

GC1000 Mark II 过程气体色谱仪

基本操作和启动

IM 11B03A03-02C 第二版

内容

| | | |
|-------|---|------|
| ◆ | Notice | i |
| ◆ | Warning/Caution Label..... | iii |
| ◆ | Introduction..... | iv |
| 1. | 如何设定，测量和检查分析仪的状态..... | 1-1 |
| 1.1 | 如何检查保护系统装置的状态显示..... | 1-1 |
| 1.2 | 如何操作 LCD 界面..... | 1-4 |
| 1.3 | 如何检查各个部分的温度..... | 1-6 |
| 1.4 | 如何检查探测器的运行状态..... | 1-8 |
| 1.4.1 | TCD..... | 1-8 |
| 1.4.2 | FID..... | 1-9 |
| 1.4.3 | FID 附带甲烷转换器..... | 1-9 |
| 1.4.4 | FPD..... | 1-10 |
| 1.5 | 如何测量/设定各种气体的压力和流量范围..... | 1-11 |
| 1.6 | 如何检查分析结果..... | 1-12 |
| 1.7 | 如何检查报警..... | 1-14 |
| 1.8 | 如何检查色谱图..... | 1-16 |
| 2. | 启动..... | 2-1 |
| 2.1 | 供电前的准备和检查..... | 2-1 |
| 2.1.1 | 各种设备的准备和检查..... | 2-1 |
| 2.1.2 | 外部管道检查..... | 2-1 |
| 2.1.3 | 外部线路检查..... | 2-1 |
| 2.1.4 | 空气供应..... | 2-1 |
| 2.1.5 | 蒸汽供应..... | 2-1 |
| 2.1.6 | 供应各种气瓶气..... | 2-2 |
| 2.1.7 | 假设是 GC1000T 类型 Y 吹扫和 GC1000E 类型 Y 吹扫..... | 2-2 |
| 2.2 | 通电后操作..... | 2-3 |
| 2.2.1 | 供电..... | 2-3 |
| 2.2.2 | 日期/时间设定..... | 2-3 |
| 2.2.3 | 检查设定值..... | 2-4 |
| 2.2.4 | 燃烧氢气或补偿气体和燃烧空气的供应..... | 2-4 |
| 2.3 | 探测器 ON/OFF 操作..... | 2-5 |
| 2.3.1 | TCD..... | 2-5 |

| | | |
|-------|------------------------|------|
| 2.3.2 | FID 和 FID 附带甲烷转换器..... | 2-6 |
| 2.3.3 | FPD..... | 2-7 |
| 2.3.4 | 基线检查..... | 2-7 |
| 2.4 | 标样(气体或液体)测量..... | 2-8 |
| 2.4.1 | 连接标气瓶或标液槽..... | 2-8 |
| 2.4.2 | 标样管路置换..... | 2-8 |
| 2.4.3 | 测量标准采样..... | 2-9 |
| 2.5 | 校验..... | 2-10 |
| 2.5.1 | 各种校验方法..... | 2-10 |
| 2.5.2 | 校验方法..... | 2-12 |
| 2.5.3 | 确定参数设定..... | 2-12 |
| 2.5.4 | 校验指令..... | 2-12 |
| 3. | 正常运转（连续过程采样测量）..... | 3-1 |
| 3.1 | 流路顺序设定..... | 3-1 |
| 3.2 | 过程样气压力/流量范围设定..... | 3-1 |
| 3.3 | 开始操作..... | 3-2 |
| 3.4 | 结束操作..... | 3-2 |
| 3.5 | 长期停机的预防措施..... | 3-2 |

1. 如何设定，测量和检查分析仪的状态

1.1 如何检查保护系统装置的状态显示

(1) GC1000D/T 类型 X 吹扫/W 和 GC1000S/E 类型 X 吹扫/C

外形 1.1 显示 GC1000D/T/W 和 GC1000S/E/C 状态指示器。

通过 LED (点亮/未亮) 的状态，通过在保护系统装置窗口上来指示，供电条件，外部箱内压力，恒温箱和色谱柱和吹扫，能被检查。

每个 LED 说明的意思如下。

C .OVEN PRESS : 点亮表示色谱柱内部压力为指定压力 (大约 400Pa) 或更大。

I .OVEN PRESS : 点亮表示恒温箱内部压力为指定压力 (大约 400Pa) 或更大。

EL .BOX PRESS : 点亮表示电源箱内部压力为指定压力 (大约 400Pa) 或更大。

POWER : 供电时点亮。可是, 在吹扫后电源供应给电源箱。

PURGING : 在吹扫间点亮。大约 LED 点亮 12 分钟后, 吹扫完成。LED 关掉, 自动供电给电源箱。

保护系统装置操作

用常用耐压防爆结构箱, 不允许易燃气体进入, 用来吹扫或密封安全气体, 例如空气, 氮气和碳氧化物, 以便没有其他气体或水蒸汽渗透到里面, 防止在里面发生爆炸。

GC1000 Mark II 易燃气体象载气, FID 燃烧气和采样气可以直接进入箱内 (也就是恒温箱和色谱柱), 所以必须提供密闭耐压防爆结构。通过带指定空气量 (也就是保护气体) 的箱吹扫来阻止外部气体的渗透。如果可燃性气体在箱内从管道泄漏, 通过减少可燃性气体或以下的特定阀 (低爆炸限制 1/4) 来防止箱内的爆炸。

通过测量箱内压力的状态, 来监视保护系统装置, 不管有没有供电都可以测定, 确保耐压防爆结构。

保护系统装置功能如下 :

