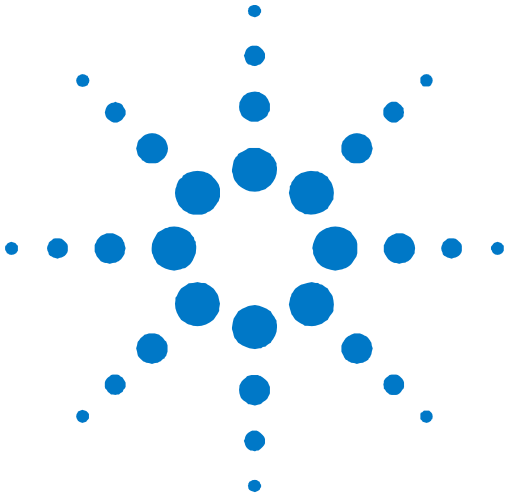


# Agilent 7667A小型热解析仪

## 安装和操作

Agilent Technologies

# 声明

© Agilent Technologies, Inc. 2012

按照美国和国际版权法的规定，未经 Agilent Technologies, Inc。事先同意和书面许可，不得以任何形式或采取任何手段（包括电子存储和检索或翻译成其他语言）复制本手册中的任何内容。

## 手册部件号

G4370-97030

## 版本

第一版， 2013 年 1 月
中国印刷

安捷伦科技 （上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路 412 号
联系电话：（800） 820 3278

## 担保

本手册内容按“原样”提供，在将来的版本中如有更改，恕不另行通知。而且，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 不对本手册及其所包含的信息做出任何明示或暗示的担保，其中包括但不限于对适销性和对具体用途适用性的暗示的担保。Agilent 不对因提供、使用或执行本文档或其中所包含的信息而造成的任何错误或任何意外或附带的损失承担责任。如果 Agilent 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

## 安全声明

**小心**

“小心”声明表示存在危险。它表 示在执行某个操作步骤或操作方法 时必须加以注意；如果操作不当或 没有遵守相应的规程，则可能会导 致产品损坏或重要数据丢失。请您 在完全理解小心声明并符合声 明中指定的条件后，再继续进行操作。

**警告**

“警告”声明表示存在危险。它表 示在执行某个操作步骤或操作方法 时必须加以注意；如果操作不当或 没有遵守相应的规程，则可能会导 致人身伤亡。请您在完全理解警告 声明并符合警告声明中指定的条件 后，再继续进行操作。

# 目录


1. 入门指南

7667A 小型热解析仪简介 7
熟悉小型热解析仪 7
小型热解析仪（Mini TD）的工作原理 10
G4370A 工作流程图 11
G4370M 工作流程图 15

2. 安装及操作

安装前准备 20
安装所需部件 20
安装所需工具 24
现场准备确认 24
更新 GC 固件版本 24
安装 **G4370A** 25
准备仪器 25
将不锈钢进样管安装在传输线中 26
将传输线连接到 7820A GC 分流/不分流进样口 29
电缆以及气路的连接 31
恢复 7820A GC 到可操作条件 31
安装 **G4370M** 32
准备仪器 32
在 5975T LTM GC/MSD 上安装 G4370M 32
电缆以及气路的连接 34
恢复 5975T LTM GC/MSD 到可操作条件 35
更换解析管 36
安装解析管 36
卸下解析管 37
与 Agilent 其他气相产品连接示意图 38
7667A 控制面板操作 39
电源开关和状态指示灯 39
运行键 39
菜单键、取消键和转盘 40
状态界面 41
创建方法 42
气体类型配置 45
调用/保存方法 46
查看日志 47

## 3. 首次启动

所需材料 **49**
老化解析管 **49**
设置校验方法 **50**
准备校验样品 **52**
运行校验方法 **52**
比较校验结果 **52**

## 4. 软件操作指南

开始前准备 **54**
OpenLAB ChemStation / EZChrom 操作 **54**
开始在线仪器 **54**
气体类型配置 **55**
参数设置 **55**
创建方法 **56**
保存方法 **59**
运行方法 **60**
创建序列 **61**
保存序列 **62**
运行序列 **63**
Masshunter 操作 **64**
开始在线仪器 **64**
气体类型配置 **64**
参数设置 **65**
创建/保存方法 **65**
运行方法 **65**
创建序列 **66**
保存序列 **67**
运行序列 **67**
在线帮助信息 68

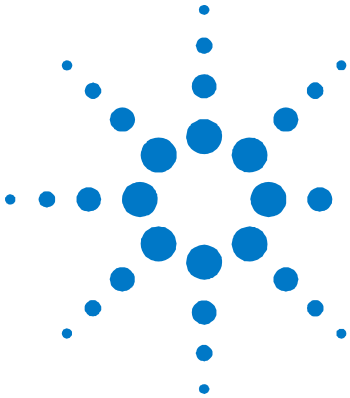
## 5. 日常维护

消耗品列表 **70**
更新 Mini TD 固件 **70**
更换进样针 **71**
安装进样针 **71**
卸下进样针 **73**
更换 O 圈和过滤膜 **74**
更换过滤器滤芯(G4370M) **77**
从传输线上卸下不锈钢进样管 **80**

## 6. 故障排除

症状 1：启动失败 82
症状 2：载气流量达不到设定值 82
症状 3：不出色谱峰 82
症状 4：色谱峰杂质较多 83
症状 5：漏气 83
症状 6：过载 83
错误消息 84

附录 85



# 1 入门指南

7667A 小型热解析仪简介 7
熟悉小型热解析仪 7
小型热解析仪（Mini TD）的工作原理 10
G4370A 工作流程图 11
G4370M 工作流程图 15

本节将帮助用户了解 7667A 小型热解析仪的基本用途和工作原理，以及两种不同类型仪器的使用范围

# 7667A 小型热解析仪简介

7667A 小型热解析仪（以下简称 Mini TD）是一款具有体积小，功耗低等特点的单级热解析仪（One Stage Thermal Desorber）。

**7667A** 有基本型（G4370A）和增强型（G4370M）两种类型。
基本型 (G4370A) 不带采样泵，适用于离线采样，主要与 7820A GC 连用。
增强型 (G4370M) 自带采样泵。可支持在线自动采集气体样品，主要与 5975T LTM GC/MSD 连用。

上述机型还可通过远程控制口（Remote）与 Agilent 其它气相产品连用。

# 熟悉小型热解析仪




**图 1**　　基本型小型热解析仪（G4370A）外观图




**图 2** 增强型小型热解析仪（G4370M）外观图

# 小型热解析仪（Mini TD）的工作原理

Mini TD 有三种操作模式，即采样模式、解析模式和老化模式。

**采样模式：**仅 G4370M 具有。采样模式包括了仪器测漏，在线采样，干吹，解析，进样，清洗六个过程。采样时仪器自带的采样泵将样品气抽取到 Mini TD 内部管路中，样品某些组分吸附在解析管上。*对于基本型 G4370A，采样任务是离线完成的。*

**解析模式：**解析模式包括仪器测漏，干吹，解析，进样，清洗五个过程。在线采样不包括在内。

**老化模式：**老化并不是样品分析过程中的一个环节。在长时间或者多次运行样品后，解析管效能可能会下降，需要采用较长时间的高温烘烤来清除解析管和仪器内的水汽和残留的污染物，使之恢复到较好的状态。

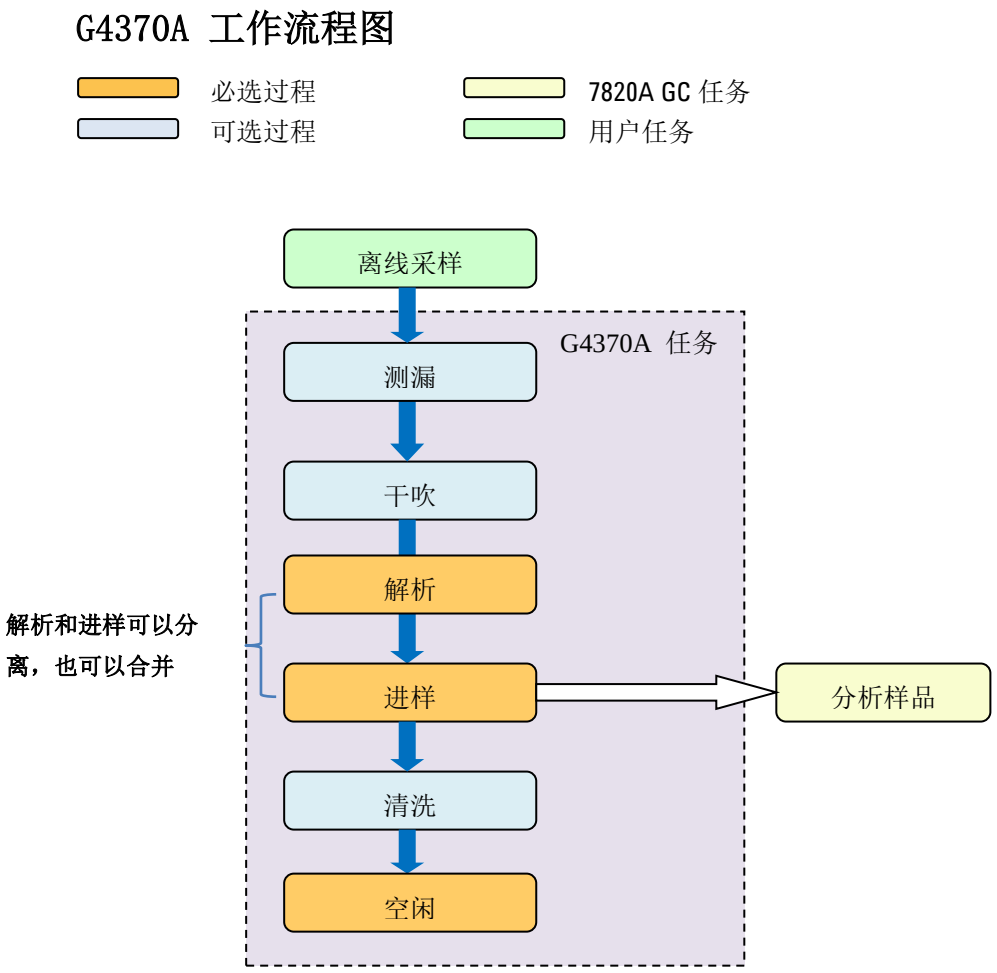



图 3　G4370A 工作流程图

测漏阶段。对于基本型 G4370A，此阶段发生在干吹阶段之前。

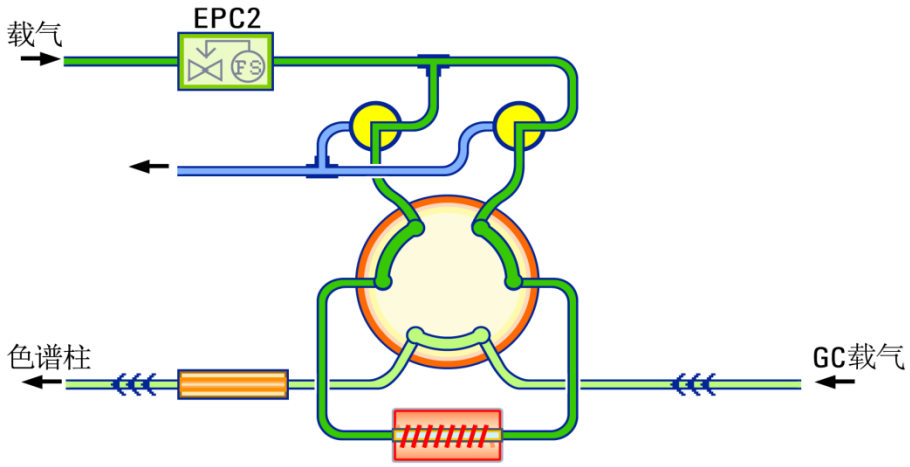



图 4　G4370A 测漏原理图

**干吹阶段：**干吹阶段在采样以及测漏（如果泄漏检测被开启的话）结束之后开始执行。 在此过程中 **载气** 将会被吹进管路中，管路中残留的空气以及未被吸附的样品会被吹出，从而在解析之前使解析管处于一种相对清洁的状态。请根据需要设定参数。请看原理图。

