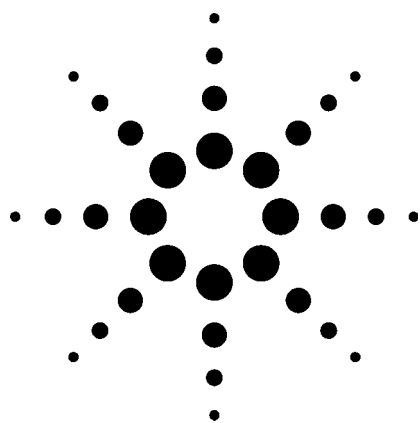


Agilent 6890N GC

现场培训教材



一、培训目的：

- 基本了解 6890N 硬件操作。
- 掌握化学工作站的开机，关机，参数设定，学会数据采集，数据分析的基本操作。

- 检测器：FID；TCD；ECD； μ ECD；NPD；FPD。
- 色谱柱：P/N 19091J-433，
HP-5 毛细柱：30 m x 320 μ x 0.25 μ
- 进样体积：1 μ l。

二、培训准备：

1、仪器设备：Agilent 6890N GC

- 进样口：填充柱进样口 (PIIP)；毛细柱进样口 (S/SL)；冷柱头进样口 (COC)；PTV 进样口。

2、气体准备：

- FID, NPD, FPD: 高纯 H₂ (99.999%), 干燥空气；
- ECD, μ ECD: 高纯 N₂ (99.999%)
- 载气, 高纯 N₂ (99.999%) 或高纯 He (99.999%)。



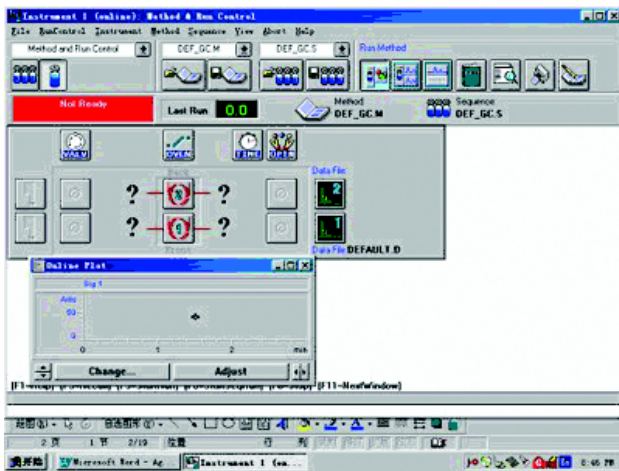
6890N/GC 化学工作站



基本操作步骤:

(一)、开机:

- 1、打开气源（按相应的检测器所需气体）。
- 2、打开计算机，进入 Windows NT（或 Windows 2000）画面。
- 3、打开 6890N GC 电源开关。（6890N 的 IP 地址已通过其键盘提前输入进 6890N）
- 4、待仪器自检完毕，双击 Instrument 1 Online 图标，化学工作站自动与 6890N 通讯，此时 6890N 显示屏上显示“Loading...”。进入的工作站界面如下图：

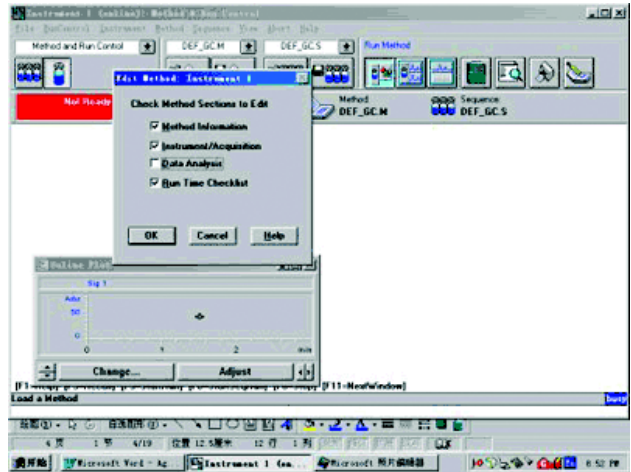


- 5、从“View”菜单中选择“Method and run control”画面，单击“Show top toolbar”，“Show status toolbar”，“Instrument diagram”，“Sampling Diagram”，使其命令前有“√”标志，来调用所需的界面。

(二)、数据采集方法编辑:

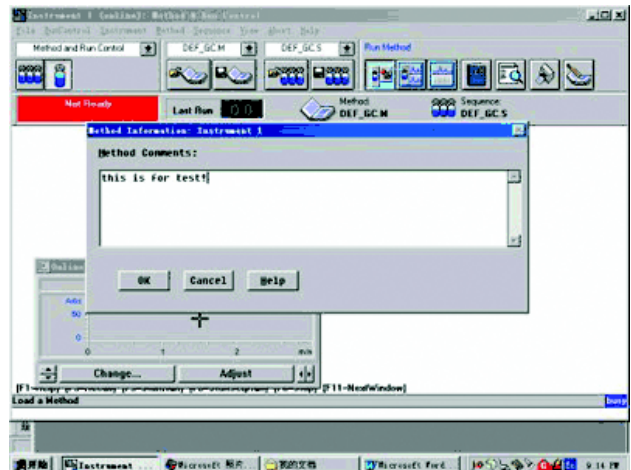
1、开始编辑完整方法:

从“Method”菜单中选择“Edit Entire Method”项，如下图所示，选中除“Data Analysis”外的三项，单击 OK，进入下一画面。



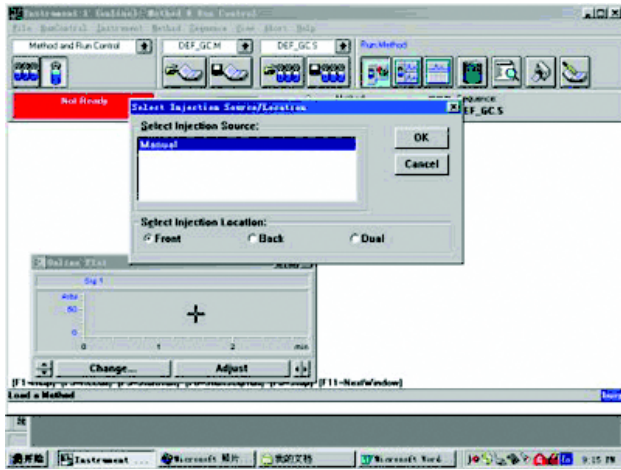
2、方法信息:

在“Method Comments”中输入方法的信息（如：方法的用途等），单击 Ok 进入下一画面。



3、进样器设置:

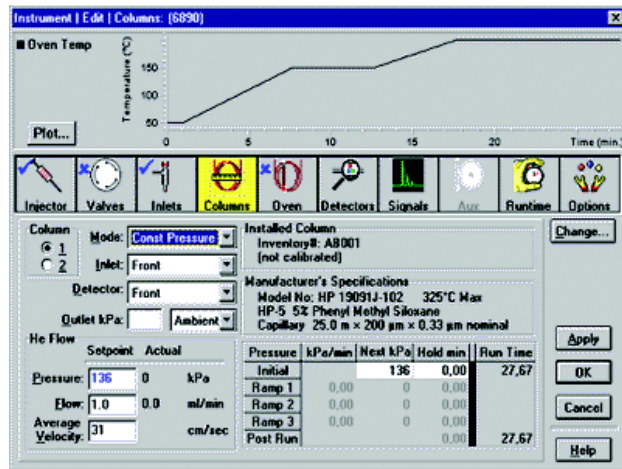
- 如果未使用自动进样器，则在“Select Injection Source/Location”画面中选择 Manual，并选择所用的进样口的物理位置 (Front 或 Back), 点击 Ok, 进入下一画面。



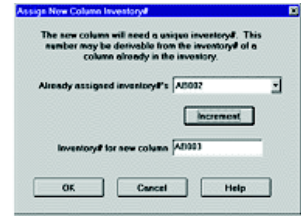
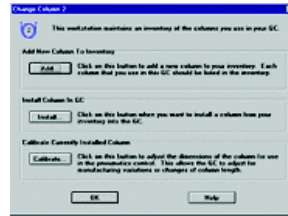
- 如使用自动进样器，则选择 GC Injector；若为气体阀进样，则选择 6890 GC Valve 同时选中阀的位号。

4、柱参数设定：

- 如下图，点击“Columns”图标，则该图标对应的参数显示出来。在“Columns”下方选择 1 或 2，然后单击“Change…” 钮。



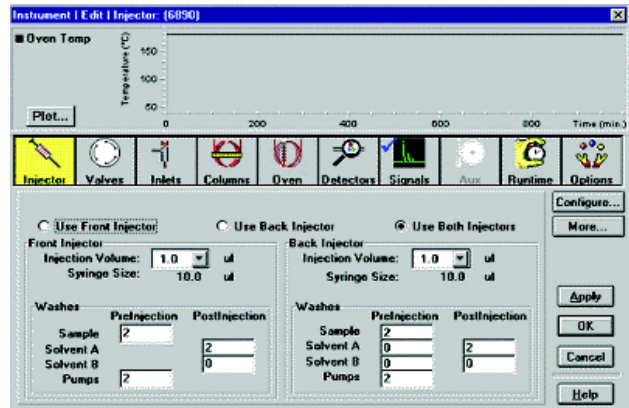
- 单击“Add” 钮，点击“Increment” 钮，点击 Ok，从柱子库中选择您的柱子，则该柱子的最大耐高温及液膜厚度显示在窗口下方，点击 Ok，点击“Install as col umn 1” 或 “Install as column 2”。（填充柱不定义）



- Mode — 选择合适的模式，恒压或恒流； Inlet — 柱连接进样口的物理位置； Detector — 柱连接检测器的物理位置； Outlet Psi — 选择 Ambient（连 MSD 则为真空）；
- 选择合适的柱头压、流速、线速度（三者只输一个即可）。点击“Apply” 钮。

5、进样器参数设定：

- 点击“Injector” 图标，进入设定画面。选中进样器的位置（如“Use Front Injector”，进样体积（如 1 μ l）
- Pre injection — 进样前，post injection — 进样后； Sample — 用样品洗针次数； Solvent A — 溶剂 A 洗针的次数； Solvent B — 溶剂 B 洗针的次数； Pumps — 赶气泡的次数，5-6 次左右即可。
- 点击“Apply” 钮。