- (1) 当供电时, 开始测量所有箱 (也就是电源箱, 恒温箱和色谱柱) 内压力。在这期间, 不能给电源箱供电。
- (2) 开始吹扫大约 12 分钟, 当箱内压力到达指定压力 (大约 500Pa) 后, 空气在指定范围 (GC1000S /E/C 大约 100~150L/Min, GC1000D /T/W 大约 150~500L/Min) 内释放。吹扫是用空气置换箱内空间, 当传输空气五次超过箱内容量时要进行引导。定时器在保护系统装置里自动测量吹扫时间。
- (3) 当吹扫完成后内部压力稳定时, 电源箱自动开始供电。在吹扫期间如果内部压力减少气体供应中断或打开箱门时, 吹扫失败。当内部压力有增加时, 吹扫重新开始。
- (4) 如果因内部压力减少气体而供应中断或已经供电给电源箱后打开箱门, 要关掉电源箱的电源。当内部压力有增加时重新开始吹扫和吹扫完成以前, 开始供电给电源箱。

(1) GC1000T 型 Y 吹扫和 GC1000E 型 Y 吹扫

GC1000T 型 Y 吹扫和 GC1000E 型 Y 吹扫不用保护系统装置。如果在内部压力减少或在吹扫期间，产生报警说明如下。

| | |
|------------------------|-----------|
| No.36ELEC PRESS DOWN | 减少电源箱内部压力 |
| No.37C-OVEN PRESS DOWN | 减少色谱柱内部压力 |
| No.38I-OVEN PRESS DOWN | 减少恒温箱内部压力 |
| No.39PURGING | 吹扫 |

每一个状态都能在 LCD 界面屏幕上显示报警。

1.2 如何操作 LCD 界面

在手册中，屏幕描述的状态要在电源打开后显示。各种操作在 LCD 界面上显示，那些屏幕可以是不同的。

详细的方法，涉及在 LCD 界面操作手册，IM11B03A03-05C。

图 1.2 显示在电源打开后 LCD 界面的状态。GC1000 Mark II 有两种模式：REMOTE 和 LOCAL。在 REMOTE 模式，各种状态和设定能检查，但是不能改变。选择 LOCAL 能改变状态和设定。选择 LOCAL，步骤如下：

- (1) 按 LOCAL/REMOT 键。(屏幕显示如图 1.3)
- (2) 输入密码。
- (3) 按 SET/ENT 键。(屏幕显示如图 1.4 , LOCAL LED 亮)



1.3 如何检查各个部分的温度

在 GC1000 Mark II 供电以后，加热器打开，开始温度控制。当按 TEMP 键后，温度状态屏幕显示如图 1.5。设定温度，当前温度和加热器 ON/OFF，色谱柱，恒温箱，LSV 和探测器的状态能被检查。

屏幕上各项的说明如下。

SV：设定温度

PV：当前温度

状态/注释

Temp stable：加热器打开控制恒温箱温度不变（“Temp Stable”也表示电源打开后温度上升）

Ready：加热器关掉

Temp Up：加热器打开提高和控制色谱柱的温度

ON：加热器打开

OFF：加热器关掉

None：无设备

在 GC1000 Mark II 的通常操作过程，启动和其它时候不需要打开和关掉加热器。如果涉及到，请按以下操作打开和关掉加热器。

- (1) 选择 LOCAL 模式。（参考 1.2 节“如何操作 LCD 界面”）
- (2) 按 OPERATION 键。（屏幕显示如图 1.6）
- (3) 按 F3 键（手册）。（屏幕显示如图 1.7）
- (4) 按 NEXT 键。（屏幕显示如图 1.8）
- (5) 移动指针 (>) 到注意项。
- (6) 按 SET/ENT 键。显示从 ON 到 OFF 的变化，反之亦然。
- (7) 按 F2 键（自由）返回操作屏幕（图 1.6）。

1.4 如何检查探测器的运行状态

操作界面显示如图 1.2 显示探测器类型和它们 ON/OFF 的状态。这里有 4 种探测器：TCD, FID, FID 附带甲烷转换器（参考屏幕上“FI-CONV”）和 FPD。

当按 STATUS 键和然后按 F2 键（信号）时，探测器状态（图 1.9）所示。

1.4.1 TCD

图 1.9 显示 TCD 的探测器状态屏幕。

Input signal : 指示值通过 A-D 转换每 20~80ms 采样探测器的模拟信号一次，转换值的平均值作为一个指定采样进度。

Filter signal : 指示值通过过滤输入信号指定给“Detector Signal Set”屏幕上的“Filter constant”。

Std deviation : 指示已输入的 20 次非标准信号。

输入信号，过滤器信号和非标准信号是所有探测器的共同项。

注：如果运行模式为 STOP，那么这项读为 0.000mV。

Voltage : 指示 TCD 的桥电压

Current : 指示 TCD 的桥电流

以下为各种载气的电流：

H₂ : 260mA

He : 240mA

N₂ : 120mA

Ar : 100mA

1.4.2 FID

图 1.10 显示 FID 探测器的状态屏幕。

| | |
|---------------------------------|--|
| Input signal to Std deviation : | 参考 1.4.1 节,“ TCD ”。 |
| Flame level : | FID 用一个热电偶测量火焰的温度,用这些值识别火焰进/出。典型设定为 2mV 。 |
| Therm signal : | 热电偶输出值用来测量 FID 火焰温度(火焰出 : 0mV, 火焰进 : 3~6mV)。 |
| Flame status : | 如果千卡信号是在标准火焰以下,指示为“ Flame Out ”,在标准火焰以上,指示为“ Flame On ”。 |

1.4.3 FID 附带甲烷转换器

图 1.11 显示 FID 附带甲烷转换器探测器的状态屏幕。

| | |
|---------------------------------|--|
| Input signal to Std deviation : | 参考 1.4.1 节,“ TCD ”。 |
| Flame level to Flame status : | 参考 1.4.2 节,“ FID ”。 |
| Voltage of metha-con : | 指示甲烷转换器的加热器电压实用。 电压依靠在恒温箱的温度上(通常为 10~20V)。 |