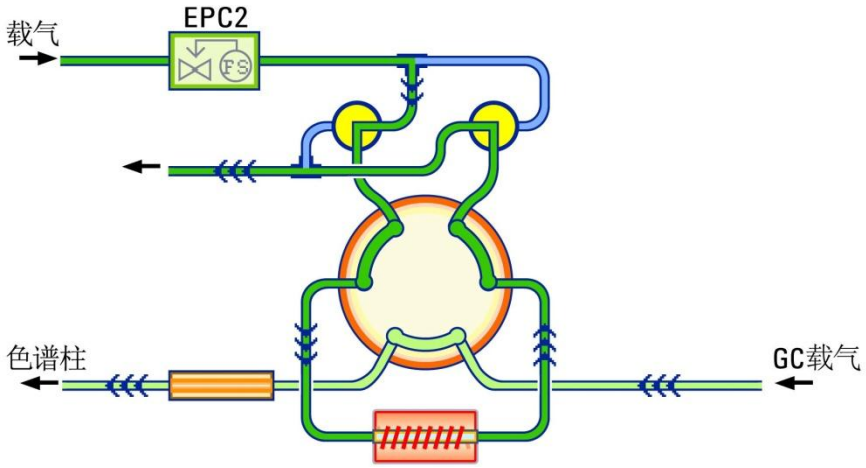



图 5 **G4370A** 干吹阶段原理图

**解析阶段 & 进样阶段：**通过设置进样开始时间选项可以选择分离或者是合并解析阶段和进样阶段。二者分离时：在解析阶段，仪器将在关闭吸附管中载气流量的情况下，对吸附管进行加热解析。此时由于吸附管处于近似密闭状态，受热解析出的组分会充满吸附管内的腔体中，等待进样。用户可以通过设置进样开始时间来设定解析阶段的时间。这种模式可以有效地减小轻质组分样品的色谱峰宽度，从而提高轻质组分分析的灵敏度。当解析阶段与进样阶段合并时，吸附管的温度阶升将与进样模式同时开始。吸附管内的组分会在解析的同时注射到色谱仪的进样口中。对于沸点较高的目标分析物，采用这种模式可以减小残留。

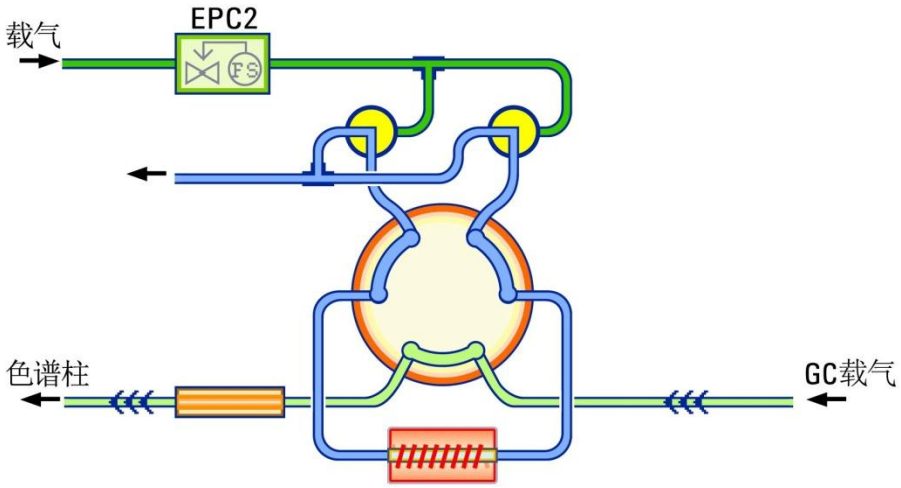



图 6 **G4370A** 解析阶段原理图

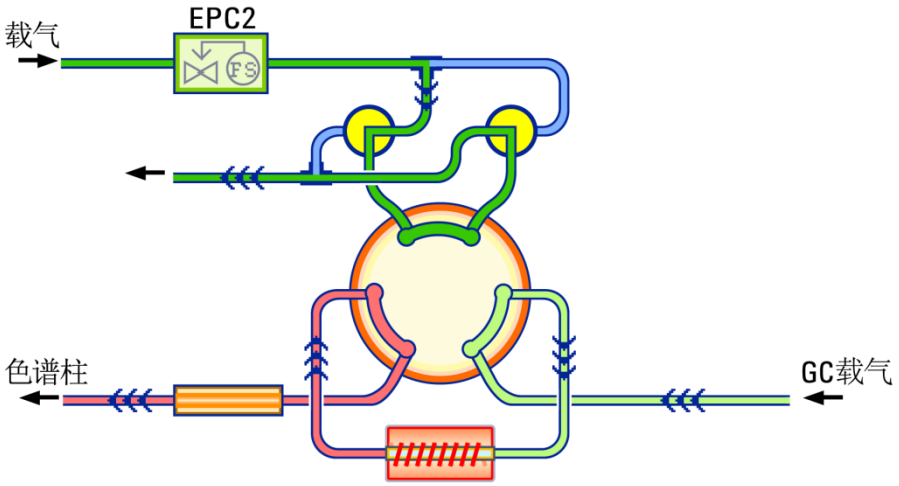



图 7 G4370A 进样原理图

清洗阶段是解析过程结束后，一些组份可能仍然残留在解析管中。为确保残留物不会影响后续分析，需要采用高温来清洗吸附管。与解析阶段相比，清洗阶段应持续更长时间（2 到 4 分钟），采用更大流量（150 到 200 mL/min）并且解析管加热到相当高的温度（320 °C 左右，具体参照本手册附录-解析管的使用说明，不超过解析管可以使用的最高温度）。

