.2 创建批处理表	59
4.3.6.3 运行批处理表	62
4.3.6.4 检查校准曲线	62
4.3.7 定量未知样品	64
4.4 校正面积归一法	65
4.4.1 打开数据文件	65
4.4.2 数据文件积分条件修正	66



4.4.3 创建方法名称	66
4.4.4 创建组分表	67
4.4.5 保存组分表至方法文件	70
4.4.6 采集样品	71
4.4.6.1 打开方法文件	71
4.4.6.2 创建批处理表	71
4.4.6.3 运行批处理表	73
4.4.7 定量未知样品	74
4.5 报告打印	76
4.5.1 选择报告格式	76
4.5.2 加载报告模版	76
4.5.3 报告预览	77
4.5.4 报告模版属性设置	77
4.5.5 打印报告	78
4.5.6 创建个性化报告格式	78
4.5.7 批处理打印报告	79
附录 1 创建文件夹	80
附录 2 数据比较	82
附录 3 利用向导创建批处理表	84
附录 4 TCD 检测器使用及参数设置	94
附录 5 ECD 检测器使用及参数设置	97
附录 6 FPD 检测器使用及参数设置	100
附录 7 FTD 检测器使用及参数设置	103
附录 8 QA/QC 参数设定	
8.1 信噪比、检出限计算	106
8.2 精密度计算	112
8.3 回收率计算	115
附录 9 数据处理参数	

9.1 积分参数	.....	119
9.2 定性参数	.....	121
9.3 定量参数	.....	123
9.4 色谱柱性能参数	.....	123

## 1. 启动 GC

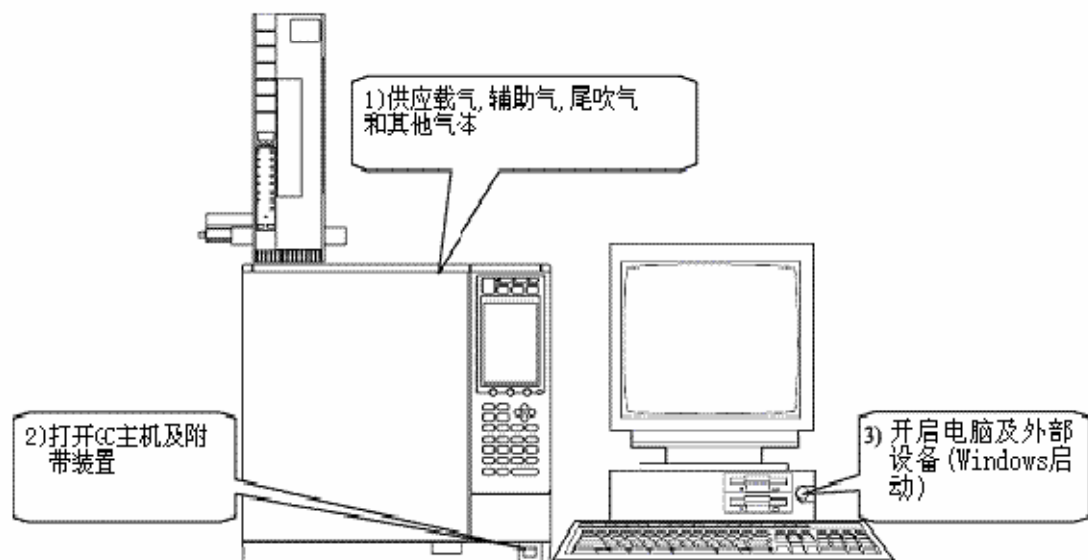
打开气源、GC 单元和计算机的电源，执行以下步骤启动 LabSolution。

### 1.1 打开气源、GC 单元和计算机的电源

**1** 打开气阀，供应载气和其它气体。一般载气钢瓶减压阀输出压力为 0.6Mpa，氢气和空气输出压力为 0.4Mpa。

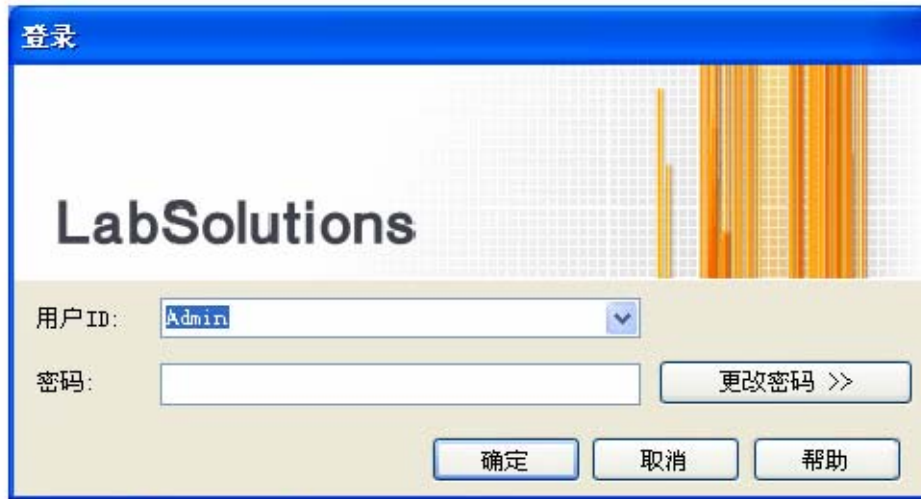
**2** 打开 GC 电源。


**3** 打开计算机、打印机和显示器的电源。

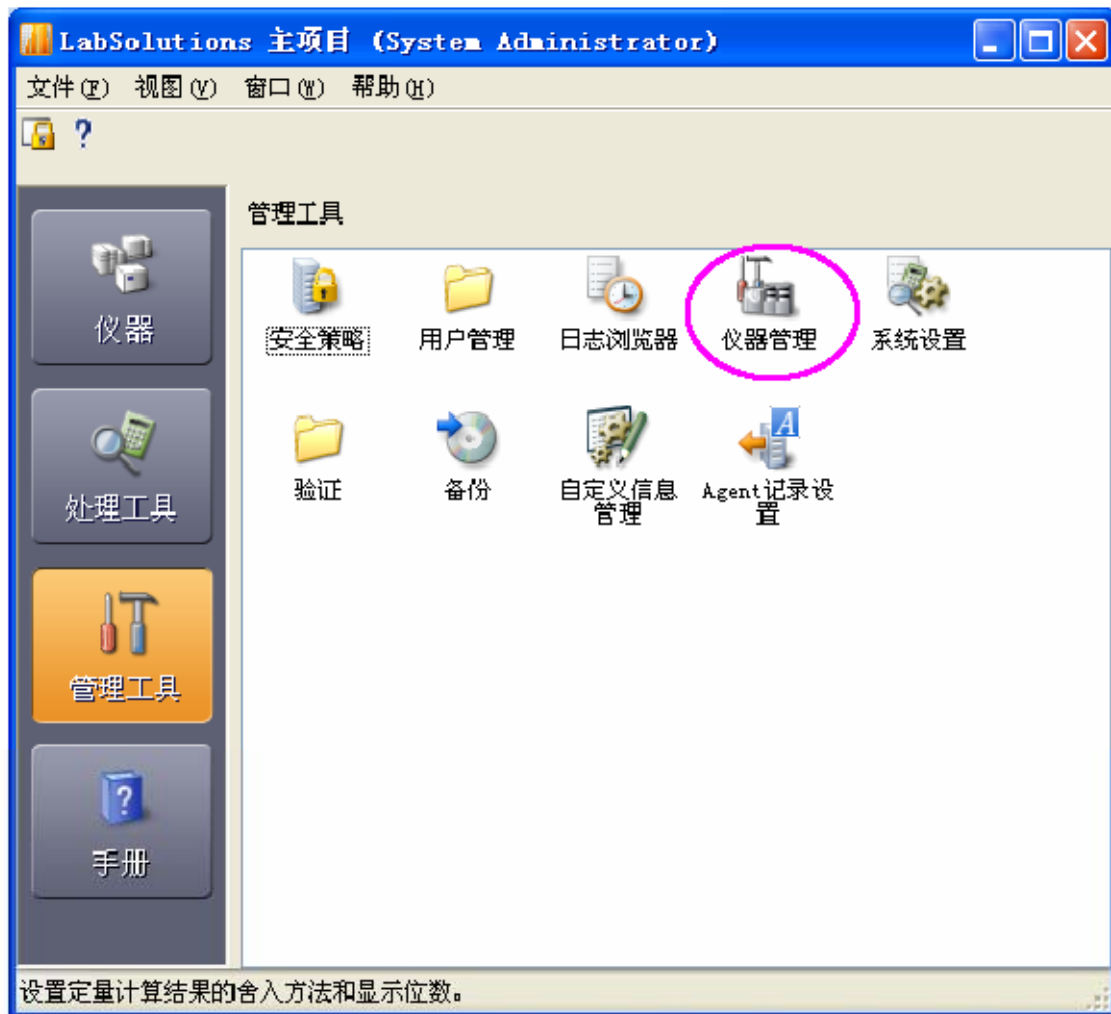


**4** 双击 LabSolution 图标。

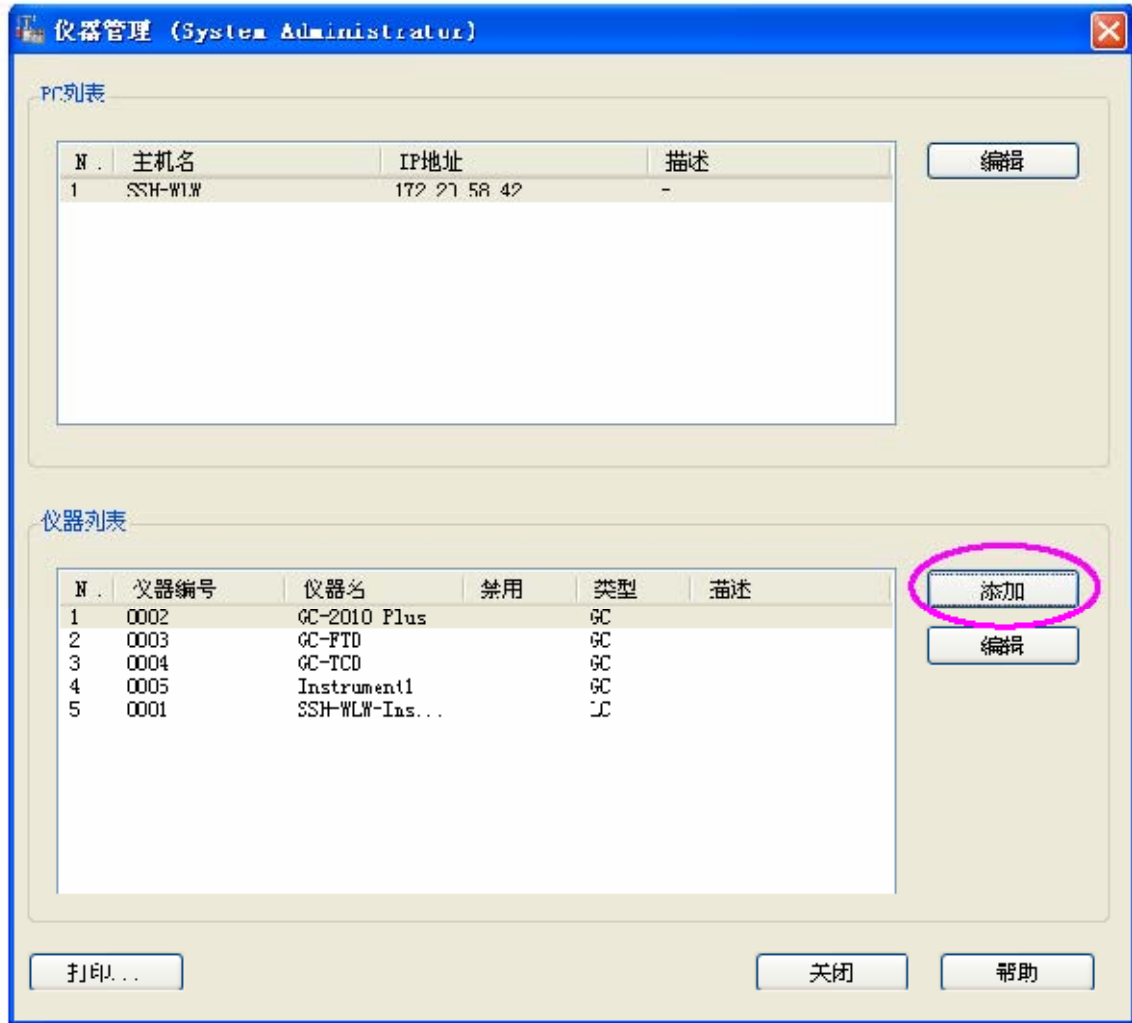
输入用户名和密码，使用默认值(用户名：“Admin”，密码:无)，点击[确定]键。



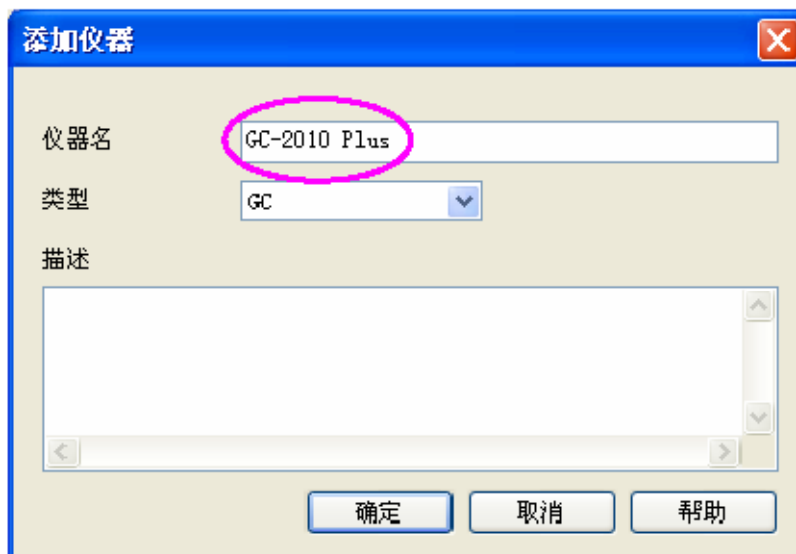
5 单击管理工具 ，双击[仪器管理]图标。



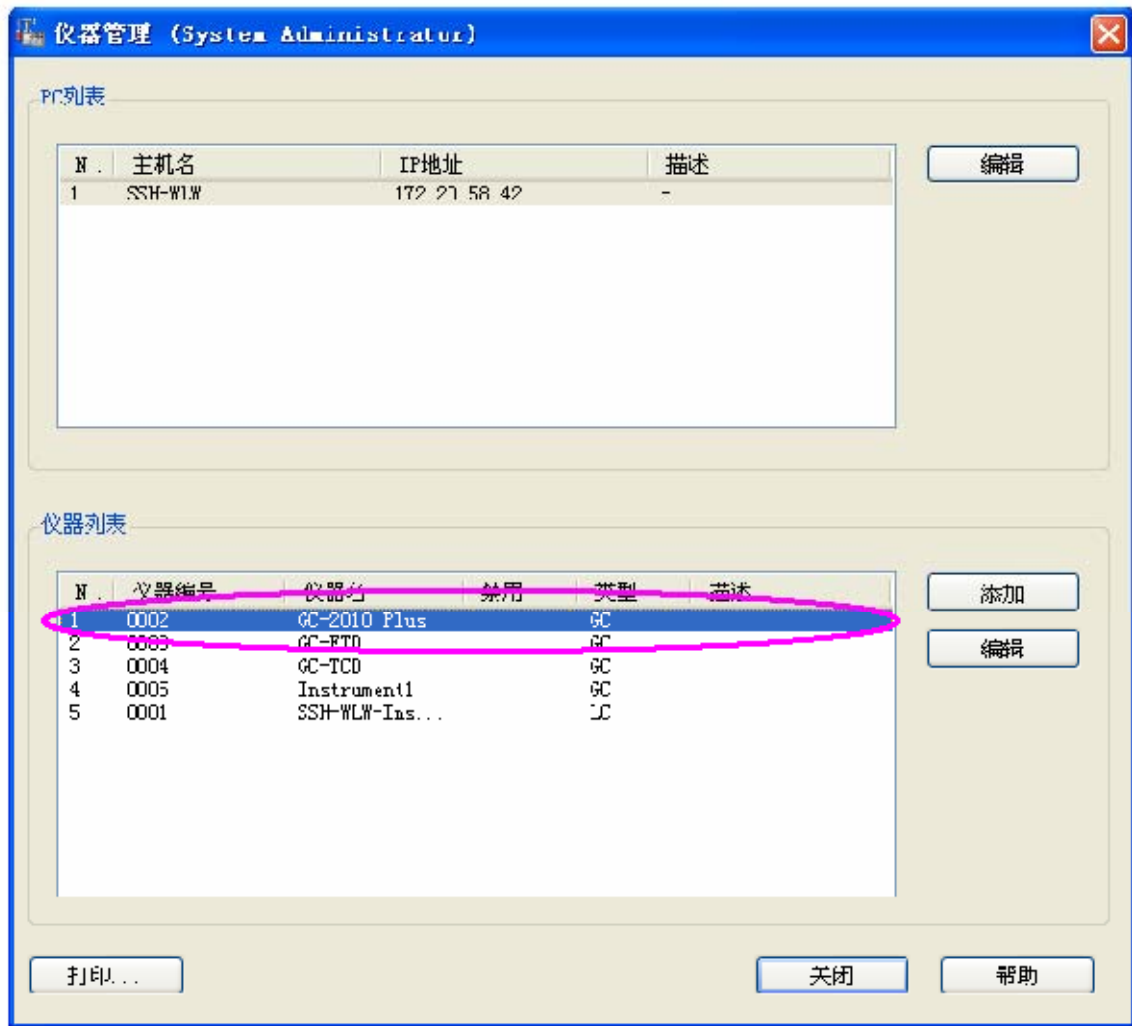
6 在[仪器列表]中选择需要编辑的仪器，如要添加仪器，请单击[添加]。



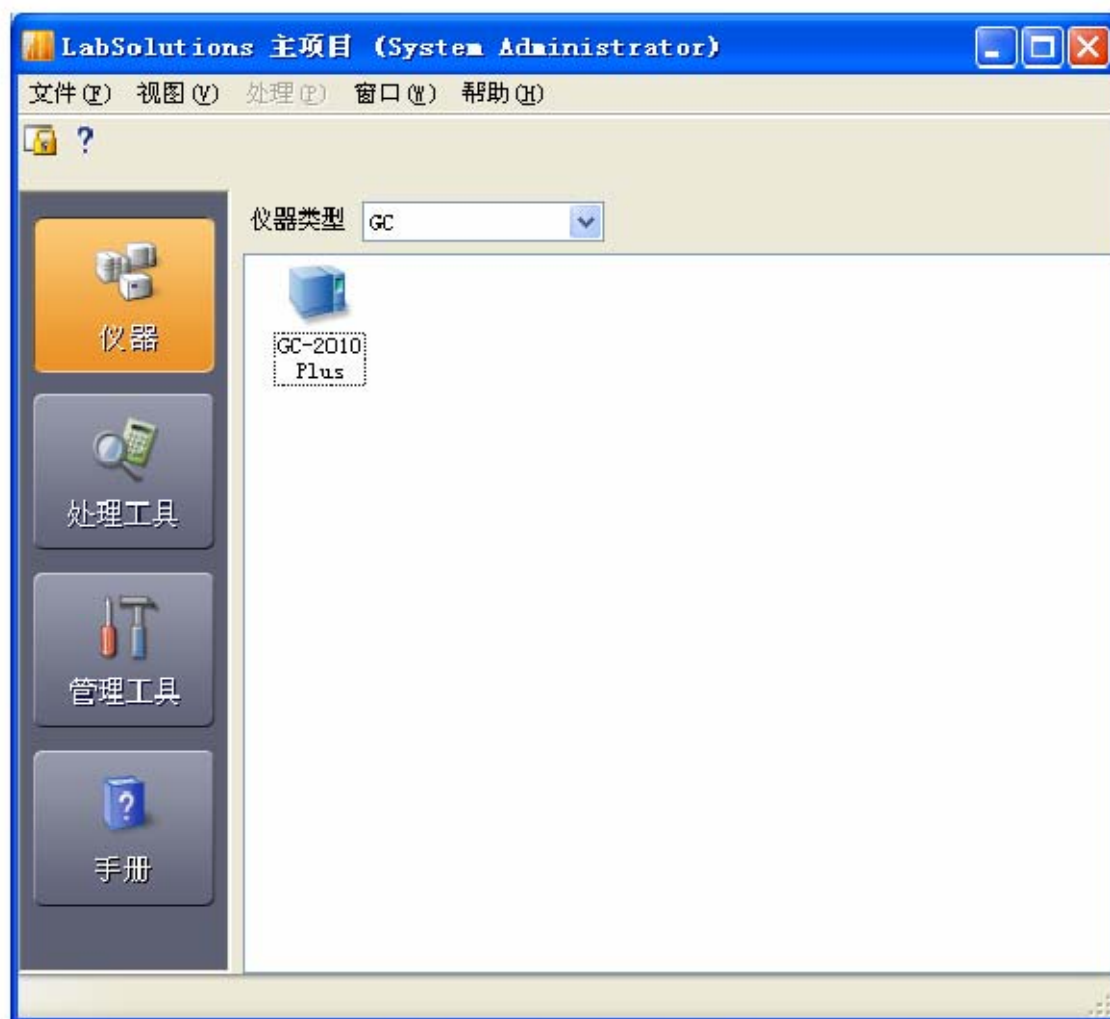
7 输入[仪器名], 选择仪器[类型], 并单击[确定]。



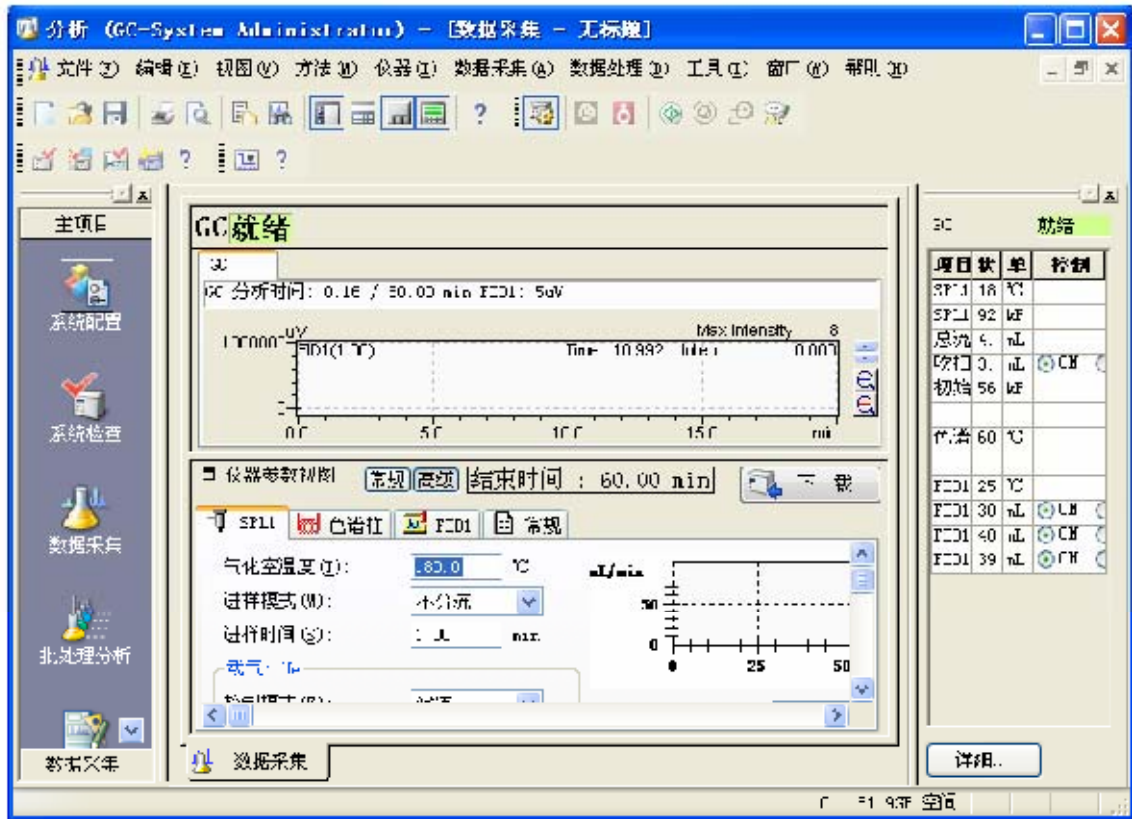
8 检查[仪器列表]中显示的仪器信息, 并单击[关闭]。



9 单击仪器图标 ，双击 GC-2010Plus 图标。




当启动时计算机与 Lab Ssolution 连接, GC 仪器发出一声机器音表示认出软件。  
将显示<GC 实时分析>窗口。



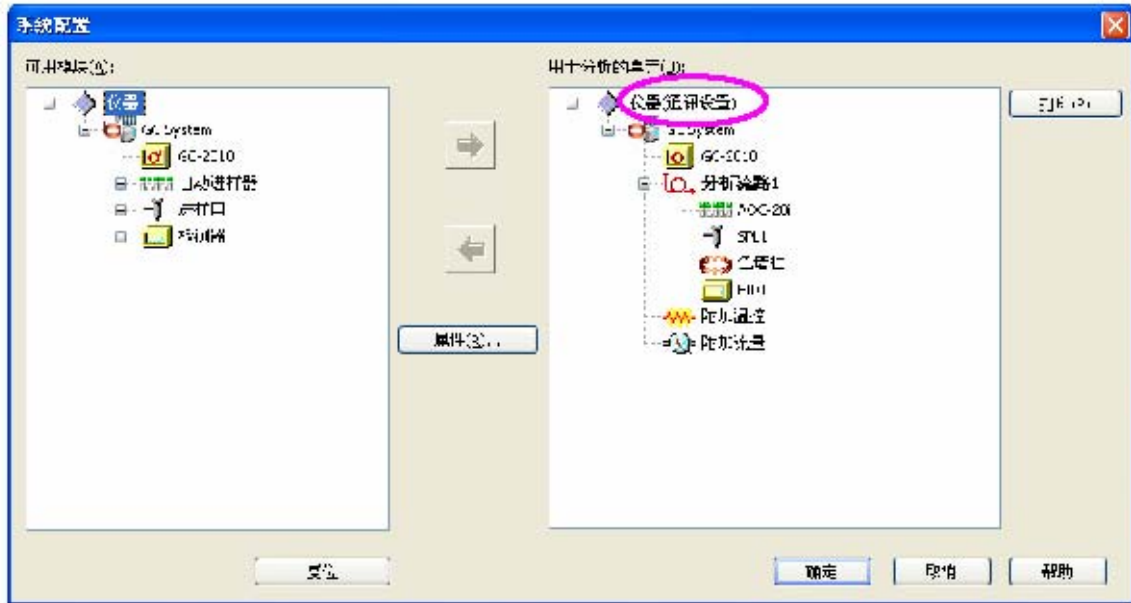
## 1.2 系统配置

依据以下步骤，检查并设置用于分析的组件。

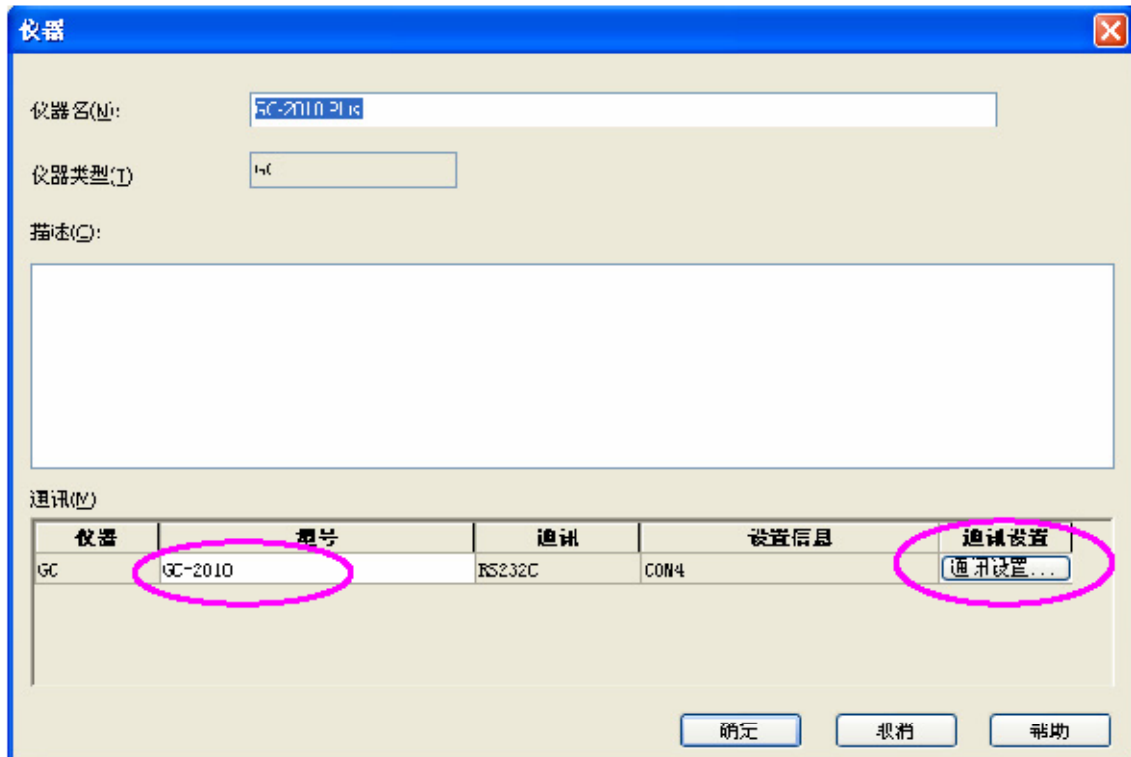
### 1.2.1 设置用于分析的组件

- 1 单击[辅助栏]中[系统配置]图标 。弹出<系统配置>窗口。

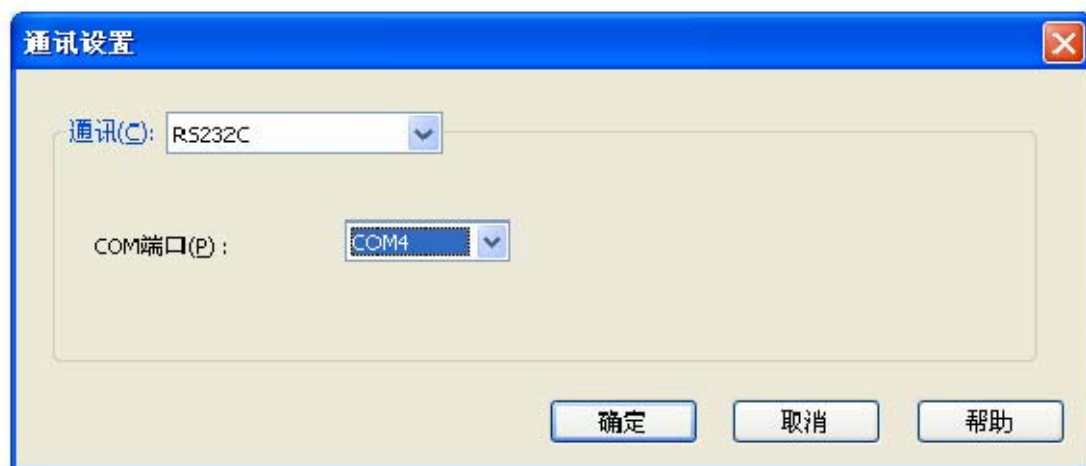




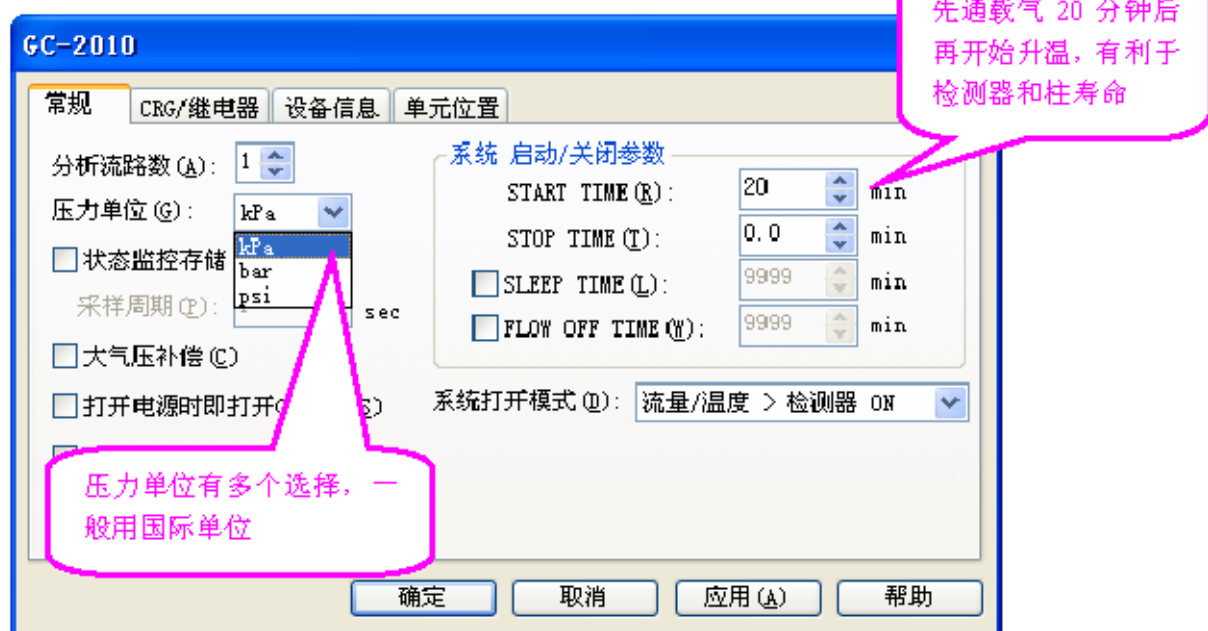
双击[仪器 (通讯设置)], 弹出<仪器>窗口。




在窗口中设定仪器名称。点击仪器类型右侧下拉箭头, 可以选择 GC 机型。点击[通讯设置], 选择 RS232C, 接口根据计算机联接的串口进行设定。完成后点击[确定]按键。