1.4.4 FPD

图 1.12 显示 FPD 探测器的状态屏幕。

| | |
|---------------------------------|--|
| Input signal to Std deviation : | 参考 1.4.1 节,“ TCD ”。 |
| Flame level : | FID 用一个热电偶测量火焰的温度,用这些值识别火焰进/出。典型设定为 1mV 。 |
| Therm signal : | 热电偶输出值用来测量 FPD 火焰温度。通常燃烧时,它为 2.5~3.5mV。如果载气流量超过 50ml/min,它可能为 3~5mV。 |
| Flame status : | 参考 1.4.2 节,“ TCD ”。 |

1.5 如何测量/设定各种气体的压力和流量范围

GC1000 Mark II 用的气体，例如：载气，FID/FPD 燃烧气体，和 FID/FPD 燃烧空气。通常不能被理想的分析，除非设定各种气体的指定值。设定值符合“Operation Date”的“Operation Condition Setting”。

各种气体的流量范围用压力调整器或限定器来调整。在通常情况下测量的流量范围，设定值要符合“Operation Date”。

每种气体的压力能通过流量控制单元上的压力刻度来检查。在每一个出口可以安装流量计来测量各种气体的流量范围。

NOTE

在恒温箱和色谱柱的温度足够稳定后，再测量各种气体的压力和流量范围。如果温度比较低，压力通常会高些。在设定温度上，需要有温度足够稳定的时间：恒温箱温度在 146 以下需要 2~4 小时，在 146 以上需要 4~8 小时。FID 或 FPD 的探测器，当恒温箱温度稳定后，在探测器状态屏幕（图 1.10）上“Therm signal”变为 0mV，屏幕能通过按 STATUS 键和 F2 键来观察。参考 1.4 节，“如何检查探测器的运行状态”。

对 FID 和 FPD 来说，载气，燃烧气体和燃烧空气一起从 DET 出口放出。所以，在测量前要关掉原来气体标气瓶的主阀。对于 FID 和 FPD 来说，连续供应气体能够比较容易使正常点燃产生。在火焰状态里，在出口线路的浓度状况和在探测器状态屏幕上“Therm signal”指示为 2~6mV，必须是“Therm signal”变为 0mV 时测量气体流量范围。

1.6 如何检查分析结果

按 RESULT 键看到最终结果屏幕显示如图 1.13。

当按  键后，显示各项如下：

(peak number) ,Composition(name),Conc.(concentration),R.Time(retention time),Det#(detector number),S.Time.(peak on time),R.time(retention time),E.Time(peak off time),Gate on (Time),Gate off(time),Tracking(gate tracking function),S.Level(peak on signal level),T.Level(peak height),E.Level(peak height),E.Level(peak on signal level),Area(peak area),Shape(peak shape),H.width(peak half width),Tail(tailing coefficient),Varifactor(variation factor),Calc.method(peak processing method)

详细每项，参考 LCD 界面操作手册，IM 11B03A03-05C,或技术指南，IM 11B03A03-03C。

当在最终结果屏幕上按下 F2 键或 F3 键时，Concentration Record (图 1.14) 或 R.Time Record (图 1.5) 屏幕所示。当按 F6 键，指定一个流路数字，每个流路的分析结果显示出来了。



1.7 如何检查报警

GC1000 Mark II 有 3 种报警级别。这些级别说明如下。详细参考报警通讯手册，IM 11B03A03-06C。

- 级别 1：这是出现在系统或硬件失败发生的报警。一旦报警发生，报警状态将被保持，直到报警重启。
如果在 Run 或 Lab 模式中发生级别 1 报警，在正在进行的测量已经完成后，运行模式变成 STOP。
- 级别 2：这是出现在测量条件失败的报警。一旦报警发生，报警状态将被保持，直到报警重启。
- 成份：这是测量结果例如浓度和保持性超过指定范围时的报警。一旦报警发生，报警状态将被保持，直到报警重启。
- 级别 3：这是出现和级别 1 和级别 2 比较小的错误信号或信息时产生的报警。报警状态不保持。

当按 ALARM 键时，报警状态屏幕（图 1.16）显示。

屏幕显示 Total（也就是当前出现的级别 1 级别 2 和成份的报警），ALM#（alarm number），Contents，和 Date and Time 的报警发生。

当按报警状态屏幕上的 F2（History）键时，报警历史记录屏幕显示如图 1.17 所示。

屏幕显示 Total (也就是当前出现的报警), Date 和 Time ,“1”和“0”(“1”:出现报警,“0”:停止报警), ALM# (alarm number) 和 Contents 的报警发生。可以有 32 点报警显示。当报警数超过 32 点时,最原先的报警会从报警记录里删掉。

1.8 如何检查色谱图

当按 CHROM 键时，色谱图屏幕显示入图 1.18。

F1~F6 是色谱图的快捷键显示如下：

- F1 key (Det#) : 在探测器 1 和 2 之间切换
- F2 key (Scale#) : 改变时间数字刻度
- F3 key (Auto) : 通过按 键来改变时间显示，色谱图不会自动更新。可以通过按 F3 键来更新时间。
- F4 key (A.zero) : 依照一个数字刻度改变基线当前位置。
- F5 key (A.gain) : 改成自动获取模式
- F6 key (M.gain) : 改变色谱图的获取。当获取改变时，设定成手动获取方式。

2. 启动

2.1 供电前的准备和检查

在供电前要准备和检查以下项。
操作条件的线路，管路和安装的详情，请参考“Operation Date”。

2.1.1 各种设备的准备和检查

检查运行必需各种设备，例如：标气瓶（载气，燃烧氢气或补偿气，标准气），空气和蒸汽。对于载气，燃烧氢气或补偿气，当气瓶压力小于 1Mpa 时，要更换一个新的气瓶。对标准气来说，当气瓶压力低于最大值的 5% 时，要更换一个新的气瓶。