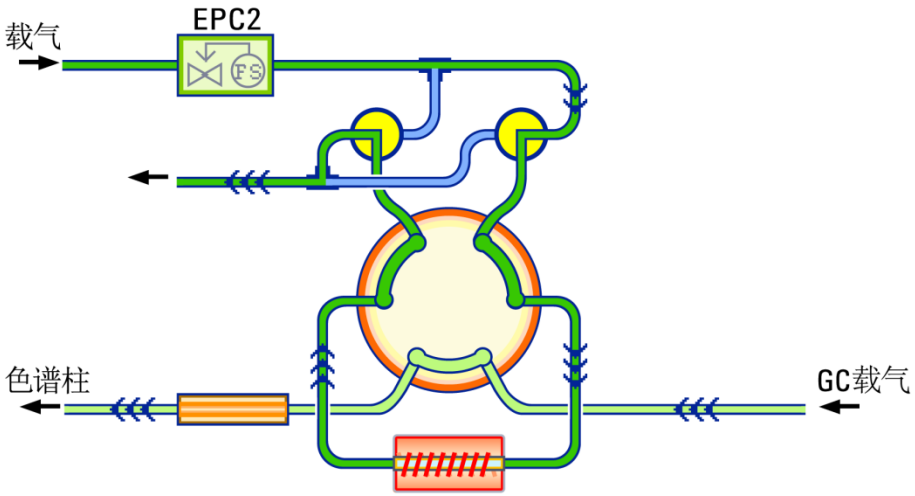



图 8 G4370A 清洗阶段原理图

空闲阶段原理图。

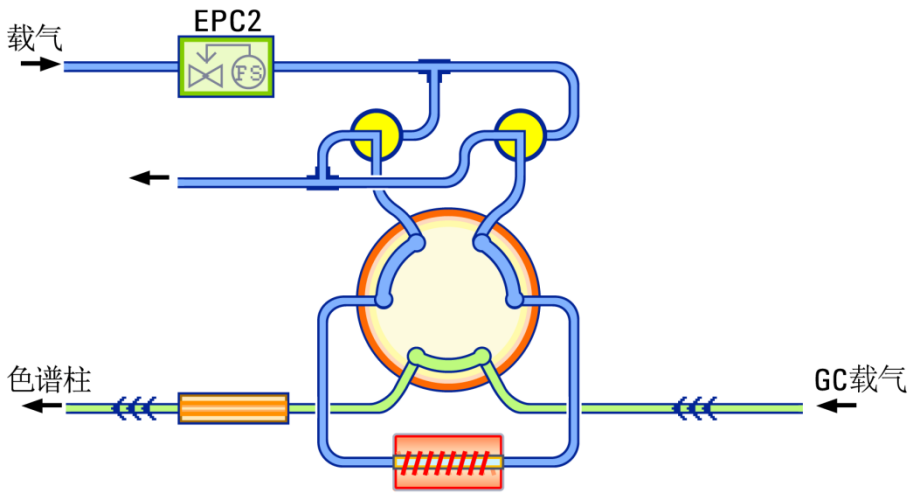



图 9 G4370A 空闲阶段原理图

## G4370M 工作流程图

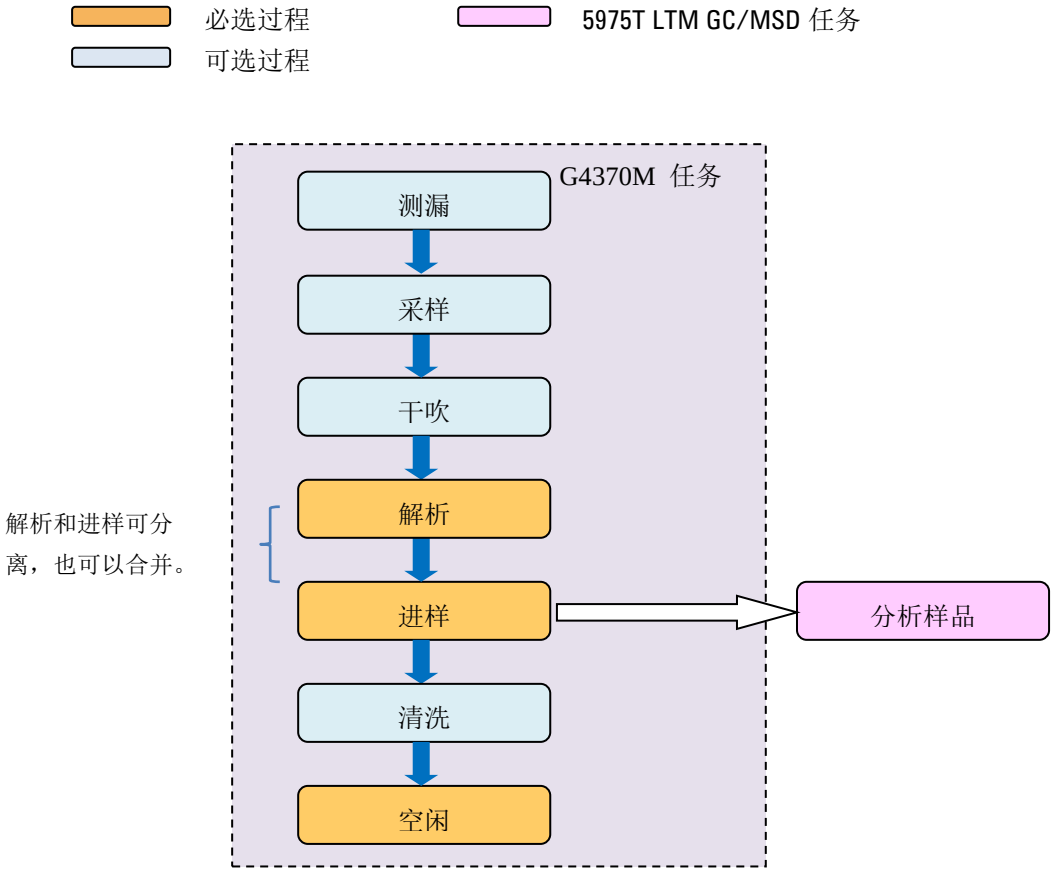



**图 10** G4370M 工作流程图

**测漏阶段**。对于增强型 G4370M。此阶段发生在采样阶段之前。

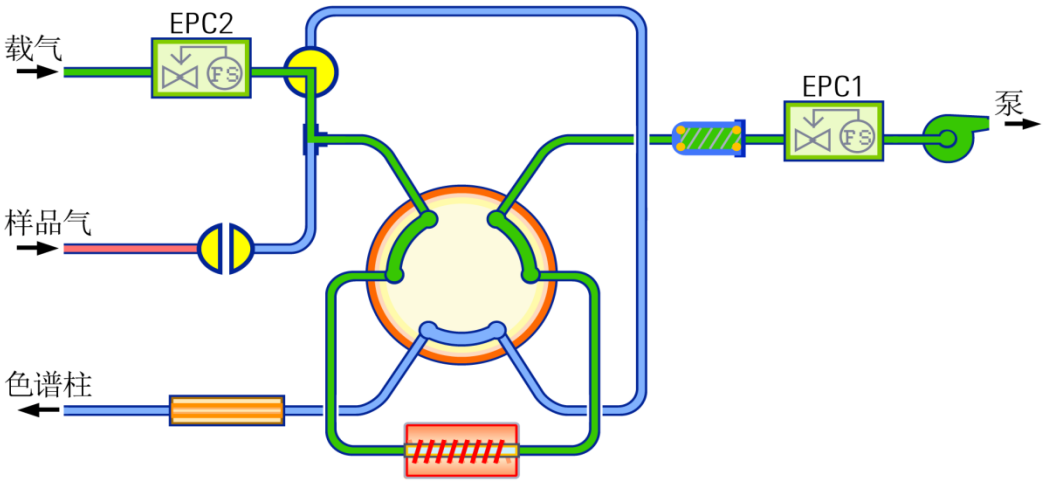



图 11 **G4370M** 测漏原理图

采样阶段：采样是小型热解析仪工作流程中的第一个状态，采样时内置采样泵可将气体样品抽取到管路中，目标组份吸附于解析管上。采样参数用来控制采样的持续时间和采样速度。

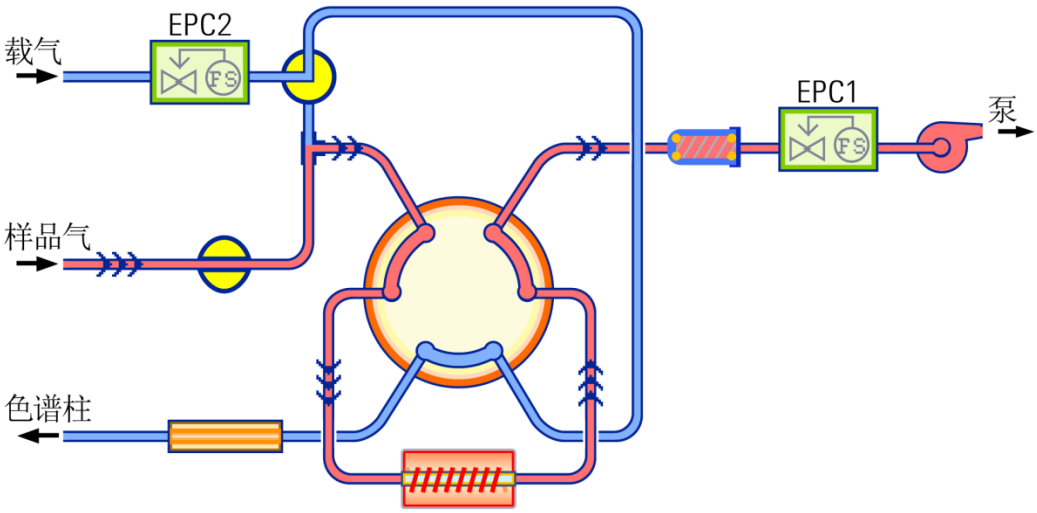



图 12　G4370M 采样阶段原理图

干吹阶段：干吹阶段在采样以及测漏（如果泄漏检测被开启）结束之后开始执行。 在此过程中 **载气** 进入管路中，管路中空气，水份以及未被吸附的样品会被吹出，在解析之前使解析管处于相对清洁的状态。请根据需要设定参数。

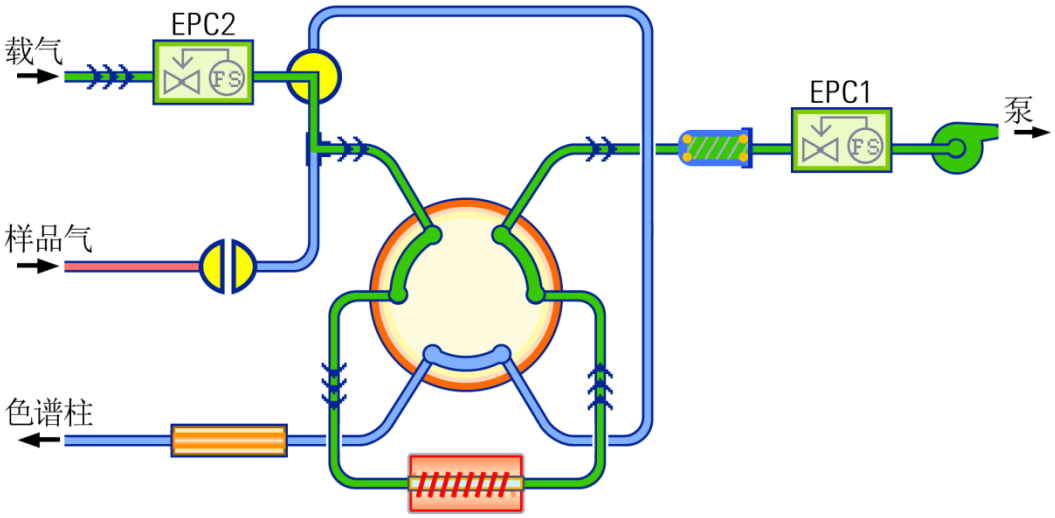



图 13　G4370M 干吹阶段原理图

**解析阶段 & 进样阶段：**通过设置进样开始时间选项可以选择分离或者是合并解析阶段和进样阶段。二者分离时：在解析阶段，仪器将在关闭吸附管中载气流量的情况下，对吸附管进行加热解析。此时由于吸附管处于近似密闭状态，受热解析出的组分会充满吸附管内的腔体中，等待进样。用户可以通过设置进样开始时间来设定解析阶段的时间。这种模式可以有效地减小轻质组分样品的色谱峰宽度，从而提高轻质组分分析的灵敏度。当解析阶段与进样阶段合并时，吸附管的温度阶升将与进样模式同时开始。吸附管内的组分会在解析的同时注射到色谱仪的进样口中。对于沸点较高的目标分析物，采用这种模式可以减小残留。

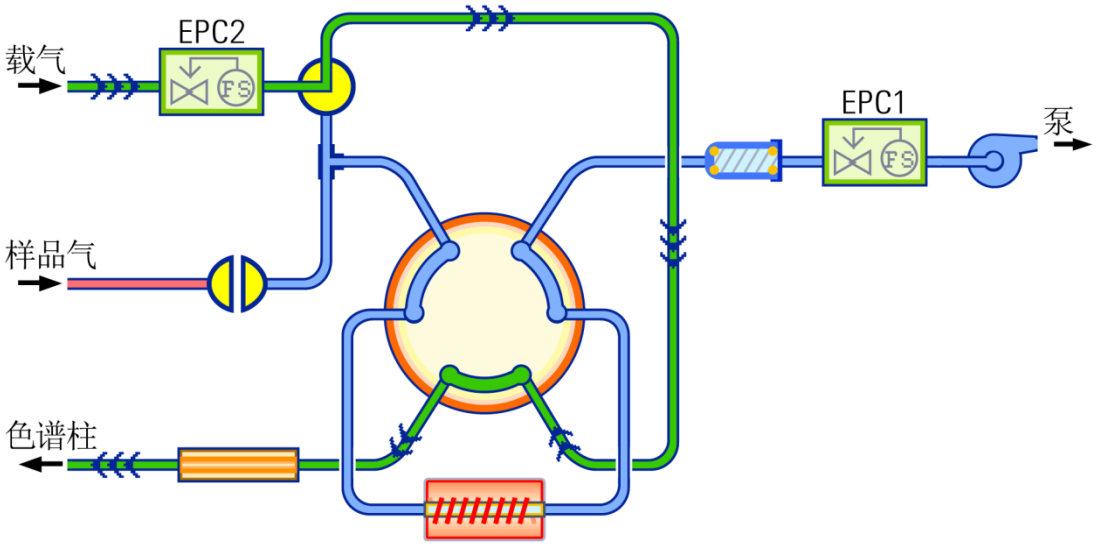



图 14　G4370M 解析阶段原理图

进样阶段原理图。

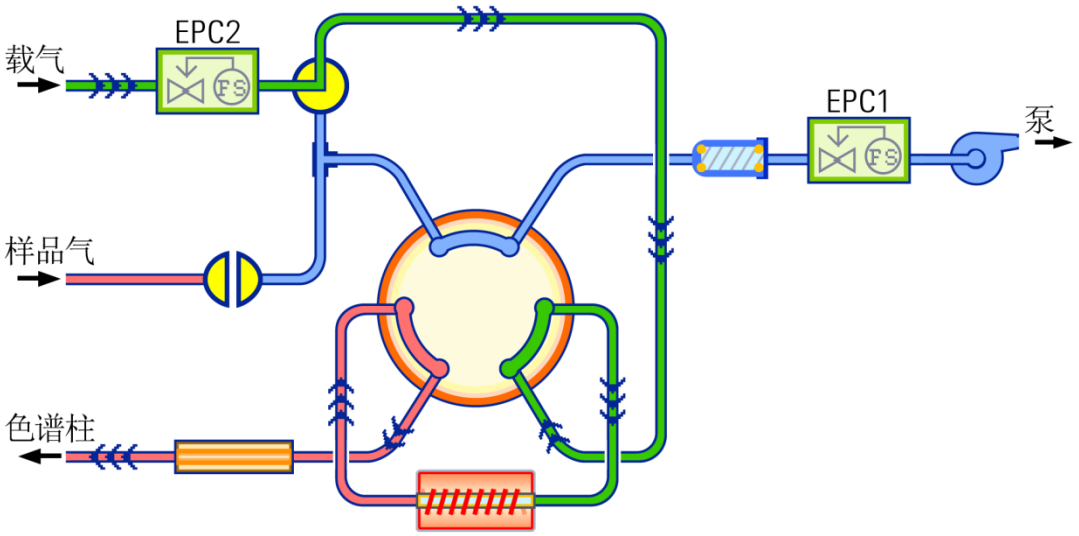



图 15　G4370M 进样阶段原理图

清洗阶段是解析过程结束后，一些组份可能仍然残留在解析管中。为确保残留物不会影响后续分析，需要采用高温来清洗吸附管。与解析阶段相比，清洗阶段应持续更长时间（2 到 4 分钟），采用更大流量（150 到 200 mL/min）并且解析管加热到相当高的温度（320 °C 左右，具体参照本手册附录-解析管的使用说明，不超过解析管可以使用的最高温度）。

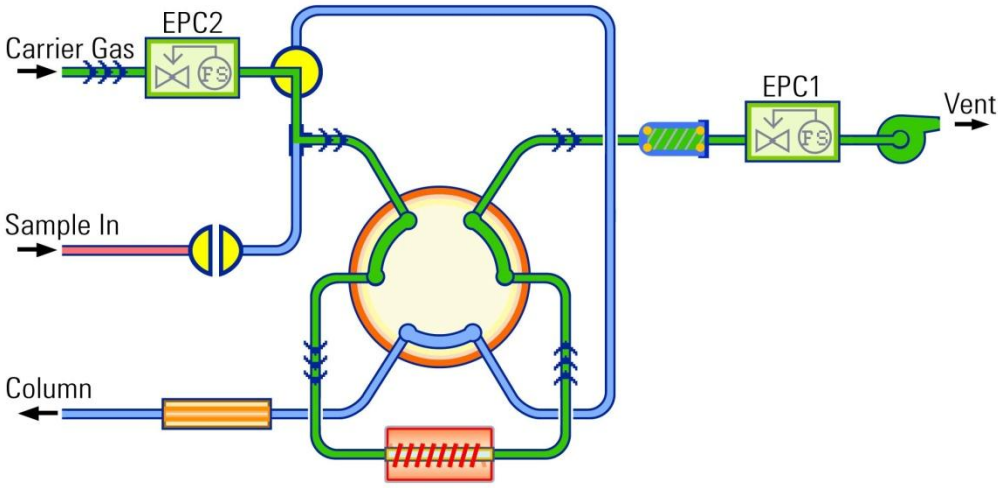



图 16　G4370M 清洗阶段原理图

空闲阶段原理图

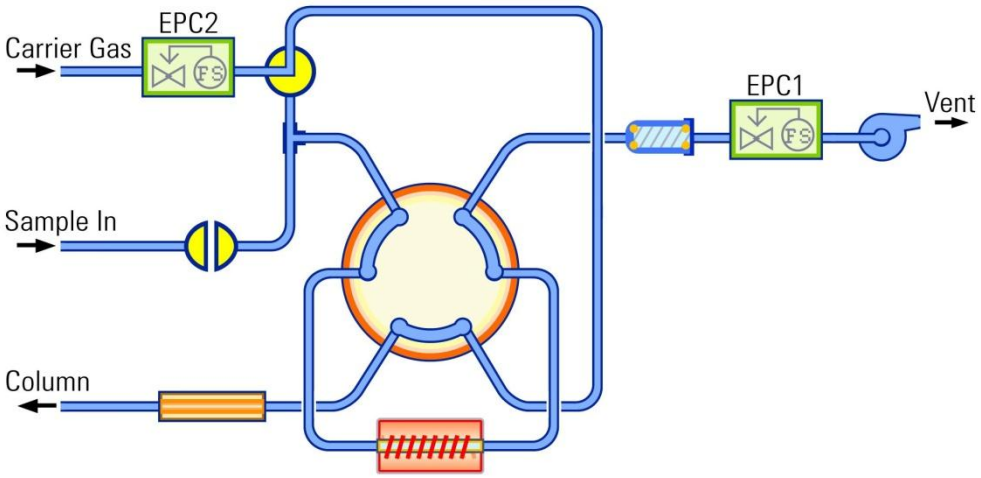



图 17　G4370M 空闲阶段原理图

样品重叠模式（仅适用于 G4370M）：G4370M 支持序列运行。通常情况下序列是依次执行的，即下一次的分析只有在前一次分析完全结束，并且 Mini TD 和 GC 都恢复到就绪和空闲状态时才能开始。而样品重叠模式可以在前一次 GC 分析仍在进行当中 Mini TD 开始为下一次样品分析做准备工作。***当 GC 运行周期长于 Mini TD 的运行周期时，样品重叠模式能极大的提高仪器使用效率***。