在[系统配置]窗口中双击  GC-2010 图标, 弹出[GC-2010] 窗口。如果需要双流路分析, 可将分析流路数设定为 2。如果选择了[状态监控存储], 可以将仪器的温度、压力状态记录。



## 2 模块设定

根据仪器实际情况进行模块设定。比如: 仪器使用了 AOC-20i 自动进样器、SPL 进样口、FID 检测器。在<系统配置>窗口左侧[可用模块]中点击 [AOC-20i], 再点击  蓝色向右箭头, 将[AOC-20i]放在窗口右侧[模块设定]中。




## 模块的设定



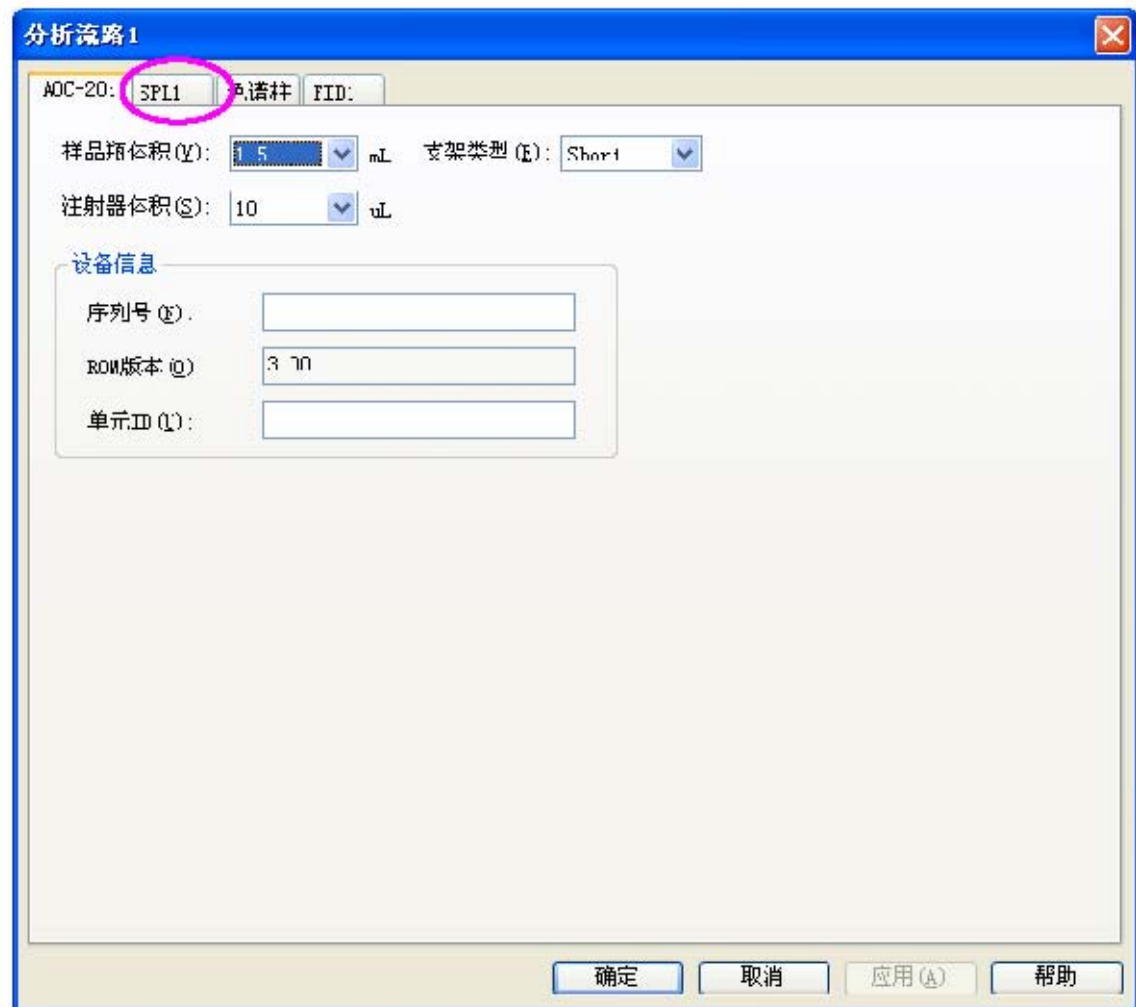
### 1.2.2 分析流路各组件属性设置

#### 1 自动进样器的属性设置


双击【用于分析的单元】中  图标。

根据实际情况设定样品瓶、瓶架和进样针的参数。一般使用样品瓶容积为 1.5mL, 可以放置 6 个样品瓶的架子为[Short], 可以放置 12 个样品瓶的架子为

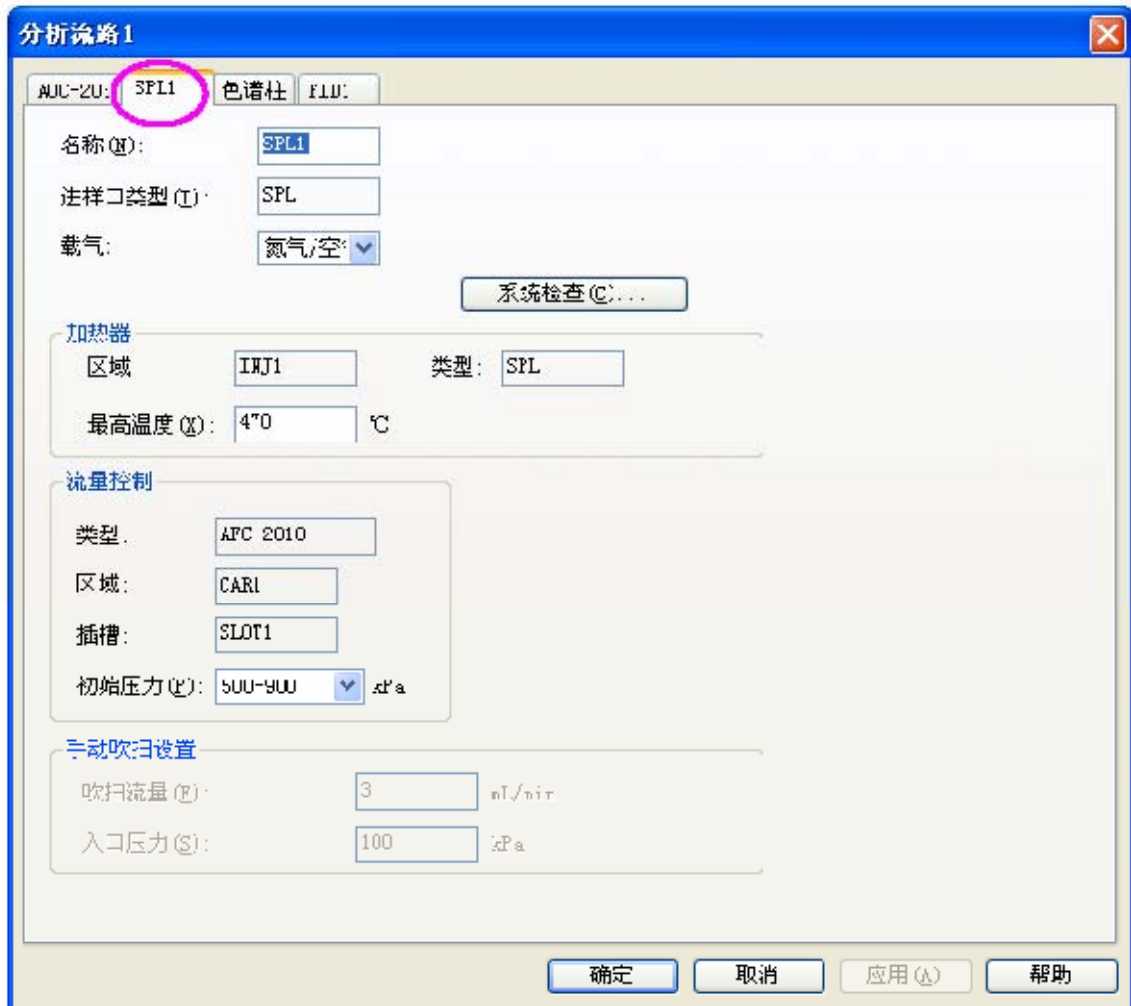
[Long], 通常使用 10 $\mu$ L 的进样针。



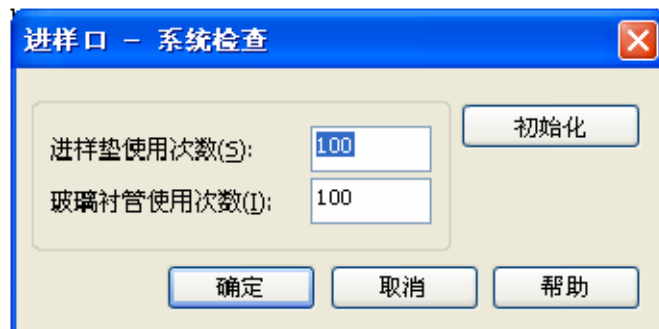
## 2 进样口的属性设置

双击【用于分析的单元】中  SPL1 图标。

对此进样口名称进行设定，如设为 SPL。需要根据实际使用的载气选择载气的类型，当使用 N<sub>2</sub> 时，选择[氮气/空气]。GC-2010 进样口的最高温度为 470℃。初始压力可选择 500~900kPa。




点击[系统检查]按键，弹出<进样口-系统检查>窗口。



在这里可以设定进样垫和玻璃衬管的最大使用次数。默认值为 100。点击[确定]完成设定。

### 3 色谱柱的属性设置

双击【用于分析的单元】 色谱柱 中图标。

直接输入色谱柱的名称及规格。点击[登陆到色谱柱列表]可将输入的色谱柱信息加入色谱柱列表中。

分析路径1

AUC-2U: SPL1 色谱柱 FID:

名称(N): R-x-l

色谱柱ID(I):

类型(Y): 毛细柱

内径(O): 0.25 mm 膜厚(E): 0.25 um

长度(L): 30.0 m 最高温度(M): 320.0 C

开始使用日期(V) 2011-1-18

选项(O):

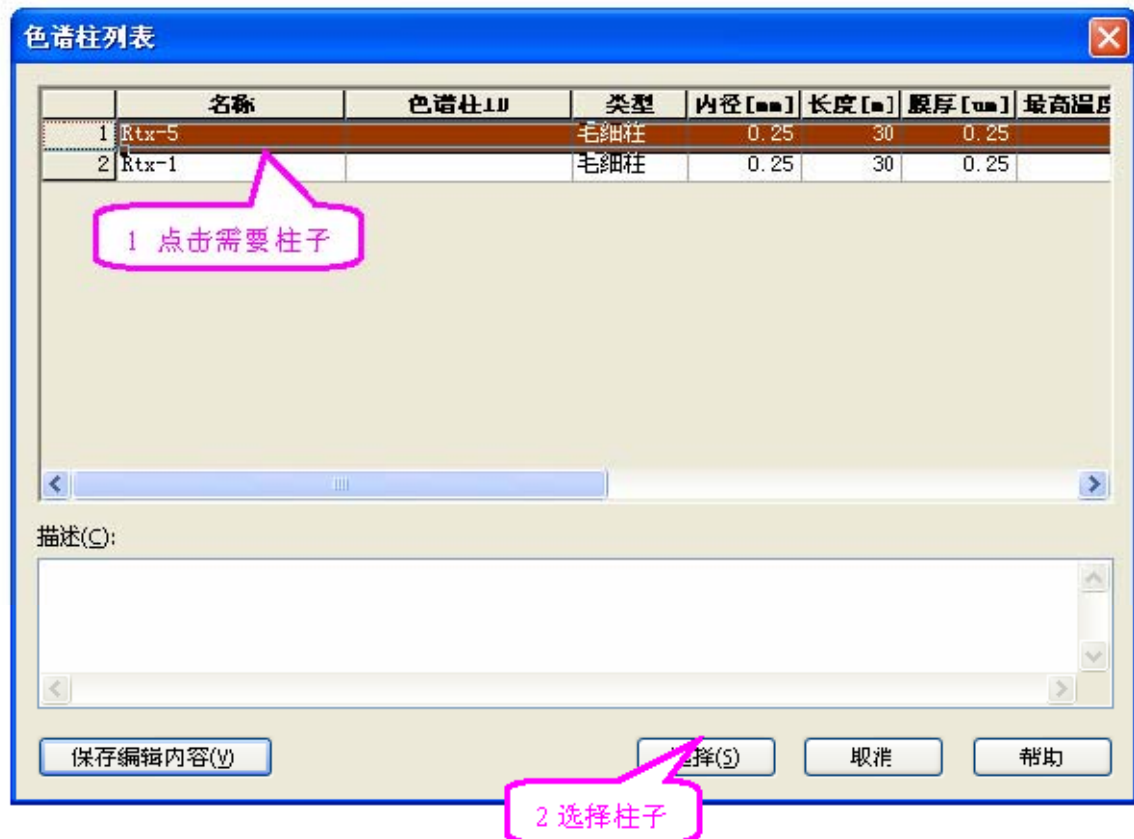
	标题	内容
1		
2		
3		

描述(D):


色谱柱列表浏览(B)... 登录到色谱柱列表(L)

确定 取消 应用(A) 帮助

点击[色谱柱列表浏览]按键，可以选择已登陆在列表中的色谱柱。再点击[选择]按键，就可以选择柱子。



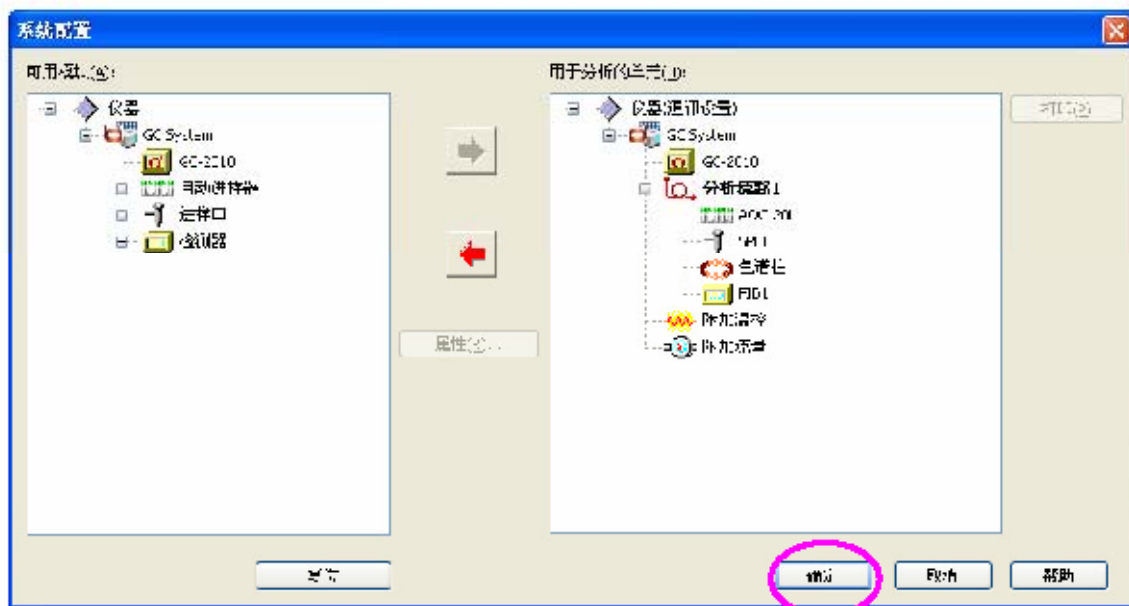
#### 4 检测器的属性设置

双击【用于分析的单元】中  FID 图标。

设定检测器的名称，这里设为 FID。基本周期是工作站采集数据的时间间隔，过滤时间常数是噪声过滤的时间间隔，检测器最高温度为 450℃。尾吹气类型通常和载气一样。点击[确定]按键完成设定。



模块中各组件设定完毕，点击<系统配置>窗口的[确定]按钮，将仪器配置参数传输给 GC。





### 1.3 系统启动

点击[下载]图标 。

(注: 此时下载的参数为前次的分析方法。)

点击[开启 GC]图标  启动 GC。

### 1.4 关机

在检测器温度、进样口温度、柱箱温度降低到 50℃后, 关闭系统和软件。

在<GC 实时分析>上点击[停止 GC]  停止 GC(关闭系统)。

关闭<GC 实时分析>和其他LabSolution 窗口。

关闭GC电源。

关闭气阀。

## 2 创建方法文件

依据以下步骤，设置仪器(如 AOC-20i、GC、FID)参数

以本次演示实验为例，设置仪器参数如下（以下描述中没有涉及的参数，使用缺省值）：

**柱温程序：** 60°C(1min)\_20°C/min\_200°C (2min)

**进样口温度：** 180°C

**进样方式：** 分流进样


**柱流量：** 1.78mL/min, **恒线速度方式**

**分流比：** 10:1

**FID 温度：** 250°C

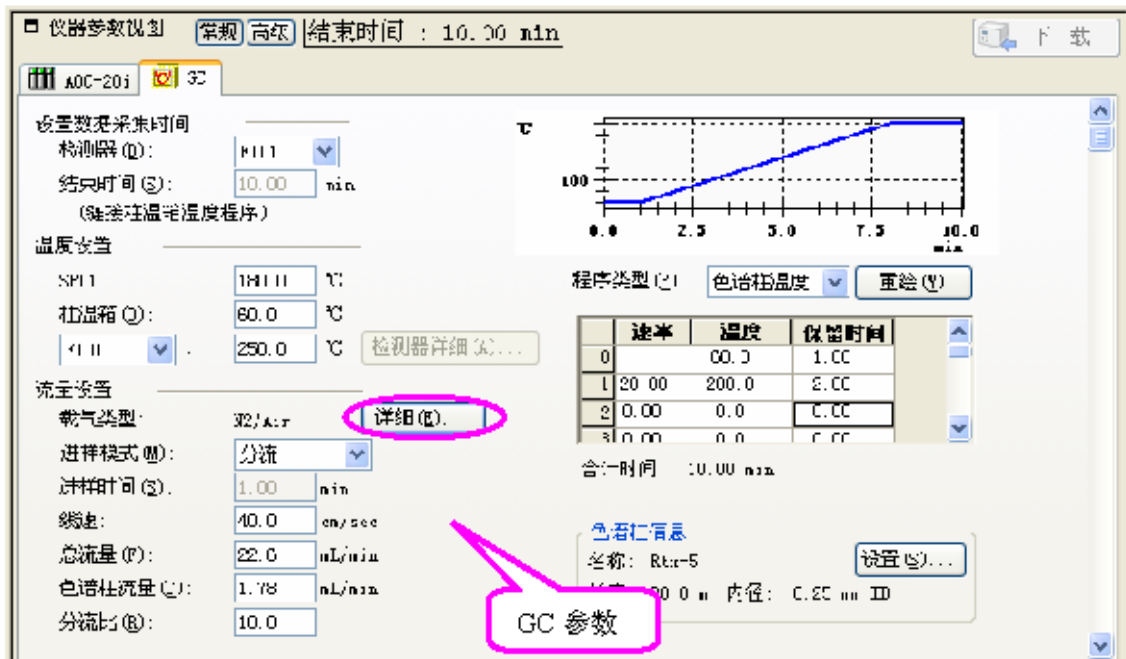
### 2.1 新建方法文件

点击菜单栏[文件]中[新建方法文件]命令。或者在[工具条]中点击[新建]

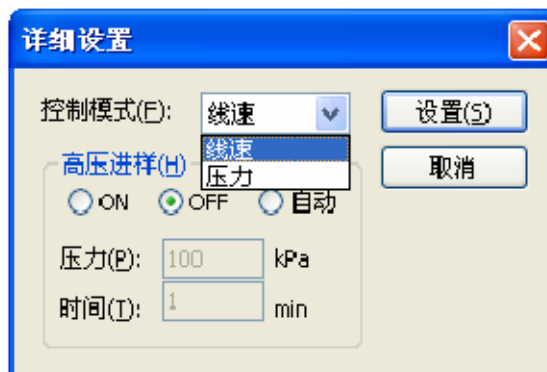
 图标。在[仪器参数视图]界面中设定方法。



[仪器参数视图]界面有[常规]和[高级]两种。当点击了[常规]时，显示自动进样器 AOC-20i 和 GC 两个标签。GC 的参数集成在一起显示。



点击[详细]按键，选择载气控制模式。



当点击[高级]时，GC 部分分成几个单元显示参数。这里分别解释各个单元的参数设定。



## 2.2 设置自动进样器参数 AOC-20i



**进样体积：**注入进样口的样品量。当使用 10 $\mu$ L 进样针时，一般进样 1~2 $\mu$ L，此处设为 1 $\mu$ L。（SPL 进样口最大允许进液体样 2 $\mu$ L）

**进样前溶剂冲洗次数：**进样前使用溶剂冲洗进样针的次数。用户可根据样品性质选择一定的次数，也可以不冲洗。此处不冲洗设为 0。

**进样后溶剂冲洗次数：**进样后使用溶剂冲洗进样针的次数。用户根据样品残留情况设定次数，不可以不冲洗。此处设为 1。

**进样前样品清洗次数：**取样品前用样品清洗进样针的次数。通常 2~3 次。此处设为 2。

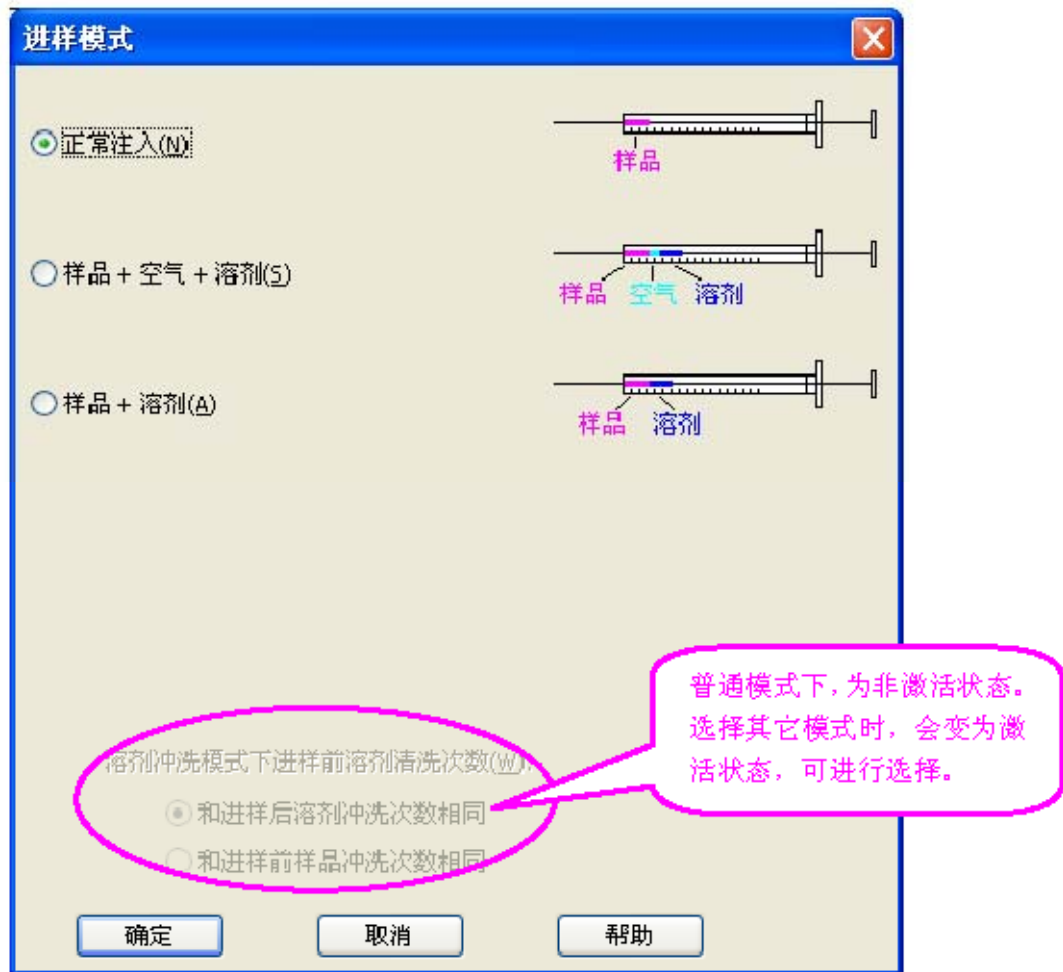
**柱塞吸入速度：**进样针杆吸液的速度。此处设为高速。

**注入后待机时间：**由于液体有一定的粘度，所以吸液时液面上升会滞后于针杆，为了取样准确，需要设定此参数，让进样针在取样后在样品瓶上稍微停留。样品粘度越大，此时间越长。此处设定为 0.2 秒。

**柱塞进样速度：**进样针插入进样口后，针杆推入速度。为了保证峰形良好，此处设定为高速。

**注射器注入速度：**进样针插入进样口的速度。为了保证峰形良好，此处设定为高速。

进样模式：有三种选择，点击[设置]，弹出[进样模式]窗口。此处选择[正常注入]模式。为了消除进样歧视时，可选择其它模式。



高级：点击[高级]键，会弹出[AOC-20i 高级]窗口。通常可以按图中参数设定。

进样口停留时间：进样针在进样后，在进样口停留时间。如果样品中有高沸点组分，可以适当停留一段时间。

端子空气间隙：进样针针尖处是否有空气。一般选择[否]，以免将空气注入色谱柱。



### 2.3 设置 SPL 进样口参数

速率	流量	保留时间
0	3.0	0.00
1	3.0	0.00
2	3.0	0.00

**气化室温度：**样品气化温度，此处设定为 180℃。

**进样模式：**有分流、不分流、直接注入三种方式。毛细管柱进样口通常不使用直接注入方式进样。用户可根据样品浓度选择分流或不分流方式进样。此处设定为分流进样。如果选择不分流进样，则[进样时间]激活，一般设为 0.5~2 分钟。默认值为 1 分钟。

进样模式 (M): 不分流 ▼

进样时间 (S): 1.00 min

控制模式：载气有线速、压力、流量三种控制方式。如果[进样方式]选择了分流或不分流方式，则只能选择线速或压力控制方式。如果[进样方式]选择了直接注入方式，那么就有三种控制方式可供选择。此处设定为线速度方式。

压力：柱初始温度下的柱前压力。此处软件会根据线速度和柱初始温度及柱子尺寸自动计算。

总流量：为柱流量与隔垫吹扫流量和分流流量之和，由软件自动计算。

色谱柱柱流量：软件根据设定的线速度和柱内径参数自动计算。

线速：由于载气控制方式为线速，所以需要设定此值。此处设定为 40 厘米/秒。

吹扫流量：隔垫吹扫流量通常设为 3 毫升/分钟。

分流比：分流流量与柱流量之比。此处设为 10: 1。

气化室程序：可对吹扫流量、压力（当控制方式设为压力时可用）、全部流量（当控制方式设为流量时可用）进行时间程序设定。设定后点击[重绘]，能显示程序图。

高级：点击[高级]键，弹出[SPL 详细设置]窗口。

**SPL1 详细设置** ✕

**高压进样(H)**

ON  OFF  自动

压力(P): 100.0 kPa

时间(I): 1.00 min

---

节省载气(C)

分流比(L): 5.0

时间(I): 1.00 min

---

**固定分流器(O)**

ON  OFF  自动

时间(M): 0.10 min

**分流比程序(R)**

	时间	分流比
1	0.00	0.0
2	0.00	0.0
3	0.00	0.0
4	0.00	0.0
5	0.00	0.0
6	0.00	0.0
7	0.00	0.0

设置(S)

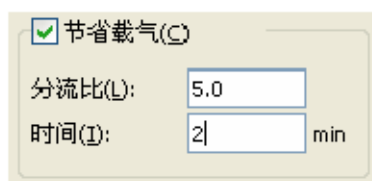
取消



高压进样：当进样方式设为不分流时，可点击[自动]启用此功能。此时[压力]和[时间]激活。压力可根据需要进行设定。时间与不分流进样时间一致。



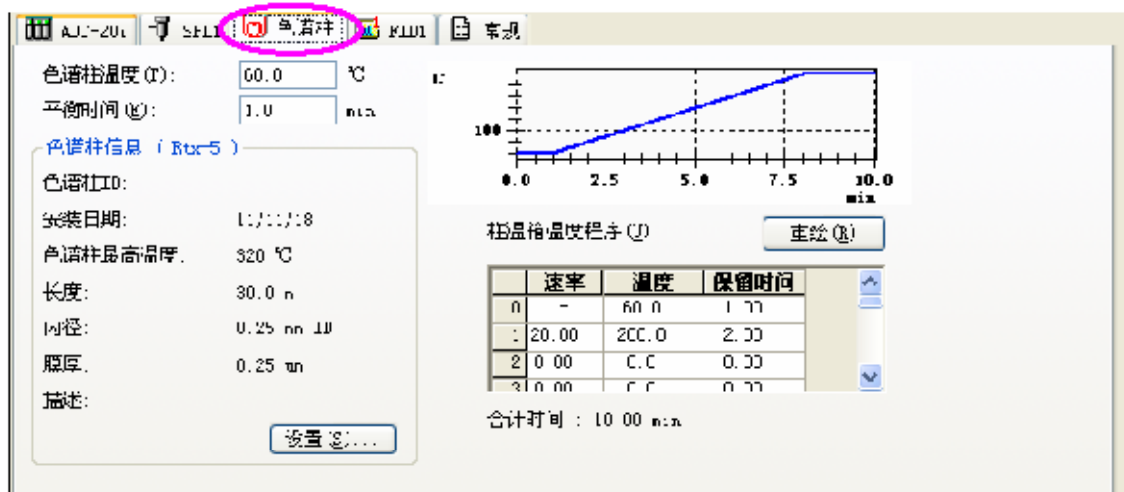
节省载气：当设定了大分流比时，可选择此项。此时[分流比]和[时间]激活。分流比可设定为 5，以节省载气。时间一般大于 2 分钟，以保证不影响进样。



分流比程序：可以对分流比设定时间程序，一般不使用。

设定完成后点击[设置]。如果有设置了某个高级功能，GC 状态为“就绪”后，主机面板上的 Flow 灯会闪烁，直至功能结束。

## 2.4 设置色谱柱参数 色谱柱



色谱柱温度：色谱柱初始温度。此处设为 60℃。如果需要柱温度程序，可以在[柱温箱温度程序]表中设定。

平衡时间：柱箱达到设定温度后平衡的时间。此参数保证了柱箱内温度均匀稳定。一般设为 1~3 分钟。此处设定为 1 分钟。

柱温箱温度程序：在表中设定柱温度程序，点击[重绘]，可以把温度曲线显示。

柱箱最高温度必须不高于柱子允许的最高温度。此处柱箱从 60℃ 保持 1 分钟，以

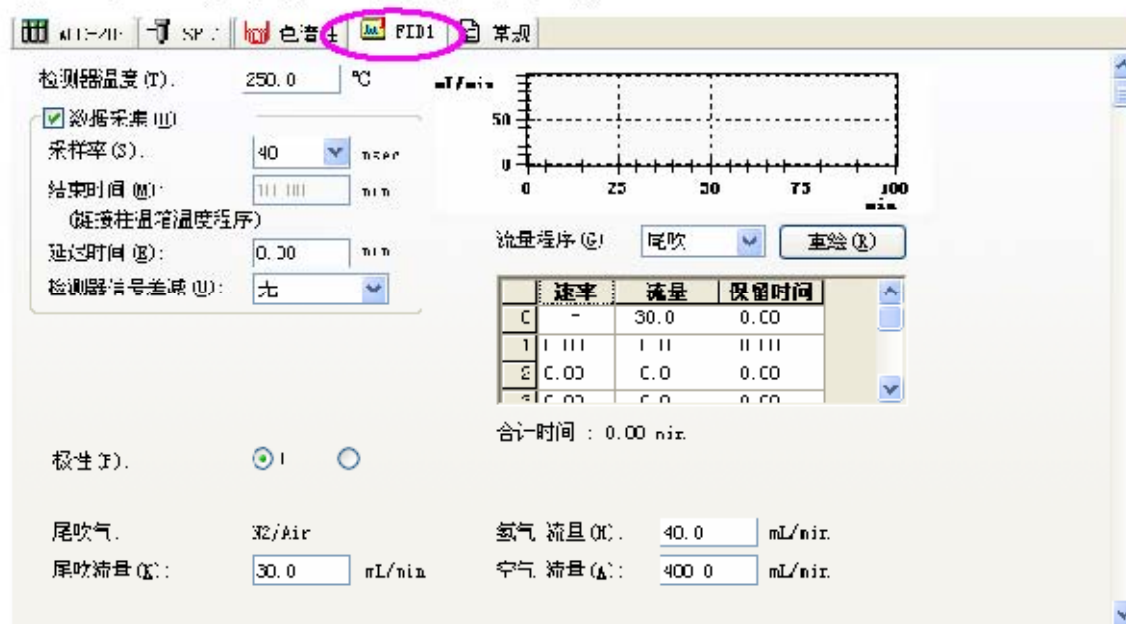


20°C/min 速率升温到 200°C，保持 2 分钟。

色谱柱信息：显示在仪器配置时设定的色谱柱信息。点击[设置]可以设置色谱柱。

## 2.5 设置检测器（氢火焰离子化检测器）参数 FID

在此标签中设置检测器的相关参数。不同的检测器需要设置参数不同，这里以 FID 检测器为例。（其余检测器参数设置见附录）

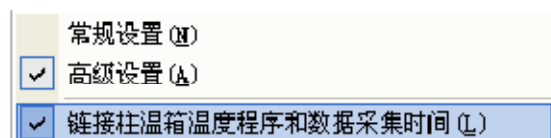


检测器温度：本例检测器温度设为 250°C，一般建议 FID 检测器温度设定  $\geq 250^\circ\text{C}$ 。

数据采集：在方框内打勾，检测器才能采集信号，否则不采集信号。

采样率：通常使用与[基本周期]相同的值。见仪器配置的检测器部分。

结束时间：信号采集的停止时间。建议联接柱箱程序和结束时间。在空白处单击右键，弹出的窗口中，在[链接柱温箱温度程序和数据采集时间]前打勾。



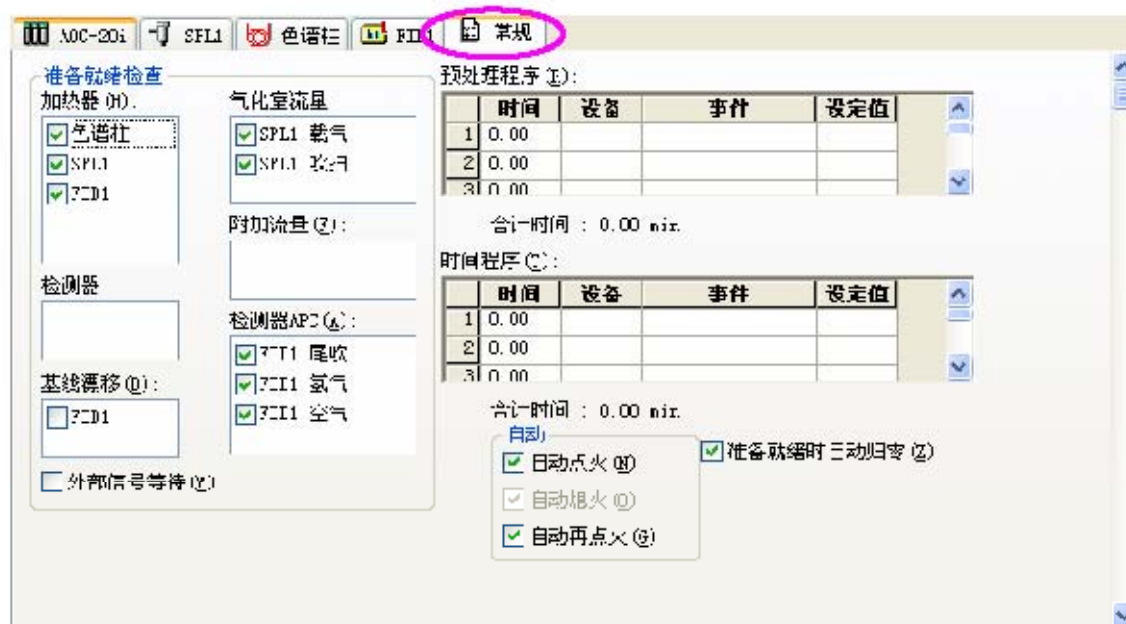
延迟时间：数据采集比 GC 程序开始运行延后的时间。一般设为 0 分钟，即不延迟。