2.1.2 外部管路检查

确定所有的管路正确地符合“Operation Date”。通过运用肥皂水或其他类似方法，来确定每个接口无泄漏。

IMPORTANT :

不要用可以被油和污垢污染的管子或接口。可以在管子内壁粘上金属粉末层，在连接到 GC1000 Mark II 前完成用空气进行吹扫。

2.1.3 外部线路检查

确定所有的线路正确地符合“Operation Date”。

WARNING

确定供应的密闭装置或包装适配器用线正确。如果不用供应装置或适配器，将不能保证防爆结构。

2.1.4 空气供应

开始供应仪表空气。

2.1.5 蒸汽供应

假设蒸汽要被用在采样系统里，便开始供应蒸汽。设定蒸汽压力要符合“Operation Date”。

2.1.6 供应各种气瓶气

开始供应各种气瓶气（载气，燃烧氢气或补偿气等）。设定压力参考 1.5 节，“如何测量/设定各种气体的压力和流量范围”。压力和流量应当在恒温箱温度稳定以后才设定。

NOTE

符合防爆结构标准，当电源关掉时氢气停止供应给恒温箱。如果用氢气来作为载气，在打开电源前要设定压力。

IMPORTANT

如果一个 1MPa 或更大的压力直接用到 GC1000 Mark II，会产生失败。为了免除这个，当供应气瓶气体时按以下步骤做。

- (1) 完全关上标气瓶的压力调整器。
- (2) 确定压力调整器的从属压力为零。
- (3) 打开标气瓶的主阀。
- (4) 设定压力调整器的从属压力到 700kPa。

2.1.7 假设是 GC1000T 类型 Y 吹扫和 GC1000E 类型 Y 吹扫

按以下步骤供电。

- (1) 确定带电区的压力刻度在流量控制单元指示的指定压力。
- (2) 等待 12 分钟。
- (3) 12 分钟过去后，开始供电。

CAUTION

常规检查：确定带电区的压力刻度在流量控制单元指示的指定压力。

2.2 通电后操作

这节叙述了过程采样或标准采样测量前需要的准备工作。

2.2.1 供电

当电源开关打开时，吹扫执行大约 12 分钟后，开始供电给电源箱。详情请参考 1.1 节“如何检查保护系统装置的状态显示”。

2.2.2 日期/时间设定

因为防爆标准 GC1000 Mark II 不允许日期/时间倒退，在打开电源后设定日期/时间。设定过程见下面。LCD 界面操作详情请参考 LCD 界面操作手册，IM 11B03A03-05C。

- (1) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节“如何操作 LCD 界面”。)
- (2) 按 TABLE 键。(屏幕显示如图 2.1。)
- (3) 移动指针 (>) 到“System Set”。
- (4) 按 SET/ENT 键。(屏幕显示如图 2.2。)
- (5) 移动指针 (>) 到“Current date”或“Current time”。
- (6) 按 SET/ENT 键。现在可以登陆了。
- (7) 输入日期格式“年 - 月 - 日”，时间格式“时 (24 小时) - 分 - 秒”。

2.2.3 检查设定值

在桌面菜单屏幕上“Operation Date”显示各项的设定值。(图 2.1) 确定所有项的设定符合“Operation Date”。

2.2.4 燃烧氢气或补偿气体和燃烧空气的供应

这节讲 FID, FID 附带甲烷转换器和 FPD 的运用, 但没有涉及到 TCD。开始供应燃烧氢气或补偿气体和燃烧空气。设定压力符合 1.5 节, “如何测量/设定各种气体的压力和流量范围”。设定压力和流量范围要在恒温箱的温度稳定以后。

NOTE

符合防爆结构标准, 当电源关掉时停止向恒温箱供应氢气。

IMPORTANT

如果一个大于 1MPa 的压力直接用到 GC1000 Mark II, 会产生失败。为了免除这个, 当供应气瓶气体时要按以下步骤做。

- (1) 完全关上标气瓶的压力调整器。
 - (2) 确定压力调整器的从属压力为零。
 - (3) 打开标气瓶的主阀。
 - (4) 设定压力调整器的从属压力到 700kPa。
-

当仪表空气被用来作为燃烧空气, 设定给 GC1000 MarkII 的仪表空气供应压力不低于 100kPa, 然后设定补偿气体, 详细参考“Operation Date”。

2.3 探测器 ON/OFF 操作

GC1000 Mark II 在电源打开后探测器要关上。但是，如果在“System Set”屏幕（图 2.2）的“Auto start”上设定为“Yes”，探测器在电源启动时自动打开。每个探测器的打开和关上预防措施在下面详细描述。

TCD 只有允许探测器关上的操作。对于 FID 和 FPD，当燃烧气体和燃烧空气停止供应时，燃烧停止并且探测器关上，但是会有“DET1 FIRE OFF”或“DET2 FIRE OFF”的报警产生。

2.3.1 TCD

如果当载气线路充满空气时 TCD 打开，TCD 的灯丝可能会被烧坏。在打开 TCD 前，至少要注入载气 10 分钟。直到温度稳定后，TCD 的输出才会趋于稳定。在 TCD 至少已经打开 12 小时后，才可以开始正常的操作和校验。

以下为打开和关上 TCD 的步骤说明。

- (1) 选择 LOCAL 模式。（参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。）
- (2) 按 OPERATION 键。（界面显示如图 1.6。）
- (3) 按 F3 键。（界面显示如图 1.7。）
- (4) 移动指针 (>) 到探测器。
- (5) 按 SET/ENT 键。显示从 ON 到 OFF 的变化，反之亦然。
- (6) 按 F2 键返回操作屏幕（图 1.6）。