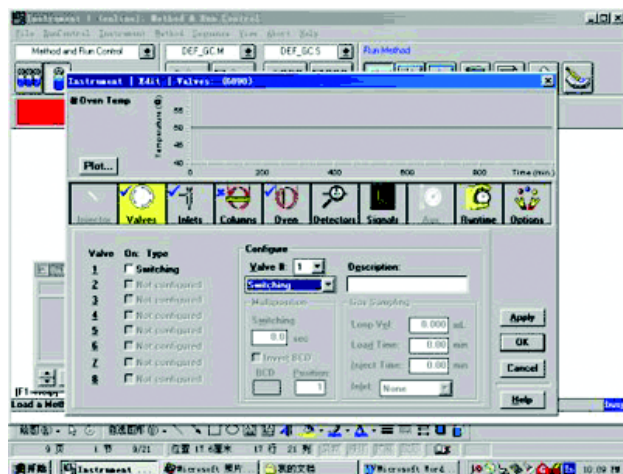


*** 若进样塔由前进样口改为后进样口，操作步骤：

- 1、关 6890N 电源。
- 2、将进样塔移到后进样口。将进样塔连线插到 6890N 后部相应的位置（Front/Back）。
- 3、开 6890N 电源重新识别自动进样器。

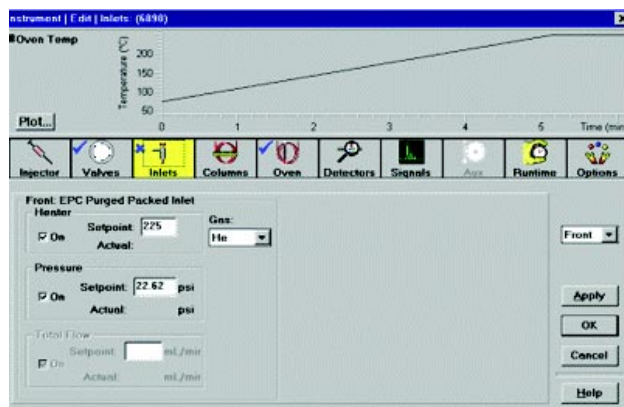
6、阀参数设定：

- 单击“valve”图标，进入阀编辑画面。
- 若阀由于气体进样，在 Configure 下选择“Swiching”，点击“Apply”钮。（仪器上有几个阀就选几个，与 Time Table 配合使用进行阀进样）。



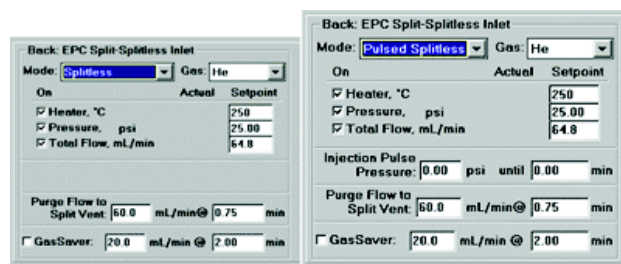
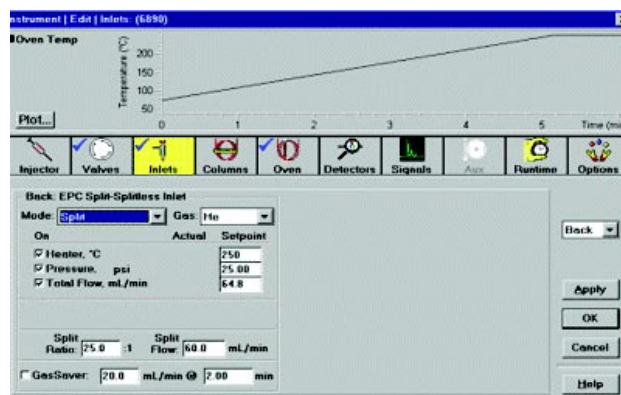
7、填充柱进样口参数设定：

- 单击“Inlets”图标，进入进样口设定画面。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（Front 或 Back）；
- 单击“Gas”下方的下拉式箭头，选择合适的载气类型（如 N2）；
- 在 Setpoint 下方的空白框内输入进样口的温度，进样口的压力（如 200℃，10 psi），然后点击 On 前面的方框，如图所示，点击“Apply”钮。