2

# 安装及操作

安装前准备 20
- 安装所需部件 20
- 安装所需工具 24
- 现场准备确认 24
- 更新 GC 固件版本 24

安装 **G4370A** 25
- 准备仪器 25
- 将不锈钢进样管安装在传输线中 26
- 将传输线连接到 7820A GC 分流/不分流进样口 29
- 电缆以及气路的连接 31
- 恢复 7820A GC 到可操作条件 31

安装 **G4370M** 32
- 准备仪器 32
- 在 5975T LTM GC/MSD 上安装 G4370M 32
- 电缆以及气路的连接 34
- 恢复 5975T LTM GC/MSD 到可操作条件 35

更换解析管 36
- 安装解析管 36
- 卸下解析管 37

与 Agilent 其他气相产品连接示意图 38

7667A 控制面板操作 39
- 电源开关和状态指示灯 39
- 运行键 39
- 菜单键、取消键和转盘 40
- 状态界面 41
- 创建方法 42
- 气体类型配置 45
- 调用/保存方法 46
- 查看日志 47

7667A的安装过程取决于所购买的系统组件和与Mini TD连用的仪器类型。请按照本节中与GC和小型热解析仪有关的步骤进行操作。

# 安装前准备

## 安装所需部件

表 1 **G4370A** 随机工具包提供的部件

| 描述 | 部件号 | 数量 |
|---|---|---|
| 不锈钢进样管部件 | G4370-60000 | 1 |
| 传输线支持组件 | G3504-60620 | 1 |
| O 圈 0.364-in-ID | 0905-1819 | 1（包） |
| 过滤膜 | MKI-U-DISK3 | 1（包） |
| 10ul 手动进样针 | 5190-1483 | 1 |
| Torx T10 螺丝刀 | 518203466 | 1 |
| 3/16*1/4 英寸开口扳手 | 8710-2697 | 1 |
| 管线切割器 | G4350-20120 | 1 |
| 1/16 英寸不锈钢接头 | 0100-0124 | 1 |
| 1/16 英寸不锈钢闷头 | 0100-0050 | 1 |
| 1/16 英寸不锈钢管 | G1544-20150 | 1 |
| 1/16 英寸不锈钢螺母 | 0100-0053 | 1 |
| 1/16 英寸不锈钢密封垫圈组 | 0100-1490 | 1 |
| 助力把手 | G4372-20048 | 1 |
| 解析管固定垫圈 | G4372-20049 | 1 |
| O 圈 0.239-in-ID | 0905-1820 | 2（包） |
| 传输线隔垫固定螺母 | G3452-60835 | |

表 2 **G4370M** 随机工具包提供的部件

| 描述 | 部件号 | 数量 |
|---|---|---|
| O 圈 0.239-in-ID | 0905-1820 | 2（包） |
| O 圈 0.364-in-ID | 0905-1819 | 1（包） |
| 过滤膜 | MKI-U-DISK3 | 1（包） |
| 10ul 手动进样针 | 5190-1483 | 1 |
| Torx T10 螺丝刀 | 51820-3466 | 1 |
| 3/16*1/4 英寸开口扳手 | 8710-2697 | 1 |
| 进样针组件 | G4372-60015 | 1 |
| 安装杆组件 | G4370-60010 | 2 |
| 管线切割器 | G4350-20120 | 1 |
| 小型热解析仪随机工具包 | G4370-80001 | 1 |
| 助力把手 | G4372-20048 | 1 |
| 解析管固定垫圈 | G4372-20049 | 1 |

表 3 其他部件

| 描述 | 部件号 | 数量 |
|---|---|---|
| 1/8″ 铜管 | G1530-61100 | 1 |
| 10 ml 乙酸乙酯 | G4370-85002 | 1 |
| 7667 电源适配器 | 0950-5534 | 1 |
| RS-232 自动进样电缆 | G4370-61207 | 1 |
| APG 远程同步电缆 | G4370-61208 | 1 |
| 工具光盘 | G4600-64006 | 1 |



7667 电源适配器（部件号 0950-5543）



RS232 自动进样电缆（部件号 G4370-61207）



APG 远程同步电缆（部件号 G4370-61208）



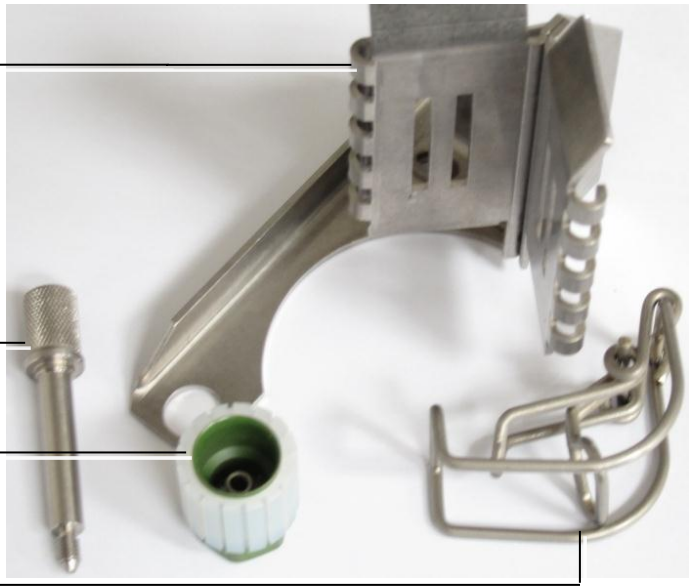
O 圈 2-010（在部件号 0905-1820 包装袋中）

O 圈 2-012（在部件号 0905-1819 包装袋中）



过滤膜（部件号 MKI-U-DISK3）

## G4370A 安装部件




传输线支持组件（部件号 G3504-60620）

## G4370M 安装部件

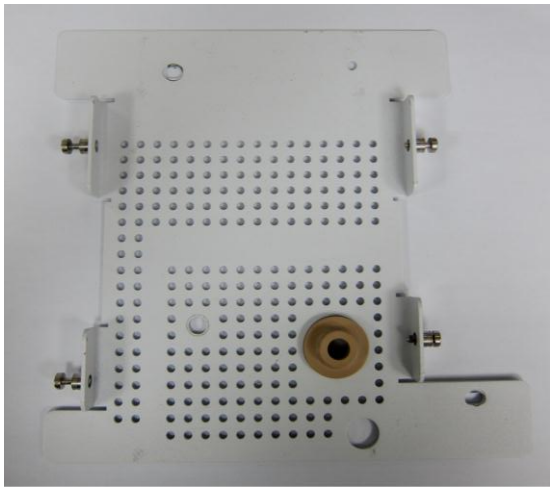
安装杆
(部件号G4370-20456)
在 7667A 底座附件
（G4368-64000）中

手指安装杆
(部件号 G4370-60020)
在 7667A 底座附件
（G4368-64000）中





连接板
(部件号 G4370-20600）
在 7667A 底座附件
（G4368-64000）中



底部支架（部件号 G4370-60650）
在 7667A 底座附件（G4368-64000）中



进样针组件（部件号 G4372-60015）

## 安装所需工具

- T-10 螺丝刀（部件号 5182-3466）
- 1/4 -3/16 开口扳手（部件号 8710-2697）
- 管线切割器 （部件号 G4350-20120）
- 精密 1/16 管线切割器（用于 G4370A，部件号 5190-1442，维修工程师准备）
- T-20 螺丝刀 （用于 G4370M，部件号 5182-3465，用户或维修工程师准备）
- 色谱柱切割片（用于 G4370A，部件号 5181-7487，用户或维修工程师准备）
- 7/16 扳手（用户或维修工程师准备）
- 5/16 扳手（用于 G4370A，用户或维修工程师准备）

## 现场确认准备

验证并确保安装场地已经按照《现场准备》手册的要求准备就绪。合适的工作台，电源及插座，气源，捕集阱（traps）和必须的工具等，都已准备就绪。

## 更新 GC 固件版本

Mini TD 要求 7820A GC 固件版本为 A.01.12.004 或以上。5975T LTM GC/MSD 固件版本为 A.03.04.004 或以上。 如果用户正在使用的固件版本低于上述版本，请更新固件到最新版本（用户可以从 Agilent 网站 **www.agilent.com/chem** 下载最新的固件版本，或与本地的 Agilent 销售联系）。

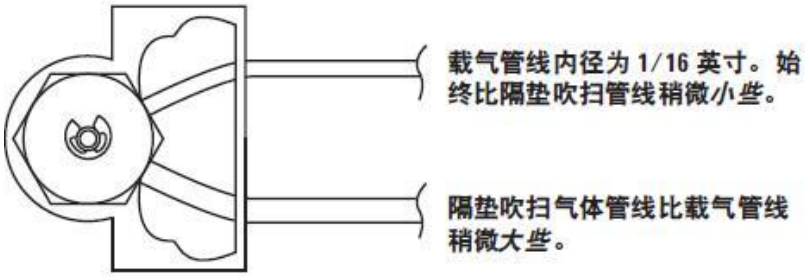
# 安装 G4370A

## 准备仪器

此过程说明如何为安装 G4370A 准备 Agilent **7820A GC**。

**警告** **7820A GC 进样口可能很热，会造成烫伤。应先将进样口冷却到环境温度，然后再开始工作**。

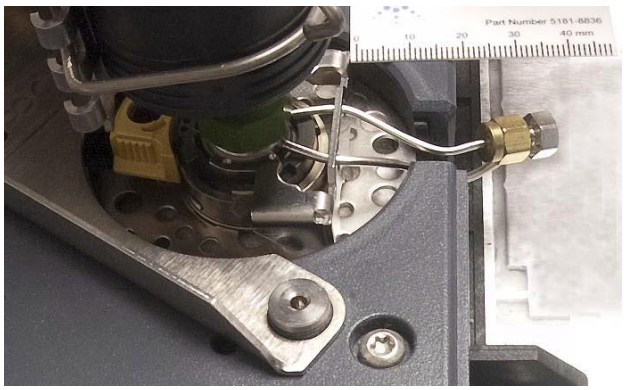
1. 先将GC的进样口，检测器，柱温箱温度设置为室温。
2. 关闭所有气源。
3. 请卸下自动进样器以及进样器固定柱。
4. 找到进样口载气管线（从进样口 EPC 模块连接到进样口，通常在柱箱顶部的进样口载气盖板旁边）。对于分流 / 不分流进样口，还有一根不锈钢隔垫吹扫排气管。隔垫吹扫排气管直径较大，连接到 EPC 模块上的隔垫吹扫出口。




5. 使用 1/16 精密管线切割器（部件号 5190-1442）在距离隔垫约 3 至 5 厘米处切下连接到进样口的载气管线。

**小心** **尽量整齐地切下管线。应避免使管线扭曲。避免使管线变形。 切口不能有斜边或斜角**。

6. 使用随机工具包中提供的闷头（部件号 0100-0050），将进样口载气管线隔垫端封住。



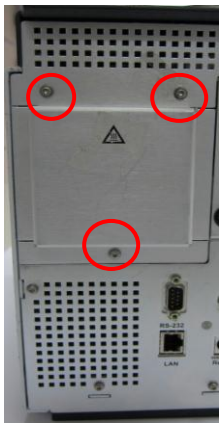
7. 将 1/16 英寸外螺纹两通（部件号 0100-0124）的一端连接到进样口 EPC 模块的载气管线的开口端。