2.3.2 FID 和 FID 附带甲烷转换器

在恒温箱的温度已经稳定后，打开（也就是点亮）FID。在设定温度上，需要有温度足够稳定的时间：恒温箱温度在 146 以下需要 2~4 小时，在 146 以上需要 4~8 小时。当恒温箱温度稳定后，在探测器状态屏幕上“Therm signal”（图 1.10, 1.11）变为 0mV。在电源打开后，“Therm signal”从 0mV 变到 -2~-3mV，当恒温箱温度上升稳定时，“Therm signal”重新变为 0mV。如果当“Therm signal”在 -2~-3mV 时打开（也就是点亮）FID，“Therm signal”不会超过“Flame signal”，尽管在过程中依然燃烧并且出现“DETI FIRE OFF”或“DET2 FIRE OFF”的报警现象，但是突然冒出火焰的状态还是会被识别。

FID 通过用铂线圈来点亮。用铂线圈作为催化剂，可以使载气，燃烧氢气或补偿气和燃烧空气容易被正常点亮，能通过出口线路上浓度来确定。假如 FID 在正常点亮后才打开，那么色谱图不能达到最高点，只能输出基线。如果是正常点亮，在 Detector Status 屏幕上设定“Flame level”为“Therm signal”加上 0.5mV 的值，然后打开 FID。以下为打开 FID 的步骤说明。

- (1) 确定恒温箱的温度趋于稳定。
- (2) 选择 LOCAL 模式。（参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。）
- (3) 确定 Detector Status 界面(图 1.10,1.11)上的“Therm signal”是 $0 \pm 0.1\text{mV}$ 。
- (4) 如果正常点亮(也就是“Therm signal”变成 2~3mV 或以上),设定“Flame level”为“Therm signal”加上 0.5mV 的值。设定方法，参考 LCD 界面操作，IM 11B03A03-05C
- (5) 按 OPERATION 键。（屏幕显示如图 1.6。）
- (6) 按 F3 键。（屏幕显示如图 1.7。）
- (7) 移动指针 (>) 到探测器。
- (8) 按 SET/ENT 键。一直指示 OFF，直到 FID 的“Flame On”指示出现。如果点亮失败，将出现“DETI FIRE OFF”或“DET2 FIRE OFF”的报警。如果出现报警，从步骤（1）重新开始。
- (9) 当 FID 指示“Flame On”时，显示 OFF 到 ON 的变化。
- (10) 按 F2 键返回操作屏幕（图 1.6）。

2.3.3 FPD

在恒温箱的温度已经稳定后，打开（也就是点亮）FPD。在设定温度上，需要有温度足够稳定的时间：恒温箱温度需要 2~4 小时（对于 FPD，恒温箱的最大温度是 145℃）。当恒温箱的温度已经稳定时，在 Detector Status 屏幕上的“Flame level”变为 0mV，在电源打开后，“Therm signal”从 0mV 变到 -2 ~ -3mV，当恒温箱温度上升稳定时，“Therm signal”重新变为 0mV。如果当“Therm signal”在 -2 ~ -3mV 时打开（也就是点亮）FPD，“Therm signal”不会超过“Flame signal”，尽管在过程中依然燃烧并且出现“DETI FIRE OFF”的报警现象，但是突然冒出火焰的状态还是会被识别。

FPD 通过用铂线圈来点亮。用铂线圈作为催化剂，可以使载气，燃烧氢气和燃烧空气容易被正常点亮。假如 FID 在正常点亮后才打开，那么色谱图不能达到最高点，只能输出基线。如果是正常点亮，依照点亮步骤在 Detector Status 屏幕上设定“Flame level”，然后打开 FPD。以下为打开 FPD 的步骤说明。

- (1) 确定恒温箱的温度趋于稳定。
- (2) 设定燃烧空气压力值为它在“Operation Date”的“Operation Condition Setting”里显示值的两倍，
- (3) 选择 LOCAL 模式。（参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。）
- (4) 确定在 Detector Status 屏幕（图 1.12）上的“Therm signal”为是 $0 \pm 0.1\text{mV}$ 。
- (5) 如果正常点亮（也就是“Therm signal”变成 2~3mV 或以上），设定“Flame level”为“Therm signal”加上 0.5mV 的值。设定方法，参考 LCD 界面操作，IM 11B03A03-05C。
- (6) 按 OPERATION 键。（屏幕显示如图 1.6。）
- (7) 按 F3 键。（屏幕显示如图 1.7。）
- (8) 移动指针（>）到“Det 1 operation”。
- (9) 按 SET/ENT 键。一直指示 OFF，直到 FPD 的“Flame On”指示出现。如果点亮失败，将出现“DETI FIRE OFF”的报警。如果出现报警，从步骤（1）重新开始。
- (10) 当 FPD 指示“Flame On”时，显示 OFF 到 ON 的变化。
- (11) 重新设定“Flame detector”的值，在“操作数据”的“操作条件设定”里显示。
- (12) 在“Flame On”已经对 FPD 指示一分钟后，重新设定燃烧空气压力值为在“Operation Date”的“Operation Condition Setting”里的显示值。
- (13) 按 F2 键返回操作屏幕（图 1.16）。

2.3.4 基线检查

保证探测器正确地操作，比较在色谱图屏幕（图 1.18）上的基线和在“Operation Date”的色谱图里的差别。如果基线的信号标准和噪声与那些在“Operation Date”的色谱图里明显不同，说明在探测器，探测器卡或配线存在故障。