检测器信号差减：点击右侧箭头，可以从下拉菜单中选择另一个检测器。当前检测器信号可以扣除选择的检测器的信号。

氢气流量、空气流量和尾吹气流量：一般按照默认值设置即可。

流量程序：可以对尾气、氢气或空气的流量设置时间程序。

## 2.6 设置常规参数 常规参数



**准备就绪检查：** 仪器状态变为准备就绪前需要检查相关参数是否达到了设定值。

可在此项中设定检查的参数。在需要检查的参数前打勾。

**预处理程序：** 用来编辑分析前的控制各单元的时间程序。

**时间程序：** 用来编辑分析中的控制各单元的时间程序。

在[自动点火]前打勾，当检测器温度达到设定值后，仪器会自动打开氢气和空气流量并点火。

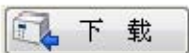
在[准备就绪时自动归零]请打勾，当仪器状态准备就绪后基线会自动调到零点。

## 2.7 保存方法

方法设定完成，点击菜单栏[文件]中[保存方法文件]命令。弹出[方法文件另存为]窗口。点击[保存在]右侧的下箭头，选择要保存的目录。在文件名处输入 test1，点击[保存]。



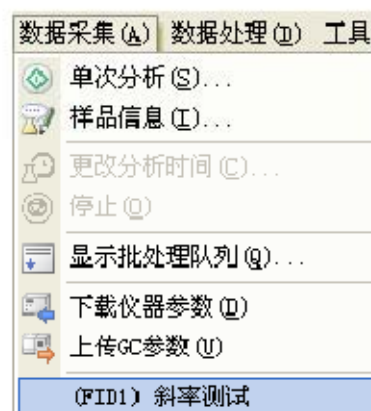
## 2.8 下载方法

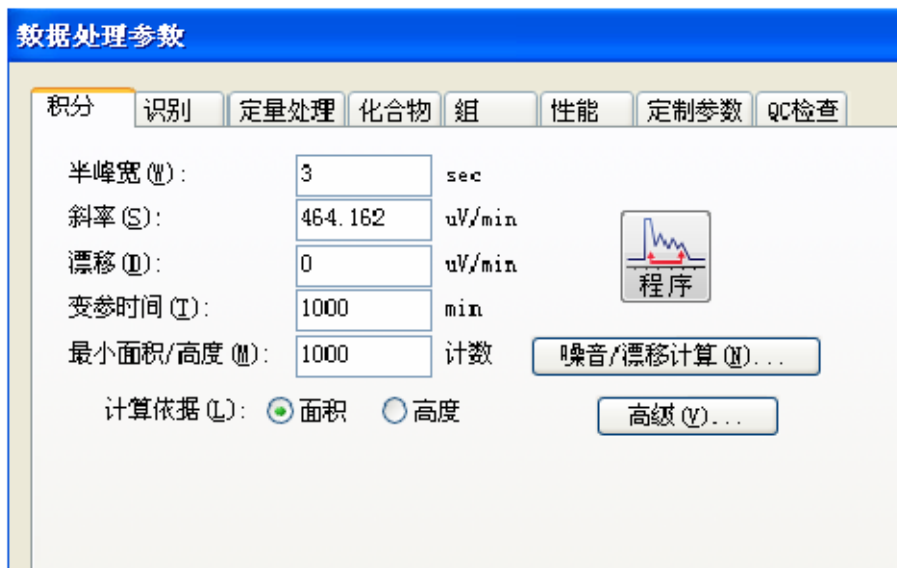
点击 [下载] 图标 。

## 3 数据采集

### 3.1 斜率测试

当仪器准备就绪后，点击[数据采集]菜单中[斜率测试]，弹出[斜率测定]窗口，软件会进行一段时间的测试（测试时间=设定半峰宽值×10）。之后弹出结果。点击[设置到参数]，软件自动将测得值保存在[方法]菜单中[数据处理参数]的[斜率]参数项中。如果点击[取消]，不保存斜率测定值。





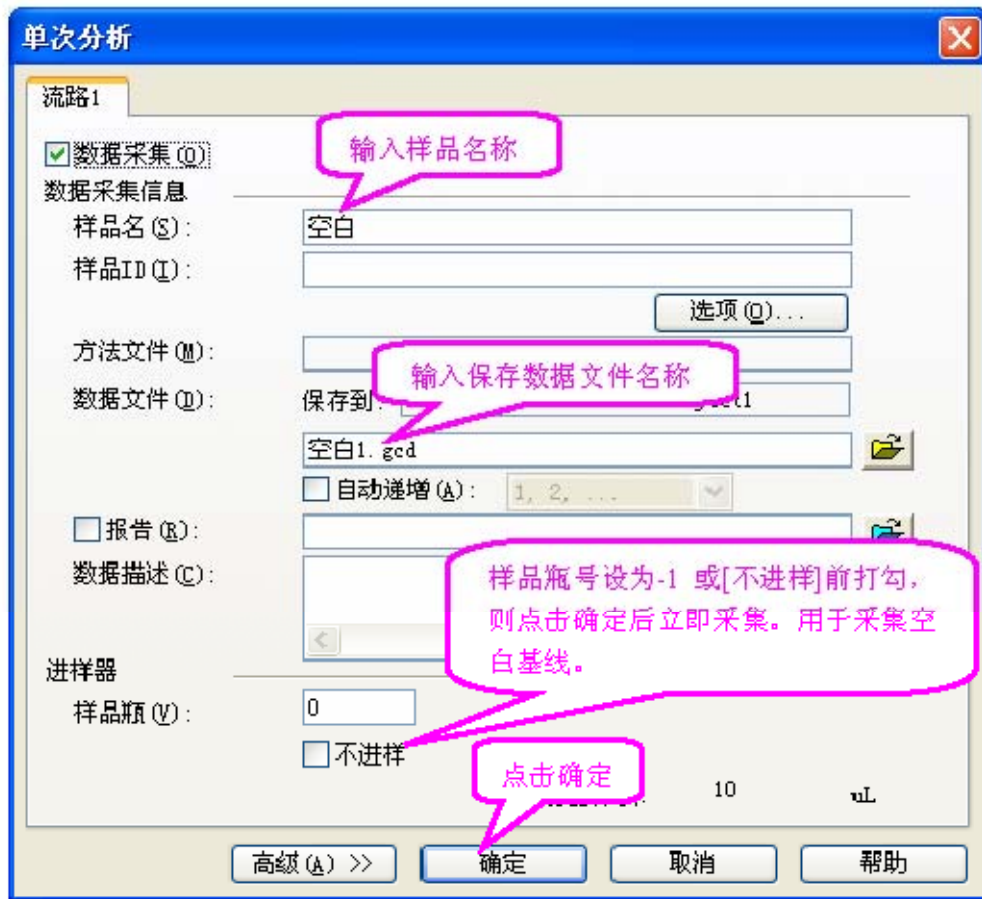
## 3.2 单次进样分析

### 3.2.1 空白基线采集

单击[辅助栏]中[单次分析开始]




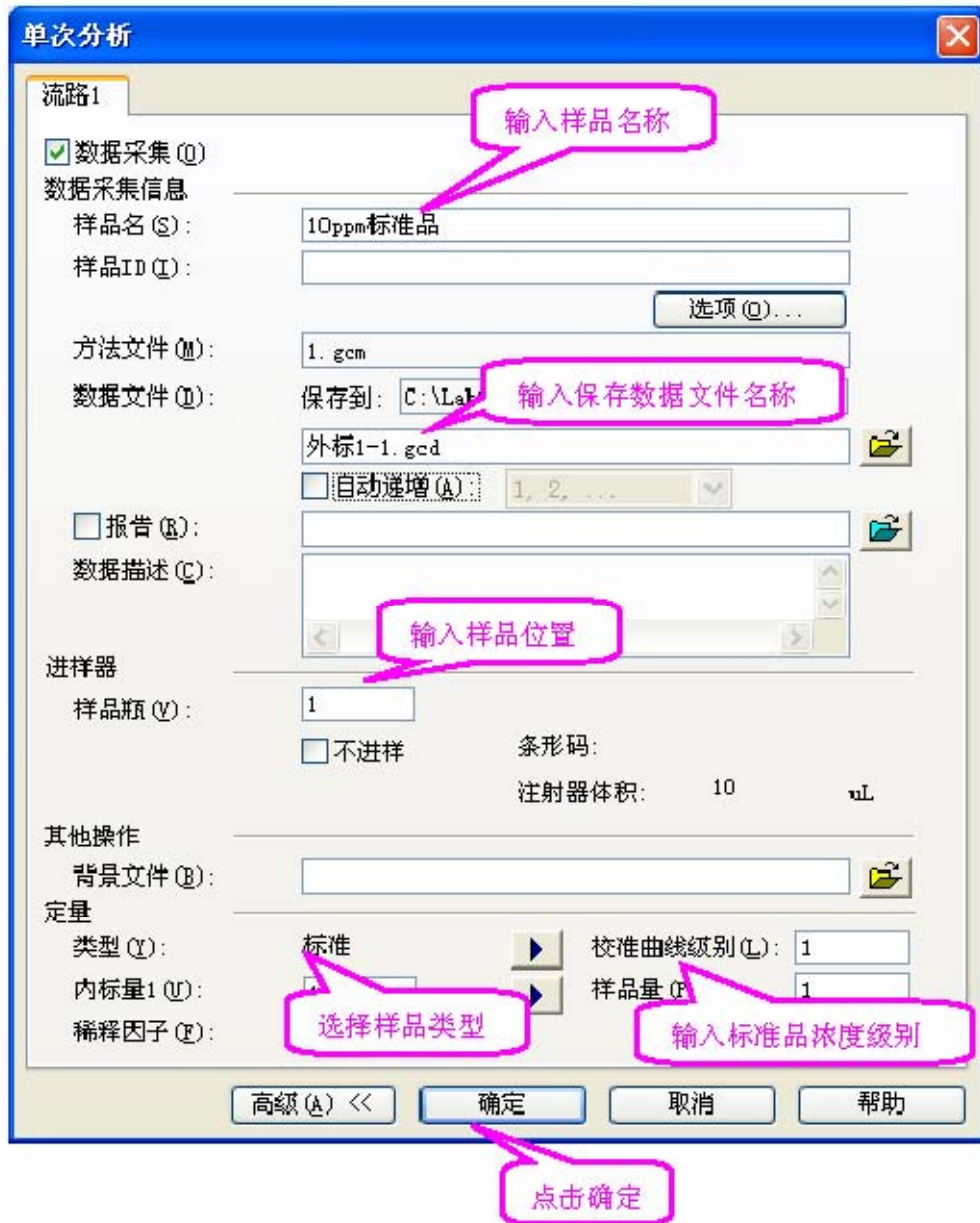
，弹出[单次分析]窗口。



按照图中所示进行设定后，点击[确定]。

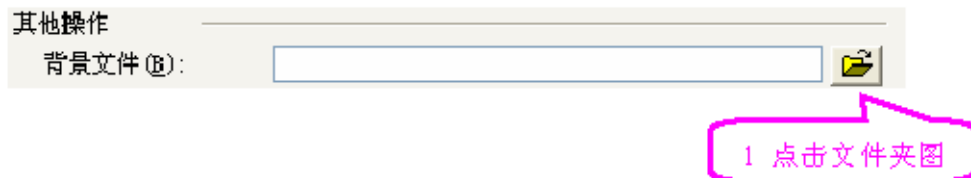
### 3.2.2 标品数据采集

辅助栏中点击[单次分析开始] ，弹出[单次分析]窗口。点击窗口中 [高级]。



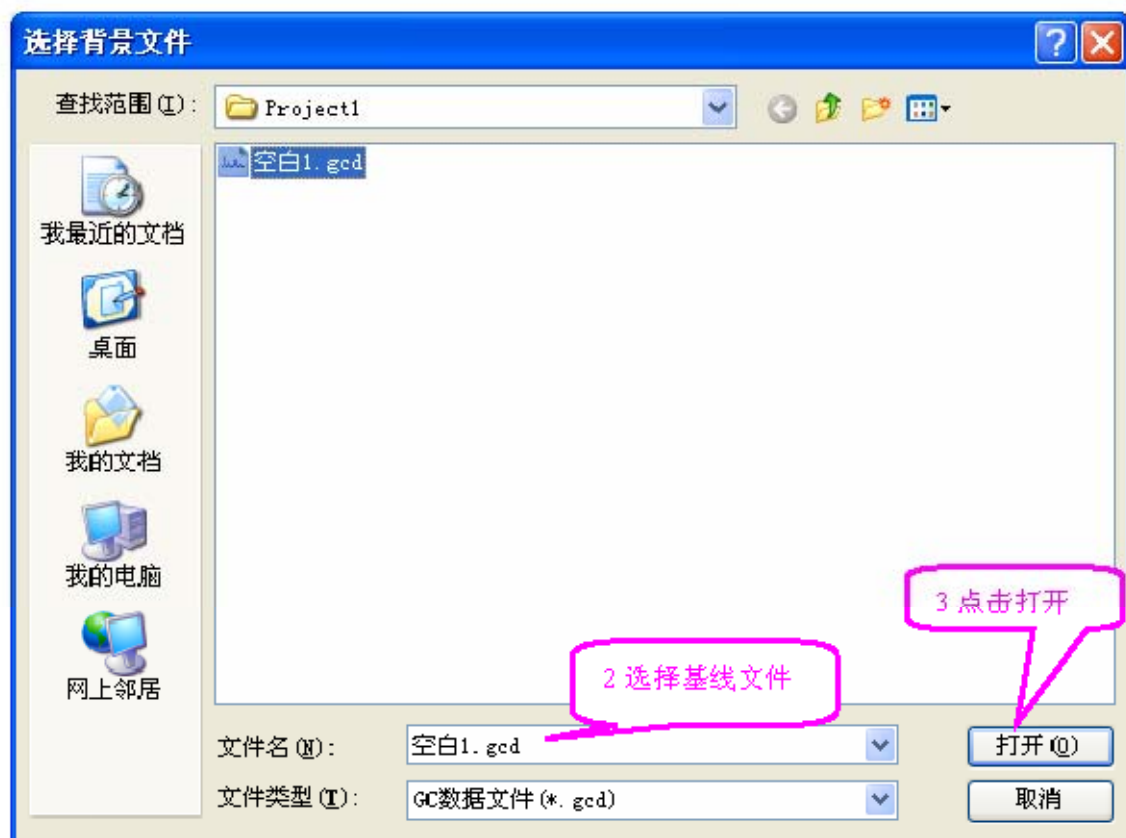
### 3.2.3 扣除基线数据

如果数据文件需要扣除基线数据，可以如下操作。



弹出[选择背景文件]窗口，数据采集后会自动扣除“空白 1”数据。





### 3.2.4 待机


完成样品注册，参数下传 GC 仪器，软件显示待机状态。

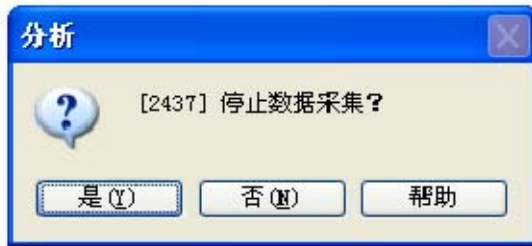
### 3.2.4 采集

- 1 样品注入进样口后，点击 GC 面板上[START]键，触发 GC，运行程序采集。
- 2 自动进样器进样，完成进样，自动触发 GC，运行程序采集。

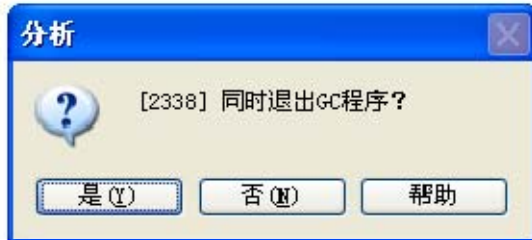
### 3.2.5 采集停止

- 1 时间达到[采集停止]时间时，软件停止采集；GC 自动降温到初始温度。

2 如果采集中要停止，点击辅助栏中[停止]  图标。弹出[分析]窗口。点击[是]，软件停止数据采集。



然后弹出下一个[分析]窗口。点击[是], GC 的温度程序也终止, 点击[否], 软件停止采集, 但 GC 温度程序继续运行。



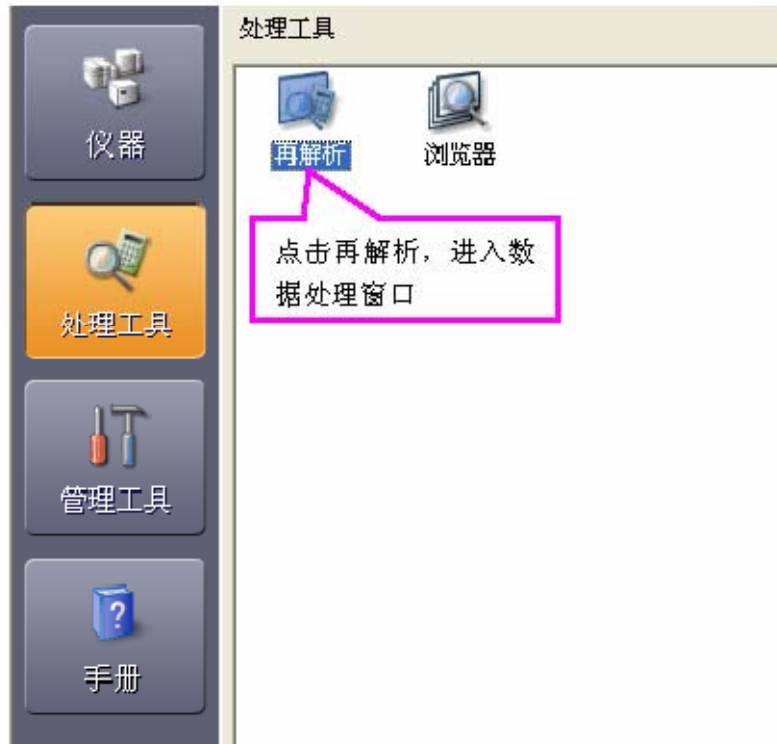
**注意: 多种目标组分同时测定, 若无法确定各目标组分的保留时间及出峰顺序时, 需将各组分单一进样, 以确定其保留时间及出峰顺序, 再配制成混合标液测试。**



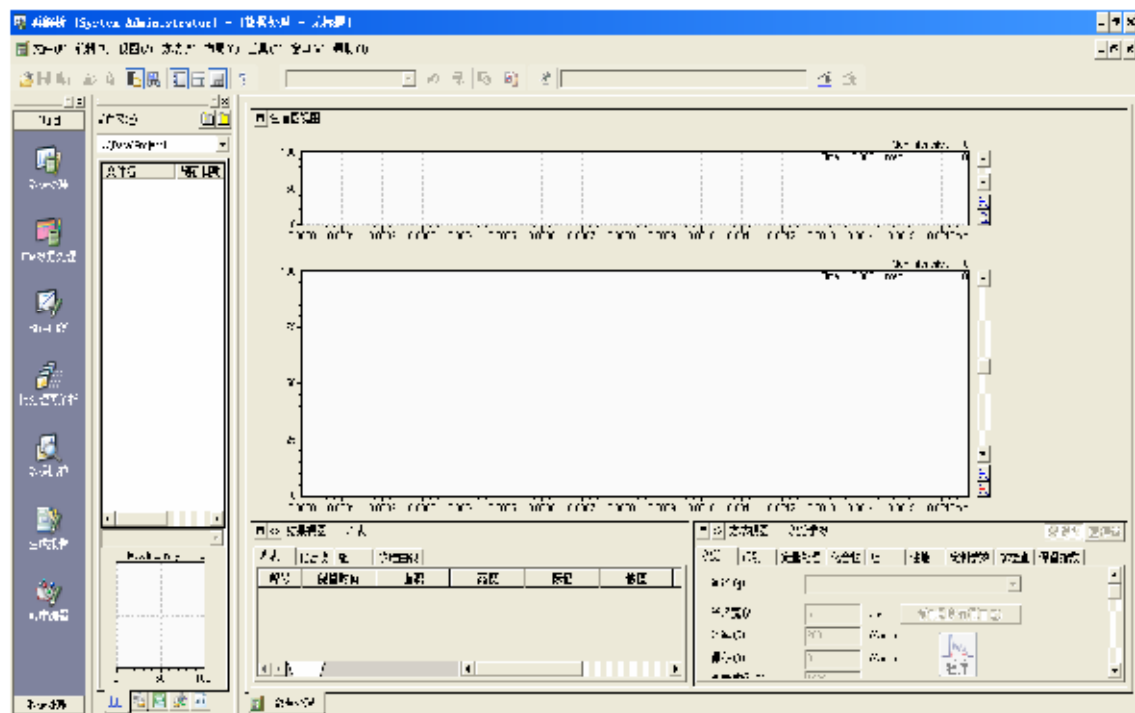
## 4. 定性定量分析

### 4.1 进入[再解析]处理数据

单击 Lab solution 的[处理工具]图标，进入其目录，并双击[再解析]图标，进入<GC 再解析>



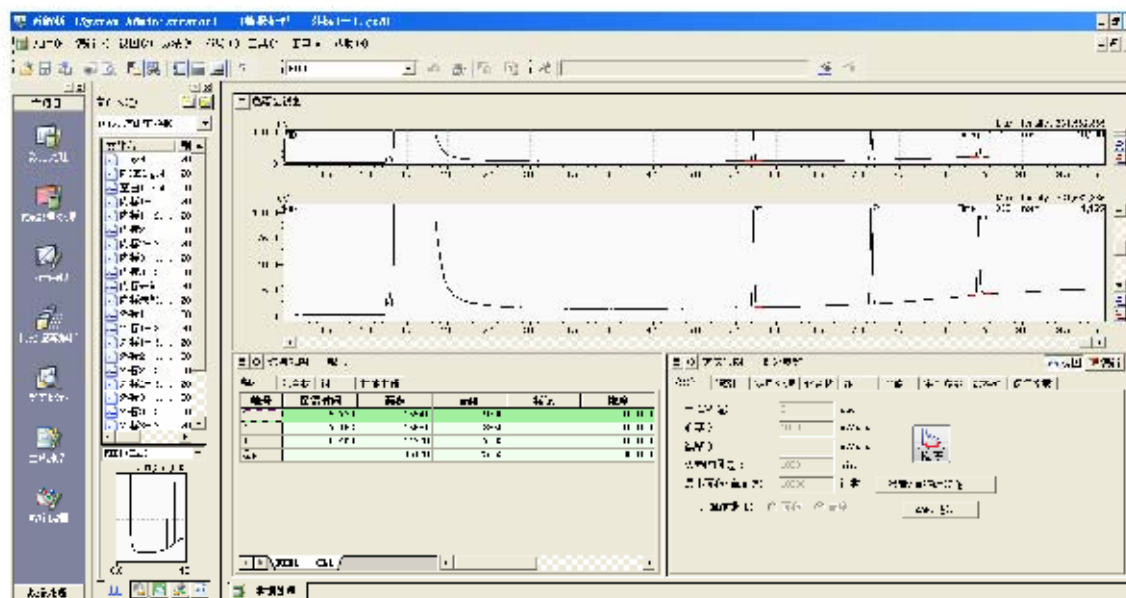
显示<GC 再解析>窗口。



## 4.2 外标法

### 4.2.1 打开数据文件

打开数据文件，在显示窗口显示色谱图。



### 4.2.2 数据文件积分条件的修正

数据文件方法栏中的[查看]状态改为[编辑]状态，选择积分参数。



积分方法:

半峰宽 (毛细柱 2~3 秒, 填充柱 5~10 秒)

斜率 (可以手动设定一个值, 或者由工作站实时分析自动测定斜率值)

漂移 (默认为 0, 具体设置见附录)

变参时间 (不使用设为 1000, 具体设置见附录)

最小积分面积 (手动设定最小积分的峰面积, 减少杂峰的积分)

### 4.2.3 创建方法名称

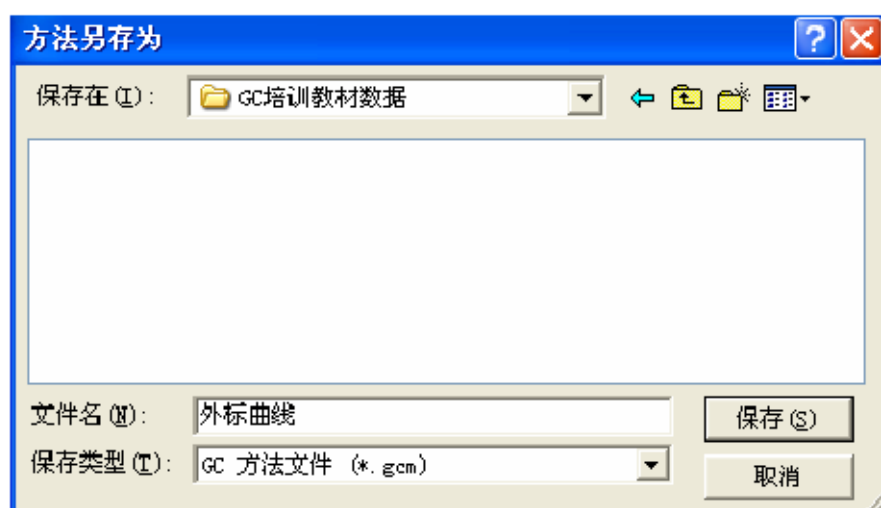
1 单击辅助栏中[数据处理]图标。



2 进入到数据处理界面, 点击[应用到方法]。



3 输入方法名称，单击[保存]。

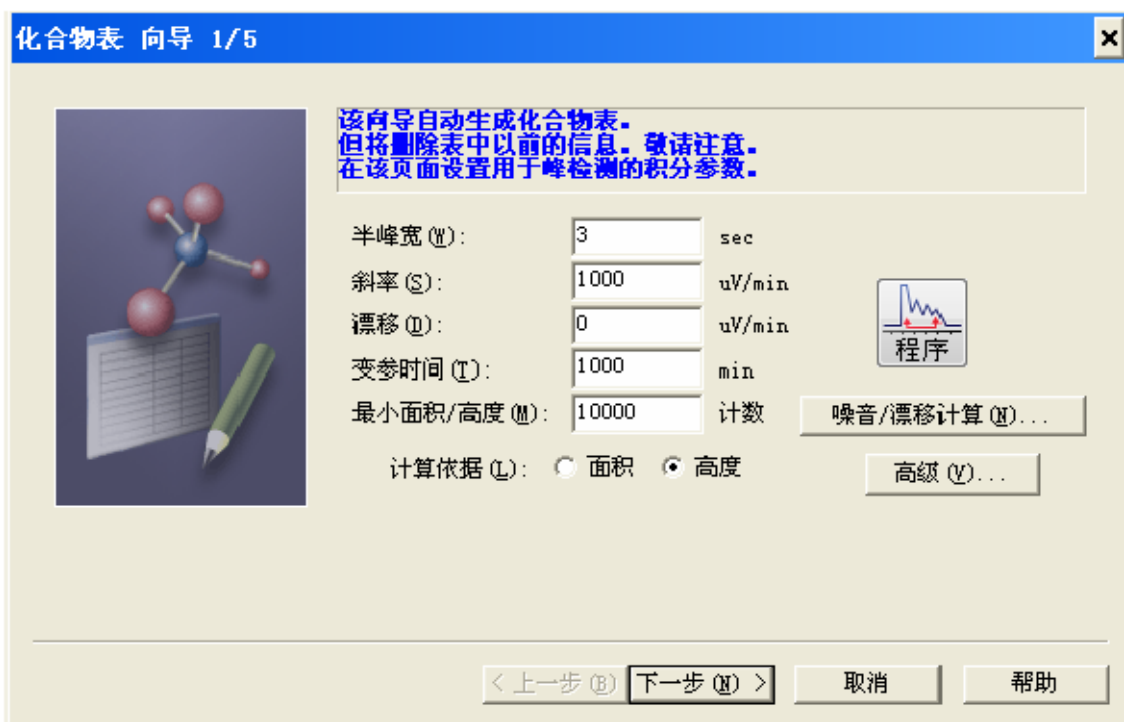


#### 4.2.4 创建组分表

1 单击辅助栏中[向导]图标。

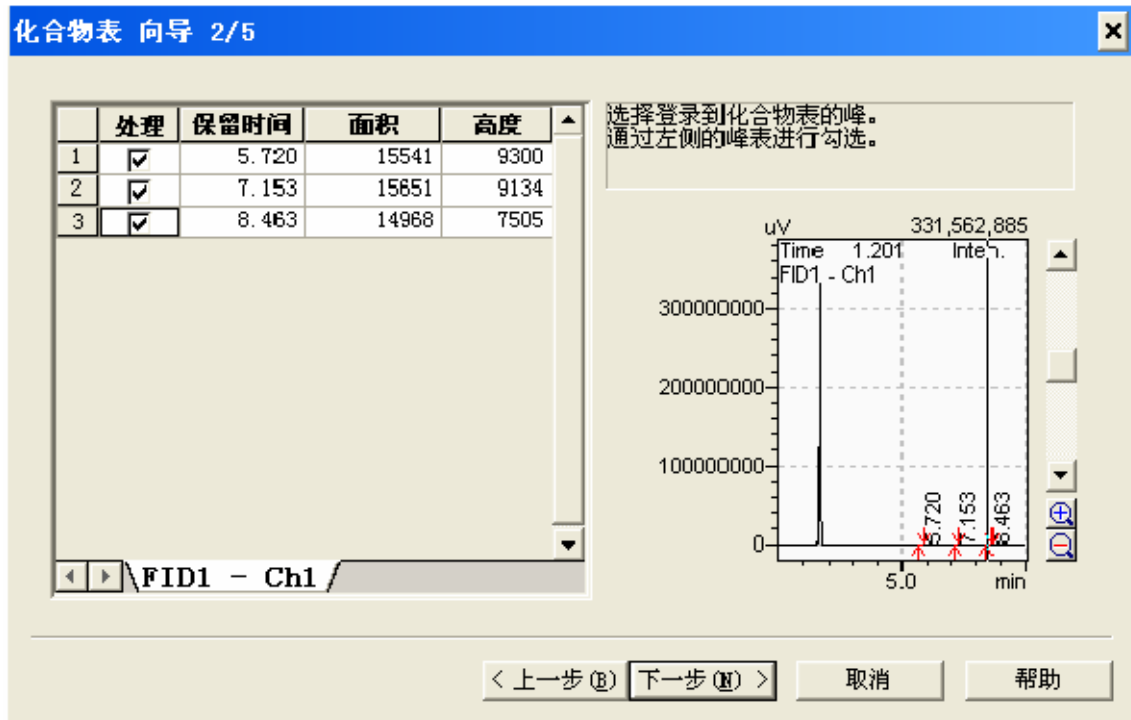


2 在向导窗口中，出现峰积分参数表，设置相关参数后，点击【下一步】。

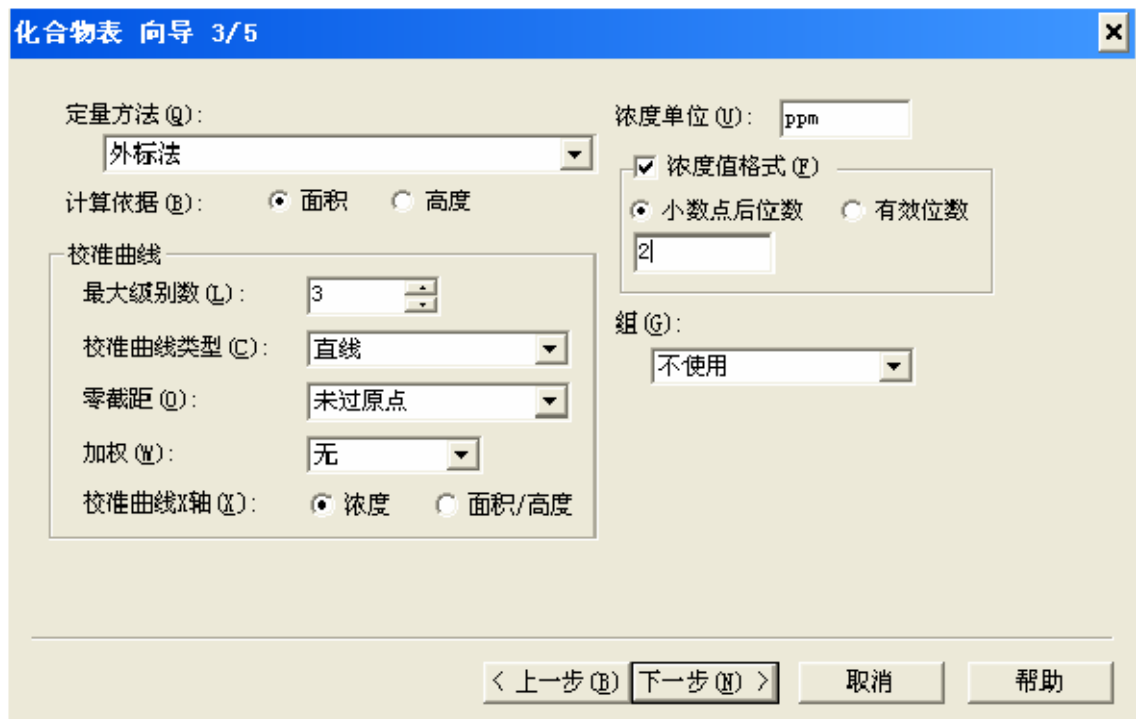


注：如果在定量参数设置过后，此处可以省略此步骤直接点击下一步；如果没有设置过，其参数设置参考 4.2.4。

3 选择处理的目标组分峰，单击【下一步】。



4 设置定量方法、校准曲线最大级别数、校准曲线的类型、零点、单位、浓度格式等，单击【下一步】。



5 设置峰鉴别的方法，单击【下一步】。

化合物表 向导 4/5

识别

识别方法 (M):  时间窗  时间带

时间窗 (M):  %

时间带 (M):  min

识别方法 (I):