**注意** **完成后，应能够重新组装原始载气流路，方法是从插头取下闷头， 然后连接管线的两端。**

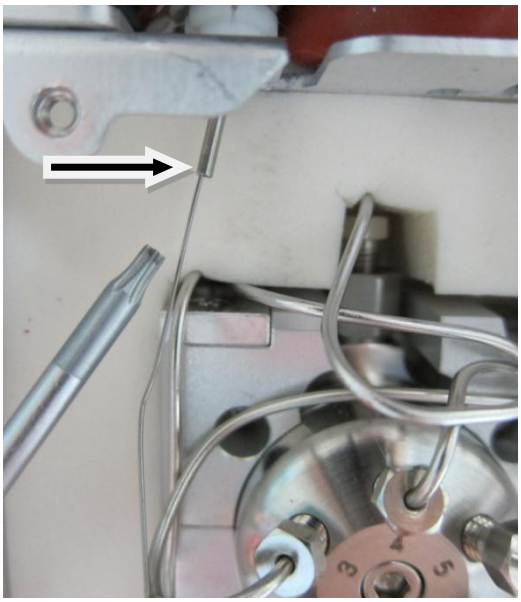
8. 将两通的另一端连接到 1/16 英寸不锈钢管线（部件号 G1544-20150）的一端。
9. 用 1/16 英寸螺母（部件号 0100-0053）和密封垫圈（部件号 0100-1490）将 1/16 英寸不锈钢管线的另一端连接到 G4370A 上的 1/16 英寸**载气**接头。
10. 检测前进样口是否有泄露。具体操作步骤请参考**《7820A 气相色谱仪故障排除》**

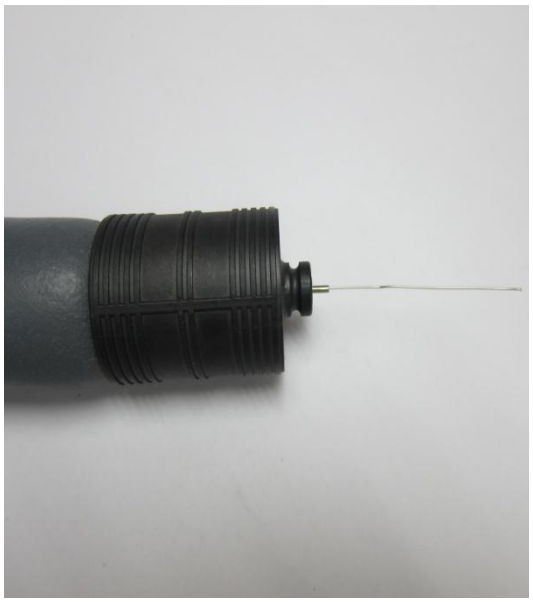
## 将不锈钢进样管安装在传输线中

1. 冷却 G4370A 加热区温度至安全操作温度。
2. 卸下图中 3 个螺钉，取下阀箱盖板和保温棉。

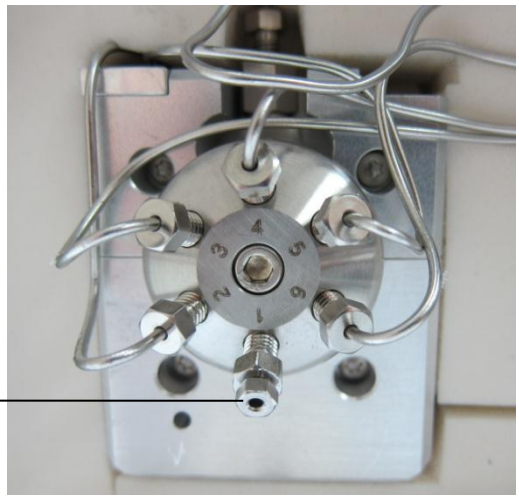


3. 解开约 1 米长的不锈钢进样管（G4370-20039）。从靠近六通阀的一端开始，轻轻将管线穿过传输线，直到其从另一端露出。

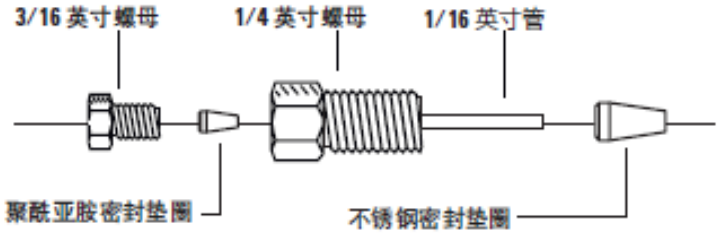




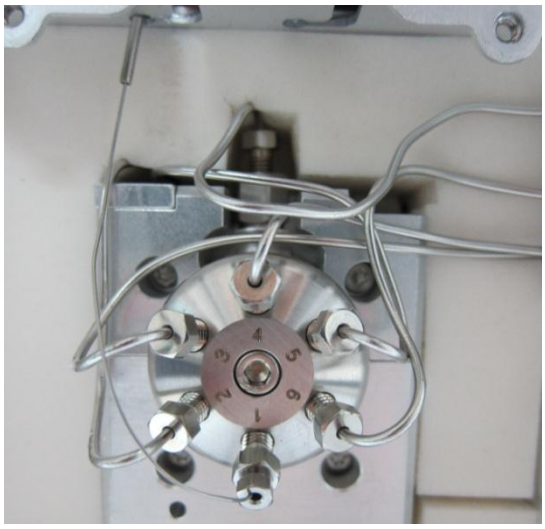
4. 用 1/4 英寸开口扳手卸下图示中阀口 1 上的 Fitting-internal Reducer 1/16 to 1/32-in（部件号 0100-2594），保存好以备将来使用。



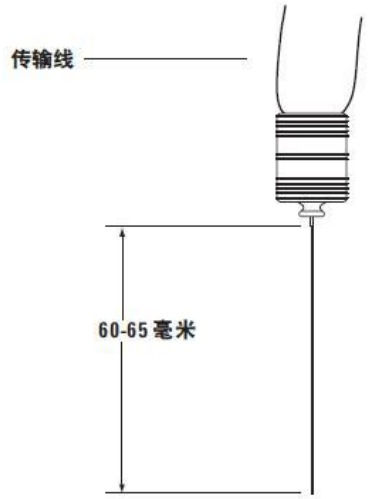
5. 将不锈钢进样管按图示装配。




6. 将不锈钢进样管安装到阀口 1。用手拧紧，再用 1/4 -3/16 口扳手拧紧。



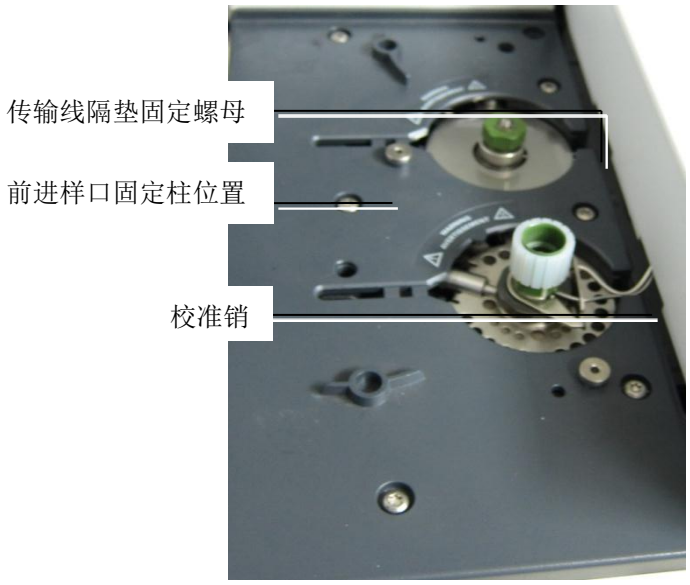
7. 从传输线的进样口端拉出不锈钢进样管，调节不锈钢进样管在阀箱内长度。
8. 用色谱柱切割片（部件号 5181-7487）修剪不锈钢进样管的 GC 进样口端长度，约伸出传输线外 60 至 65 毫米。



# 将传输线连接到 7820A GC 分流/不分流进样口

**小心** **应佩戴干净的不含棉绒的手套，以防止部件沾上灰尘和皮肤分泌物。**

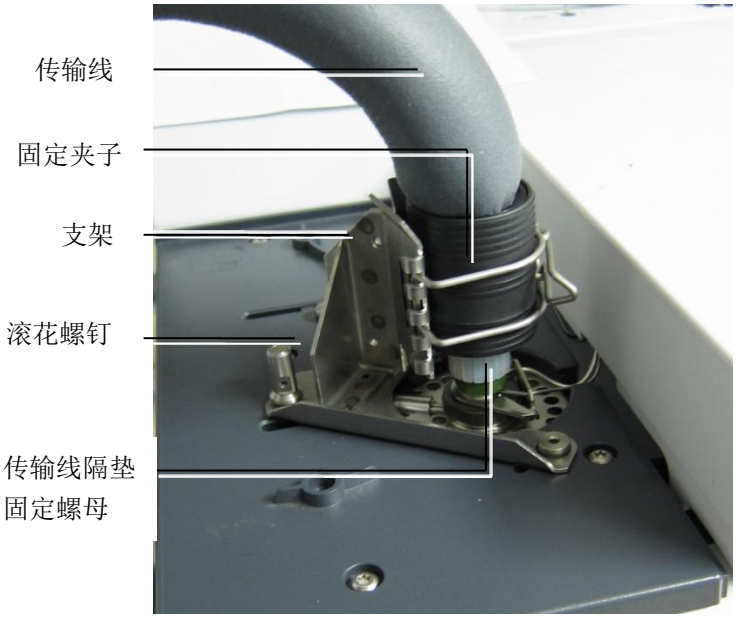
1. 将 G4370A 放在 7820A GC 的左侧。
2. 用传输线隔垫固定螺母替换原来进样口上的隔垫螺母。
3. 将传输线组件中的支架放在前进样口载气盖板上。支架中的两个定位孔分别与前进样器固定柱位置和校准销对齐。请参见下图。




支架安装的位置，图示为 7820A 进样口载气盖板

4. 找到 Mini TD 随机工具包中传输线支持组件（部件号 G3504-60620）的滚花螺钉。
5. 将滚花螺钉插入进样器固定柱位置中，用手拧紧。
6. 将传输线的尖端插入进样口。
7. 安装传输线后，需固定传输线。

8. 将固定夹子装到支架上。调整夹子位置，使传输线支撑在 GC 上方尽可能高的位置，如图中所示。




安装到 7820A 进样口上的传输线

## 电缆以及气路的连接

1. 连接电源适配器电缆线（部件号 0950-5534）。
2. 将 RS-232 ALS 电缆（G4370-61207）分别连到 G4370A 的串行通讯口和 7820A GC 的 ALS 控制模块（Front 端口）。
3. 按图 18 所示连接相关气路。