2.4 标样(气体或液体)测量

在运输和安装期间检验是不符合要求的，必须在安装以后测量标样。在厂里其测量结果应当和在“Operation Date”里说明的出货前的数据作比较。

2.4.1 连接标气瓶或标液槽

连接标气瓶或标液槽到标准采样管路。如果这里有2个或更多标准采样管路，正确连接标气瓶要符合在“Operation Date”里的“Stream Set”和“Individual”。如果用标液槽，连接标准采样管路可以在缺少标液的地方。既然这样，在采样系统和恒温箱间移动接合点，并且连接标液槽。

2.4.2 标样管路置换

在测量标准采样前，在标样管路里应当按以下步骤完全被置换。

- 假设是自动流路阀
 - (1) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节,“如何操作 LCD 界面”。)
 - (2) 按 OPERATION 键。(屏幕显示如图 1.6 所示。)
 - (3) 按 F3 键。(屏幕显示如图 1.7 所示。)
 - (4) 移动指针 (>) 到 “Str valve”。
 - (5) 按 SET/ENT 键。现在能输入流路数了。
 - (6) 输入一个标准采样的流路数。
 - (7) 打开流路阀。
 - (8) 调整采样系统限流器以便标样注到管道里来置换。
 - (9) 当置换已经完成后，按 F2 键返回到操作屏幕 (图 1.6)。

- 假设是手动流路阀
 - (1) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节,“如何操作 LCD 界面”。)
 - (2) 按 OPERATION 键。(屏幕显示如图 1.6 所示。)
 - (3) 按 F3 键。(屏幕显示如图 1.7 所示。)
 - (4) 移动指针 (>) 到 “Str valve”。
 - (5) 按 SET/ENT 键。现在能输入流路数了。
 - (6) 输入 “0”。
 - (7) 关上所有流路阀。
 - (8) 用手打开采样系统的流路阀
 - (9) 调整采样系统限流器以便标样注到管道里来置换。
 - (10) 当置换已经完成后，按 F2 键返回到操作屏幕 (图 1.6)。

2.4.3 测量标准采样

按以下步骤进行测量标准采样。如果运行模式不是 STOP，那么要把运行模式变为 STOP，然后按以下步骤进行。

- (1) 选择 LOCAL 模式。参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。)
- (2) 按 OPERATION 键。(屏幕显示如图 1.6 所示。)
- (3) 按 F1 键。(屏幕显示如图 2.3 所示。)
- (4) 移动指针 (>) 到 “ Str (cont) valve ”。
- (5) 按 SET/ENT 键。现在能输入流路数了。
- (6) 输入一个标准采样的流路数。
- (7) 移动指针 (>) 到 “ Ope mode ”。
- (8) 按 SET/ENT 键。现在选择 “ Ope mode ” 项。
- (9) 用 键选择 Run，然后按 SET/ENT 键。运行模式变成 Run 开始测量标准采样。
- (10) 在标准采样已经测量完成后，按 SET ENT 键把指针指到 “ Ope mode ” 项。现在能选择 “ Ope mode ” 了。
- (11) 用 键选择 Stop，然后按 SET/ENT 键。运行模式变成 Stop 结束测量标准采样。
- (12) 按 F2 键返回操作屏幕 (图 1.6)。

2.5 校验

在出厂前已经用标准样气校验过，推荐在启动前用标准气再校验一次。一旦连续过程测量开始，推荐每六个月校验一次。

2.5.1 各种校验方法

用面积或高度从色谱获得对浓度计算，参考技术指南，IM 11B03A03-03C。浓度校验方法参考在“单点设定”里的“过程指定”。

当“过程指定”被设定成“外部的标准”时，用标准样气校验。用以下公式对“外部标准”的浓度进行计算。

$$C = RK \left(\frac{S_i}{S_b} \right) \left(A \left(\frac{S_i}{S_b} \right)^2 + B \left(\frac{S_i}{S_b} \right) + 1 \right)$$

C：浓度

K：校验常数

S_b ：测量面积或高度

S_i ：测量面积或高度

R：测量范围

K：系数

A：系数

B：系数

如果浓度是面积或高度成一定比例来确定的，就用以下公式：

Assuming $K=1, A=0,$ 和 $B=0,$

$$C = R \cdot S/S_b$$

校验允许从面积（或高度）来获得校验常数或标准面积（或高度），作为测量标准样气的结果和公式由上式显示出来，然后在校验趋势的“单点设定”输入获得的值。登陆方法，请看 LCD 界面操作手册，IM 11B03A03-05C。

GC1000 Mark II 提供两种自动校验的方法。符合在“Peak Common Set”（图 2.5）里的“Calib coef range”，“Std area”或“Calib factor”自动改变。

通过改变“Std area”来校验”

假设“Calib coef range”设定到“0”，GC1000 Mark II 在“Individual Peak Set”里把“Calib fator”到“1”和把“Std area”变成计算出的值。在这个方法里不考虑获得值的变化。所以即使标准样气测量结果是反常的，自动校验也当成正常完成。为了避免这个问题，GC1000 Mark II 决定无论是否执行自动校验，都执行基于对“Set calib range”和“calib coef ragne”设定点的以下步骤。

假设“Calib coef range”设定到“ ”，当标准样气测量结果超出“Std conc ± 测量范围“ ”时，GC1000 Mark II 显示一个报警信号并且不执行自动检验。同样，假如“Set calib range”设定到“ ”，当从标准样气 n - time 测量的变化系数超出“ ”时，GC1000 Mark II 显示一个报警信号并且不执行自动检验。这个变化系数这里指排除测量范围的标准偏差而获得的值。详细计算公式，参考技术指南，IM 11B03A03-03C。

这个校验方法基于在“Std area”的变化不符合以往校验处理的结果。正常的基于在“Calib factor”里改变的校验方法如下面介绍。厂里用基于在“Std area”里改变的校验方法执行。