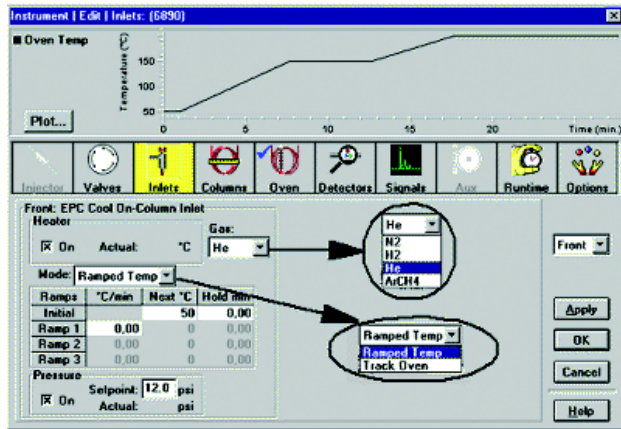
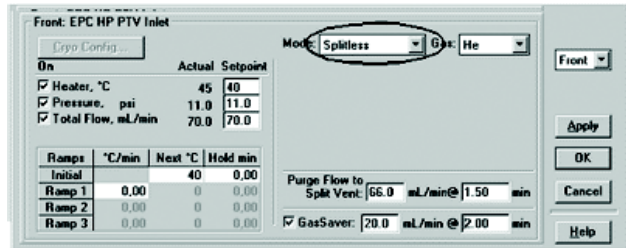
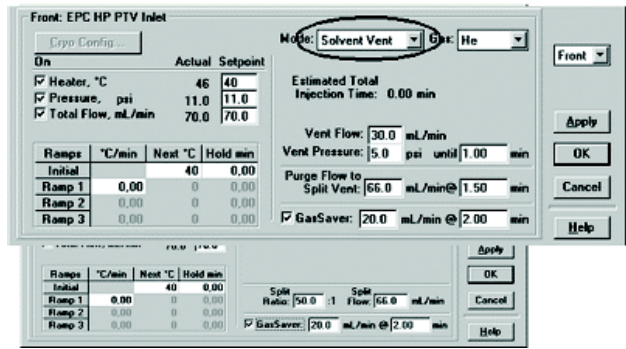
8、分流不分流进样口参数设定：

- 单击“Inlets”图标，进入进样口设定画面。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（Front 或 Back）；
- 单击“Gas”下方的下拉式箭头，选择合适的载气类型（如 N2）；
- 单击“Mode”下方的下拉式箭头，选择合适的进样方式（如不分流方式 Splitless，分流方式 Split），在“Set point”下方的空白框内输入进样口的温度，进样口的压力（如 200℃，15 psi），然后点击 On 下方的所有方框；
- 在“Split Vent”右边的空白框内输入吹扫流量（如 0.75 min 后 60 ml/min）；如图所示，点击“Apply”钮。（若选择分流方式，则要输入分流比）。



9、冷柱头进样口参数设定：

- 单击“**Inlets**”图标，进入进样口设定画面。单击“**Apply**”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（**Front** 或 **Back**）；
- 单击“**Gas**”下方的下拉式箭头，选择合适的载气类型（如 **N2**）；
- 单击“**Mode**”下方的下拉式箭头，选择合适的升温方式（如炉温跟踪 **Track Oven**，程升 **Ramped Temp**，其设置方式与柱温的设置类似）。
- 在“**Setpoint**”下方的空白框内输入进样口的压力（如 **15 psi**），然后单击 **On** 旁边的方框；如图所示，单击“**Apply**”钮。

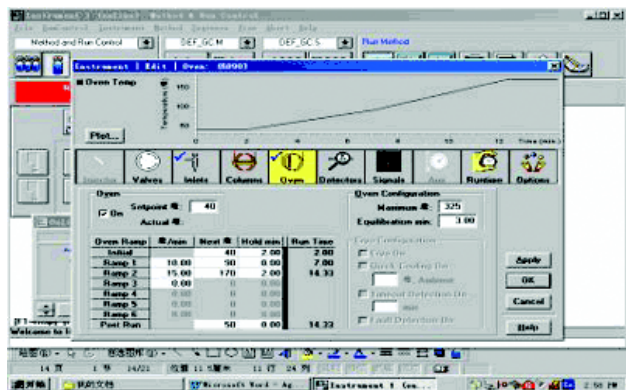


10、PTV 进样口参数设定：

- 单击“**Inlets**”图标，进入进样口设定画面。单击“**Apply**”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（**Front** 或 **Back**）；
- 单击“**Gas**”下方的下拉式箭头，选择合适的载气类型（如 **N2**）；
- 单击“**Mode**”下方的下拉式箭头，选择合适的进样方式（如不分流方式 **Splitless**，分流方式 **Split**）；
- 在“**Setpoint**”下方的空白框内输入进样口的温度，进样口的压力（如 **200 °C**，**15 psi**），然后单击 **On** 下方的所有方框；
- 在“**Split Vent**”右边的空白框内输入吹扫流量（如 **1.5 min** 后 **66 ml/min**）；如图所示，单击“**Apply**”钮。（若选择分流方式，则要输入分流比或分流流量，如 **50:1** 或 **66 ml/min**）。程升 **Ramped Temp**，其设置方式与柱温的设置类似）。