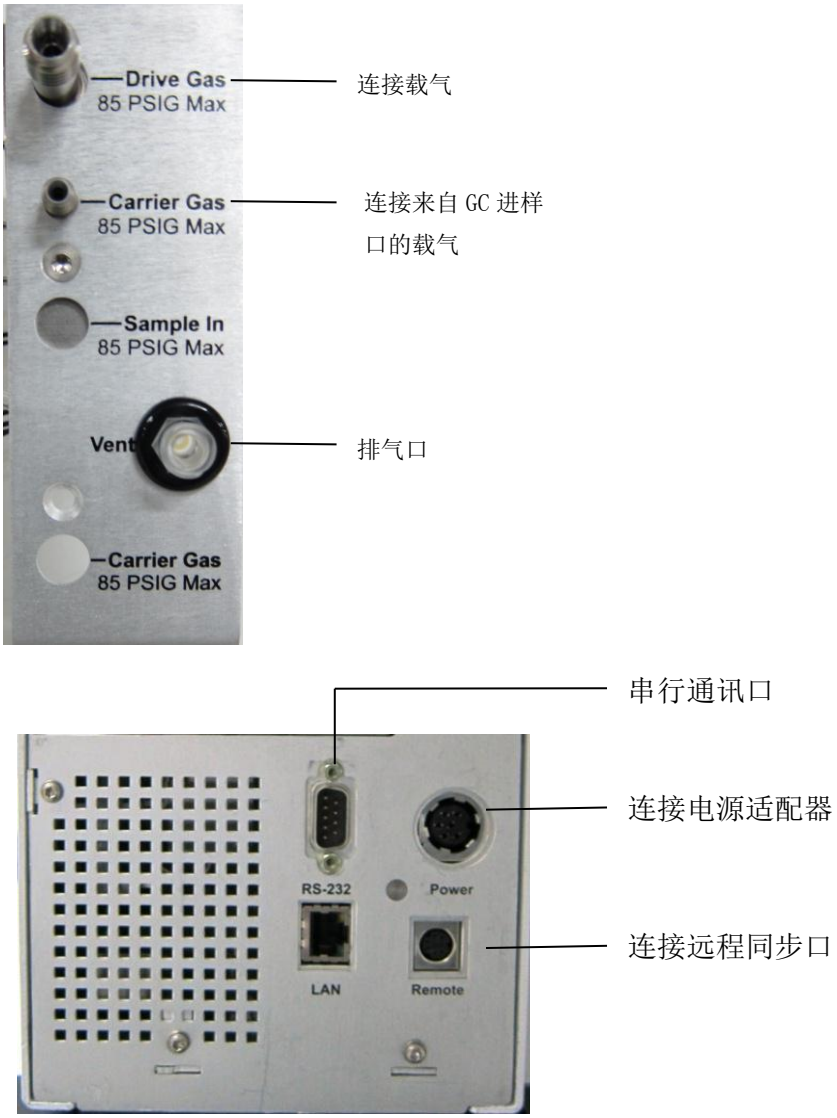



图 18 G4370A 电缆及气路接口示意图

**警告** **对于 G4370A，Mini TD 载气气源的压力必须大于 60 Psi 并且小于 85Psi。**

## 恢复 7820A GC 到可操作条件

1. 打开气源。
2. 恢复进样口，柱温箱温度到可操作条件。

# 安装 G4370M

## 准备仪器

此过程说明如何为安装 G437 ilent 5975T LTM GC/MSD。

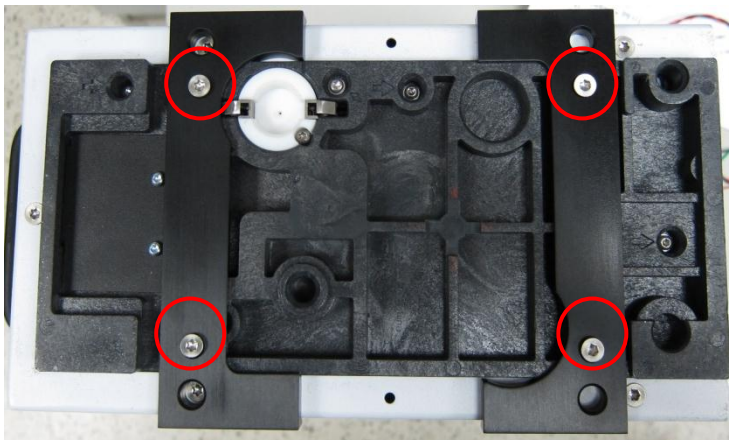
**警告** **5975T LTM GC/MSD 进样口可能很热，会造成烫伤。应先将进样口冷却至室温，然后再开始工作。**

**小心** **请不要在自动进样器的固定柱上安装 G4370M，这样会损坏小型热解析仪。请卸下自动进样器的固定柱。**

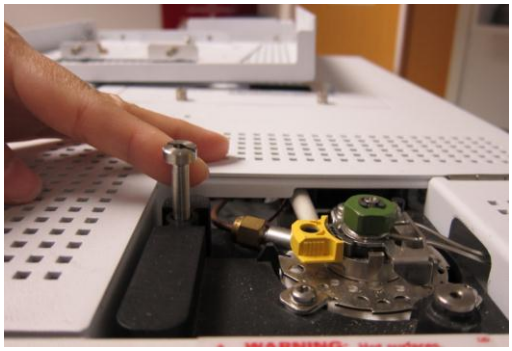
1. 将进样口，柱温箱温度冷却至**室温。**
2. 关闭所有气源。
3. 如果 5975T LTM GC/MSD 上装有自动进样器，请卸下自动进样器和进样器固定柱。

## 在 5975T LTM GC/MSD 上安装 G4370M

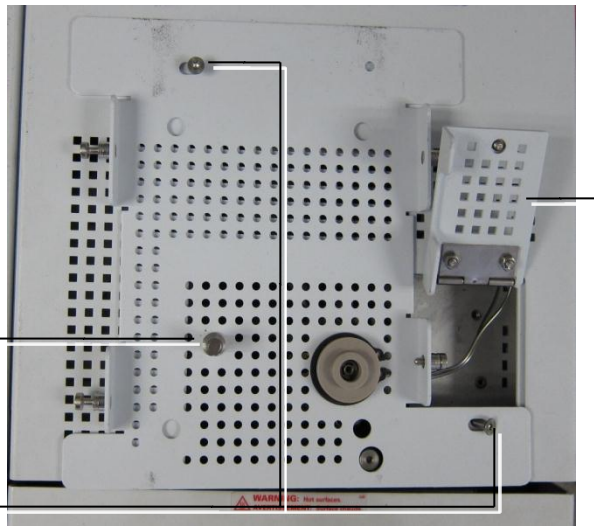
1. 用 T20 螺丝刀将连接板（部件号 G4370-20600）按图放在 G4370M 的底部，固定图中用红色标注的 4 个螺钉。



2. 如下图所示，将安装杆插入进样器（ALS）固定柱位置，然后用手拧紧它。



3. 打开侧盖，将底部支架部件（部件号 G4370-60650）放到 5975T 进样口上面，再按下图所示中 1 – 2 顺序操作。




4. 将 G4370M 放到支架上，然后用手拧紧仪器两侧的各 2 个固定螺钉（部件号 0515-1269）。



Mini TD 固定螺钉的位置

# 电缆以及气路的连接

1. 连接电源适配器电缆线（部件号 0950-5534）。
2. 将 RS-232 ALS 电缆（G4370-61207）分别连到 G4370M 的串行通讯口和 5975T 的 ALS 控制模块。
3. 按图 19 所示的连接气路。

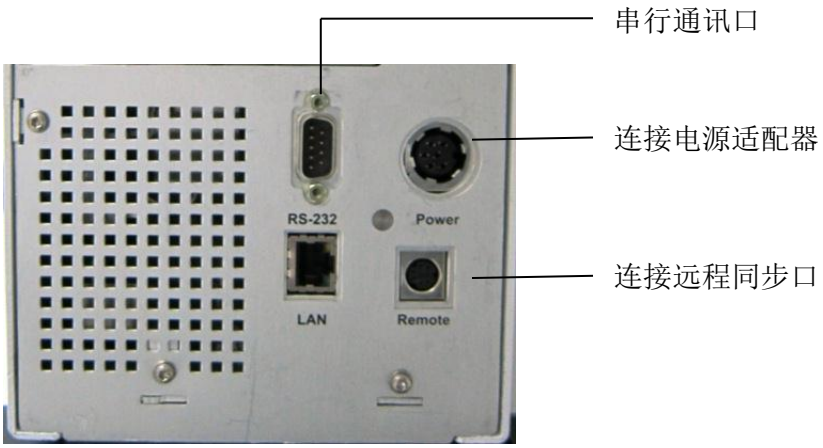
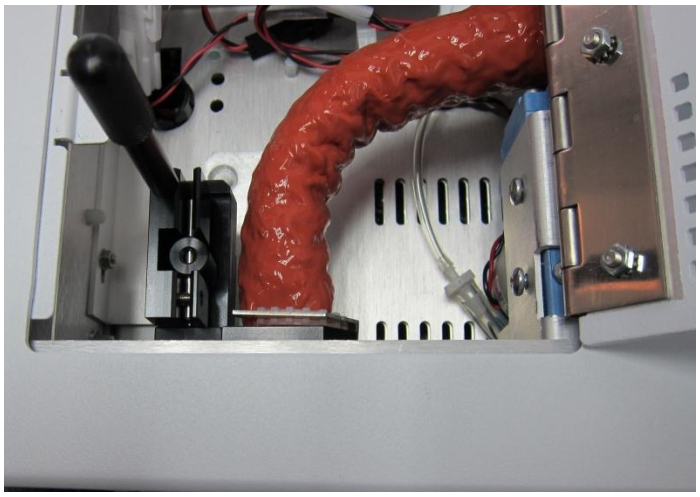



**图 19** 电缆及气路接口示意图

| | |
|---|---|
| 警告 | **对于 G4370M，Mini TD 载气气源的压力必须高于进样口压力 20psi，同场地准备。**<br>**阀驱动气压力约 50psi。** |
| 小心 | 连接 G4370M 样品气时，样品气管路的长度和内径将会影响最大的采样流量，安捷伦建议选用内径大于 1/8 英寸，长度小于 10 米的管路连接样品气，否则会采样流量可能无法达到安捷伦承诺的指标。 |
| 小心 | 如果连接的样品气是加压的气源，请确保样品气连接到 G4370M 的样品气压力是恒压的，否则可能会影响分析结果的定量重复性。 |

### 恢复 5975T LTM GC/MSD 到可操作条件

1. 打开 G4370M 右侧门。
2. 旋转锁定把手至垂直位置，解锁进样滑块，推抵进样滑块至进样低位。

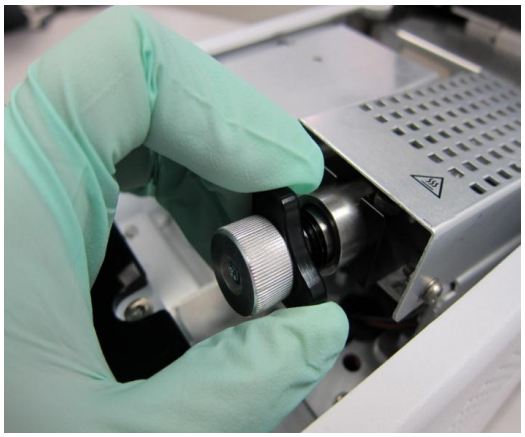


3. 旋转锁定把手至锁定位置。
4. 关闭侧门。G4370M 安装完成。
5. 打开气源。
6. 恢复 5975T LTM GC/MSD 进样口，柱温箱温度到可操作条件。

## 更换解析管

### 安装解析管

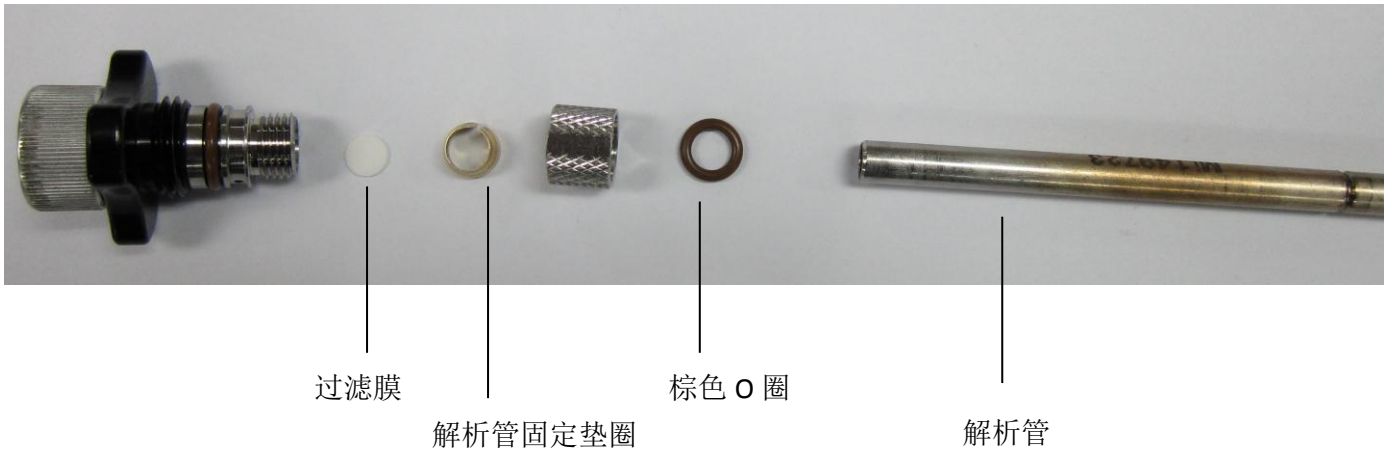
1. 打开仪器顶盖，逆时针旋转拧松三角螺母，拔出解析管部件。



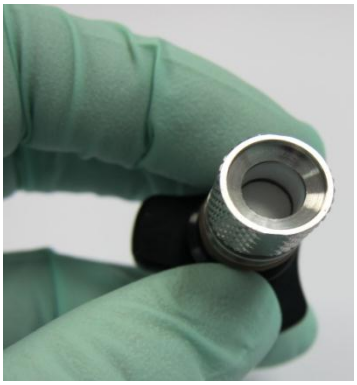
2. 旋松解析管锁定螺母约 30 度。




3. 取出解析管 O 圈（部件号 0905-1014）和过滤膜（部件号 MKI-U-DISK3）。随机设备中解析管已经安装好。




4. 按图示顺序安装解析管；
   - 检查过滤膜和解析管固定垫圈（部件号 G4372-20049）是否安装好。
   - 将 O 圈 2-010（部件号 0905-1014）套在解析管前端。
   - 将解析管前端插入锁定螺母。用手或助力扳手（部件号 G4372-20048）拧紧锁定螺母至解析管无法用手拔出。