峰选择 (P):

将未识别峰作为面积 (高度) 为 "0" 的峰显示 (D)

将面积 (高度) 为 "0" 的峰添加到校准点 (C)

保留时间校正 (R):  未更改  替换  平均

< 上一步 (B) 下一步 (N) > 取消 帮助

6 输入目标组分峰名称，输入标准溶液浓度值，单击【完成】。

化合物表 向导 5/5

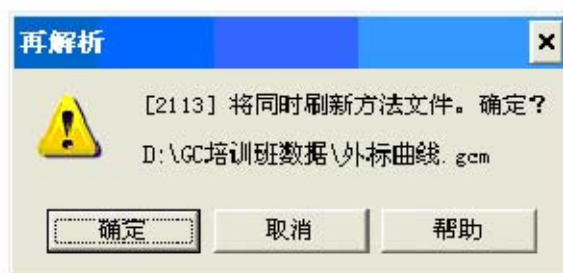
根据目前的设置生成的化合物表。  
需要时请进行修改。

ID#	化合物名	类型	保留时间	浓度 (1)	浓度 (2)
1	C12	目标	5.720	10	20
2	C14	目标	7.153	10	20
3	C16	目标	8.463	10	20
4		目标	0.001	1	1

< 上一步 (B) 完成 取消 帮助

#### 4.2.5 保存组分表至方法文件

点击菜单栏里的[文件]按钮，在下拉菜单里选择[保存数据文件/方法文件]后，并按确定。方法文件保存为[外标曲线]。



创建完成新的化合物表，显示于 方法视图 的 [组分表] 标签中。

如果必要，对化合物表的内容进行校对和修改，如不同的浓度。修改完后将化合物表从 编辑 编辑模式切换为 视图 显示模式。

方法视图 - 化合物表								
积分	识别	定量处理	化合物	组	性能	定制参数	QC检查	保留指数
ID#	化合物名	类型	保留时间	浓度 (1)	浓度 (2)	浓		
1	C12	目标	5.720	10	20			
2	C14	目标	7.154	10	20			
3	C16	目标	8.463	10	20			

## 4.2.6 校准曲线制作

### 4.2.6.1 打开方法文件

- 1 点击【GC 实时分析】图标。
- 2 选择前面创建的方法文件“外标曲线.qgm”。



- 3 点击辅助栏中 [开启 GC] 图标



### 4.2.6.2 创建批处理表

- 1 单击辅助栏中 [批处理分析] 图标。





2 单击[文件]菜单中的[新建批处理文件]。



3 在批处理表中输入相应信息和参数。

批处理表可以使用向导功能建立 (参见附录2)。

文件夹 : C:\GCsolution\GC培训数据

分析	样品瓶号	样品名	样品ID	样品类型	方法文件	数据文件	级别号
1	1	10ppm		1:标准:(I)	外标曲线 gcm	10ppm	1
2	1	10ppm		1:标准	外标曲线 gcm	10ppm	1
3	1	10ppm		1:标准	外标曲线 gcm	10ppm	1
4	2	50ppm		1:标准	外标曲线 gcm	50ppm	2
5	2	50ppm		1:标准	外标曲线 gcm	50ppm	2
6	2	50ppm		1:标准	外标曲线 gcm	50ppm	2
7	3	100ppm		1:标准	外标曲线 gcm	100ppm	3
8	3	100ppm		1:标准	外标曲线 gcm	100ppm	3
9	3	100ppm		1:标准	外标曲线 gcm	100ppm	3
10	4	未知		0:未知	外标曲线 gcm	未知	1
11	5	未知		0:未知	外标曲线 gcm	未知	1
12	6	未知		0:未知	外标曲线 gcm	未知	1

### 参考

- 1) “样品类型”中设置标准溶液为“1:Standard”，未知样品为“0:Unknown”。其中，对第一个标准溶液显示“1:Standard:(I)”，表示初始化校准曲线，即清除方法中原先可能有的校准曲线。
- 2) “级别号”中数字依次对应标准溶液的不同浓度，即组分表中设定的不同校准级别所对应的浓度值。

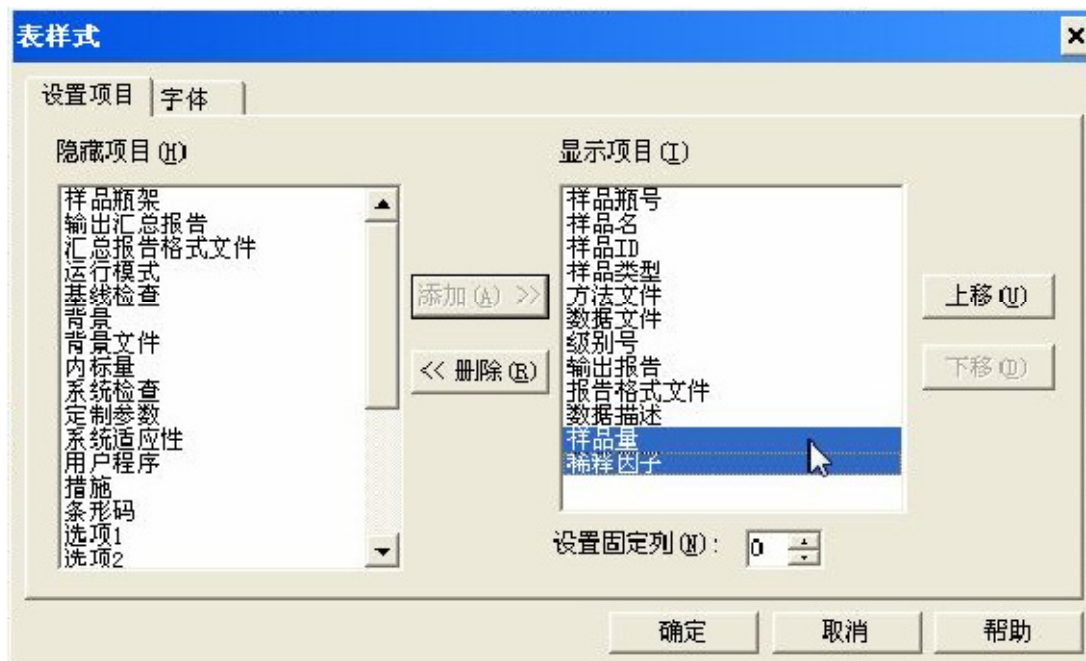
### 说明：

对于未知样品来说，如果要将结果自动换算成实际样品中的浓度，需要事先输入“样品量”和“稀释因子”，按照下列步骤进行。

- (1) 在表格中单击右键，选择“表样式”。



(2) 在“表样式”中，选择“样品量”和“稀释因子”点击 **添加 >>** 添加到显示项目中。



(3) 在表格中输入“样品量”和“稀释因子”数值。仅需对未知样品输入“样品量”和“稀

释因子”。

输出报告	报告格式文件	数据描述	样品量	稀释因子
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			1	1
<input type="checkbox"/>			0.5	10
<input type="checkbox"/>			0.5	10
<input type="checkbox"/>			0.5	10

4 批处理表设定改完后，单击[文件]菜单中的[批处理文件另存为]。



5 输入批处理表文件名，单击[保存]。



### 4.2.6.3 运行批处理表

单击辅助栏中的[批处理分析开始]图标，执行批处理，标准样品和未知样品按表中所设自动依次进样分析。



注:

- 1) 批处理表运行时，要修改批处理表，单击[编辑表/重新开始]图标后进行修改，修改完毕后再次单击[编辑表/重新开始]图标。
- 2) 要强行中止批处理运行，单击[停止]图标。
- 3) 队列视图里，可以对不同的批处理进行连续采集，并对其顺序进行编辑。

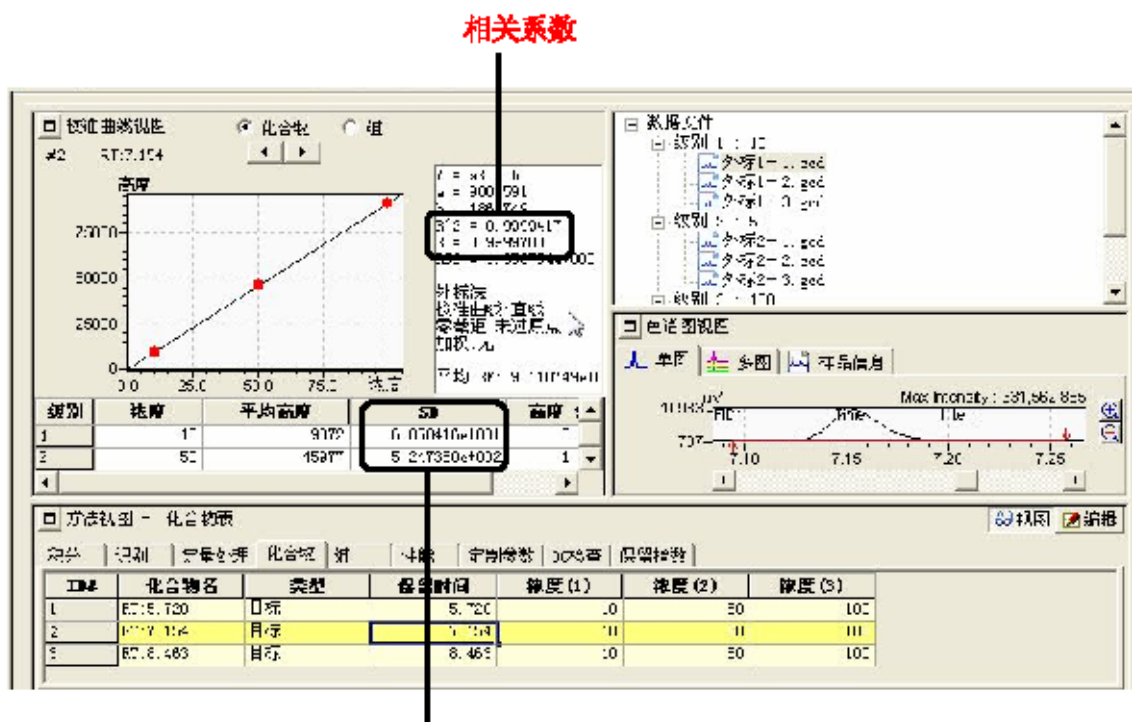
### 4.2.6.4 检查校准曲线

**I** 启动【再解析】程序，单击“再解析”辅助栏中的[校准曲线]图标。



2 打开方法文件“外标曲线.qgm”，此时方法中校准曲线已自动生成。

3 在化合物表中选择一个化合物，显示该化合物的校准曲线。



**说明：**如果在标准样品采集时未指定类型为“标准”，而是以“未知样”采集，则需手动生成校准曲线。手动生成校准曲线步骤如下：

(1) 辅助栏中点击[校准曲线]，从数据资源管理器中选择“外标曲线”，打开方法文件

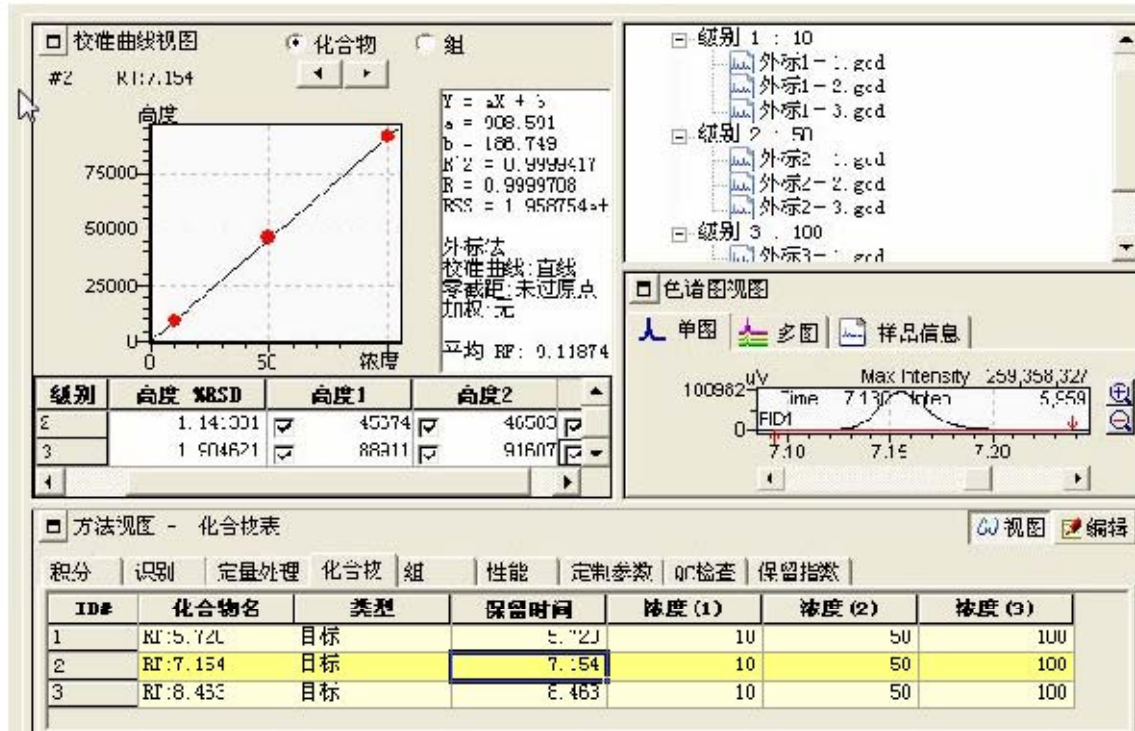




(2) 切换回数据文件，将数据文件拖入相应的数据级别

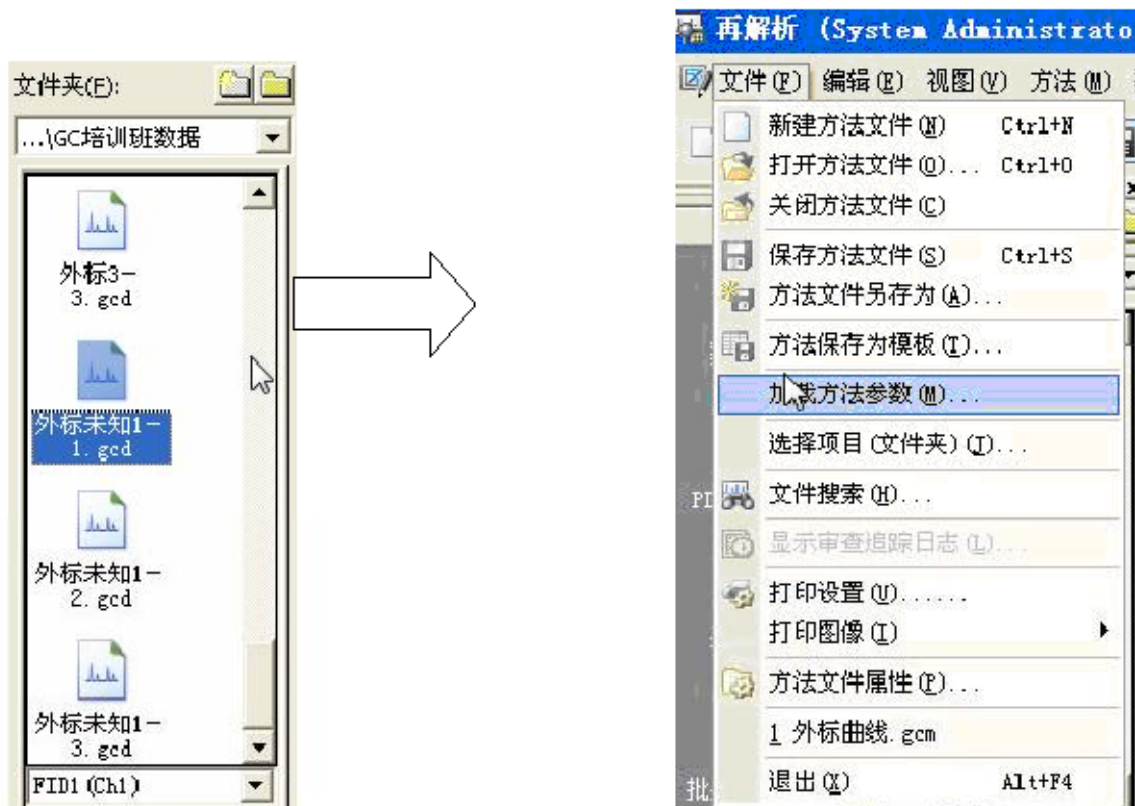
ID	化合物名	类型	保留时间	浓度 (1)	浓度 (2)	浓度 (3)
1	RT 5.723	目标	5.723	10	50	100
2	RT 7.154	目标	7.154	10	50	100
3	RT 8.463	目标	8.463	10	50	100

(3) 校准曲线生成，保存方法文件。



### 4.2.7 定量未知样品

打开未知数据文件，点击【文件】下拉菜单，选择【加载方法参数】；







通过“峰表”，可以查看未知样品定量结果。

结果视图 - 峰表

峰号	保留时间	面积	高度	标记	浓度	浓度单位	化合物ID号	化合物名
1	5.720	43733	26473	M	28.304	ppm	1	C12
2	7.154	44758	25832	M	28.225	ppm	2	C14
3	8.463	43005	22317	M	28.784	ppm	3	C16
总计		131496	74621		85.313			

### 4.3 内标法

#### 4.3.1 打开数据文件

打开数据文件，在显示窗口显示色谱图。



### 4.3.2 数据文件积分条件的修正

数据文件方法栏中的[视图]状态改为[编辑]状态，选择积分参数

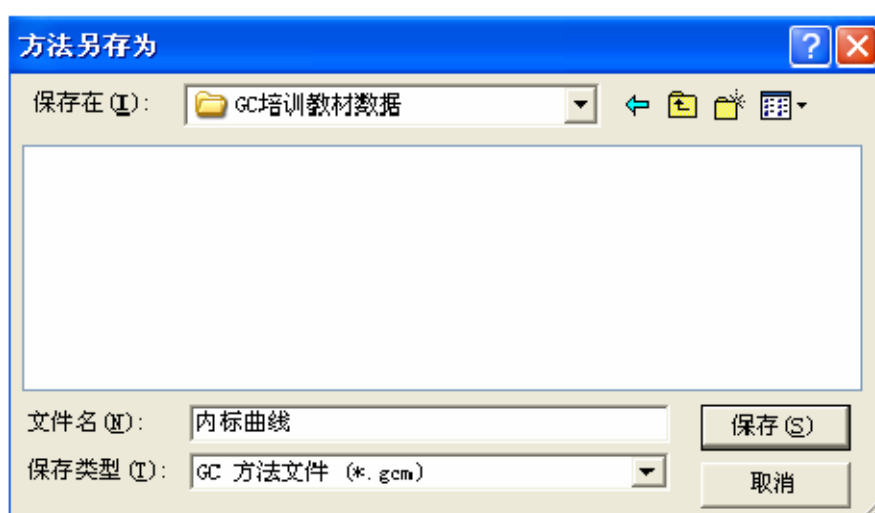


### 4.3.3 创建方法名称

1 单击辅助栏中[应用到方法]图标。



2 输入方法名称，单击[保存]。

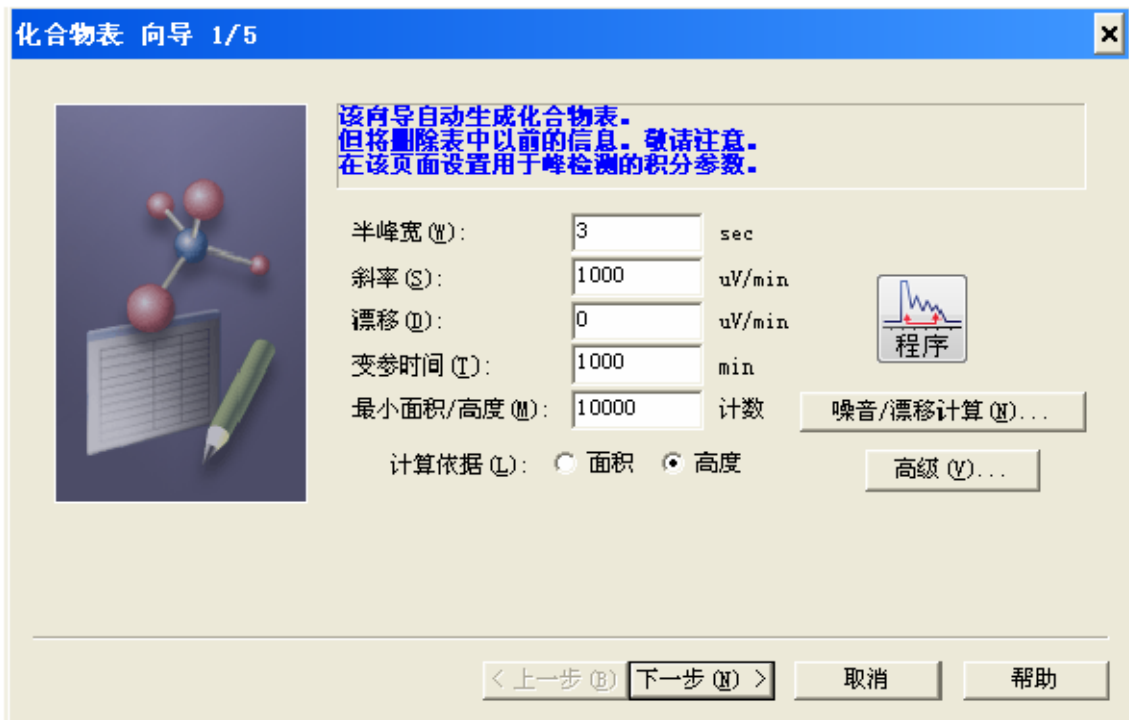


#### 4.3.4 创建组分表

1 单击辅助栏中[向导]图标。

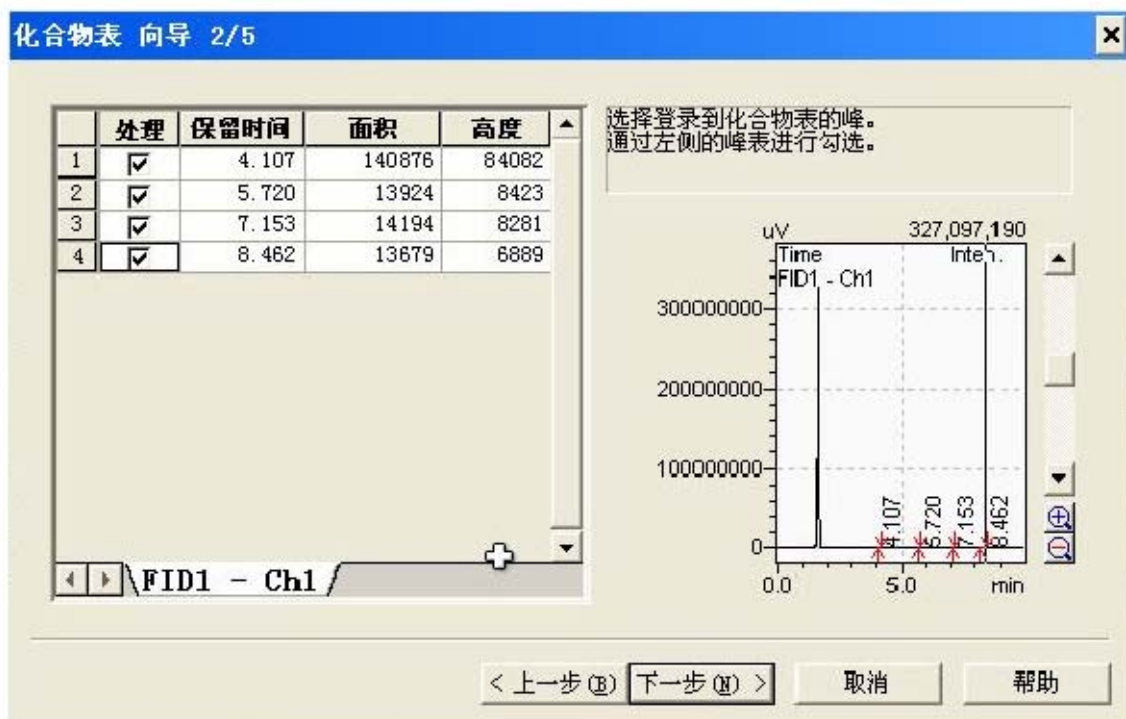


2 在向导窗口中，出现峰积分参数表，设置相关参数后，点击【下一步】。

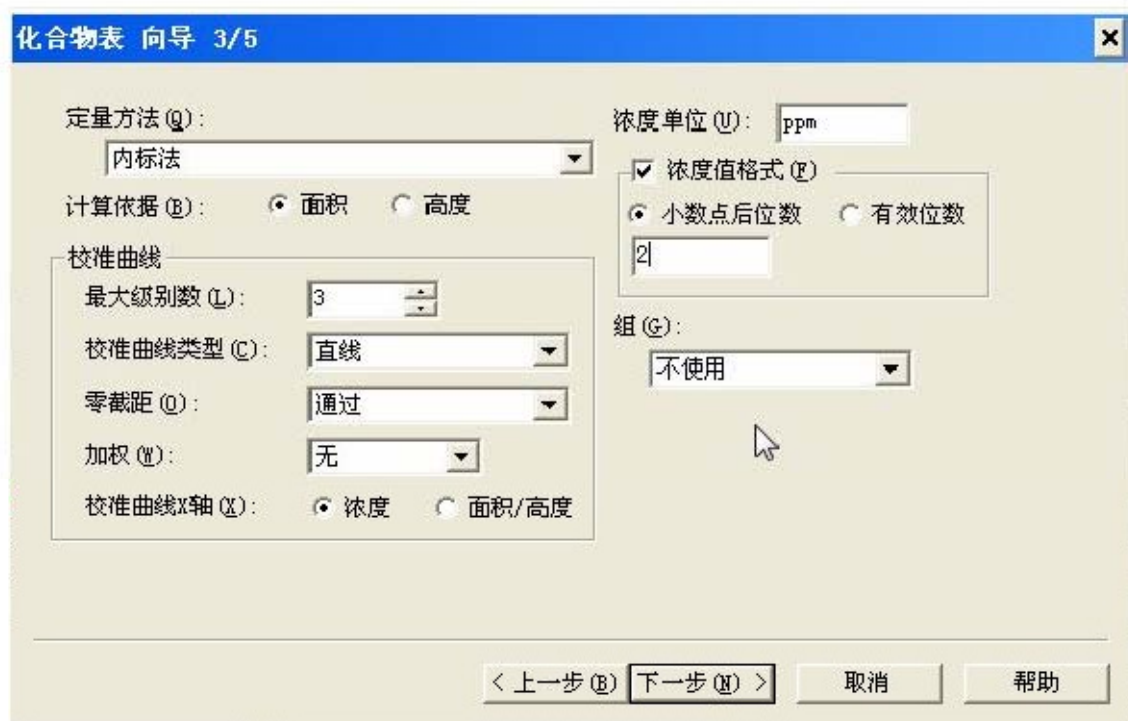


注：如果在定量参数设置过后，此处可以省略此布直接点击下一步；如果没有设置过，其参数设置参考 4.2.4。

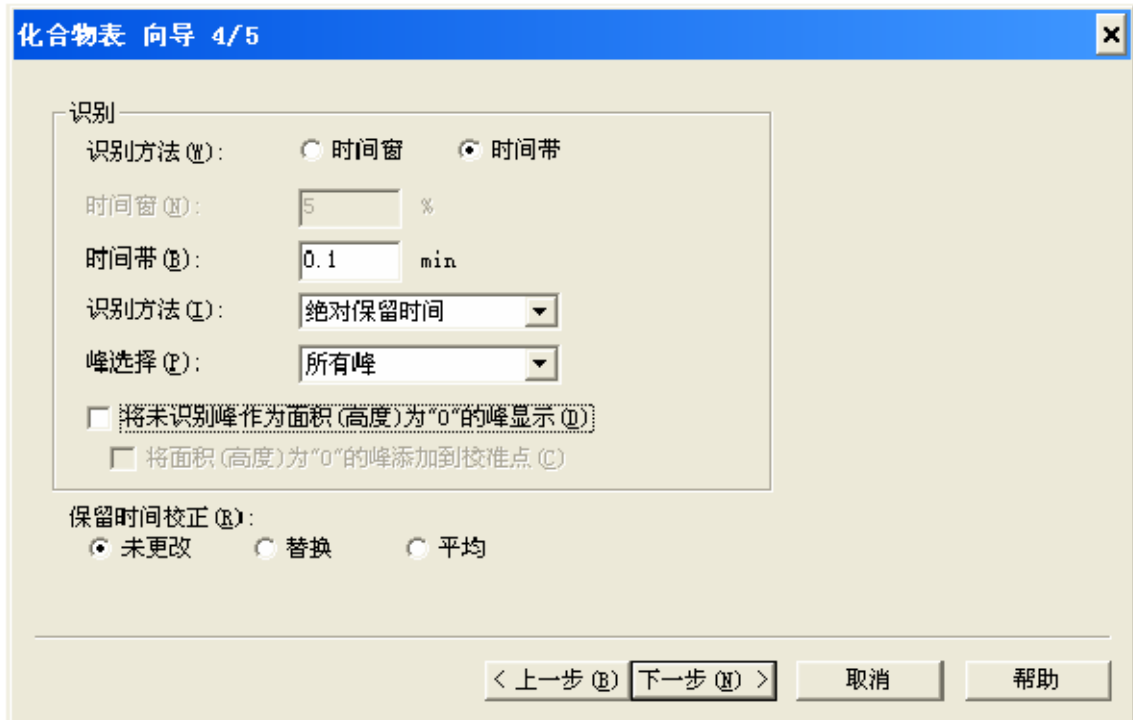
3 选择处理的目标组分峰，单击【下一步】。



4 设置定量方法、校准曲线最大级别数，校准曲线的类型、零点、单位、浓度格式等，单击【下一步】。



5 设置峰鉴别的方法，单击【下一步】。



6 输入目标组分峰名称，输入标准溶液浓度值，单击【完成】。



#### 4.3.5 保存组分表至方法文件

点击辅助工具栏中【应用到方法】，方法文件保存为[内标曲线]。



创建完成新的化合物表，显示于 **方法视图** 标签【化合物】中。

如果必要，对化合物表的内容进行校对和修改，如不同的浓度。修改完后将化合物表从 **编辑** 编辑模式切换为 **视图** 显示模式。

方法视图 - 化合物表								
积分	识别	定量处理	化合物	组	性能	定制参数	qc检查	保留指数
ID#	化合物名	类型	内标组	保留时间	浓度 (1)	浓度 (2)	浓度 (3)	浓度 (4)
1	C10	内标	1	4.107	100			
2	C12	目标	1	5.720	10			
3	C14	目标	1	7.153	10			
4	C16	目标	1	8.462	10			

### 4.3.6 校准曲线制作

#### 4.3.6.1 打开方法文件

- 1 点击【GC 实时分析】图标。
- 2 选择前面创建的方法文件“内标曲线.qgm”。



- 3 点击辅助栏中[开启 GC]图标



#### 4.3.6.2 创建批处理表

- 1 单击辅助栏中[批处理分析]图标。



2 单击[文件]菜单中的[新建批处理文件]。



3 在批处理表中输入相应信息和参数。



文件夹 : C:\GCsolution\GC培训数据

分析	样品瓶号	样品名	样品ID	样品类型	方法文件	数据文件	级别号
1	1	内标1-1		1 标准: C	内标曲线.gcn	内标1-1	1
2	1	内标1-2		1 标准	内标曲线.gcn	内标1-2	1
3	1	内标1-3		1 标准	内标曲线.gcn	内标1-3	1
4	2	内标2-1		1 标准	内标曲线.gcn	内标2-1	2
5	2	内标2-2		1 标准	内标曲线.gcn	内标2-2	2
6	2	内标2-3		1 标准	内标曲线.gcn	内标2-3	2
7	3	内标3-1		1 标准	内标曲线.gcn	内标3-1	3
8	3	内标3-2		1 标准	内标曲线.gcn	内标3-2	3
9	3	内标3-3		1 标准	内标曲线.gcn	内标3-3	3
10	4	未知1-1		0 未知	内标曲线.gcn	未知1-1	1
11	5	未知1-2		0 未知	内标曲线.gcn	未知1-2	1

4 批处理表设定改完毕后，单击[文件]菜单中的[批处理文件另存为]。



5 输入批处理表文件名，单击[保存]。



### 4.3.6.3 运行批处理表

单击辅助栏中的【批处理分析开始】图标，执行批处理，标准样品和未知样品按表中所设自动依次进样分析。



注:

- 1) 批处理表运行时，要修改批处理表，单击[编辑表/重新开始]图标后进行修改，修改完毕后再次单击[编辑表/重新开始]图标。
- 2) 要强行中止批处理运行，单击[停止]图标。
- 3) 队列视图里，可以对不同的批处理进行连续采集，并对其顺序进行编辑。