11、柱温箱温度参数设定：

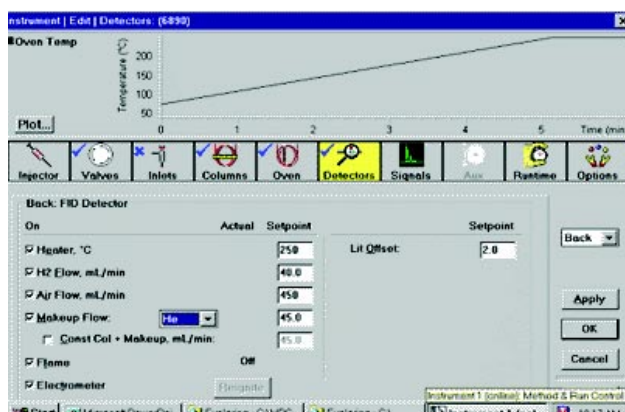
- 单击“**Oven**”图标，进入柱温箱参数设定。“**Setpoint**”右边的空白框内输入初始温度（如 **40 °C**），单击“**On**”左边的方框；**Ramp** — 升温阶次；**°C/min** — 升温速率；**Hold min** — 在 **Next °C** 保持的时间；也可输入柱子的最大耐高温、平衡时间（如 **325 °C**，**3 min**）；
- 下图为一程序升温的例子，单击“**Apply**”钮。
40 °C (2 min) — 10 °C/min — 90 °C (0 min) — 15 °C/min — 170 °C (2 min)



12、FID 检测器参数设定：

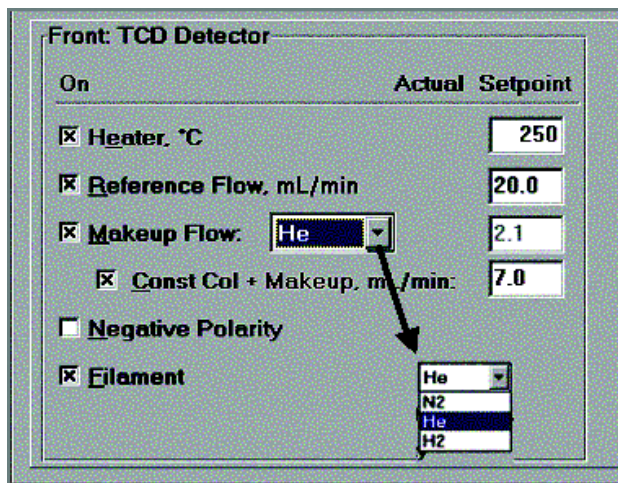
- 单击“Detector”图标，进行检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（Front 或 Back），
- 在“Setpoint”下方的空白框内输入：H2—33ml/min, air — 400ml/min；检测器温度（如300℃）；辅助气（如25 ml/min），并选择辅助气体的类型（如N2），并选中该参数，如图所示。
- Lit Offset — 点火下限值（2.0PA为缺省值），若显示信号小于输入值，仪器将自动点火，两次点不着，仪器将发生报警信息，并关闭FID气体。编辑完，点击“Apply”钮。

***注意: 此时必须在主机键盘上开启各气体及检测器。



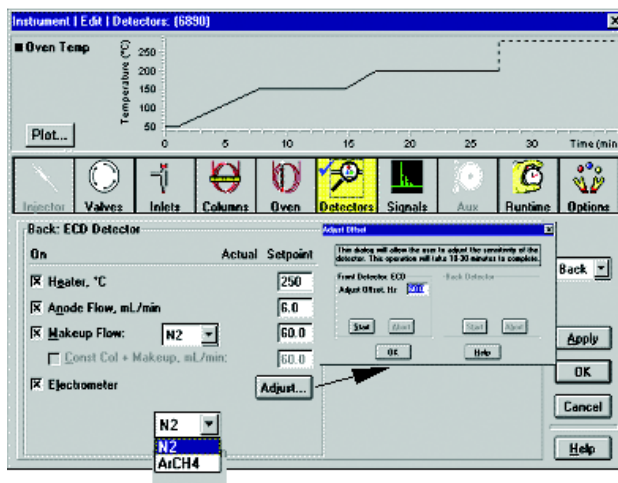
13、TCD 检测器参数设定：

单击“Detector”图标，进行检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（Front 或 Back），在“Set point”下方的空白框内输入：检测器温度（如300℃）；辅助气为40 ml/min（或辅助气及柱流量的和为恒定值（如40 ml/min）当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量，使到达检测器的总流量不变），并选择辅助气体的类型（如N2），选中该参数。Negative Polarity — 负极性，由被测物质与载气的热传导性决定；选中 Filament。如图所示。编辑完，点击“Apply”钮。



14、ECD 检测器参数设定：

- 单击“Detector”图标，进行检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（Front 或 Back），
- 在“Set point”下方的空白框内输入：检测器温度（如300℃）；辅助气为40 ml/min（或辅助气及柱流量的和为恒定值（如40 ml/min）当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量，使到达检测器的总流量不变），并选择辅助气体的类型（如N2），选中该参数。
- 选中 Electrometer，点击“Adjust”钮，输入检测器的输出值（如40HZ），点击 Start 钮，则仪器调整使输出为40HZ。
- ***注意：只有仪器稳定了才能调整。如图所示。编辑完，点击“Apply”钮。