**1** **2** **3**



**4**

5. 将解析管部件插入仪器，用手拧紧三角螺母。

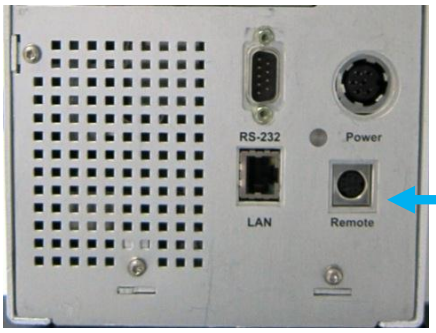
## 卸下解析管

**警告** **当心！解析管可能很热，会造成烫伤。请冷却解析管温度至室温后，再戴上耐热手套进行操作**。

1. 打开仪器上盖，逆时针旋转拧松三角螺母，拔出解析管部件。
2. 拧松解析管锁定螺母约 30 度，拔出解析管。



# 与 Agilent 其它气相产品连接示意图




7667A 后面板




安捷伦气相色谱仪后面板



APG 远程同步电缆（部件号 G4370-61208）

# 7667A 控制面板操作

## 电源开关和状态指示灯




控制面板示图

通过状态指示灯可以知道当前 Mini TD 的状态；

- 绿色表示正在运行方法。
- 黄色表示 Mini TD 处于未就绪状态。
- 红色表示 Mini TD 有错误或有潜在的危险。
- 状态指示灯灭表示就绪状态。

## 运行键

此类按键用于采样解析前的预准备，运行方法以及停止运行。



| | |
|---|---|
| **Prep Run** (预运行) | 按该键，开始进样或进样/解析前的预准备。 |
| **Start** (开始) | 按该键，开始进样或进样/解析过程 |
| **Stop** (停止) | 按该键，终止正在运行的方法。 |

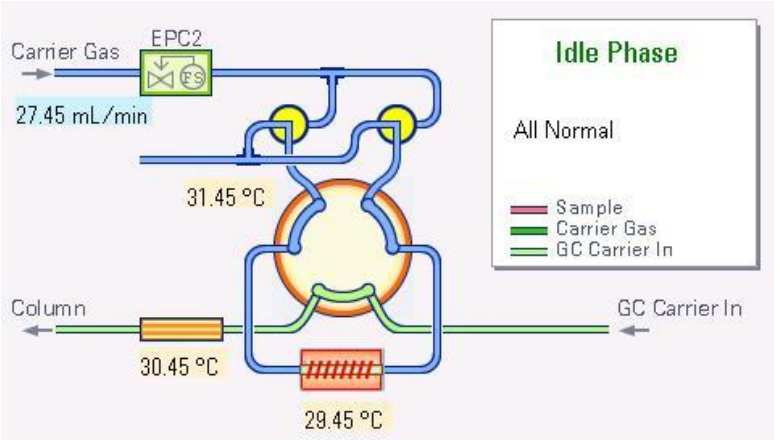
## 菜单键、取消键和转盘



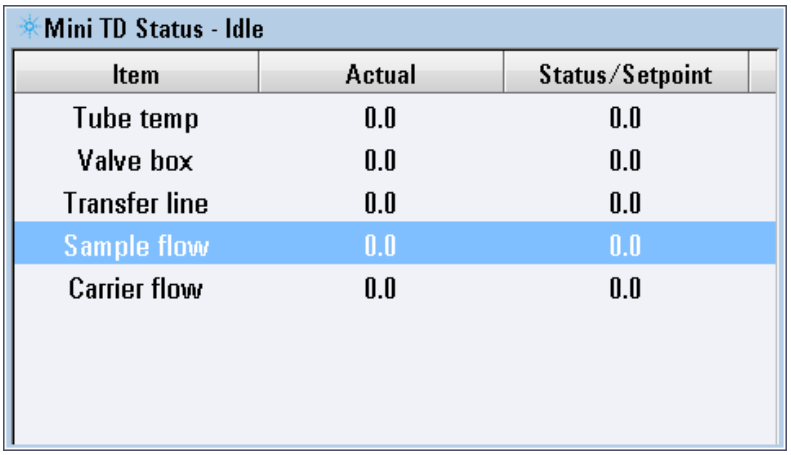

| | |
|---|---|
| **Menu** | 按该键进入主菜单界面 |
| **Cancel** | 按该键返回上一级菜单或取消当前操作 |
| **转盘/确认键** | 旋转转盘选择或更改参数值<br>按**确认**键，确认当前操作 |

# 状态界面

控制面板有两种不同的状态界面。一是“流路图”状态界面，还有一个是“表格式”状态界面。




流路图状态界面




表格式状态界面

## 创建方法

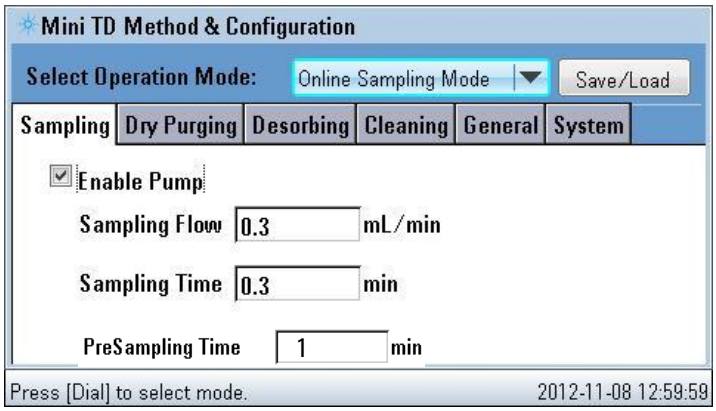
1. 表 4 列出了在控制面上可更改的参数。

表 4 Mini TD 方法参数

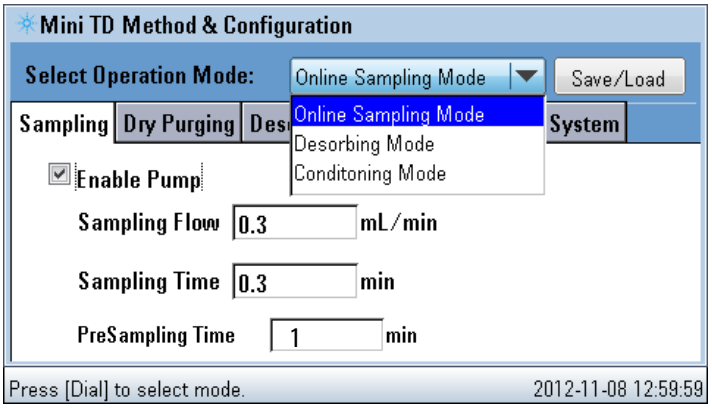
| 参数 | 范围 | 说明 |
|---|---|---|
| 选择操作模式（Select Operation Mode） | 在线采样模式<br>解析模式<br>老化模式 | 按要求选择操作模式 |
| **采样参数 (Sampling)** | | |
| 开启抽气泵 (Enable Pump) | ☑/☐ | 启用泵/关闭泵 |
| 采样流量 (Sampling Flow) | 5 – 150* mL/min | 指定采样时的气体流量 |
| 采样时间 (Sampling Time) | 0 – 100 min | 指定采样操作的持续时间 |
| 预采样 （PreSampling Time） | 0 – 100 min | 指定采样之前热解析仪的准备时间 |
| **干吹参数 (Dry Purge)** | | |
| 开启干吹功能 (Enable Dry Purge) | ☑/☐ | 启用该功能/关闭该功能 |
| 干吹流量 (Dry Purging Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定干吹时的气体流量 |
| 干吹时间 (Dry Purging Time) | 0 – 100 min | 指定干吹过程的持续时间 |
| **解析参数 (Desorbing)** | | |
| 解析管温度 (Tube Temp) | ☑/☐ | 开启/关闭 |
| | ≤325°C | 指定解析管的初始温度 |
| 载气流量 (Carrier Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定载气的流量 |
| 进样开始时间（Injection Start Time） | ☑/☐ | 启用进样功能(解析阶段和进样阶段前后进行）/关闭该功能（解析阶段和进样阶段同时进行） |
| | 0 – 100 min | 指定进样开始时间(单位“分钟”) |
| 升温速率 (Ramp) | 0 - 500°C/min | 指定第一阶的升温速度 |
| 保持时间 (Hold time) | 0 – 999.99 min | 持续时间 |
| **清洗参数 (Clearning)** | | |
| 开启清洗功能 (Enable Clearning) | ☑/☐ | 启用该功能/关闭该功能 |
| 清洗流量 (Clearning Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定 Mini TD 清洗时的流量 |
| 清洗时间 (Clearning Time) | 0 – 100 min | 指定清洗的持续时间 |
| 清洗温度 (Clearning Temp) | ≤ 325°C | 指定 Mini TD 清洗时的温度 |
| **通用参数 (General)** | | |
| 露漏检测 | ☑/☐ | 开启/关闭该功能 |
| 传输线温度 (Xferline Temp) | ≤ 200°C | 指定传输线的温度 |
| 阀箱温度 (ValveBox Temp) | ≤ 175°C | 指定阀箱的温度 |
| **老化参数** | | |
| 老化流量 (Condition Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定老化时的气体流量 |
| 老化时间 (Condition Time) | 0 – 100 min | 指定老化过程的持续时间 |
| 老化温度 (Condition Temp) | ≤ 325°C | 指定老化时的温度 |

* 采样流量范围受到环境大气压力的影响，在海拔较高地区最大的采样流量将会下降。

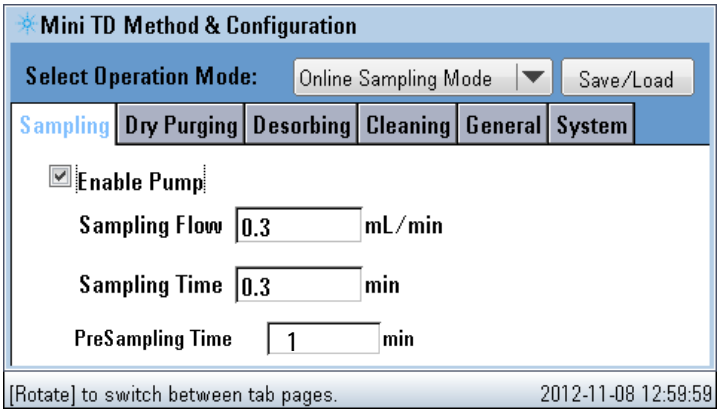
2. 如果控制面板处于状态界面，请按[**MENU**]键进入参数设置界面（蓝色光标处于“选择操作模式”）。