### 4.3.6.4 检查校准曲线

**I** 启动【再解析】程序，单击“再解析”辅助栏中的[校准曲线]图标。



2 打开方法文件“内标曲线.qgm”，此时方法中校准曲线已自动生成。

3 在化合物表中选择一个化合物，显示该化合物的校准曲线。

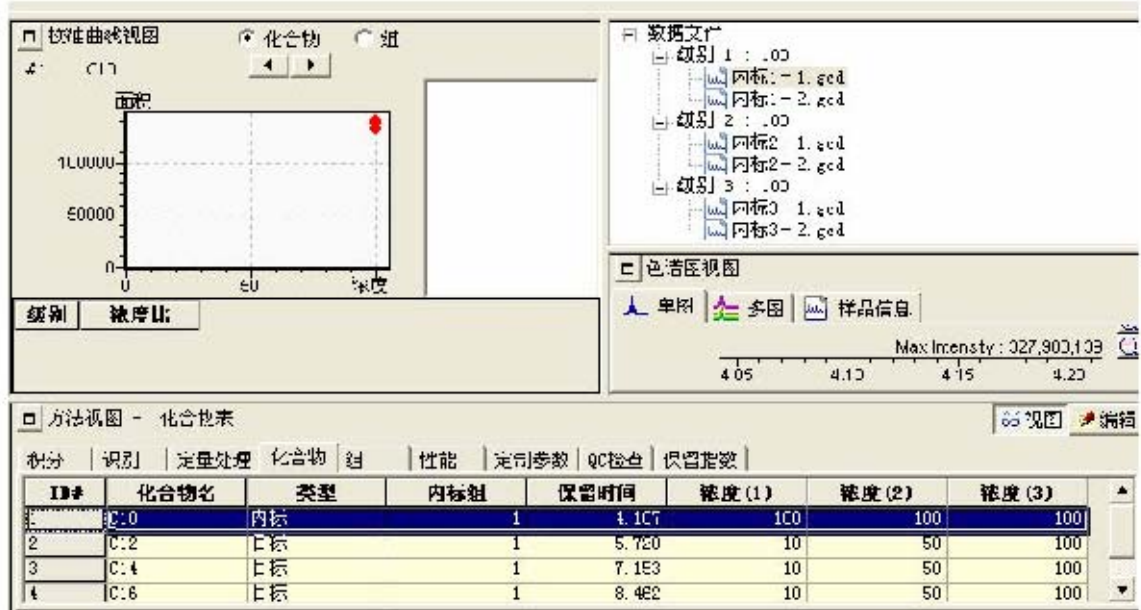
**相关系数**

级别	浓度比	平均面积比	面积比的SD
1	0.1	0.130092	0.773267e-003
2	0.2	0.260184	0.000000e+000

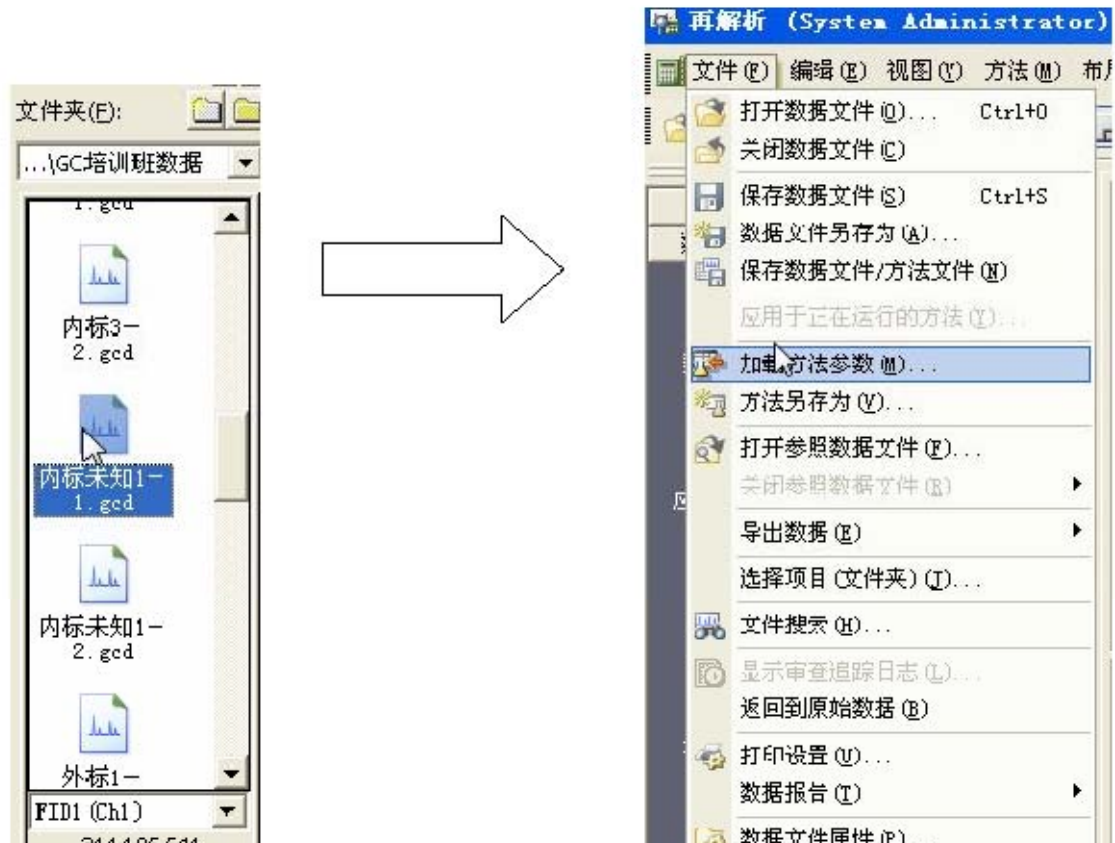
积分	识别	定量处理	化合物	组	性能	定制参数	Q-检查	保留指数
TIC#	化合物名	类型	内标组	保留时间	浓度(1)	浓度(2)	浓度(3)	
1	C10	内标	1	4.127	100	100	100	
2	C12	目标	1	5.720	10	50	100	
3	C14	目标	1	7.153	10	50	100	
4	C16	目标	1	8.422	10	50	100	

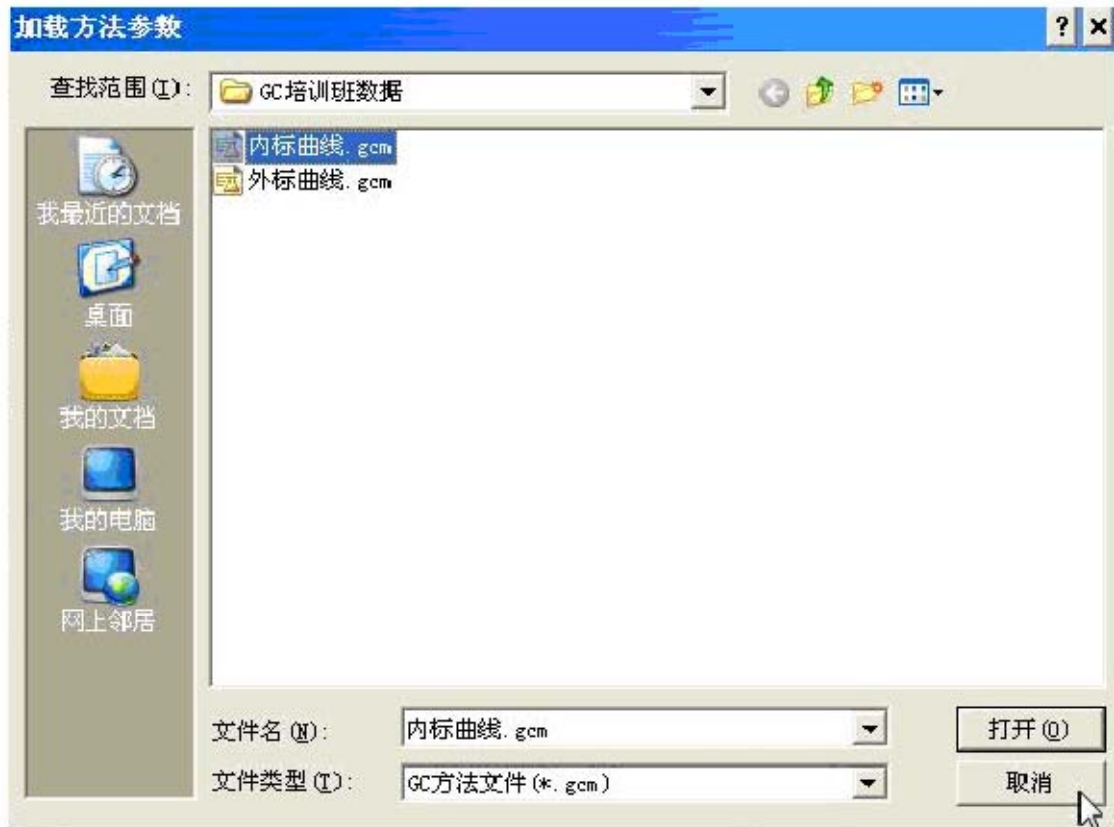
选择内标法定量时，内标物本身没有标准曲线。



### 4.3.7 定量未知样品

打开未知数据文件，点击[文件]下拉菜单，选择[加载方法参数]





通过“峰表”，可以查看未知样品定量结果。

结果视图 - 峰表

峰号	保留时间	面积	高度	标记	浓度	浓度单	化合	化合物
1	4.106	131946	80074		0.00	ppm	1	C10
2	5.720	39654	23905		28.94	ppm	2	C12
3	7.153	40100	23613		29.01	ppm	3	C14
4	8.462	38165	19526		29.01	ppm	4	C16

#### 4.4 校正面积归一法

##### 4.4.1 打开数据文件

打开标样数据文件，在显示窗口显示色谱图。





#### 4.4.2 数据文件积分条件的修正

数据文件方法栏中的[视图]状态改为[编辑]状态，选择积分参数

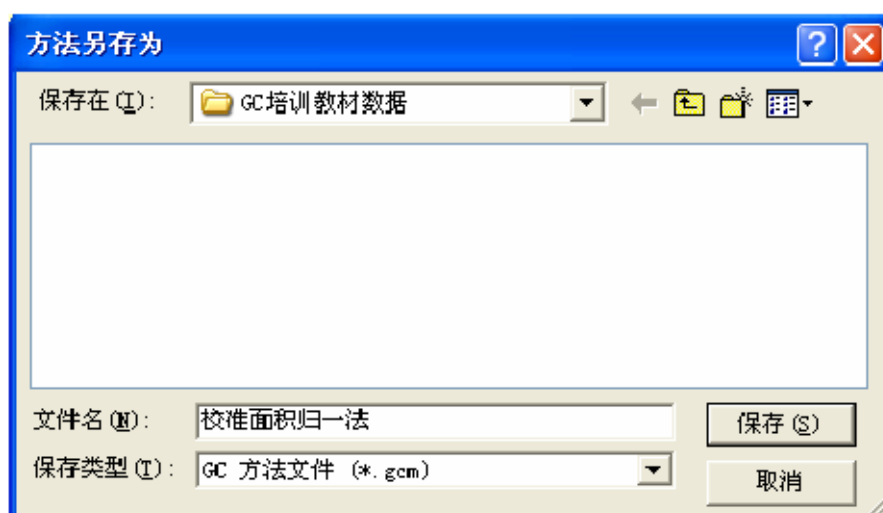


#### 4.4.3 创建方法名称

1 单击辅助栏中[应用到方法]图标。



2 输入方法名称，单击[保存]。

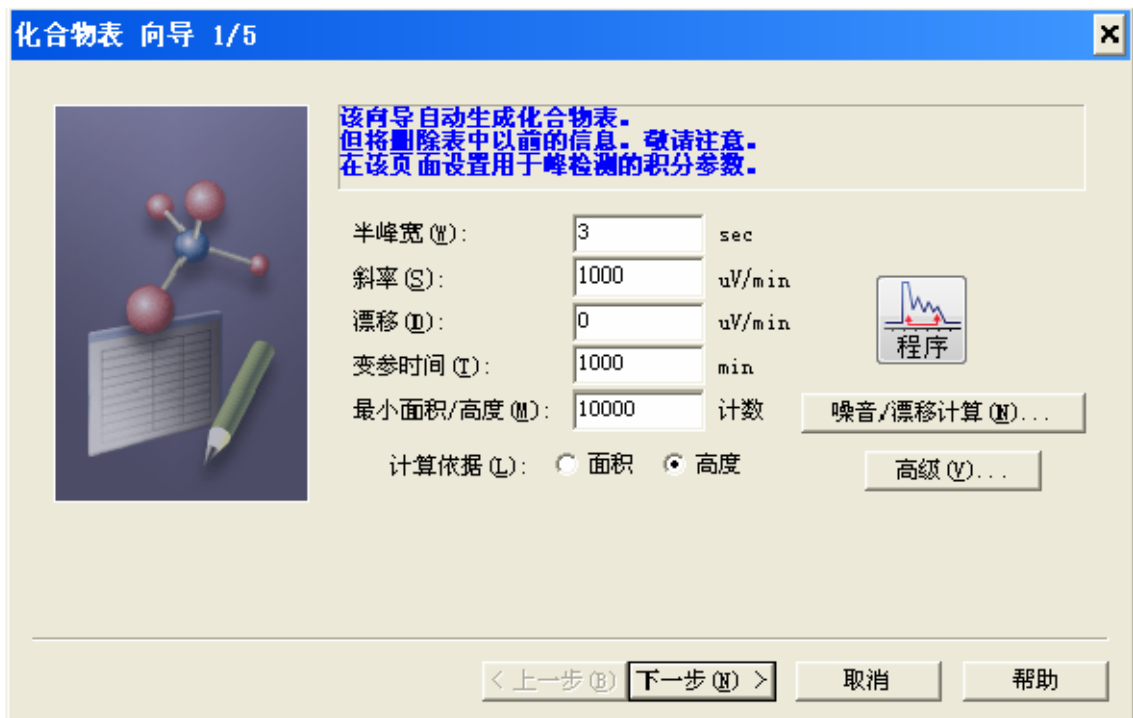


#### 4.4.4 创建组分表

1 单击辅助栏中[向导]图标。



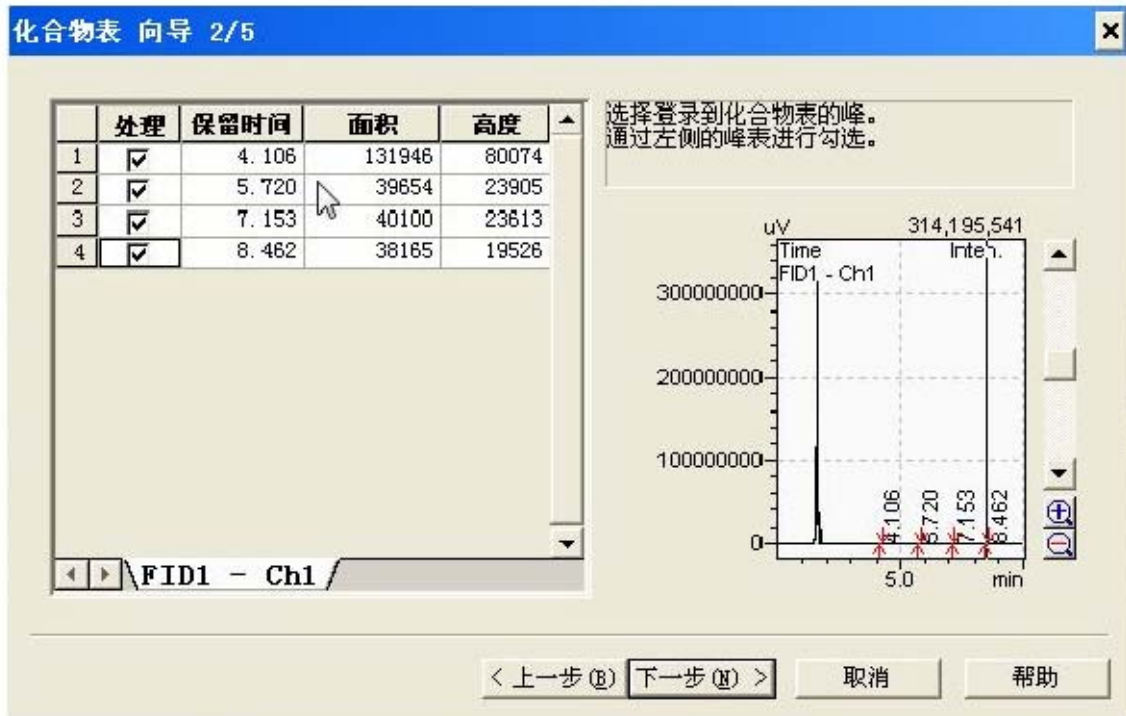
2 在向导窗口中，出现峰积分参数表，设置相关参数后，点击【下一步】。



注：如果在定量参数设置过后，此处可以省略此布直接点击下一步；如果没有设置过，其参数设置参考 4.2.4。

3 选择处理的目标组分峰，单击【下一步】。

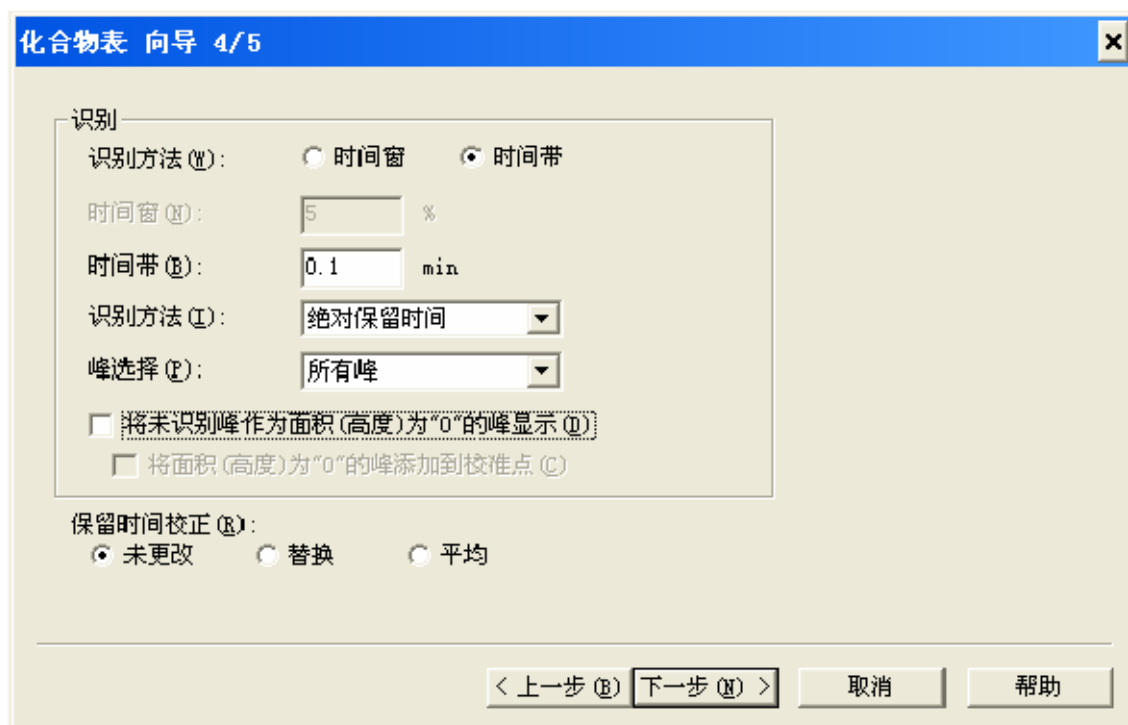




4 设置定量方法、校准曲线最大级别数，校准曲线的类型、零点、单位、浓度格式等，单击【下一步】。



5 设置峰鉴别的方法，单击【下一步】。



6 输入目标组分峰名称，输入一元系数，单击【完成】。



#### 4.4.5 保存组分表至方法文件

点击辅助工具栏中【应用到方法】，方法文件保存为[校正面积归一化法]。

创建完成新的化合物表，显示于 **方法视图** 标签【化合物】中。

ID#	化合物名	类型	保留时间	一元系数	切片
1	C10	目标	4.106	1.500000e+000	0.000000e+000
2	C12	目标	5.720	8.000000e-001	0.000000e+000
3	C14	目标	7.153	1.000000e+000	0.000000e+000
4	C16	目标	8.462	1.300000e+000	0.000000e+000

## 4.4.6 采集样品

### 4.4.6.1 打开方法文件

- 1 点击【GC 实时分析】图标。
- 2 选择前面创建的方法文件“校正面积归一化法.qgm”。



- 3 点击辅助栏中[开启 GC]图标



### 4.4.6.2 创建批处理表

- 1 单击辅助栏中[批处理分析]图标。



2 单击[文件]菜单中的[新建批处理文件]。



3 在批处理表中输入相应信息和参数。

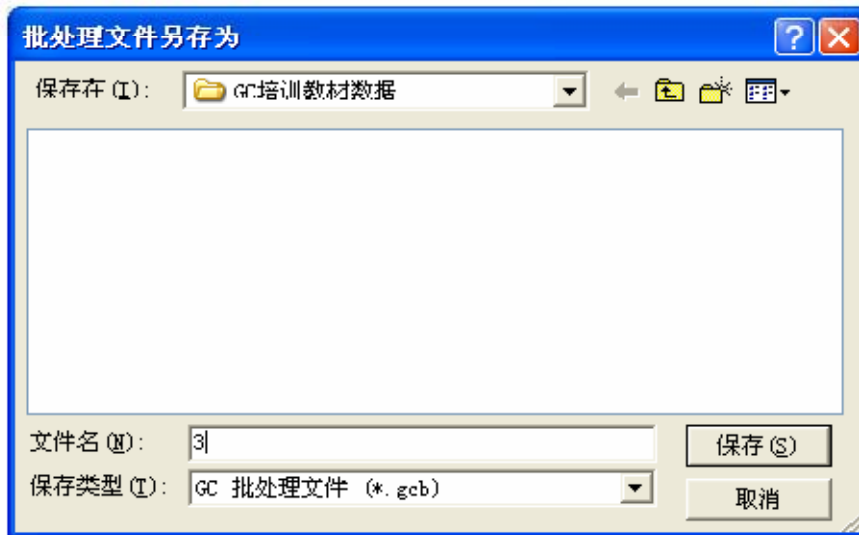
文件夹 : C:\GCsolution\GC培训数据

序号	样品编号	样品名	样品ID	样品类型	方法文件	数据文件	级别号
1	1			D:未知	校正面积归一化法.gen	未知1-1	:
2	2			D:未知	校正面积归一化法.gen	未知1-2	U

4 批处理表设定改完毕后, 单击[文件]菜单中的[批处理文件另存为]。



5 输入批处理表文件名，单击[保存]。



#### 4.4.6.3 运行批处理表

单击辅助栏中的[批处理分析开始]图标，执行批处理，标准样品和未知样品按表中所设自动依次进样分析。



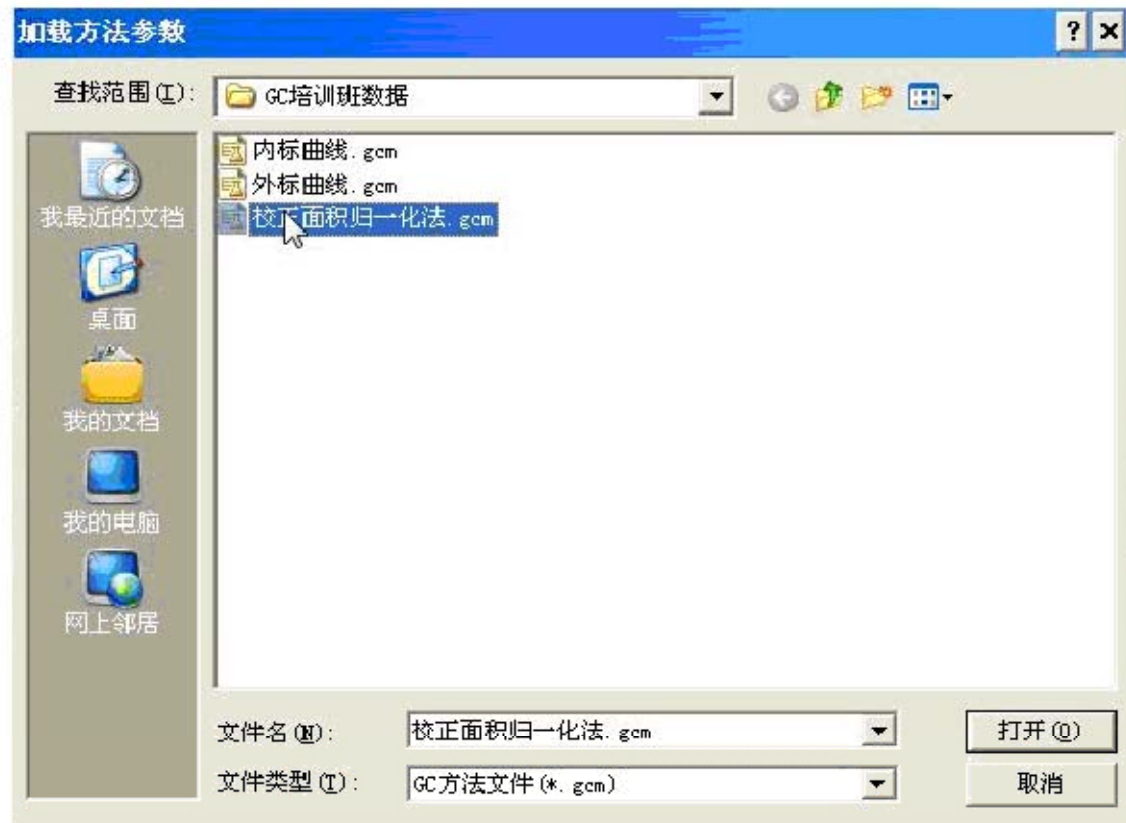
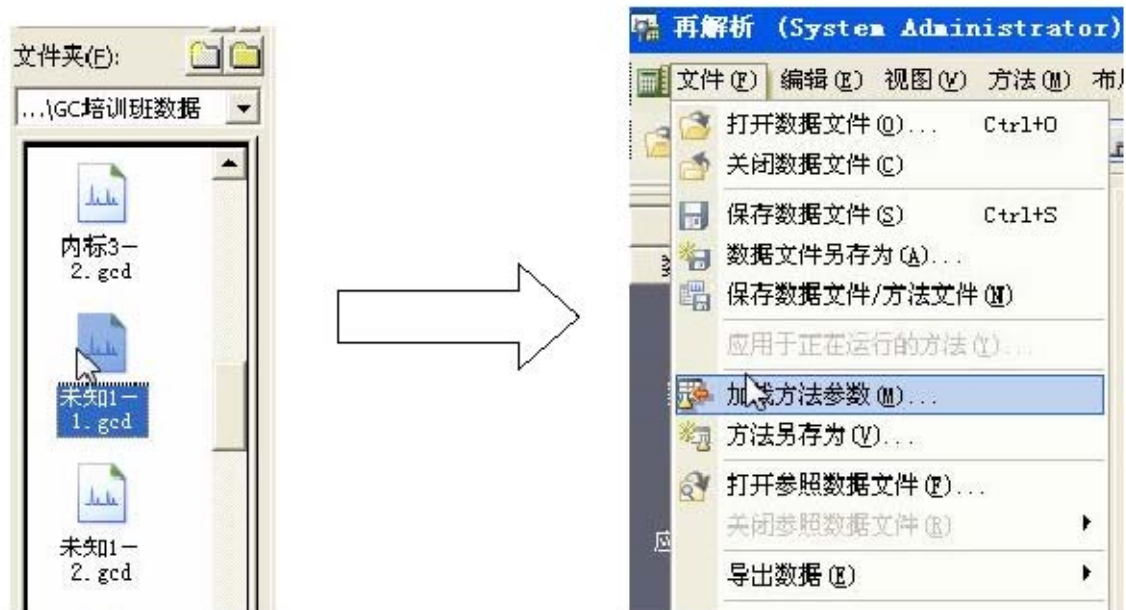
注:

- 1) 批处理表运行时, 要修改批处理表, 单击[编辑表/重新开始]图标后进行修改, 修改完毕后再次单击[编辑表/重新开始]图标。
- 2) 要强行中止批处理运行, 单击[停止]图标。
- 3) 队列视图里, 可以对不同的批处理进行连续采集, 并对其顺序进行编辑。

#### 4.4.7 定量未知样品

打开未知数据文件, 点击[文件]下拉菜单, 选择[加载方法参数]





通过“峰表”，可以查看未知样品定量结果。

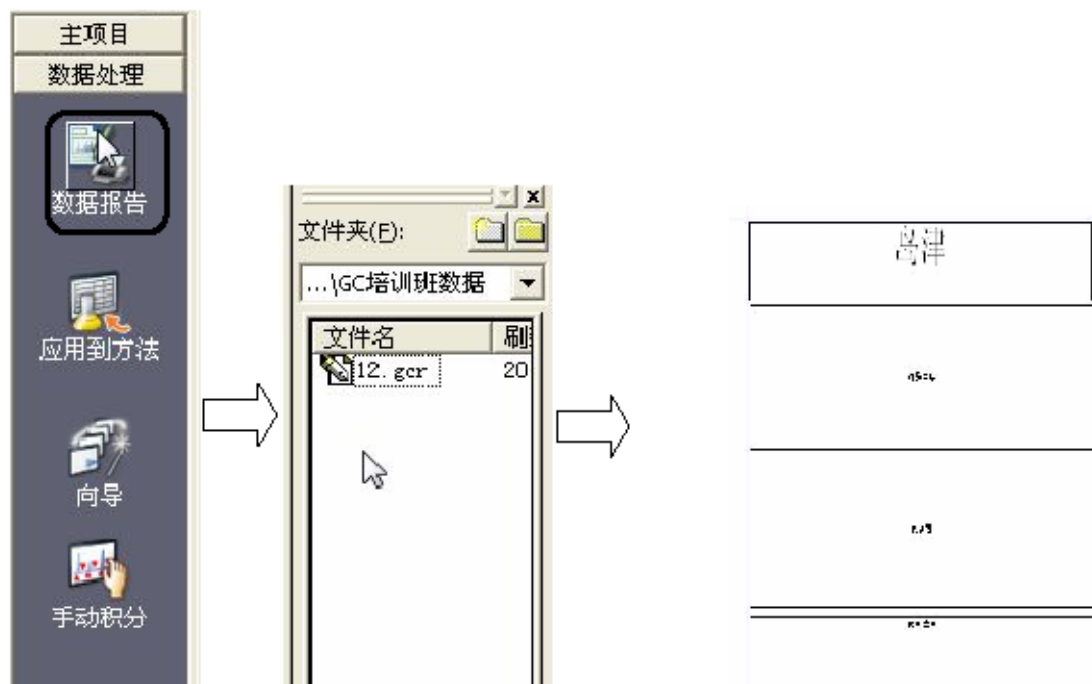


结果视图 - 峰表								
峰表	化合物	组	校准曲线					
峰号	保留时间	面积	高度	标记	浓度	浓度单	化合	化合物
1	4.107	133364	79612		43.08 %		1	C10
2	5.721	39037	23432		23.64 %		2	C12
3	7.154	39675	23353		19.23 %		3	C14
4	8.462	37686	19363		14.05 %		4	C16

## 4.5. 打印报告

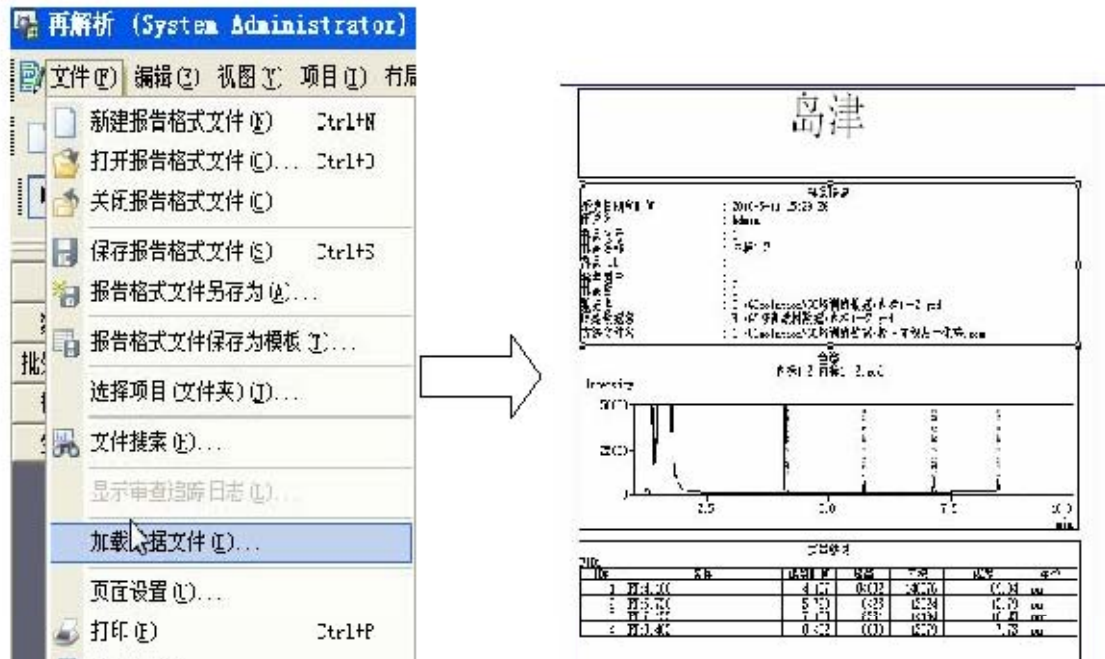
### 4.5.1 选择报告格式

点击辅助栏中[数据报告]，从“文件夹”中选择适合的报告格式。



### 4.5.2 加载报告模版

选择数据文件，加载至“报告模版”。

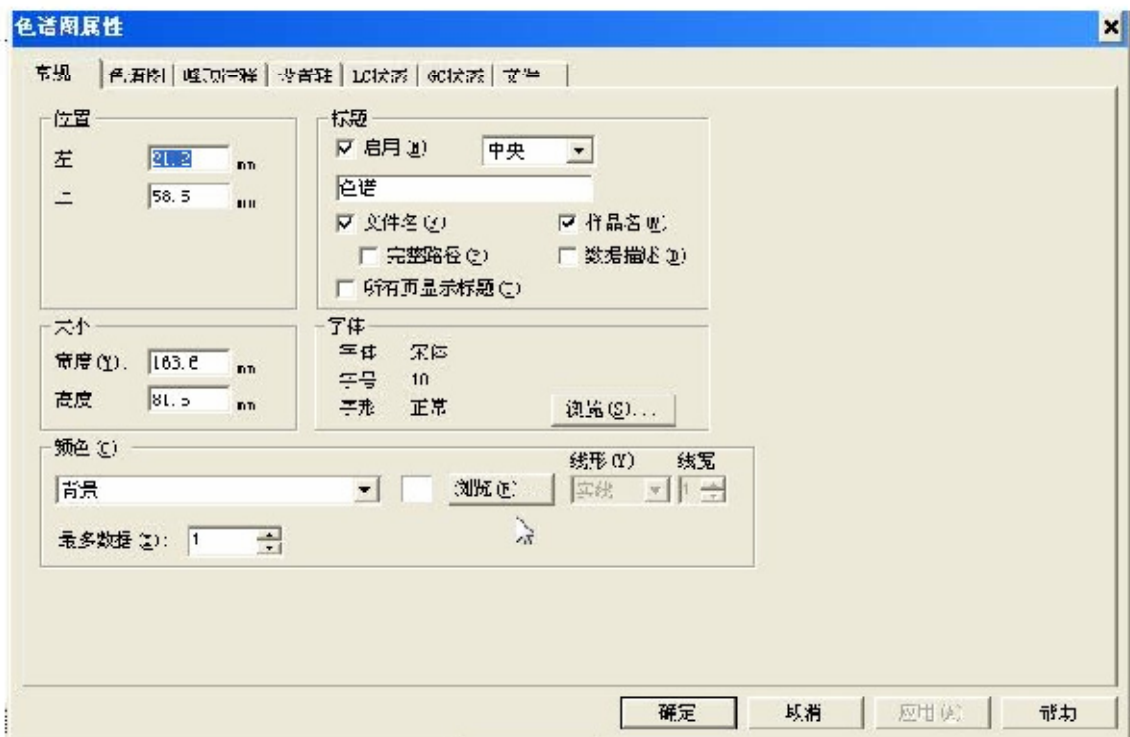
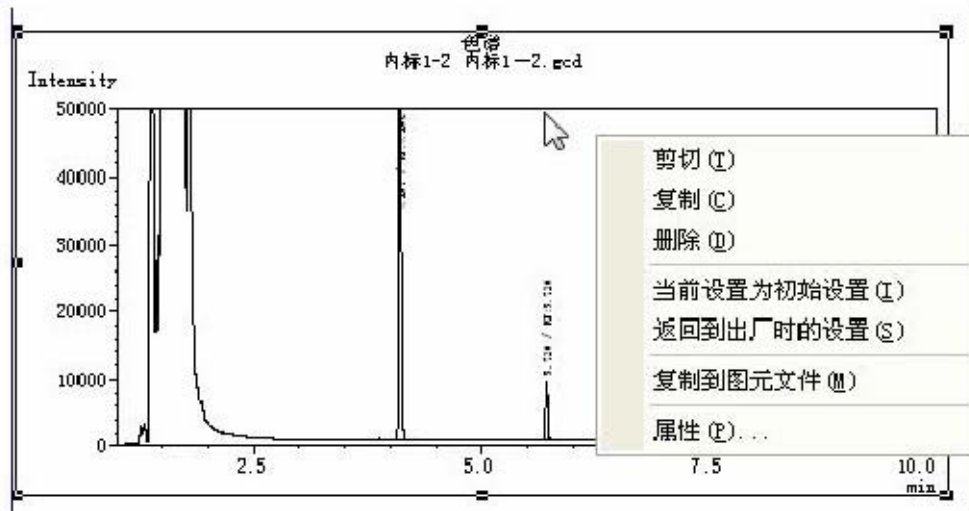