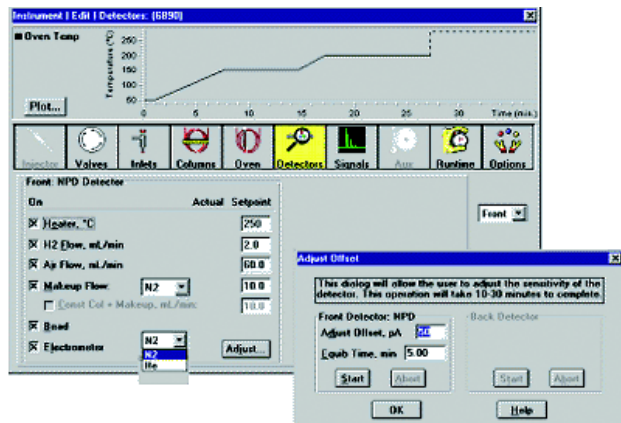


15、NPD 检测器参数设定：

- 单击“Detector”图标，进行检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（Front 或 Back），
- 在“Setpoint”下方的空白框内输入：H2 — 3 ml/min；air — 60 ml/min；检测器温度（如 300℃）；辅助气（如 10 ml/min，方式为：辅助气及柱流量的和为恒定值），并选择辅助气体的类型（如 N2），并选中该参数；
- 单击“Bead”及“Electrometer”左边的空白框；单击“Adjust…”按钮，输入“Adjust Offset”及“Equip Time”（如 30PA，0 min）

• *** 注意：预处理铷盐（Bead）非常重要：

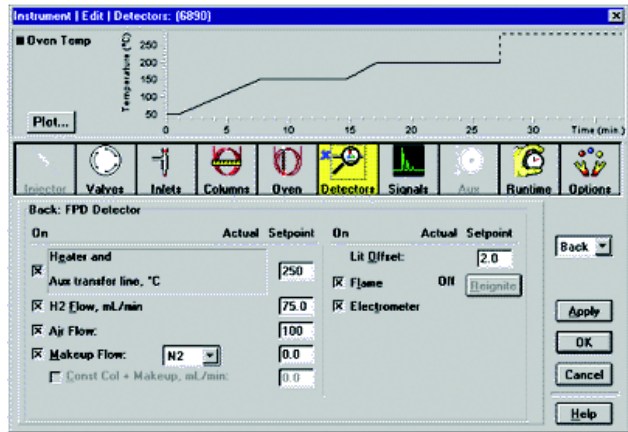
1. 检测器加热前，须先通载气、辅助气 15 分钟。打开 H2，Air，通 10 分钟后关闭。
2. 逐渐加热检测器，例如 100℃，10 min；150℃，10 min，200℃，10 min，… 300 - 320℃。
3. 打开 H2，Air，待仪器稳定了才能调整，点击 Start。如图所示。编辑完，点击“Apply”按钮。



16、FPD 检测器参数设定：

- 单击“Detector”图标，进行检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项（Front 或 Back），

- 在“Setpoint”下方的空白框内输入：H2 — 75 ml/min；air — 100 ml/min；检测器温度（如 250℃）；辅助气（如 25 ml/min），并选择辅助气体的类型（如 N2），或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 40 ml/min）当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量，使到达检测器的总流量不变），并选中该参数；
- 选中 Electrometer，及 Flame，点击 Reignite 按钮，则仪器自动点火，如图所示。Lit Offset — 点火下限值（2.0PA 为缺省值），若显示信号小于输入值，仪器将自动点火，两次点不着，仪器将发生报警信息，并关闭 FPD 气体，
- *** 注意：此时必须在主机键盘上开启各气体及检测器；编辑完，点击“Apply”按钮。

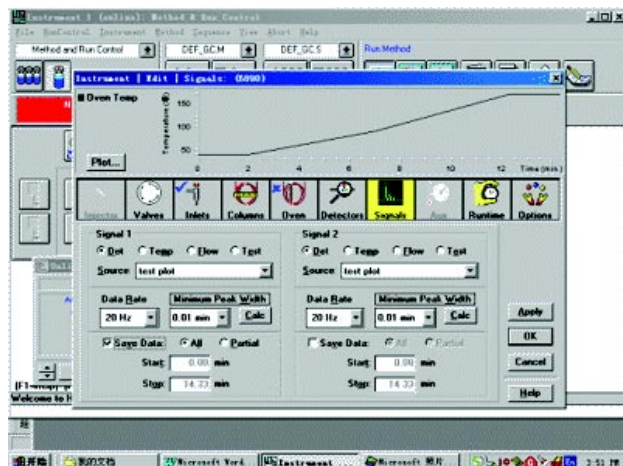


*** S，P 滤光片的更换步骤：

- A: 关闭检测器及相应的气体。
- B: 关 GC 电源。
- C: 移去 PMT 管，小心移去已有的滤光片。换上所需的滤光片（注意：滤光片上的箭头指向 PMT 管），装上 PMT 管。
- D: 开 GC 电源。

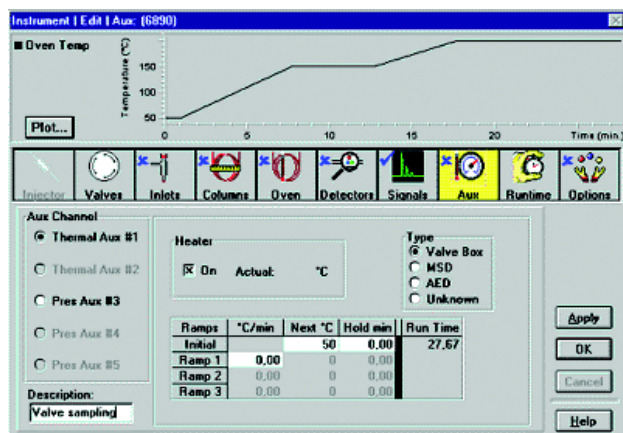
17、信号参数设定：

- 点击“Signals”图标，进入信号参数设定画面。
- 在 Signal 1 或 Signal 2 处选择 Det，在“Source”处选 Front Detector (如果 Front Detector 是所用检测器)；
- 选择 Save Data, 并选择 All 一 表示存储所有的数据。
- 点击“Data Rate”下方的下拉式箭头，选择数据采集数率 (如 20 HZ)，
- 点击“Apply” 钮。