通过改变“Calib factor”校验

假设“Calib coef range”设定值超过“0”，GC1000 Mark II 把“Calib factor”变化成通过计算获得的值，没有改变在“Individual Peak Set”(图 2.4)里的“Std area”。在这个方法里，GC1000 Mark II 决定无论是否执行自动校验，都执行基于“Calib factor”的获得值的以下步骤。在这点上，GC1000 Mark II 也用“Calib range”和“Calib repeat range”来做出确定。

那是：

- 假设“Calib coef range”设定成“ ”，当“Calib factor”的获得值范围在“1- ”到“1+ ”里时，GC1000 Mark II 执行自动检验。
- “Calib factor”的获得值小于“1- ”或大于“1+ ”时，GC1000 Mark II 会显示一个报警信息并且不执行自动校验。

例如，假设“Calib coef range”设定成“0.1”，当“Calib factor”的获得值范围在“0.9”到“1.1”里时，GC1000 Mark II 执行自动检验。

2.5.2 检验方法

当对标准样气注入用自动流路阀时，可以选择自动校验或半自动校验，当用手动流路阀时，只能进行手动校验。每种校验方法，请参考概述，IM 11B03A03-01C。

2.5.3 确定参数设定

在执行校验指令前，详细检查以从前的设定例如校验量，频率和混合物证实应该检查。

(1) 校验/确认设定屏幕 (图 2.6)

当电源断断续续时，“Cal (Val) method”变为手动。当电源断断续续时，重新开始校验（确认）方法。登录的方法，请参考 LCD 界面操作，IM 11B03A03-05C。

- (1) 按 TABLE 键。(屏幕显示如图 2.1 所示。)
- (2) 移动指针 (>) 到 “Cal/Val Set”。
- (3) 按键 SET/ENT 键。(屏幕显示如图 2.6 所示。)
- (4) “Cal (Val) method” 设定成自动，半自动或手动。
- (5) “Auto start time” 指示在 24 - 小时格式里开始校验的时间。(只有对自动校验是有效的)
- (6) “Time interval” 指示一个校验周期。(只有对自动校验是有效的)

当选择自动校验时，自动校验符合在“Cal (Val) method”被指定的设定时开始执行。其他设定已经完成后，才设定自动校验。在“Cal (Val) method”已经设定成自动以后，“Auto start time”和其它设定的变换才被反应出来。假设其它设定改变，“Cal (Val) method”一旦设定另外方式，它又会回到自动。

(2) 校验设定屏幕“(图 2.7)

- (1) “Cal/Val Set (Main)” 屏幕(图 2.6)上,按 F5 键。(屏幕显示如图 2.7 所示。)
- (2) 对“Cal stream”设定这次校验的校验量。
- (3) 对“Cal time”设定校验量的测量数。
- (4) “Auto cal”设定是否在自动校验期间,无论如何都实施对“Cal stream”设定值流路的校验。(只有对自动校验有效)
- (5) “Val Stream”指示在校验后已测的流路确认。

2.5.4 校验命令

按前节步骤做，在参数已经设定后可以执行校验命令了。步骤显示如下。

(1) 自动校验

- (1) 关于气瓶或槽和标准样气量连接，参考 2.4.1 节，“标准标气瓶或标气槽。连接”。
- (2) 选择 LOCAL 模式。（参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。）
- (3) 按 TABLE 键。（屏幕显示如图 2.1 所示。）
- (4) 移动指针 (>) 到 “Cal/Val Set”。
- (5) 按键 SET/ENT 键。（屏幕显示如图 2.6 所示。）
- (6) 按 SET/ENT 键。现在能选择 “Cal (Val) method” 项。
- (7) 用 键选择 “Auto”，然后按 SET/ENT 键。
- (8) 在设定 “Auto start time” 时间时，校验流路和确定流路的测量数要符合开始设定值。在完成后，校验停止。
- (9) 按 OPERATION 键返回操作屏幕（图 1.6）。

IMPORTANT

假设在运转模式是 Run 时进行设定 “Auto start time” 时间，那么在已经完成流路测量后校验将开始执行。在运转模式变成 Run 后，也就是以前的操作重新继续测量。（如果运转模式是 Stop 或 Pause，在那些时间期间不执行检验。）

(2) 半自动校验

- (1) 关于气瓶或槽和标准样气量连接，参考 2.4.1 节，“标准标气瓶或标气槽。连接”。
- (2) 选择 LOCAL 模式。（参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。）
- (3) 按 OPERATION 键。（屏幕显示如图 1.6 所示。）
- (4) 按 F2 键。（屏幕显示如图 2.8 所示。）
- (5) 移动指针 (>) 到 “Cal/Val Set”。
- (6) 按 SET/ENT 键。现在能选择 “Cal (Val) method” 项。
- (7) 用 键在 “Calibration 1to3” 选择，然后按 SET/ENT 键。运转模式变到 Run 开始校验。（如果运转模式选择是 Run，那么在已经完成流路测量后校验将开始执行。）

NOTE

取消校验(确认)指令，移动指针(>)到“Selection cancel”，然后按 SET/ENT 键。在检验量测量已经开始后，“Selection cancel”显示不正确的的信息。

- (8) 在校验流路和确定流路的测量数符合设定完成后，校验停止。
- (9) 按 F2 键 (Ope) 返回操作屏幕 (图 1.6)。

NOTE

假设在校验前测量状态在流路次序或流路里且运转模式是 Run，那么在校验重新会到以前状态后，运转模式变成 Run 来继续测量。如果运转模式是 Stop 或 Pause，那么在校验重新会到以前状态后，运转模式变成 Stop。