### 4.5.3 报告预览



### 4.5.4 报告模版属性设定

点击右键选择“属性”。



#### 4.5.5 打印报告



点击打印图标，按照选择报告格式打印报告。

#### 4.5.6 创建个性化报告格式

通过工具栏选项，选择报告中显示的部分。



选择完毕，点击[文件]，选择[格式文件另存为]将报告格式另存“报告 1”。



### 4.5.7 批处理打印报告

编辑批处理文件，在“报告输出”中选择“打印”，点击[批处理分析开始]



，数据文件自动按照选定的报告文件批处理打印。

分析	样品名称	方法文件	数据文件	级别号	输出报告	报告格式文件	数据描述
1	n:未知 <sup>NO</sup>	校正面积归一化法.gen	未知1-1	.	<input checked="" type="checkbox"/>	12.lsr	
2	0:未知	校正面积归一化法.gen	未知1-2	.	<input checked="" type="checkbox"/>	12.lsr	

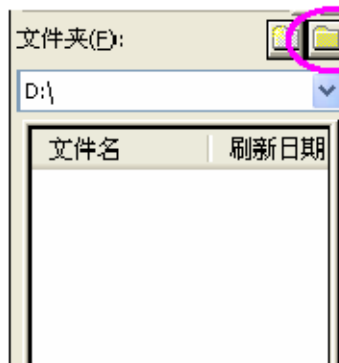
## 附录 1 创建文件夹

<GC 实时分析>中创建文件夹。

**1** 单击[视图]菜单栏的[数据管理器]，显示[数据管理器]窗口。



**2** 单击[数据管理器]窗口中[选择项目]按钮，选择合适的盘符，如“D:”。



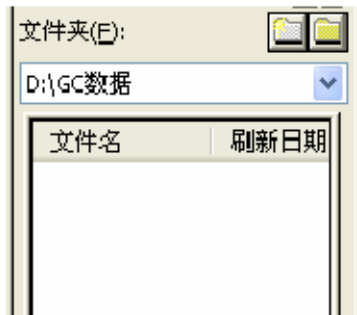
**3** 单击[数据管理器]窗口中[新建项目]按钮。



- 4 输入文件夹名称，如“GC 数据”。

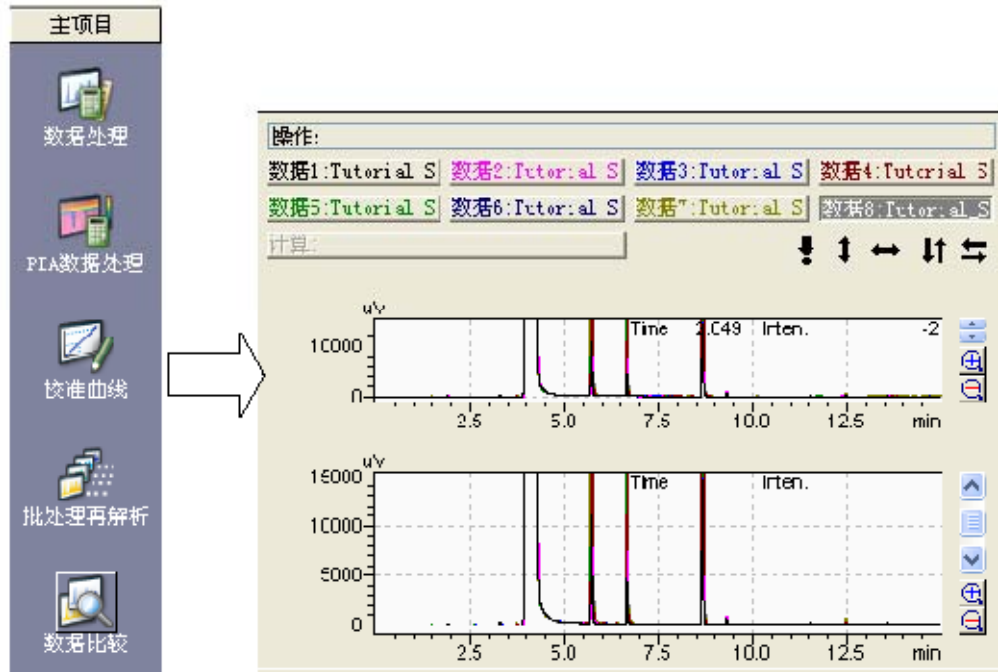



- 5 单击[确定]。创建并打开了新文件夹。



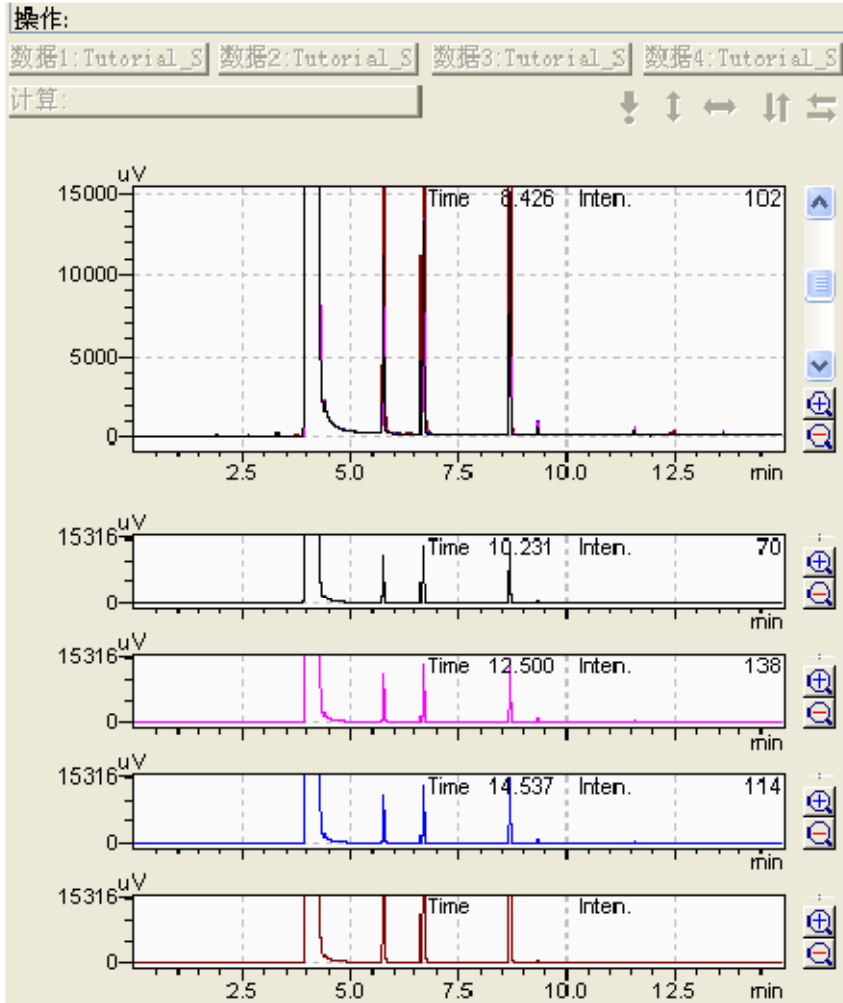
## 附录 2 数据比较

进入<GC 再解析>，点击辅助栏[数据比较]，从数据资源管理器中选择需要比较的数据文件。



可以对数据进行“重叠”和“平铺”视谱图比较，通过  进行切换。






## 附录 3 利用向导创建批处理表

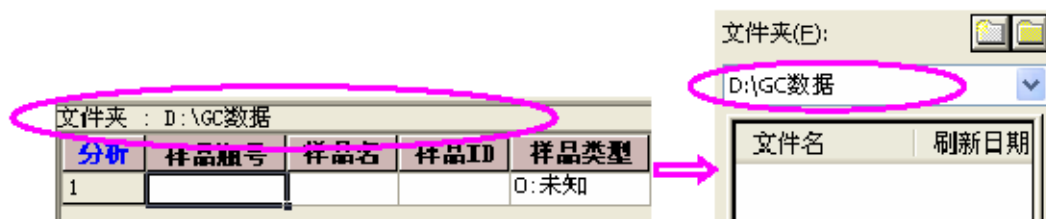
当用户有自动进样器且需要分析大量样品时，一般建议使用批处理功能。



点击辅助栏中[批处理分析]  图标，进入批处理界面。


### 1 批处理表的目录

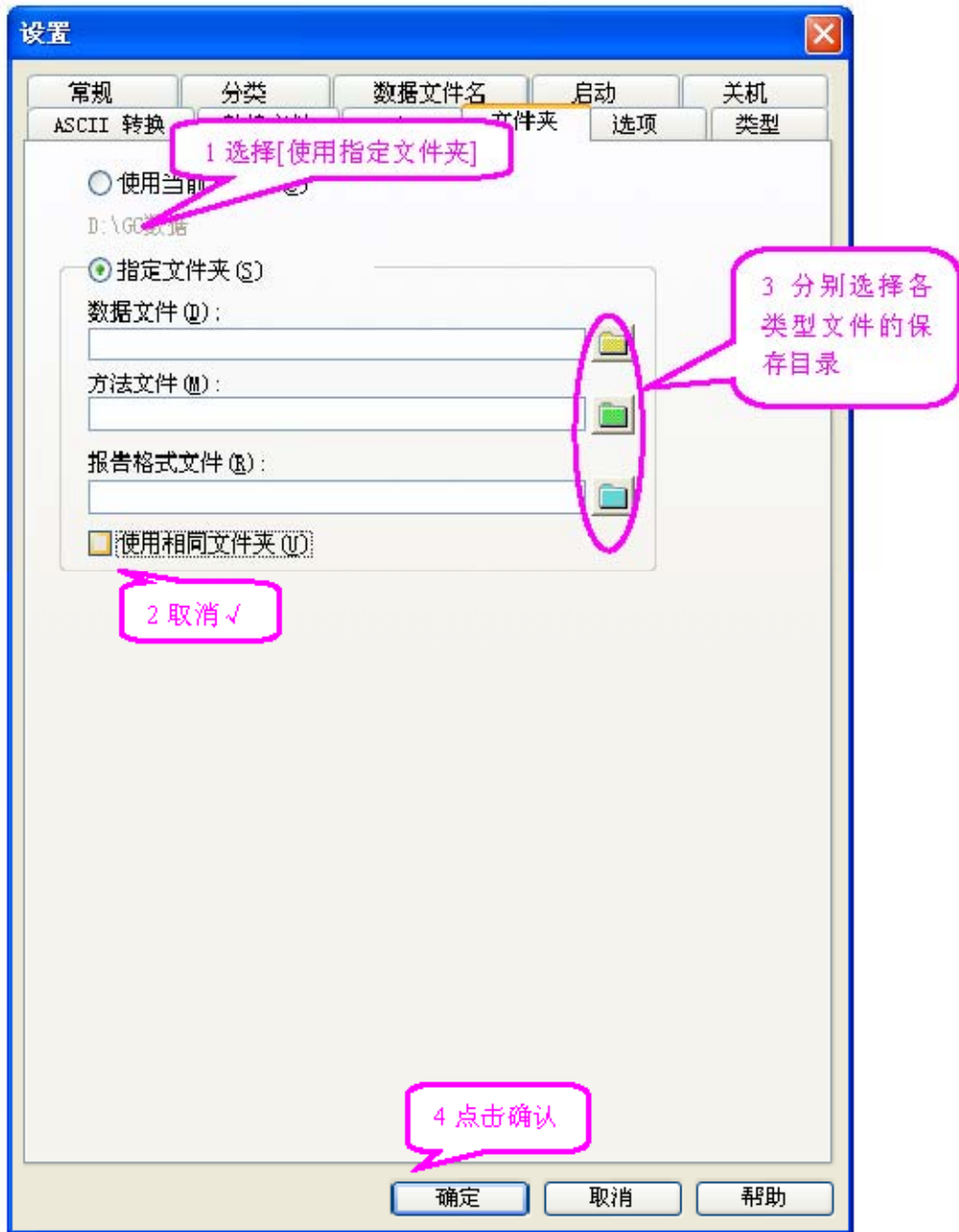
- 1) 请注意表格上部的目录，如果这个目录不是预期建立批处理并保存数据的目录，应当先在[数据管理器]中选择需要的目录，再点击工具条中[新建]  图标。这样批处理文件就会建立在所选择的目录下，数据文件也会默认存在此目录中。



- 2) 如果数据文件、方法文件、报告格式文件不在同一目录下，可以点击辅助栏



中[设置]  图标，选择[文件夹]标签，按照下面进行设定。

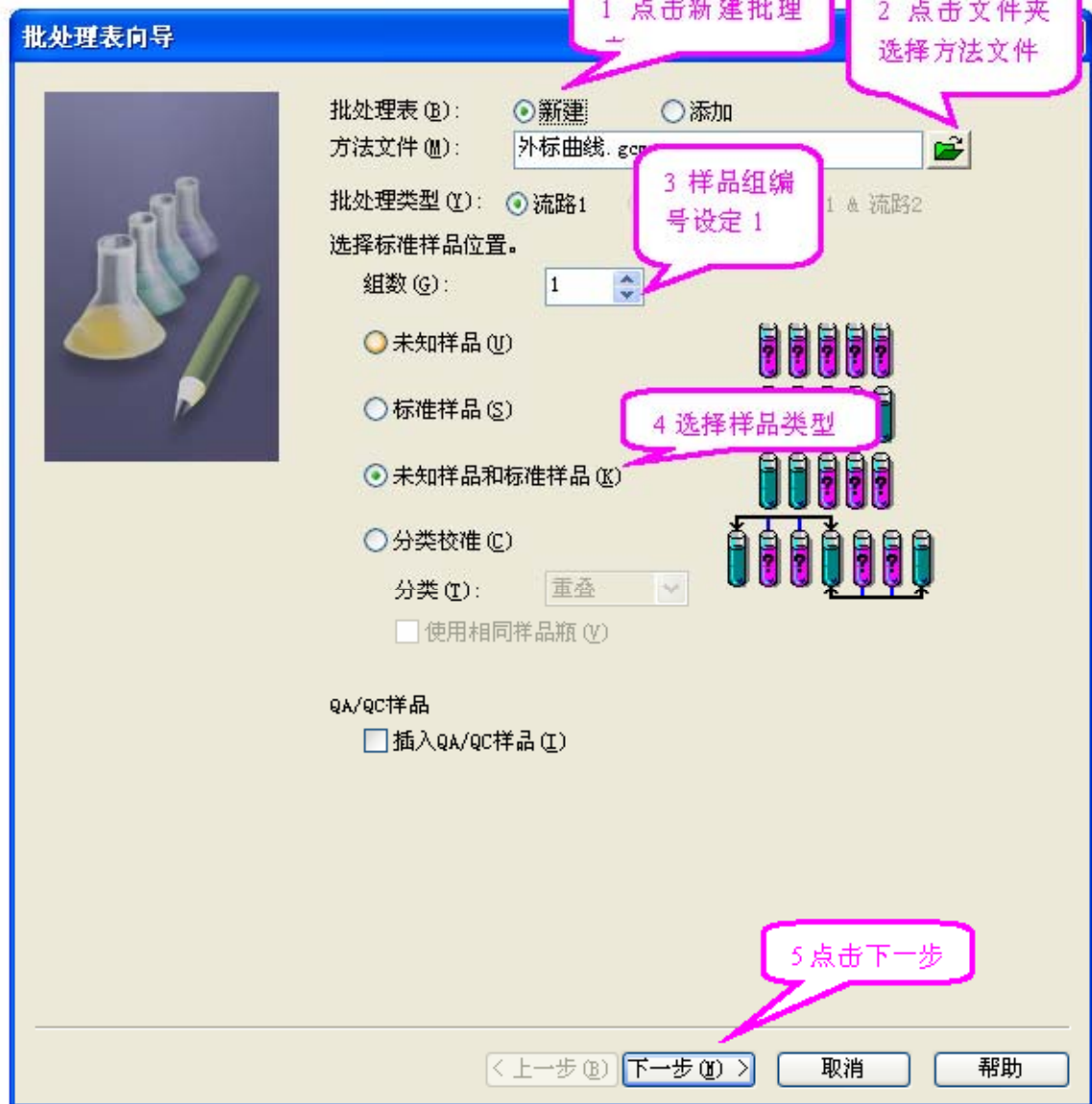


## 2 通过[批处理表向导]建立批处理文件



1) 点击辅助栏[向导]图标。

弹出[批处理表向导]窗口。这里以外标方法为例。此例子中，做 3 浓度外标曲线，每个浓度重复进样 3 次，未知样品一个，重复进样 3 次。



注意：如果选择[分类校准]，样品组编号应当选择 2 或以上。分类类型有三种，[重叠]在批处理表全部执行完成后再进行定量校准。

[序列] 使用在样品组前后的标准样品数据进行定量校准。

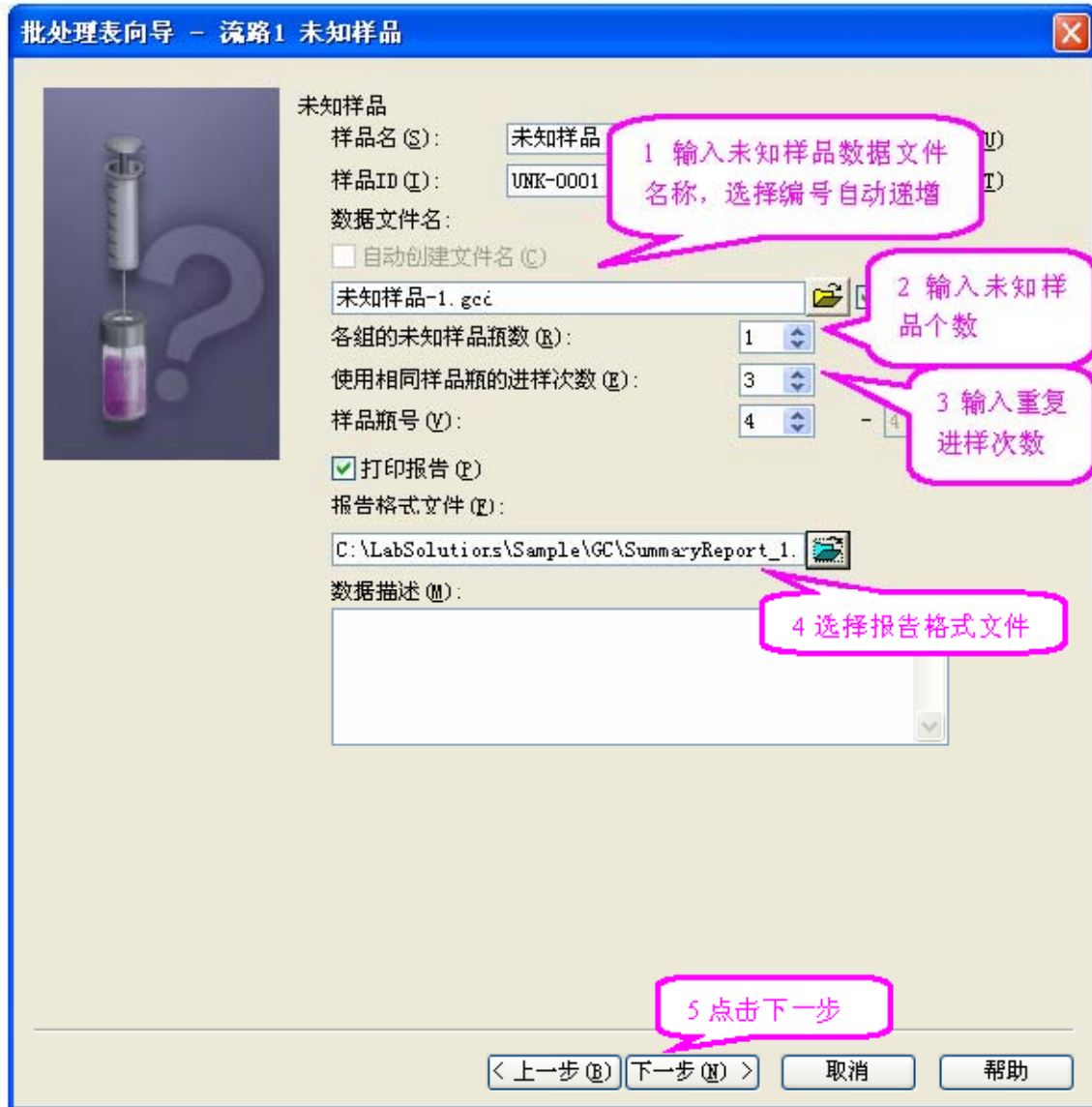
[平均] 使用在样品组之前的所有标准样品数据进行定量校准。



2) 向导中标准样品设定



### 3) 向导中未知样品设定



#### 4) 汇总报告





## 5) 其他设置



6) 保存批处理文件

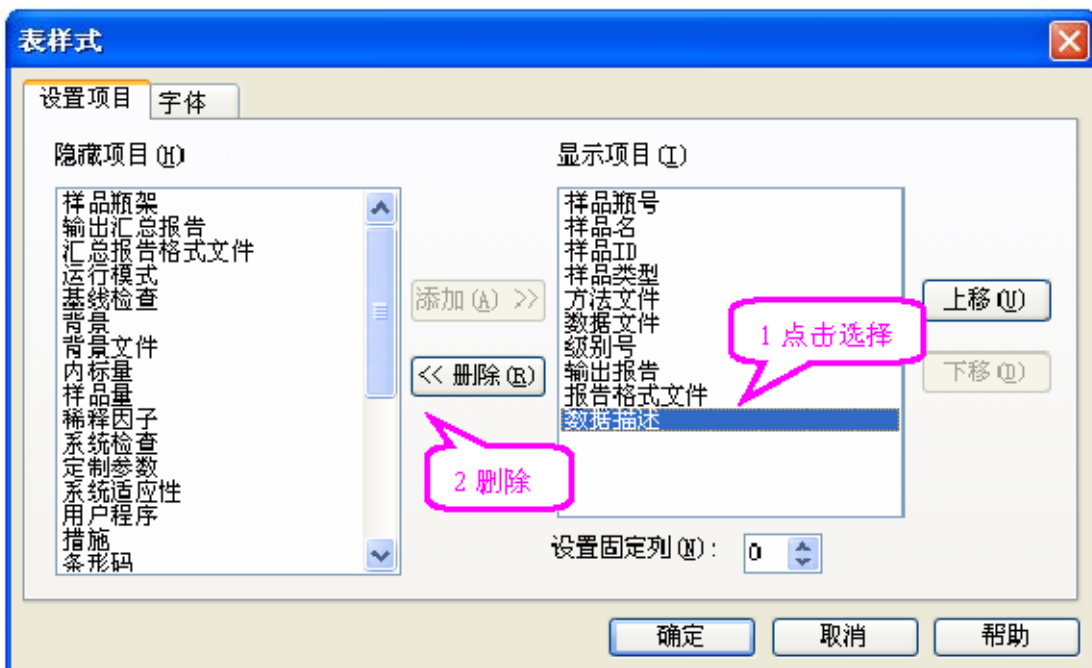


### 7) 批处理表修改

软件根据前面的设置生成如下批处理表。

分析	样品ID	样品类型	方法文件	数据文件	罐别号	输出报告	报告格式文件	数据描述
1	STD-C001	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-1.gcd	1	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
2	STD-C002	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-2.gcd	1	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
3	STD-C003	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-3.gcd	1	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
4	STD-C004	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-4.gcd	2	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
5	STD-C005	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-5.gcd	2	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
6	STD-C006	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-6.gcd	2	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
7	STD-C007	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-7.gcd	3	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
8	STD-C008	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-8.gcd	3	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
9	STD-C009	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-9.gcd	3	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
10	STD-C010	1 标准	外标曲线.gcm	外标1-0.gcd	0	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
11	UNK-11111	0 未知	外标曲线.gcm	未知样品-1.gcd	0	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
12	UNK-C002	0 未知	外标曲线.gcm	未知样品-2.gcd	0	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	
13	UNK-C003	0 未知	外标曲线.gcm	未知样品-3.gcd	0	<input checked="" type="checkbox"/>	nn ary3report_...lsc	

可以看到表中有一些栏目无需显示，例如：数据描述，可以在表中点击鼠标右键，在弹出菜单中选择[表样式]，弹出[表样式]窗口，删除这些栏目。



可以在表中手动修改数据文件名称。

分析	样品名	样品ID	样品类型	方法文件	数据文件	级别号	输出报告	报告格式文件
1	标准样品	STD-0C01	::标准::C	外标曲线.gcn	外标1-.gcl	1	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
2	标准样品	STD-0C02	::标准	外标曲线.gcn	外标1-2.gcl	1	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
3	标准样品	STD-0C03	::标准	外标曲线.gcn	外标1-3.gcl	1	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
4	标准样品	STD-0C04	::标准	外标曲线.gcn	外标1-4.gcl	2	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
5	标准样品	STD-0C05	::标准	外标曲线.gcn	外标1-5.gcl	2	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
6	标准样品	STD-0C03	::标准	外标曲线.gcn	外标1-6.gcl	2	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
7	标准样品	STD-0C07	::标准	外标曲线.gcn	外标1-7.gcl	3	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
8	标准样品	STD-0C03	::标准	外标曲线.gcn	外标1-8.gcl	3	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
9	标准样品	STD-0C03	::标准	外标曲线.gcn	外标1-9.gcl	3	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
10	未知样品	UNK-0C01	0:未知	外标曲线.gcn	未知样品-1.gcl	C	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
11	未知样品	UNK-0C02	0:未知	外标曲线.gcn	未知样品-2.gcl	C	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr
12	未知样品	UNK-0C03	0:未知	外标曲线.gcn	未知样品-3.gcl	C	<input checked="" type="checkbox"/>	nmrnyReport_1.lsr

至此，批处理表编辑完成。

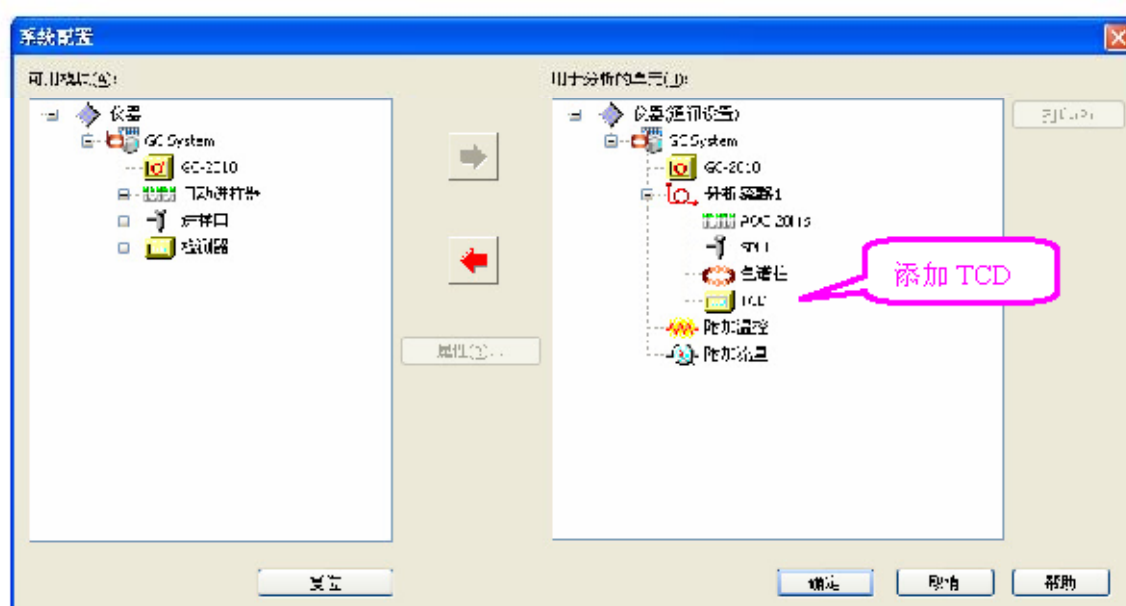
## 附录 4 TCD 检测器使用及参数设置


### 4.1 TCD 检测器配置

如果有 TCD 检测器，使用前请先进行仪器配置。点击辅助栏中 [系统配置]



窗口。将原有检测器先删除，再将 TCD 检测器从左侧 [可用模块] 选择到右侧 [用于分析的单元]。



双击 TCD 图标  TCD，打开 [分析流路模块#1] 窗口，在 [TCD] 标签下对 TCD 检测器的参数进行设置。GC-2010 机型的 TCD 检测器最高温度为 450℃，尾吹气和载气相同，其它参数可用默认值。

**分析通路1**

AUC-2U:+s SPL1 色谱柱 TCD

名称 (N): TCD 检测器号: D2T#4

检测器类型: TCD-S

基本周期 (B): 40 nsec

过滤时间常数 (C): 200 nsec 系统检查 (C)...