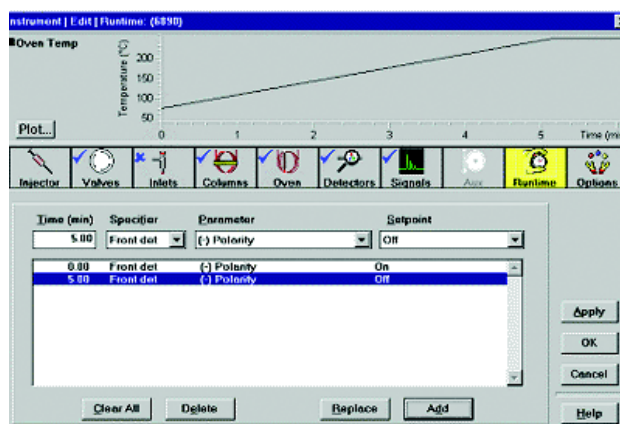
18、AUX 参数设定：

- 点击“Aux”图标，进行辅助参数设定。
- 点击“Type”下方的选项，选择辅助类型“如 Valve”，并选择 Aux Channel 号，并在“Set point”右方的空白框内输入设定值 (如 60℃)，选中该参数。
- 点击“Apply” 钮。

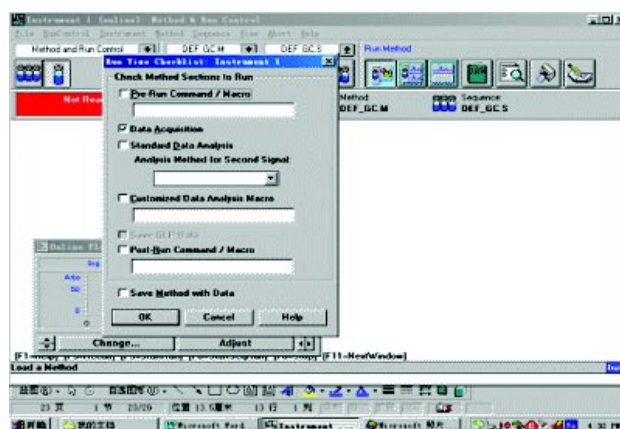


19、时间表设定：

- 点击“Time Table”图标，进入时间表参数设定。
- 在“Time”下方的空白处输入时间 (如 0.01 min)，点击“Specifier”下方的下拉式箭头，选中事件 (如 valve)；
- 点击“Parameter”下方的下拉式箭头，选中事件的位号 (如 1)；
- 点击“Setpoint”下方的下拉式箭头，选中事件的状态 (如 on)，
- 输入完一行，点击“Add” 钮。依此输入多行。点击“OK” 钮。



20、在“Run Time Checklist”中选中“Data Acquisition”，单击 ok。

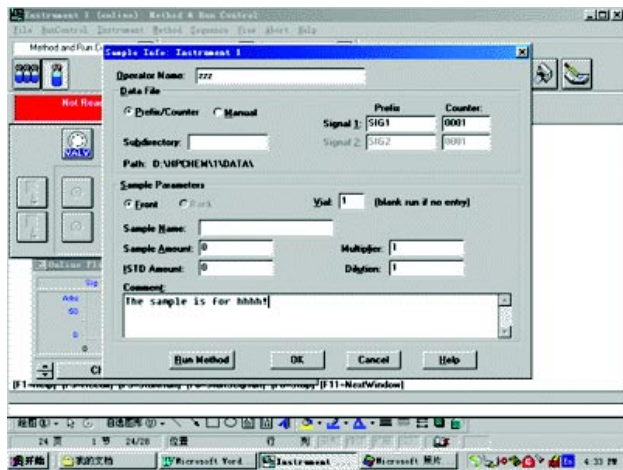


21、单击“Method”菜单,选中“Save Method As...”,输入一方法名,如“test”,单击OK。

22、从菜单“View”中选中“Online signal”,选中Windows 1,然后单击Change按钮,将所要的绘图信号移到右边的框中,点击ok。(如同时检测二个信号,则重复22,选中Windows 2)。

23、从“Run Control”菜单中选择“Sample Info...”选项,如上图所示,输入操作者名称(如zzz),在“Data file”中选择“Manual”或“Prefix”。

区别: Manual — 每次做样之前必须给出新名字,否则仪器会将上次的数据覆盖掉。Prefix — 在 prefix 框中输入前缀,在 Counter 框中输入计数器的起始位。



24、单击Ok,等仪器Ready,基线平稳,从Method菜单中选择“Run Method”,进样。

(三)、数据分析方法编辑:

1、从“View”菜单中,单击“Data analysis”进入数据分析画面。

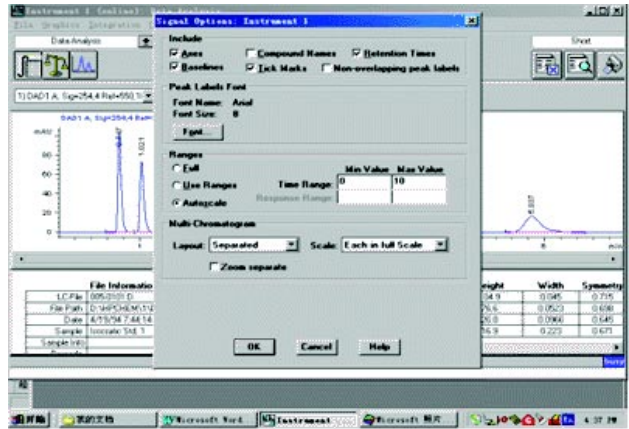
2、从“File”菜单中选择“Load Signal”选项,选中您的数据文件名,单击OK。

3、做谱图优化:

从“Graphics”菜单中选择“Signal Options”选

项,如下图所示;

从 Ranges 中选择 Auto scale 及合适的显示时间,单击ok 或选择 Use Range 调整。反复进行,直到图的比例合适为止。



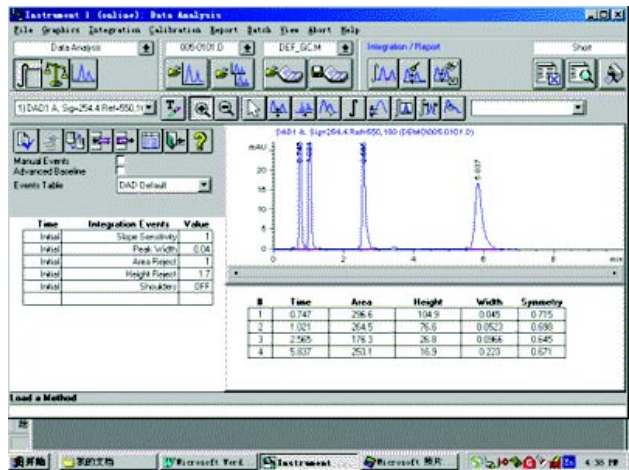
4、积分:

(1)、从“integration”中选择“Auto integrate”如积分结果不理想,再从菜单中选择“integration events”选项,选择合适的 Slope sensitivity, Peak Width, Area Reject, Height Reject。

(2)、从“integration”菜单中选择“integrate”选项,则数据被积分。

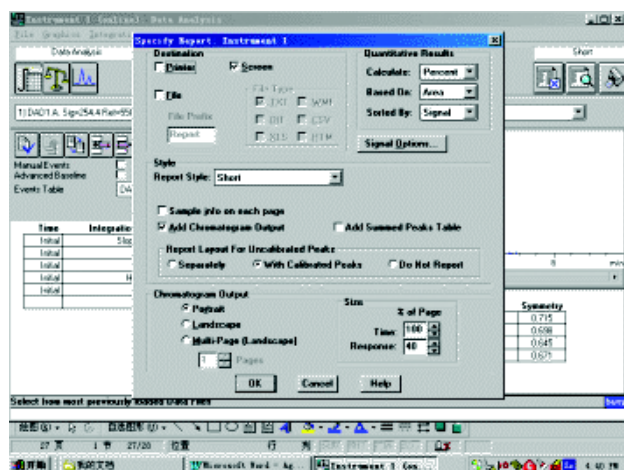
(3)、如积分结果不理想,则重复上两步动作,直到满意为止。

(4)、单击左边“√”图标,将积分参数存入方法。



5、打印报告：

- (1)、从“Report”菜单中选择“Specify Report”选项，进入如上画面。
- (2)、单击“Quantitative Results”框中 Calculate 右侧的黑三角，选中 Percent（面积百分比），其它选项不变。单击 Ok。
- (3)、从“Report”菜单中选择“Print Report”，则报告结果将打印到屏幕上，如想输出到打印机上，则单击 Report 底部的“Print”钮。



(四)、关机：

- 实验结束后，调出一提前编好的关机方法，此方法内容包括同时关闭FID/NPD/FPD/ECD/ μ ECD/TCD 检测器，降温各热源 (Oven temp, Inlet temp, Det temp)，关闭 FID/NPD/FPD 气体 (H₂, Air)；
- 待各处温度降下来后（低于 50℃），退出化学工作站，退出 Windows 所有的应用程序；
- 用 Shut down 关闭 PC，关闭打印机电源；
- 关 GC 电源，最后关载气。

(五)、注意事项：

- 1、柱老化时，勿将柱端接到检测器上，防止污染检测器；
- 2、柱老化时，请在室温下通载气 10 min 后，再老化，以防损坏柱子。
- 3、其它注意事项见说明书，或由现场工程师介绍。

本资料的内容、说明及指标如有更改，恕不另行通告。

© 安捷伦科技公司版权所有，2005 年

中国印刷
2005 年 9 月
5989-3984CHCN