(3) 手动检验

- (1) 关于气瓶或槽和标准样气量连接，参考 2.4.1 节，“标准标气瓶或标气槽。连接”。
- (2) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。)
- (3) 按 F5 键 (Cmd)。(屏幕显示如图 2.9 所示。)
- (4) 移动指针 (>) 到 “Cal/Val Set”。
- (5) 按 SET/ENT 键。现在能选择 “Cal (Val) method” 项。
- (6) 用 键在 “Calibration 1to3” 内选择，然后按 SET/ENT 键。在 0~20s 内，采样置换变成预备状态。
- (7) 为手动采样系统的标准样气流路打开流路阀。
- (8) 调整采样系统限流器以便标准样气流量进入来进行置换。

NOTE

取消校验(确认)指令通过指针(>)到“ Selection cancel ”,然后按 SET/ENT 键。

- (9) 在置换已经完成,移动指针(>)到“ Cal (Val) start/stop ”。
- (10) 按 SET/ENT 键。现在能选择“ Cal (Val) method ”项。
- (11) 用 键选择“ Start ”,然后按 SET/ENT 键。在 0~20s 内,采样开始。
- (12) 在校验流路和确定流路的测量数符合设定完成后,采样置换变成预备状态。
- (13) 为手动采样系统的标准样气流路关上流路阀。
- (14) 按 SET/ENT 键来移动指针(>)到“ Cal start/stop ”。现在能选择“ Cal (Val) method ”项。
- (15) 用 键选择“ Stop ”,然后按 SET/ENT 键。在 0~20s,在校验重新会到以前状态后,运转模式变成 Stop。
- (16) 按 F2 键 (Ope) 返回操作屏幕 (图 1.6)。

3. 正常运转（连续过程采样测量）

应当在完成第 2 章描述的步骤，“启动”已经成功完成后，正常运转才执行。

3.1 流路顺序设定

出货时除非特别指定，流路顺序 1 的流路设定从流路 1 开始。对于改变指定参数，例如测量次数和流路的次序，改变设定在“Stream Sequence”里，参考 LCD 操作界面手册，IM 11B03A03-05C。

3.2 过程样气压力/流量范围设定

在每个流路的样气设定压力和流量按以下步骤。压力和流量设定，参考“Operation Date”。

- 假设是自动流路阀
 - (1) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。)
 - (2) 按 OPERATION 键。(屏幕显示如图 1.6 所示。)
 - (3) 按 F3 键。(屏幕显示如图 1.7 所示。)
 - (4) 移动指针 (>) 到“Str valve”。
 - (5) 按 SET/ENT 键。现在能输入流路数了。
 - (6) 给过程样气输入流路数（通常从 1 开始）
 - (7) 打开流路阀。
 - (8) 调整采样系统的限流器来设定过程样气的压力和流量。
重复第 (5) 到第 (8) 项来设定所有过程样气流路的压力和流路。
 - (9) 按 F2 键返回操作屏幕 (图 1.6)。
- 假设是手动流路阀
 - (1) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节，“如何操作 LCD 界面”。)
 - (2) 按 OPERATION 键。(屏幕显示如图 1.6 所示。)
 - (3) 按 F3 键。(屏幕显示如图 1.7 所示。)
 - (4) 移动指针 (>) 到“Str valve”。
 - (5) 按 SET/ENT 键。现在能输入流路数了。
 - (6) 输入“0”。
 - (7) 所有流路阀关上。
 - (8) 打开采样系统的流路阀来对流路手动测量。
 - (10) 按 F2 键返回操作屏幕 (图 1.6)。

3.3 开始操作

开始操作按以下步骤。假设运转模式不是 Stop，在做以下步骤前先把模式该成 Stop。

- (1) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节,“如何操作 LCD 界面”。)
- (2) 按 OPERATION 键。(屏幕显示如图 1.6 所示。)
- (3) 按 F1 键。(屏幕显示如图 2.3 所示。)
- (4) 移动指针 (>) 到 “ Str seq select ”。
- (5) 按 SET/ENT 键。现在能输入流路次序了。
- (6) 输入流路次序数。
- (7) 移动指针 (>) 到 “ Ope mode ”。
- (8) 按 SET/ENT 键。现在能选择 “ Ope mode ” 项
- (9) 用 键选择 “ Run ”, 然后按键 SET/ENT 键。运转模式变成 “ Run ”, 开始过程样气测量。
- (10) 按 F2 键返回操作屏幕 (图 1.6)。

3.4 结束操作

按以下步骤结束操作：

- (1) 选择 LOCAL 模式。(参考 1.2 节,“如何操作 LCD 界面”。)
- (2) 按 OPERATION 键。(屏幕显示如图 1.6 所示。)
- (3) 按 SET/ENT 键。现在能选择 “ Ope mode ” 项了。
- (4) 用 键选择 “ Stop ”, 然后按键 SET/ENT 键。在正在进行地测量结束后, 运转模式变成 Stop, 过程样气的测量结束。

IMPORTANT

操作结束后关掉电源, 按以下步骤做。在关掉电源时出现步骤疏忽能导致成分故障, 例如探测器和色谱柱。

- (1) 对于 FID, FID 附带甲烷转换器或 FPD 来说, 停止供应燃烧氢气或氮气和燃烧空气(也就是关上标气瓶的主阀)。在探测器显示 “ Flame out ”, 允许设备保持至少 4 小时。
- (2) 假设载气是氢气, 关掉恒温箱和色谱柱的加热器。关于关掉加热器的步骤, 参考 1.3 节, “如何检查各个部分的温度”。允许箱子保持至少 1 小时直到恒温箱和色谱柱的温度降下。
- (3) 关掉电源供应
保持载气的供应。

3.5 长时间停机的预防措施

当长时间停机时, 关掉电源并且停止空气供应, 要符合 3.4 节, “结束操作”。维持载气供应保持大约 1/10 压力。停止载气供应, 封闭每个出口线路以便设备用载气密闭起来, 然后关上载气瓶的主阀。



横河电机株式会社

YOKOGAWA

上海市吴江路 31 号东方众鑫大厦 22F

电话：021-53850086 传真：021-52110958