**加热器**

区域: DFT2 类型: TCD

最高温度 (X): 450 ℃

**流量控制**

AFC类型: AFC (let1ch)

区域: DetAFC2

插槽: SL3T4

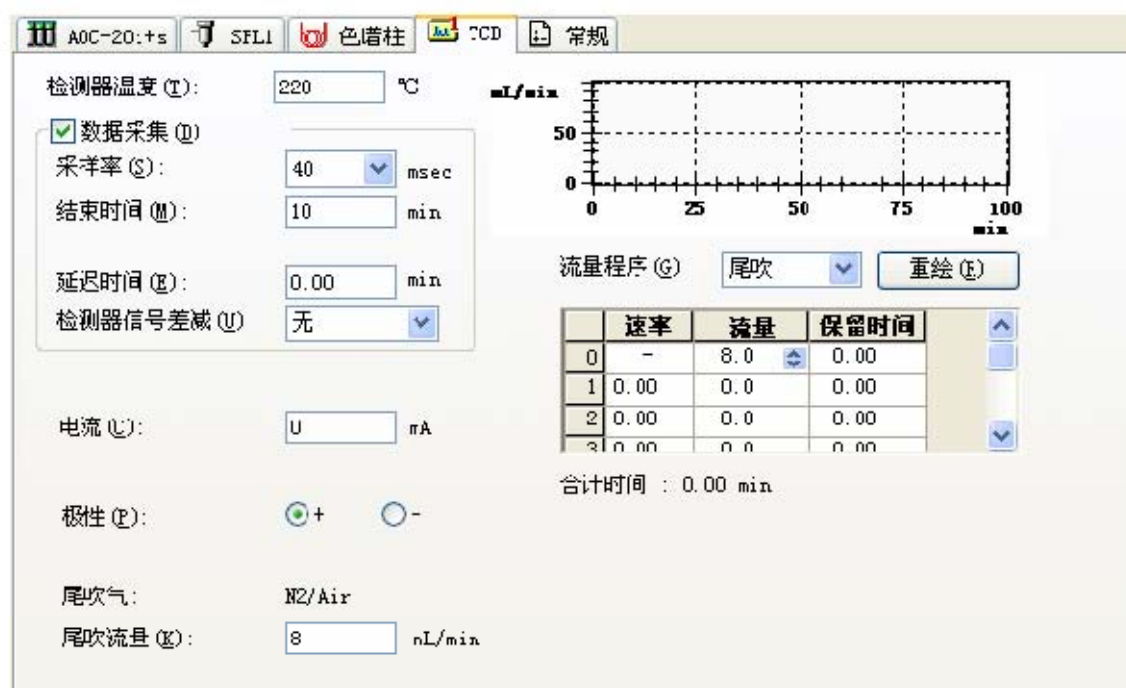
尾吹气 (G): 氮气/空气

确定 取消 应用 (A) 帮助

设定完成后点击[确定]，在[系统配置]窗口中点击[确定]。仪器配置完成。

## 4.2 仪器参数设置

自动进样器、SPL 进样口、柱箱单元的参数设置可以参考前面 FID 检测器配置时的设定。这里主要介绍 TCD 参数。点击仪器参数界面中的 TCD 图标。



检测器温度 (T): 220 °C

数据采集 (A)

采样率 (S): 40 msec

结束时间 (M): 10 min

延迟时间 (E): 0.00 min

检测器信号差减 (U): 无

流量程序 (G): 尾吹

	速率	流量	保留时间
0	-	8.0	0.00
1	0.00	0.0	0.00
2	0.00	0.0	0.00
3	0.00	0.0	0.00

合计时间 : 0.00 min

电流 (C): U nA

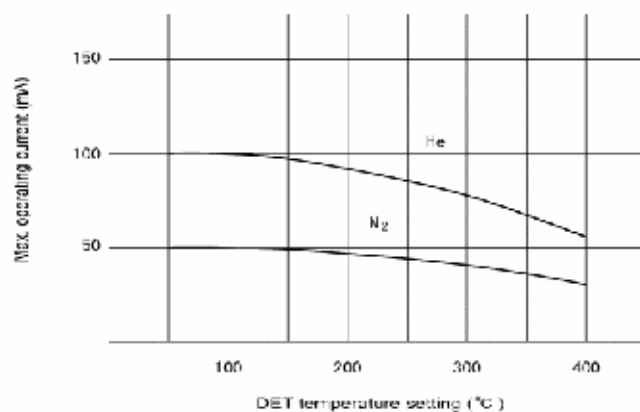
极性 (P):  +  -

尾吹气: N2/Air

尾吹流量 (Q): 8 nL/min

温度: TCD 检测器的温度应当比柱箱最高温度至少高 20~30°C, 这样可以避免污染检测器。本例中柱箱最高温度为 200°C, 则 TCD 的温度至少为 220°C。

电流: TCD 检测器的桥电流。为了避免对检测器热阻元件的损伤, 电流从 0mA 开始, 一般通载气 20 分钟后再开始增加电流。检测器能加多大的电流请参考下图。



电流应当逐渐增大。比如分析时使用 45mA 电流, 那么应当从 0 升到 15mA, 稳定一段时间后再升到 30mA, 再稳定一段时间, 最后升到 45mA。

在分析工作结束后, 应当先把电流设为 0mA, 再关闭仪器。

极性: 当切换+、-时出峰会发生颠倒。

尾吹流量: 默认值为 8mL/min, 这是以氦气为尾吹气是的最佳值。其它类型气体可参照此值。



## 附录 5 ECD 检测器使用及参数设置

### 5.1 ECD 检测器配置

如果有 ECD 检测器，使用前请先进行仪器配置。点击辅助栏中[系统配置]

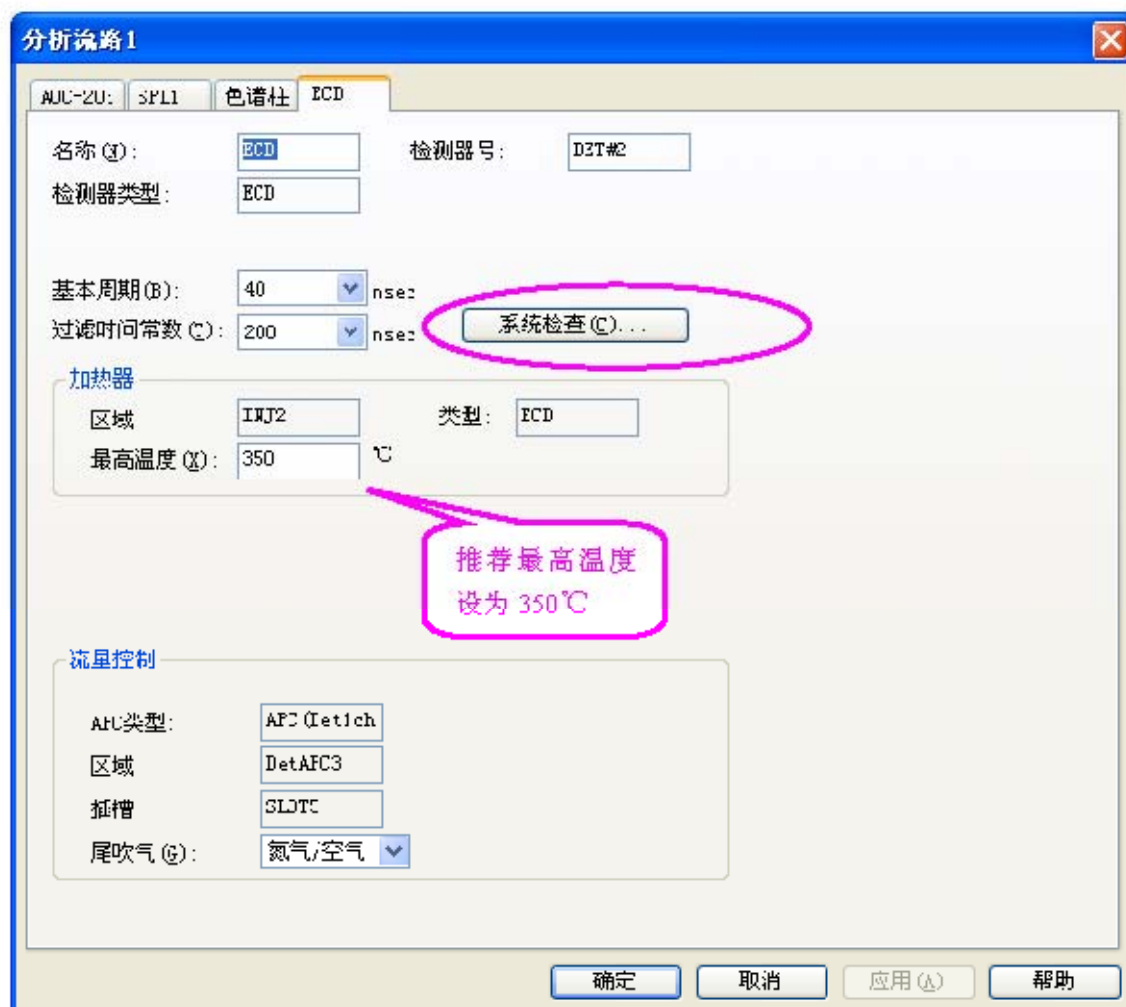


，弹出[系统配置]窗口。将原有检测器先删除，再将 ECD 检测器从左侧[可用模块]选择到右侧[用于分析的单元]。

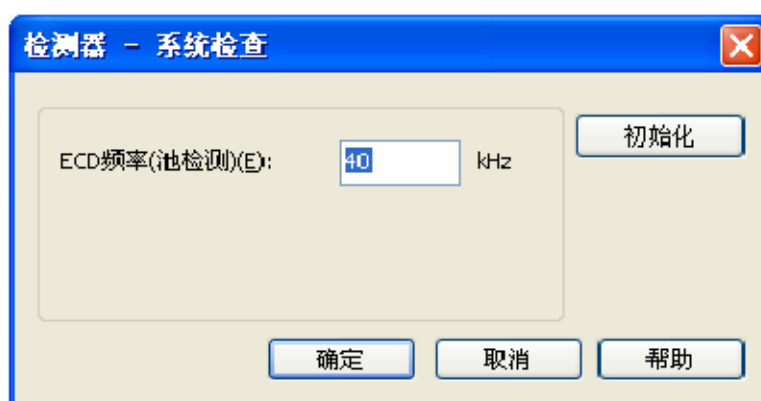


双击 ECD 图标，弹出[分析流路 1]窗口，点击[ECD]标签。ECD 检测器的最高温度推荐设为 350℃，如果有特别需要可以使用到 400℃，但寿命受到影响。

尾吹气类型一般与载气相同。



点击[系统检查]图标，弹出[检测器-系统检查]窗口。ECD 频率的默认值为 40kHz。进行系统检查时，此值用来判断 ECD 池是否污染。

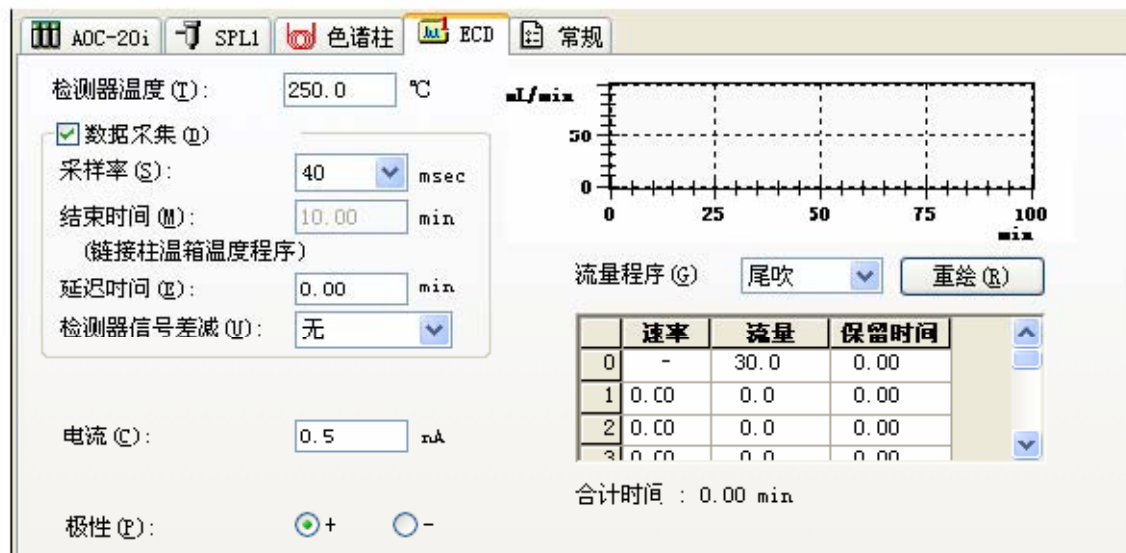


ECD 参数设定后，点击[确定]，在[系统配置]窗口中点击[确定]。仪器配置完成。

## 5.2 参数设置

自动进样器、SPL 进样口、色谱柱单元的参数设置可以参考前面 FID 检测器配置时的设定。这里主要介绍 ECD 参数。


仪器启动前, 先将进样口、柱箱温度设为室温。点击仪器参数界面中的 ECD 图标。



温度: 本例中检测器温度设定为 250°C。一般建议 ECD 温度设定为 300°C。

电流: ECD 检测器的电流范围为 0~2nA, 一般在 1nA 以下使用。在满足了检测灵敏度的要求时, 使用越小的电流对检测器的寿命越有利。

尾吹流量: 默认值为 30mL/min, 使用此值即可。

仪器参数设定完成后, 点击 [下载] 图标 , 然后点击 [开启 GC]



图标。等待检测器温度达到设定值后, 再将进样口和柱箱温度设定为分析条件后升温。这样可以避免对检测器的污染。

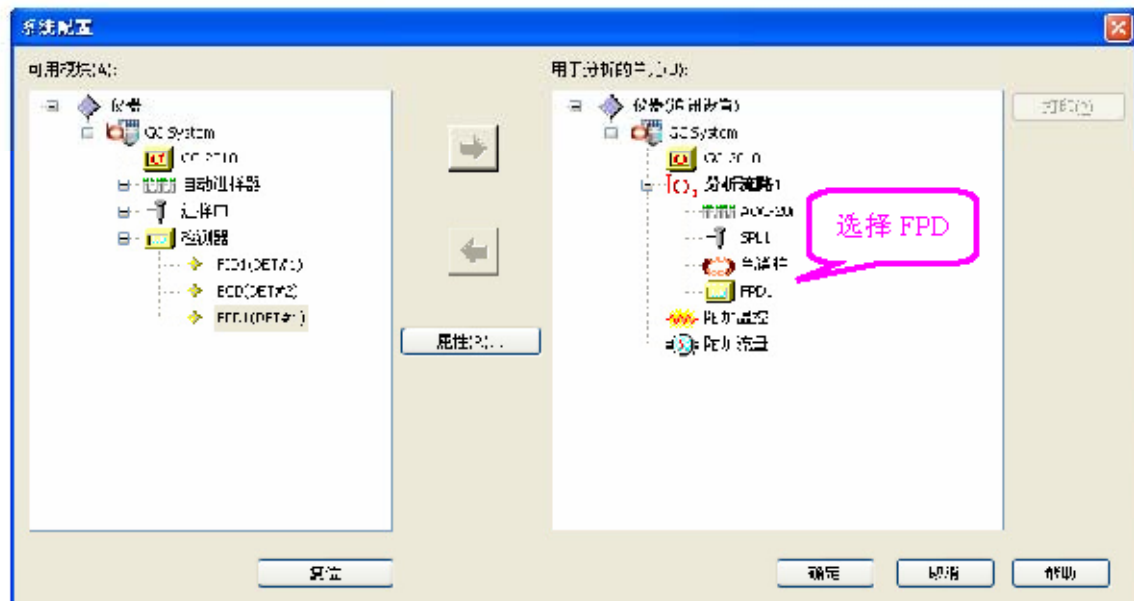
## 附录 6 FPD 检测器使用及参数设置


### 6.1 仪器配置

如果有 FPD 检测器，使用前请先进行仪器配置。点击辅助栏[系统配置]



，弹出[系统配置]窗口。将原有检测器先删除，再将 FPD 检测器从左侧[可用模块]选择到右侧[用于分析的单元]。



双击 FPD 检测器图标 FPD，弹出[分析流路 1]窗口。可以按照下图进行设置。

**分析路径1**

AUC-2U: SPL1 色谱柱 FPD:

名称 (N): FPD1 检测器号: DET#4

检测器类型: FPD+ 干扰过滤器: P

基本周期 (B): 40 nsec 过滤时间常数 (C): 200 nsec 系统检查 (C)...

**加热器**

区域: DET2 类型: FPD+

最高温度 (X): 450 °C

**流量控制**

AFC类型: AFC (let2ch)

区域: DetAFC2

插槽: SLJT4

尾吹气 (G):

确定 取消 应用 (A) 帮助

设定完成后点击[确定], 在[系统配置]窗口中点击[确定]。仪器配置完成。

## 6.2 参数设置

自动进样器、SPL 进样口、柱箱单元的参数设置可以参考前面 FID 检测器配置时的设定。这里主要介绍 FPD 参数。点击仪器参数界面中的 FPD 图标。

检测器温度 (T): 220 °C  
 数据采集 (D)  
 采样率 (S): 40 msec  
 结束时间 (M): 10.00 min  
 (链接柱温箱温度程序)  
 延迟时间 (L): 0.00 min  
 检测器信号差减 (O): 无

流量程序 (G): 氢气 重绘 (R)

	速率	流量	保留时间
0	-	40.0	0.00
1	0.00	0.0	0.00
2	0.00	0.0	0.00
3	0.00	0.0	0.00

合计时间: 0.00 min

极性 (P):  +  -

氢气流量 (H): 40.0 nL/min  
 空气流量 (A): 60 nL/min

温度: 本例中 FPD 的温度为 220°C, 一般建议 FPD 温度设定  $\geq 250^{\circ}\text{C}$ 。

GC2010 氢气流量和空气流量的设定可以参照下表。

		氢气流量	空气流量	备注
GC-2010 Plus	FPD (S-mode)	40 mL/min	60 mL/min	
	FPD (P-mode)	62.5 mL/min	90 mL/min	
GC-2010	FPD (S-mode)	60mL/min	70mL/min	
	FPD (S-mode)	80mL/min	110mL/min	柱流量大于 10mL/min
	FPD (P-mode)	80mL/min	120mL/min	
	FPD (P-mode)	85mL/min	110mL/min	柱流量 5~10mL/min
	FPD (P-mode)	100mL/min	110mL/min	柱流量大于 10mL/min

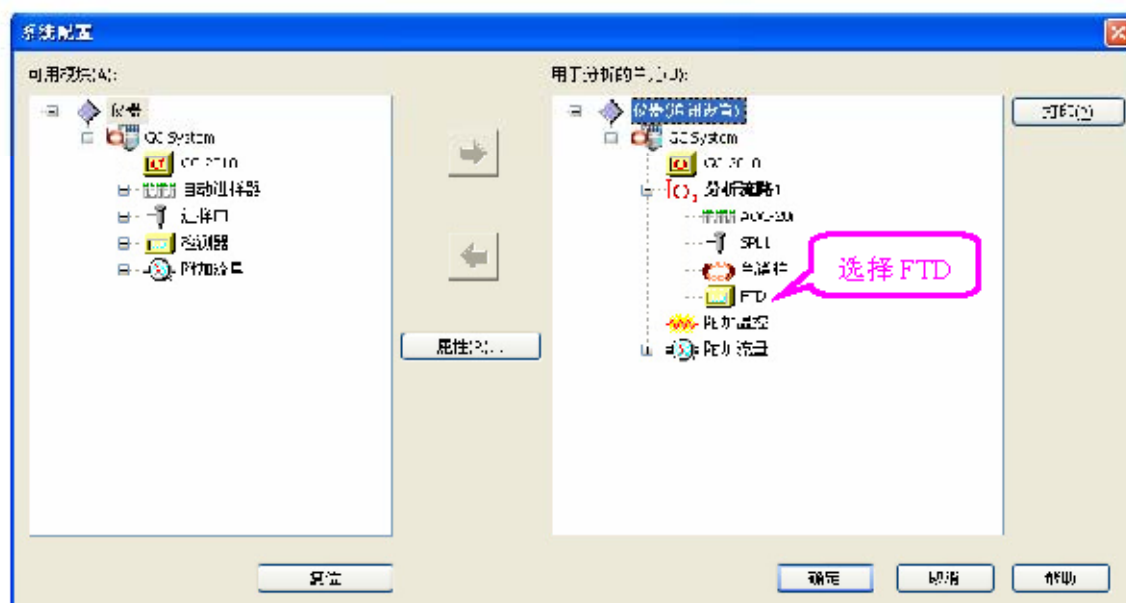
## 附录 7 FTD 检测器使用及参数设置


### 7.1 仪器配置

如果有 FTD 检测器，使用前请先进行仪器配置。点击辅助栏 [系统配置]



，弹出[系统配置]窗口。将原有检测器先删除，再将 FTD 检测器从左侧[可用模块]选择到右侧[用于分析的单元]。



双击 FTD 检测器图标  FTD，弹出[分析流路 1]窗口。可以按下图设定。





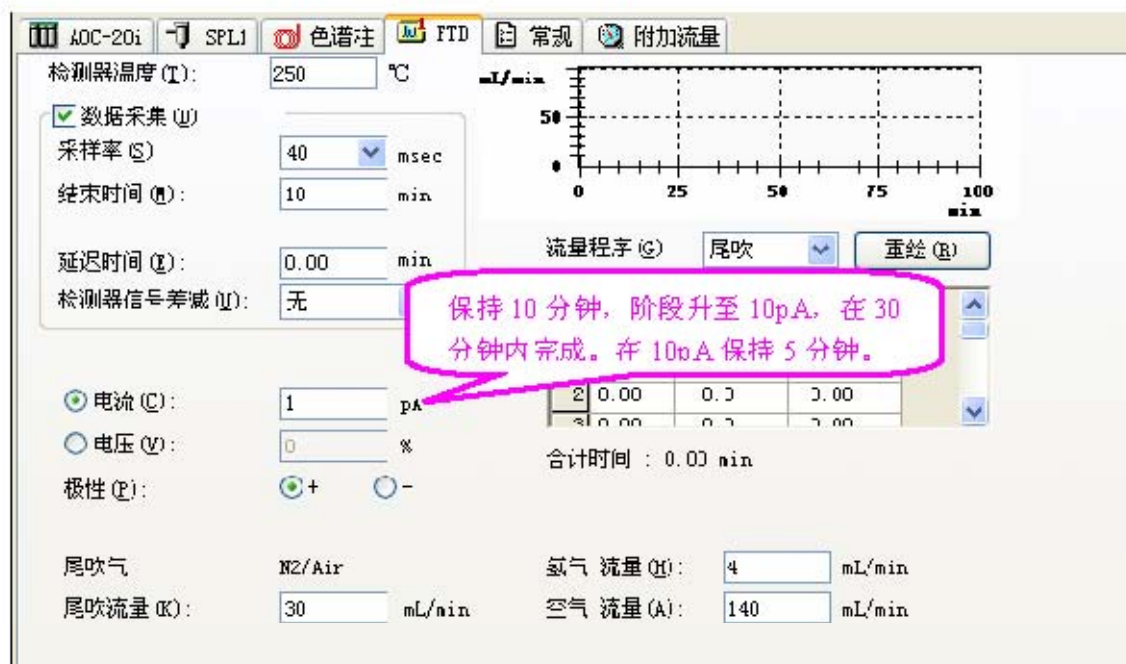
设定完成后点击[确定], 在[系统配置]窗口中点击[确定]。仪器配置完成。

## 7.2 铂珠老化及仪器参数设置

### 7.2.1 铂珠老化

将柱箱、进样口设定为室温, 检测器设为正常使用时的温度, 空气及氢气设为正常使用时的压力。检测器温度到达设定温度后等待 10 多分钟以除去铂珠上可能吸附的水分。此时 FTD 检测器的状态为关闭。

打开 FTD 检测器, 打开电源控制, 将 FTD 电流调至 1pA, 保持 10 分钟后阶段升至 10pA, 应在 30 分钟内完成。在 10pA 保持 5 分钟。(注: 电流越小时, 保持的时间应越长。FTD-2010 电流范围为 1~10pA)



将电流调至 6pA, 老化 1 小时。

将电流调至 2pA, 调整 120 分钟后完成。

升高柱箱和进样口的温度, 基线稳定后即可进样分析。

注意:

以上老化步骤适合于长时间未使用 FTD 的情况。如果每天使用 FTD, 直接电流设置 2pA, 调整 120 分钟, 然后升高柱箱和进样口温度。

### 7.2.2 FTD 流量设定

氢气、空气和尾吹流量可以参考下表。

	氢气流量	空气流量	尾吹流量
FTD(N-模式)	1~2 mL/min	140~150 mL/min	10~30 mL/min
FTD(P-模式)	3~6 mL/min	140~150mL/min	10~30 mL/min

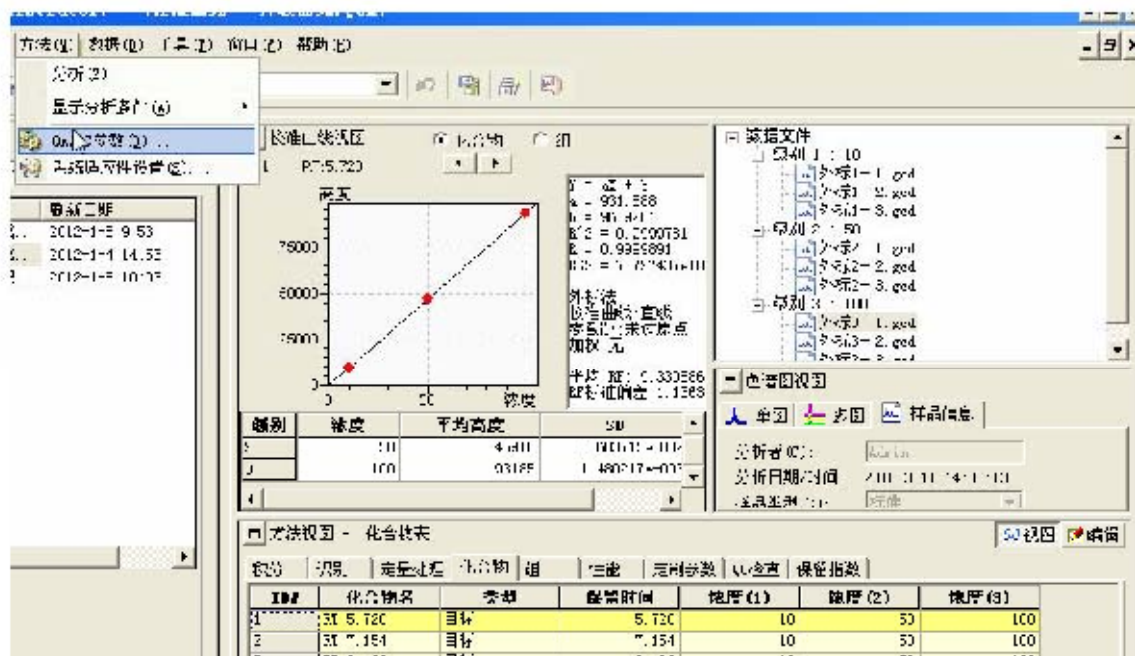
### 7.2.3 关机

将进样口、柱箱温度设为室温。检测器电流设为 0pA, 关闭电源控制, 关闭检测器。待进样口、柱箱温度降至室温后, 将检测器温度设为室温, 降温。必须待检测器温度降到 100°C 以下后才能关闭载气。

## 附录 8 QA/QC 参数设定

### 8.1 信噪比, 检出限计算

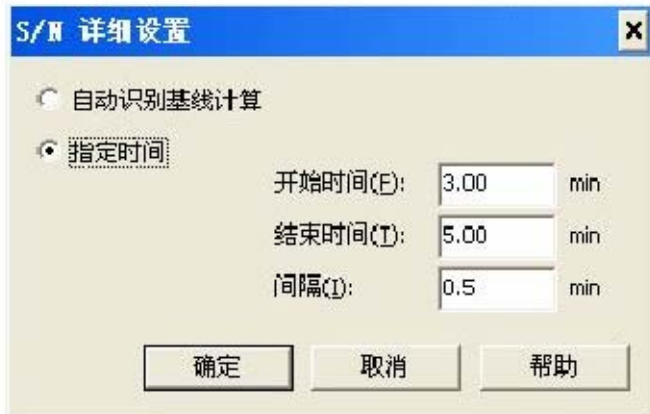
8.1.1 打开需要计算的方法文件, 点击“方法”, 选择“QA/QC参数”。



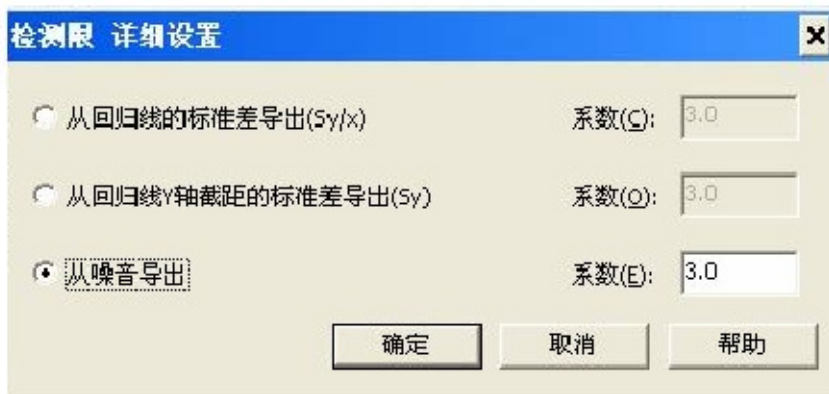
8.1.2 弹出“QA/QC参数”窗口, 选择标准样→校准曲线→信噪比/检出限/定量限。



信噪比详细设定选择时间范围 (选择空白基线时间范围)。



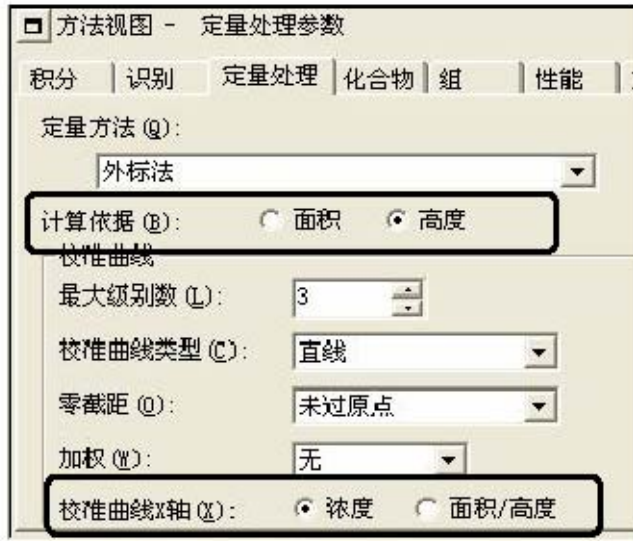
检出限设定中选择计算方式。



定量限设定中选择计算方式。



**8.1.3** 在方法中，“计算依据”选择“峰高”。



将方法另存为“QAQC”。



**8.1.4** 辅助栏点击[批处理再解析]，选择助手栏设置选项，弹出“设置”窗口。

在“QAQC”选项中，选择“QAQC执行”，选择输出文件名称及保存路径，并选择文件输出格式。





**8.1.5** 批处理表中选择需要计算的“数据文件”，“样品类型”，“方法文件”，“级别

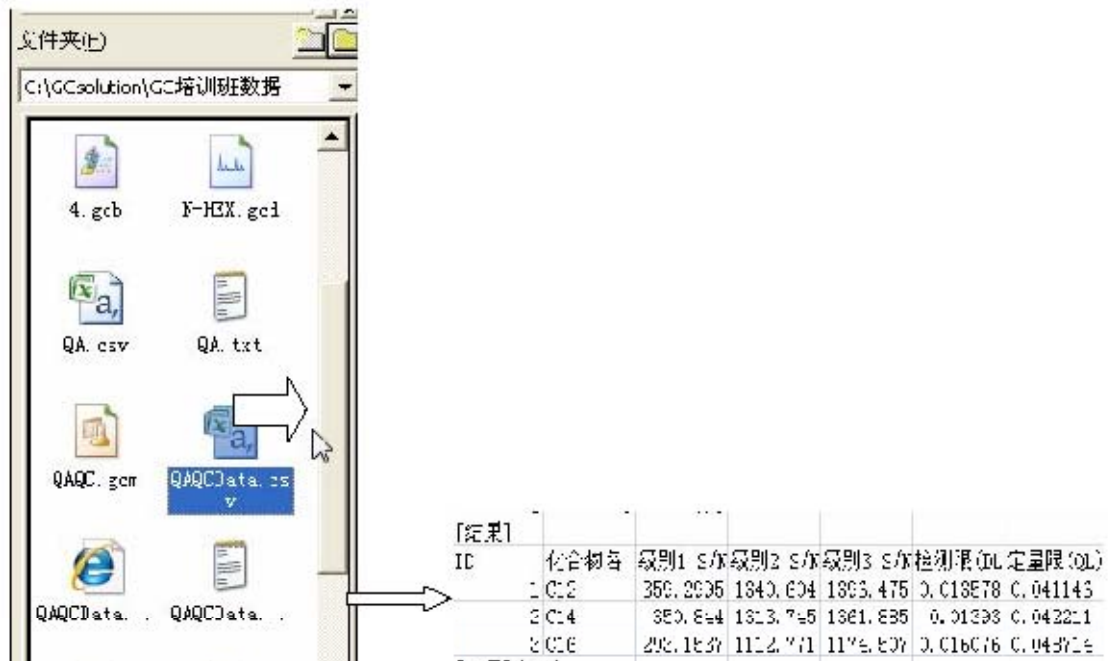


号”，点击开始。

文件夹: C:\3CSolution\QC培训班数据

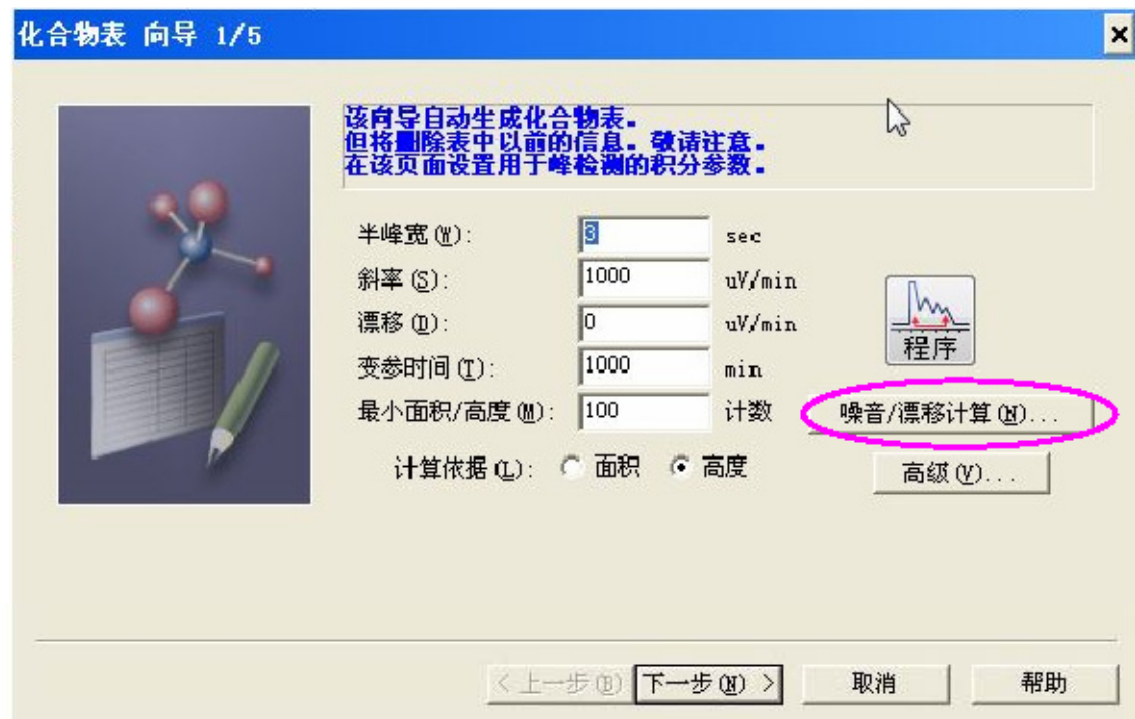
再解析	样品瓶号	样品名	样品ID	样品类型	方法文件	数据文件	级别号
1	1	10ppm		1:标准 (T)	QAQC.gcm	10ppm	1
2	1	10ppm		1:标准	QAQC.gcm	10ppm	1
3	1	10ppm		1:标准	QAQC.gcm	10ppm	1
4	2	50ppm		1:标准	QAQC.gcm	50ppm	2
5	2	50ppm		1:标准	QAQC.gcm	50ppm	2
6	2	50ppm		1:标准	QAQC.gcm	50ppm	2
7	3	100ppm		1:标准	QAQC.gcm	100ppm	3
8	3	100ppm		1:标准	QAQC.gcm	100ppm	3
9	3	100ppm		1:标准	QAQC.gcm	100ppm	3

**8.1.6** 批处理表运行完毕后，从文件夹下打开保存的QAQC报告，信噪比，检出限自动计算完毕。



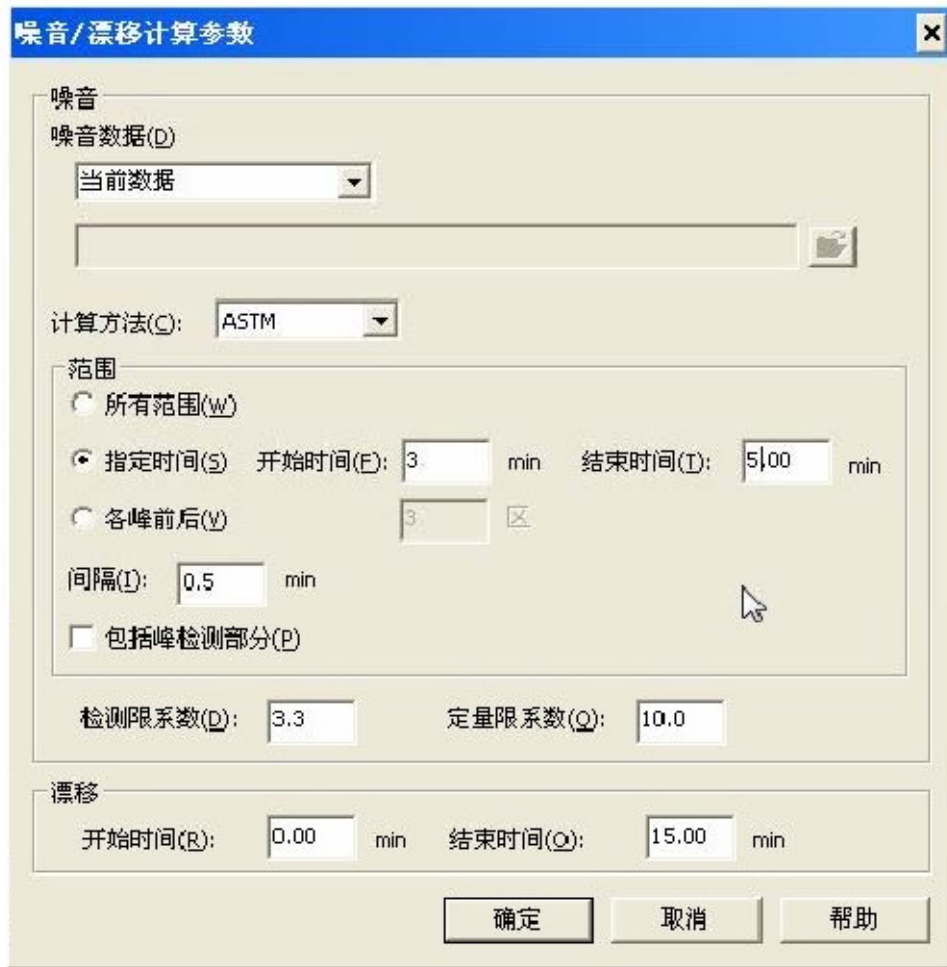
## 8.2 信噪比计算方法2

### 8.2.1 打开一数据文件，在【向导】第一步中点击[噪声/漂移计算]



8.2.2 设置相关的[噪声/漂移计算]的计算方法、噪音范围、时间间隔、检测线系数、定量限系数及漂移时间范围。



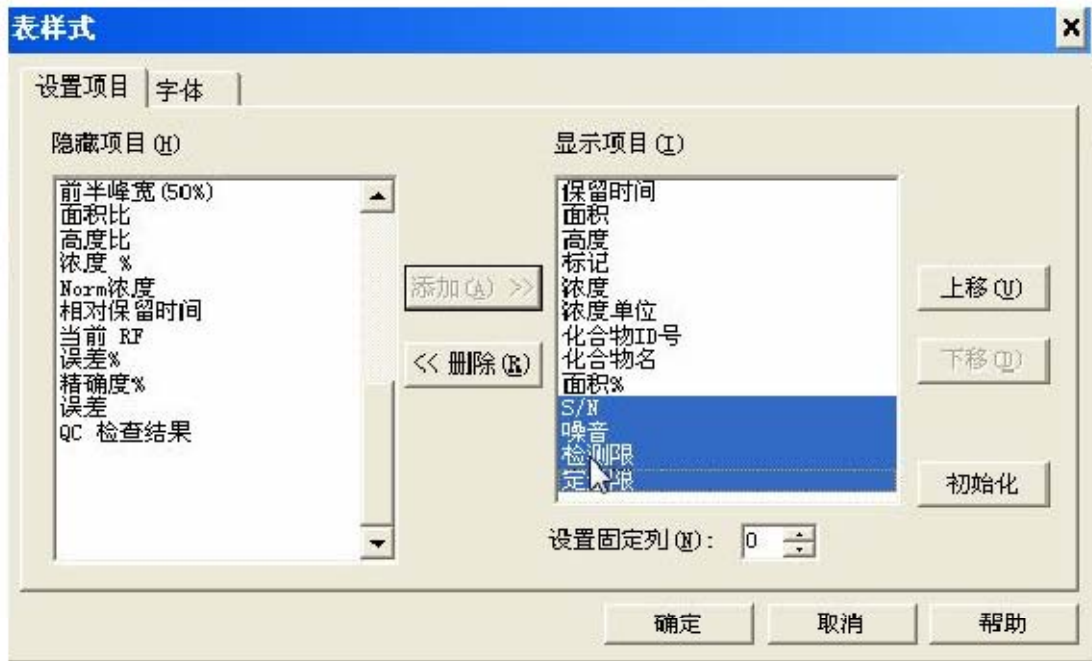


8.2.3 然后按照[向导]步骤完成后保存方法

8.2.4 “峰值表”中点击鼠标右键，选择“表类型”。



8.2.4 表类型中选择“S/N”、“噪音”、“检测限”和“定量限”添加到显示项目中。

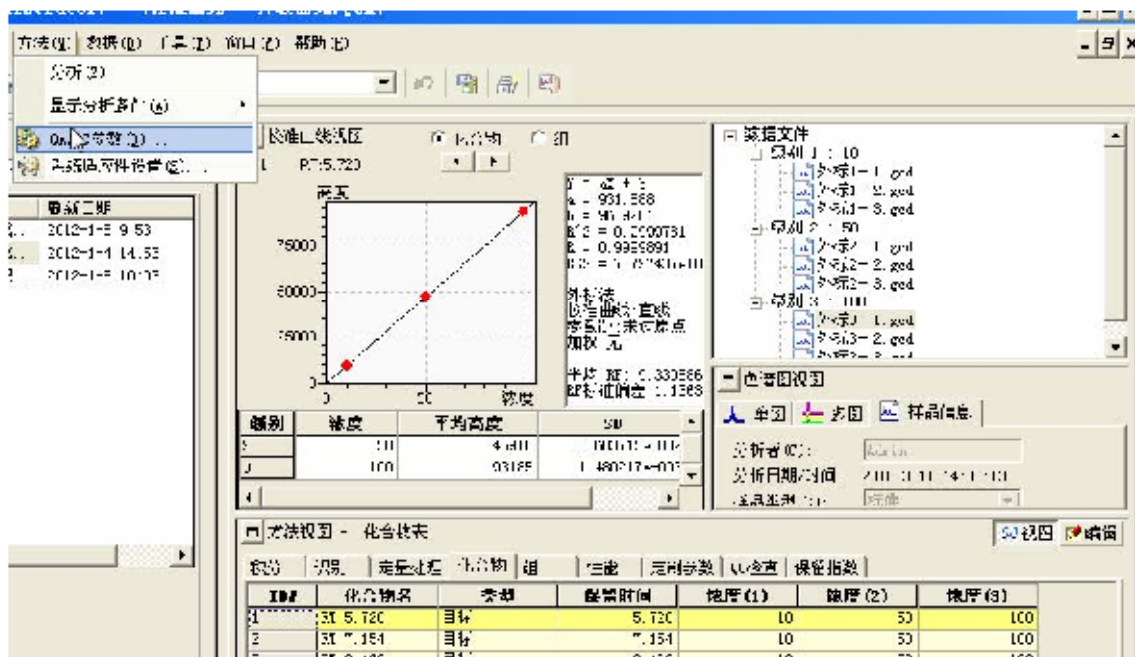


8.2.5 数据分析时，在[峰表]里可以直接读出相应值。

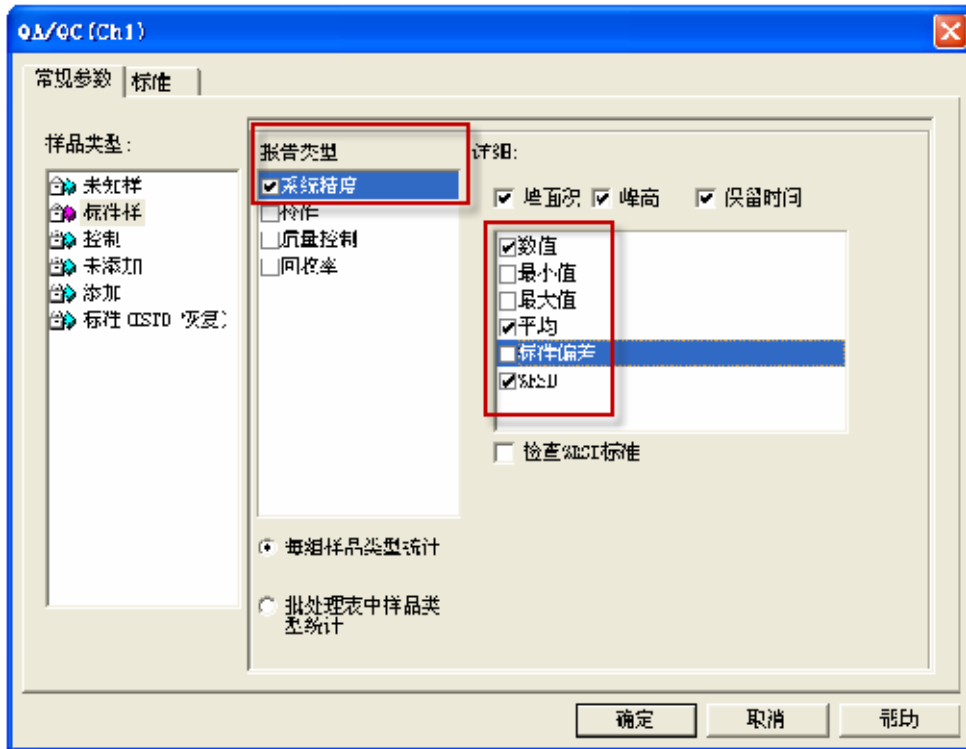
峰号	浓度单	化合	化合物名	面积%	S/N	噪音	检测限	定量限
1	%	1	RT: 5.720	33.368	337.53	27.55	0.10	0.23
2	%	2	RT: 7.154	33.906	351.49	27.55	0.10	0.30
3	%	3	RT: 8.463	32.426	272.36	27.55	0.12	0.37
总计				100.300				

### 8.3 精密度测定

8.3.1 打开需要计算的方法文件，点击“方法”，选择“QA/QC参数”。



8.3.2 弹出“QA/QC参数”窗口，选择标准样→系统精确度→数值/平均/%RSD。



将“方法文件”另存为“精密度”。



8.3.3 辅助栏点击[批处理再解析], 选择助手栏设置选项, 弹出“设置”窗口。

在“QA/QC”选项中, 选择“QA/QC执行”, 选择输出文件名称及保存路径, 并选择文件输出格式。



8.3.4 批处理表中选择需要计算的“数据文件”，“样品类型”，“方法文件”，

“级别号”，点击  开始。



文件夹 : C:\GCsolution\GC培训班数据

再解析	样品瓶号	样品名	样品ID	样品类型	方法文件	数据文件	级别号
1	1	10ppm		I:标准:(I)	精密度.gcr	外标1-1.gcd	1
2	1	10ppm		I:标准	精密度.gcr	外标1-2.gcd	1
3	1	10ppm		I:标准	精密度.gcr	外标1-3.gcd	1

8.3.5 批处理表运行完毕后，从文件夹下打开保存的精密度报告，精密度计算完毕。

文件夹名: C:\GCsolution\GC培训班数据

文件列表:

- QAQCdata
- 3620data...
- 精密度.gcr
- 精密度.txt
- 空白.gcd

预览内容:

精度表

级别	浓度	峰高	峰宽	峰面积	峰面积/峰高	峰面积/峰宽	峰面积/峰高/峰宽	峰面积/峰高/峰宽/峰宽	峰面积/峰高/峰宽/峰宽/峰宽	峰面积/峰高/峰宽/峰宽/峰宽/峰宽
10	10.000	1000.00	100.00	10000.00	10.00	100.00	1.00	10.00	100.00	1000.00
50	50.000	5000.00	500.00	50000.00	50.00	500.00	5.00	50.00	500.00	5000.00
100	100.000	10000.00	1000.00	100000.00	100.00	1000.00	10.00	100.00	1000.00	10000.00

## 8.4 回收率

8.4.1 打开需要计算的方法文件，点击“方法”，选择“QA/QC参数”。

方法(Q) 数据(D) 工具(T) 窗口(W) 帮助(H)

QA/QC参数(Q)...

校准曲线图

峰高

峰面积

峰宽

峰面积/峰高

峰面积/峰宽

峰面积/峰高/峰宽

峰面积/峰高/峰宽/峰宽

峰面积/峰高/峰宽/峰宽/峰宽

峰面积/峰高/峰宽/峰宽/峰宽/峰宽

级别	浓度	平均高度	SN
50	50	45318	603718+000
100	100	93165	1480217+000

ID#	化合物名	类型	保留时间	浓度(1)	浓度(2)	浓度(3)
1	2X 5.720	目标	5.720	10	50	100
2	2X 7.154	目标	7.154	10	50	100

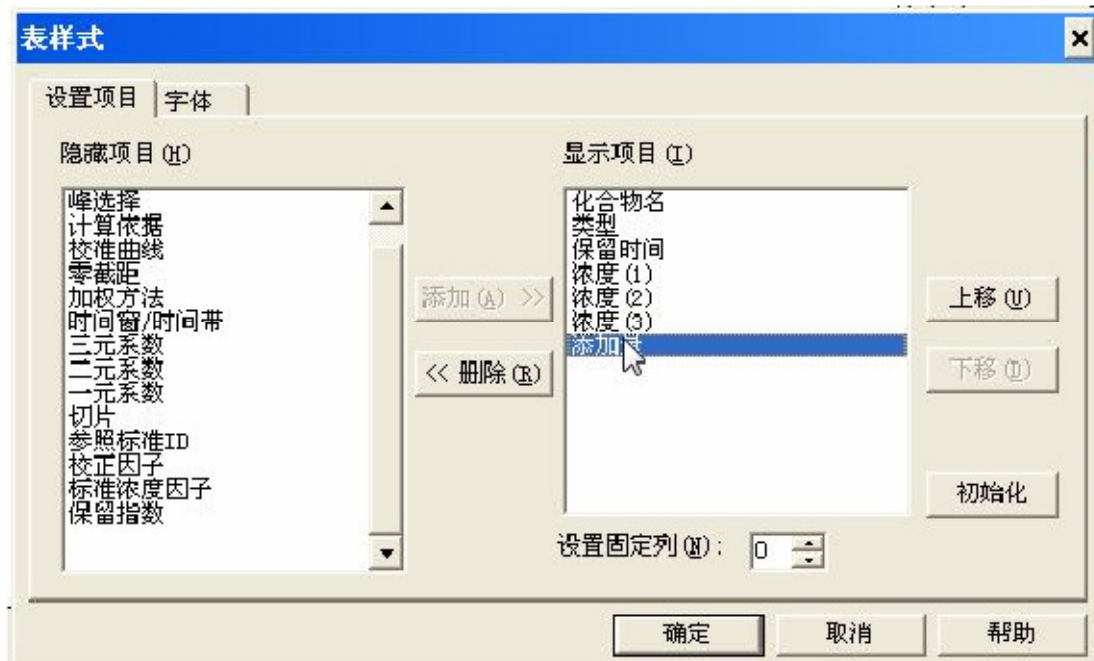
8.4.2 弹出“QA/QC参数”窗口，选择添加→回收率→添加量/浓度/回收率。



8.4.3 在方法中选择“组分表”，点击鼠标右键，选择“表类型”。



“表类型”中选择“添加量”，添加至显示项目。



8.4.4 在“化合物”添加量选项中，填入添加浓度。

方法视图 - 化合物表 63 视图 编辑

ID#	浓度 (1)	浓度 (2)	浓度 (3)	添加量
1	10	50	100	30.000
2	10	50	100	30.000
3	10	50	100	30.000

8.4.5 点击文件，将方法另存为“回收率”。



8.4.6 辅助栏点击[批处理]，选择辅助栏“设置”选项，弹出“设置”窗口。

在“QAQC”选项中，选择“QAQC执行”，选择输出文件名称及保存路径，并选择文件输出格式。





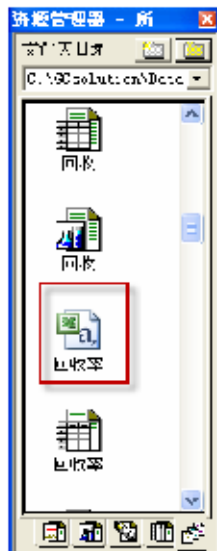
8.4.7 批处理表中选择需要计算的“数据文件”，“样品类型”，“方法文件”，



“级别号”，点击开始。

	样品名称	样品类型	方法文件	数据文件	级别号
1		1: 标准样: (I)	回收率.gcm	外标1-1.gcd	1
2		1: 标准样	回收率.gcm	外标2-1.gcd	2
3		1: 标准样	回收率.gcm	外标3-1.gcd	3
4		3: 未添加	回收率.gcm	空白1.gcd	1
5		4: 添加	回收率.gcm	未知1-1.gcd	1

8.4.8 批处理表运行完毕后，从文件夹下打开保存的回收率报告，回收率计算完毕。



[结果]					
ID	组分名	添加量	数据1 浓度	数据1 回收率	
1	C12	30	28.607191	0.953573	
2	C14	30	28.763528	0.958784	
3	C16	30	28.893007	0.9631	

## 附录 9 数据处理参数

### 9.1 积分参数

本部分描述Lab solution 每一个峰处理参数。

可以检查<数据分析>窗口的峰积分结果(例如峰基线和灵敏度), 设置峰积分参数。

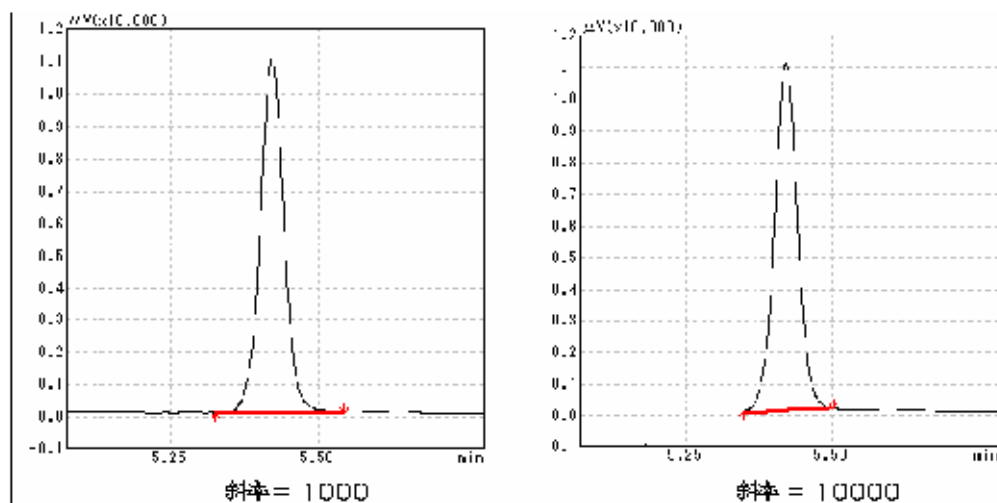
#### <数据分析>

##### 1) 半峰宽和斜率

如果设置更小的“半峰宽”和“斜率值”, 峰检测灵敏度增加(可以检出更小的峰)。这些参数的更大的值会导致可检出峰变少。

使用毛细管柱时”半峰宽”推荐值为1~3(秒), 填充柱推荐值为5~10(秒)。

对于“斜率”, 检测实际的峰形和设置合适的值。



请注意如果灵敏度过高(“半峰宽”和“斜率”太小), 基线噪音可以作为峰被检出, 或者可以分出一些不需要的峰。如果设置值太低(“半峰宽”和“斜率”太大), 会检测不出来一些需要的峰, 或者峰的开始点和结束点不合适。

#### 斜率测定

可以使用<数据采集>窗口的[斜率测定]键测量实际斜率值。

对于等温GC分析, 可以使用分析的“斜率”值的斜率测定结果(简便起见, 推荐使用比测量值更大和更简单的值)。

对于程序升温分析, 在一些情况下, 柱箱的初始温度的斜率测定结果没有处理由于温度改变引起的基线漂移情况下的峰。“斜率”应该比斜率测定结果更大。

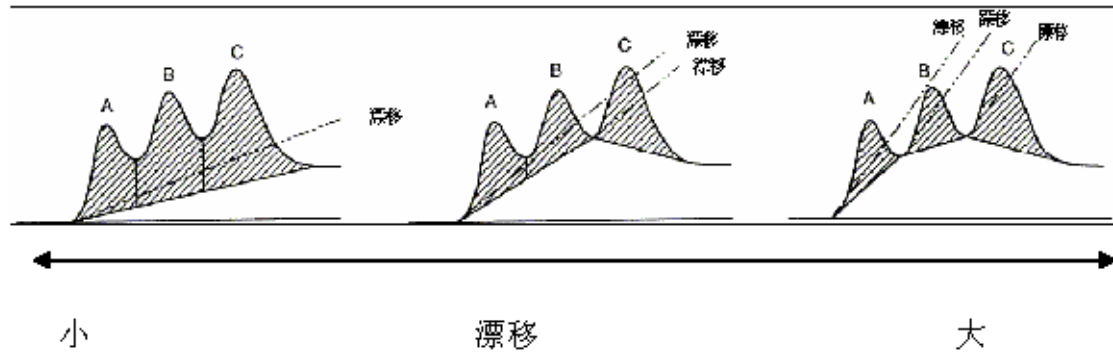
## 2) 漂移

当“漂移”被设置为较小的值时，峰被垂直分开，当设置为较大的值时峰在基线被分开。

如果基线漂移较严重，

例如在程序升温分析时，我们需要设置一个较大的“漂移”值。

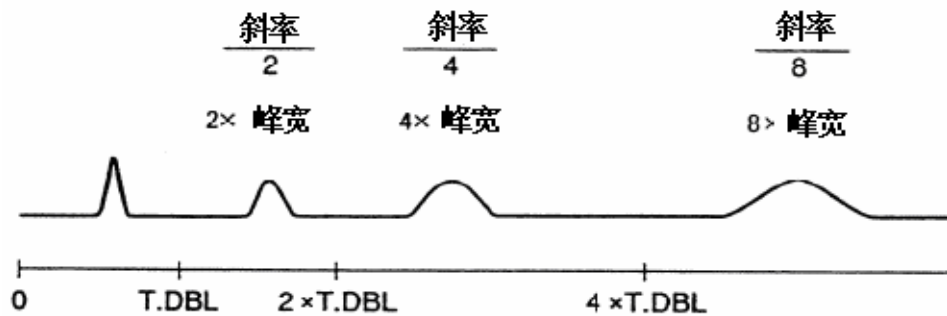
当漂移设置为 0 时，软件自动确定基线。



## 3) T.DBL

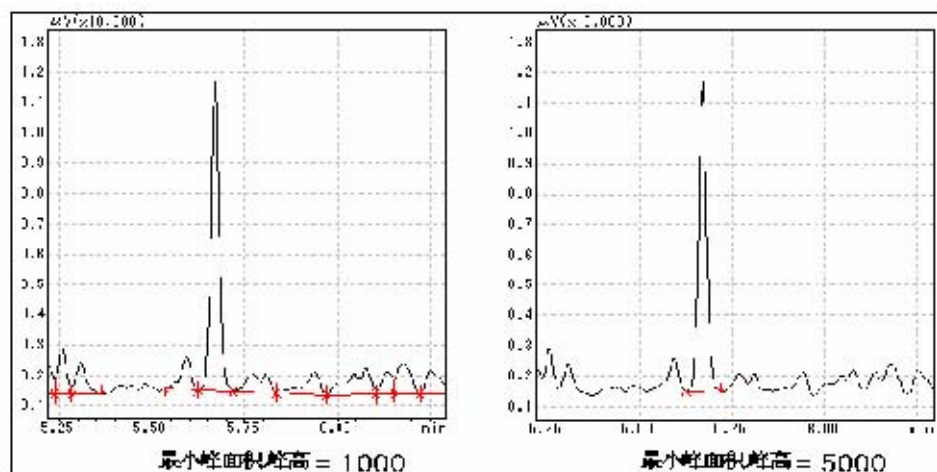
在等温GC分析时，峰的半峰宽随着时间增加。要保持正确的半峰宽设置点，当保留时间设置好时“T.DBL”参数自动设定。

由于默认值设定为1000 (min)，所以不会使用到此参数。当“T.DBL”值被指定，“半峰宽”值增加一倍时“斜率”参数减少一半。



## 4) 最小峰面积/峰高

小于设置值的峰将不会被检出。峰面积或峰高用于设置值和根据定量参数的[计算]值决定设置点的值。



## 9.2 识别参数



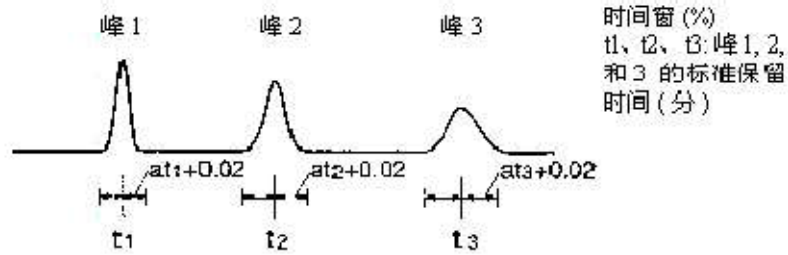
### 1) 时间窗/时间带

峰保留时间有可能会少少许改变, 因此峰识别必须由一定的误差范围  
时间误差范围可以通过“窗口”(时间窗口)方法设置, 误差范围一律设置为所有峰保留参数的百分比, 或者通过“带宽”(时间带)方法, 误差范围为每一个峰独立设置。

#### 时间窗方法

误差范围设置为所有峰的保留时间的百分比。误差范围可以根据保留时间成比例的扩大。

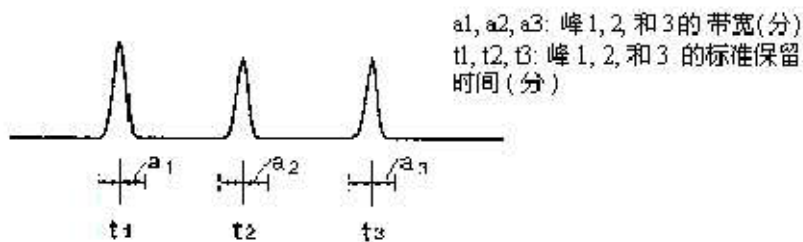
$$\text{时间允差 (分)} = \frac{\text{标准保留时间 (分)} \times \text{时间窗 (\%)}}{100} + 0.02 \text{ (分)}$$



### 时间带方法

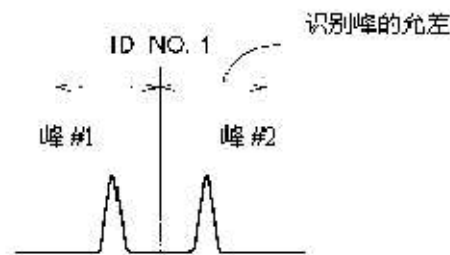
可以设置每一个峰的误差范围。

$$\text{时间容差 (分)} = \text{时间带 (分)}$$



## 2) 峰选择

当多个峰出现在同一时间误差范围之内时, 可以选择如何定性这些峰。



### 所有峰

误差范围内所有的峰均被定性。

### 最接近峰

最接近化合物组分表中设置的保留时间被选择和定性。

### 最大峰

最大峰被选择和定性。

### 9.3 定量参数

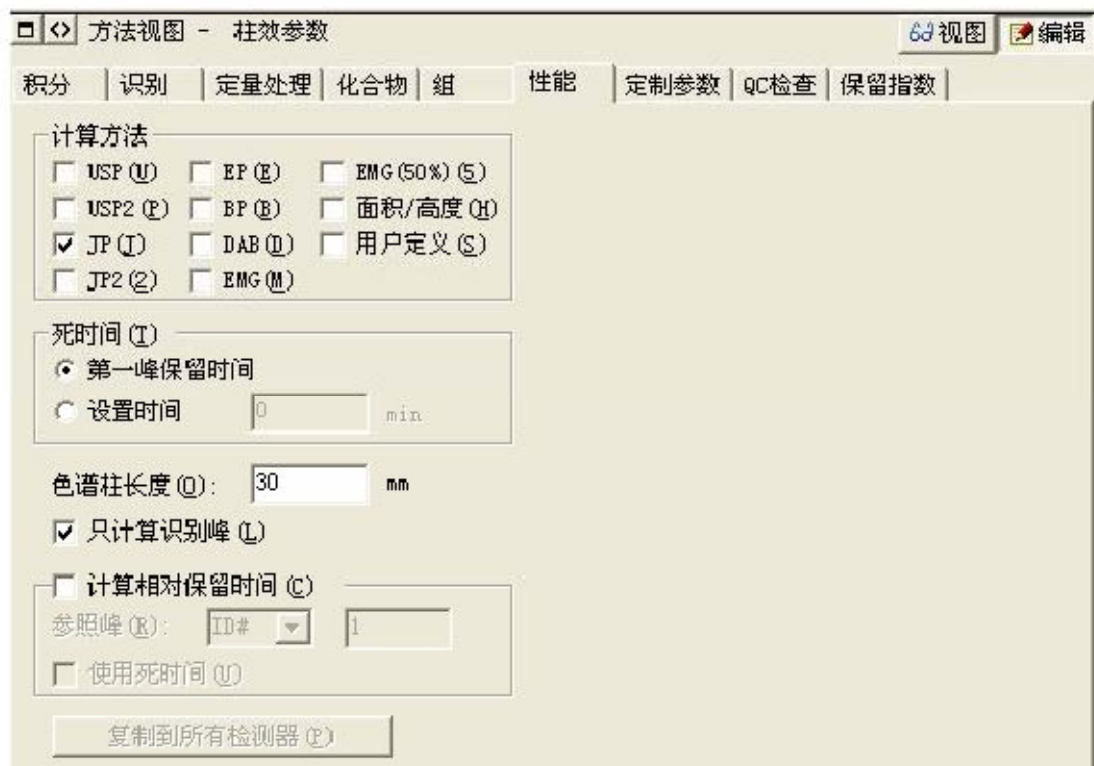


Lab solution 中有几种定量方法，例如内标法，必须在样品中添加内标化合物，或者外标法，不能将其加入样品。

更多细节请查看参考手册。

### 9.4 色谱柱性能参数

#### 9.4.1 方法中选择“性能”，输入色谱柱长度。

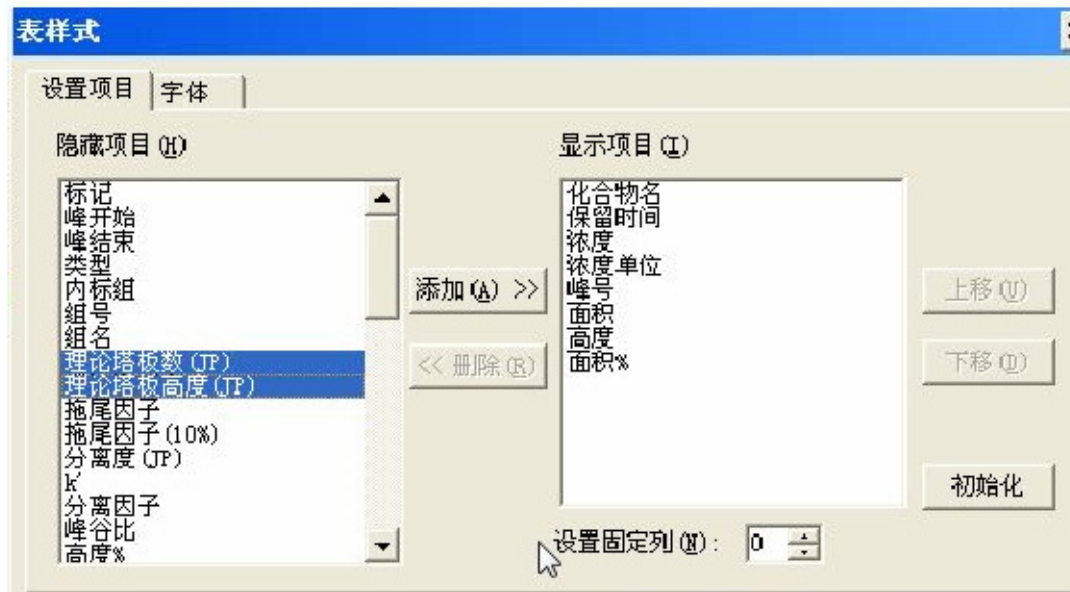




9.4.2 “峰值表”中点击鼠标右键，选择“表类型”。



9.4.3 表类型中选择“理论塔板数”和“理论塔板高度”，添加到显示项目中。



9.4.4 将方法由“编辑”状态改为“查看”状态。





#### 9.4.5 峰值表中看到“理论塔板数”和“理论塔板高度”结果。

结果视图 - 化合物结果表

ID#	峰号	面积	高度	面积%	理论塔板数 (JP)	理论塔板高度 (JP)
1	1	15541	9300	33.638	280229	0.107
2	2	15651	1134	33.006	415080	0.072
3	3	14968	7505	32.426	439659	0.068