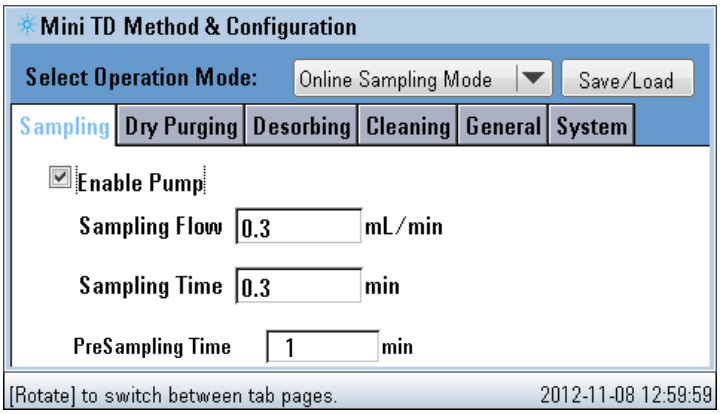

3. 按**确认**键，显示“操作模式”下拉菜单。顺/逆时针旋转**转盘**，蓝色光标在下拉菜单三种模式中移动。




4. 选择操作模式，按**确认**键确认。同时光标移到菜单项。



5. 旋转**转盘**，切换操作界面，按**确认**键进入所选的操作界面。例如“自动采样”参数设置界面。

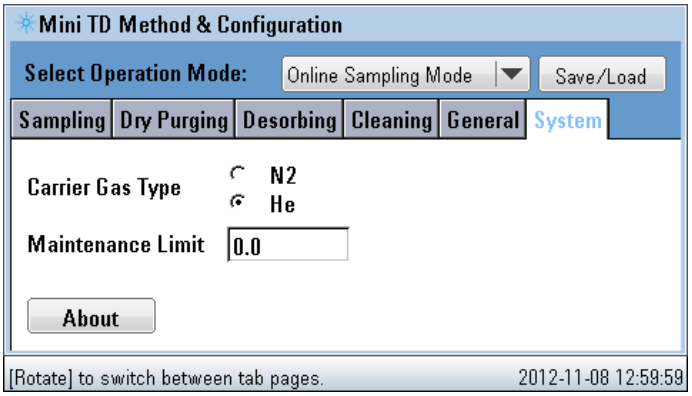



6. 旋转**转盘**，选择要更改的参数。
7. 如果选择“复选框”选项，按**确认**键选择“☑”或“☐”。
8. 如果选择更改参数；
   - 按**确认**键开始更改参数值。
   - 顺/逆时针旋转**转盘**，改变参数值。
   - 按**确认**键确认新的参数值
9. **完**成参数设置后，按 **[Cancel]** 键直到光标返回“操作模式”。
10. 保存当前方法，请看“调用/保存方法”小节。

# 气体类型配置

**警告** **Mini TD 载气类型必须与 GC 的载气类型一致。**

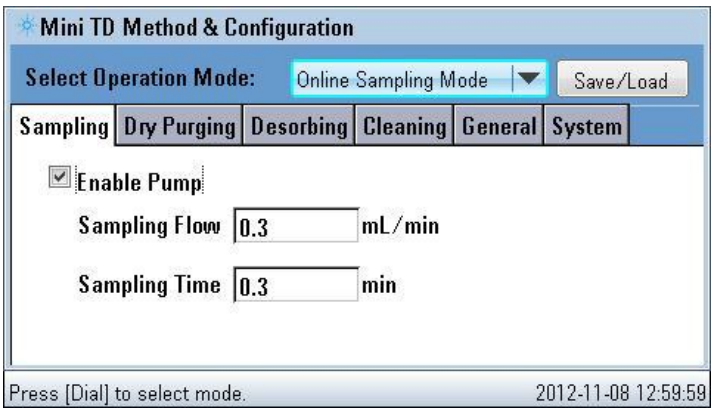
1. 如果控制面板处于状态界面，请按两次[**MENU**] 键进入菜单选择界面。
2. 顺/逆时针旋转**转盘**切换到“System”操作界面，按**确认**键进行载气类型选择。



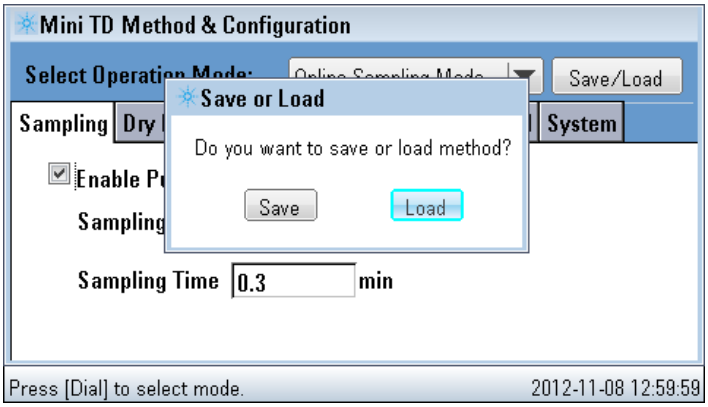

3. 顺/逆时针旋转**转盘**，选择气体类型，可选择的气体类型有**氮气**和**氦气**。
4. 按**确认**键确认所选气体类型。
5. 按 **[Cancel]** 键返回菜单项或按 多次**[Cancel]** 键直到状态界面。

### 调用/保存方法

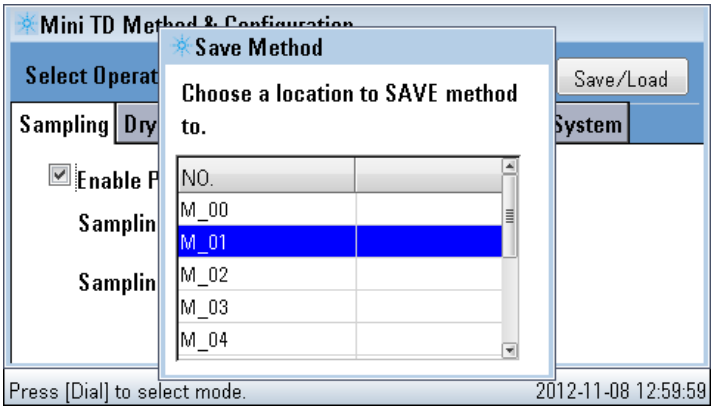
1. 完成参数设置后，按[**Cancel**]键直到光标返回“选择操作模式”。




2. 旋转**转盘**，使光标移到[Save Method]，按**确认**键显示“Save or Load”对话框。

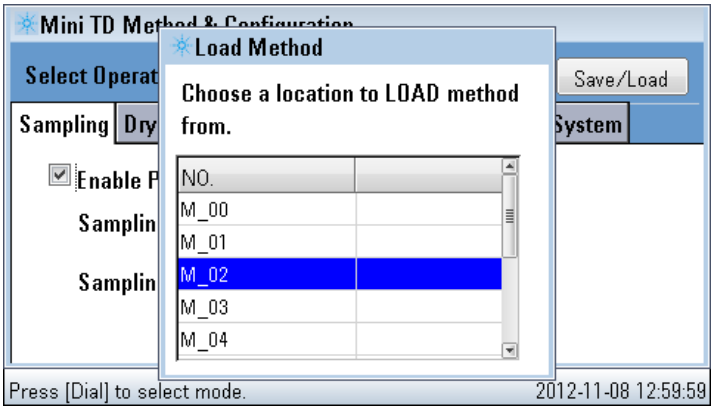



3. 旋转**转盘**，光标在“Save”和“Load”之间切换。
4. 如果选择“Save”，按**确认**键进入“Save Method”对话框。




5. 旋转**转盘**选择要保存的方法名（可保存 10 个方法文件），按**确认**键确认。

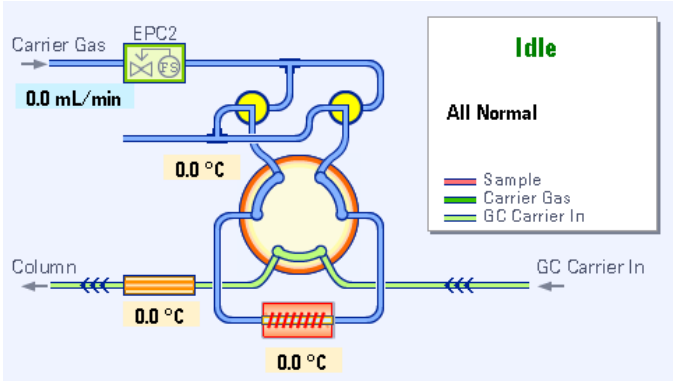
6. 如果选择“Load”，按**确认**键打开“Load Method”对话框。



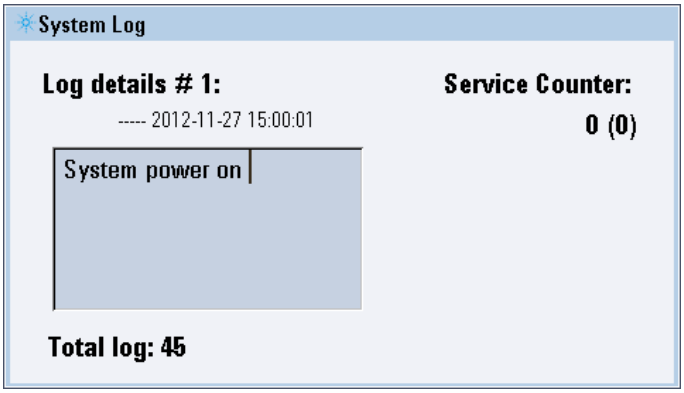

7. 旋转**转盘**选择想调用的方法名，按**确认**键确认。

## 查看日志

1. 按 **[Cancel]** 键直到状态界面。




2. 按两次**确认键**进入 “System Log”界面。旋转转盘查看已存 Log 条目（可保存最近的 log 条目 250 条）。




3. 再按**确认键**回到“流路图”状态界面。

# 3 首次启动

所需材料 49
老化解析管 49
设置校验方法 50
准备校验样品 52
运行校验方法 52
比较校验结果 52

本节介绍如何首次启动Agilent7667A小型热解析仪和校验**G4370A/G4370M**的性能。

仅执行和您的仪器配置相符合的部分。

# 所需材料

- 10uL 注射针　部件号 5190-1483
- 校验样品(乙酸乙酯)　部件号 G4370-85002
- 解析管　部件号 C-TBP1TC（详细参数请看附录）

# 老化解析管

为了确保解析管能正常工作,在首次运行样品前,必须老化解析管。

1. 安装解析管。（请参照本手册更换解析管章节）
2. 在控制面板上设置老化参数（见列表 5，具体操作请参考本手册“7667A 控制面板操作”）。

3. 在控制面板上按 **[Start]** 键开始运行老化方法。

表 5　Mini TD 老化方法推荐

| 参数 | G4370A | G4370M |
|---|---|---|
| 选择操作模式 | 老化模式 | 老化模式 |
| 老化流量 | 50 ml/min | 50 ml/min |
| 老化时间 | 20 min | 20 min |
| 老化温度 | 320 °C | 320 °C |
| 传输线温度 | 150 °C | 150 °C |
| 阀箱温度 | 150 °C | 150 °C |
| 载气类型 | 氮气 | 氮气/氦气 |

# 设置校验方法

使用 **Agilent 数据系统（OpenLAB ChemStation/EZChrom/ MassHunter）**设置校验方法。下面以 **ChemStation** 为例（具体操作请参考本手册“软件操作指南”）

1. 运行 OpenLAB ChemStation。
2. 在**“方法和运行控制”**界面选择**仪器 > 编辑 Agilent 7820A 参数**进入“**设置方法**”界面。
3. 选择**\配置\模块**进入气体类型选择择操作界面。选择所连接的载气类型。
4. 按列表 6 和 7 编辑校验方法。
5. 将方法应用于仪器。
6. 用新名称保存方法。

**表 6** Mini TD 校验方法参数

| **参数** | **G4370A** | **G4370M** |
|---|---|---|
| 载气类型 | 氮气 | 氦气 |
| 选择操作模式 | 解析模式 | 解析模式 |
| 泄漏检测 | ☑ | ☑ |
| 开启干吹泵 | ☑ | ☑ |
| 干吹流量 | 100 ml/min | 100 ml/min |
| 干吹时间 | 1 min | 1 min |
| 开始进样时间 | ☑ | ☑ |
| 开始进样时间 | 1 | 1 |
| 解析管初始温度 | 40°C | 40°C |
| 初始时间 | 0 | 0 |
| 升温速率 | 500°C /min | 500°C /min |
| 最终温度 | 310 °C | 310 °C |
| 最终时间 | 1 min | 1 min |
| 开启清洗功能 | ☑ | ☑ |
| 清洗流量 | 100 ml/min | 100 ml/min |
| 清洗时间 | 5 min | 5 min |
| 清洗温度 | 320 °C | 320 °C |
| 传输线温度 | 150 °C | 150 °C |
| 阀箱温度 | 150 °C | 150 °C |
| 载气流量 | 60 ml/min | 60 ml/min |

表 7　7820A GC/5975T LTM GC/MSD 方法参数。

| | |
|---|---|
| **柱温箱** | |
| 平衡时间 | 0.5 min |
| 初始温度 | 40 °C |
| 初始时间 | 0.5 min |
| 升温速率 1 | 20 °C /min |
| 最终温度 1 | 200 °C |
| 最终时间 1 | 0 |
| **进样口(分流/不分流)** | |
| 模式 | 分流 |
| 初始温度 | 250 °C (On) |
| 压力 | 3.8791 psi |
| 分流比 | 200:1 |
| 分流流量 | 160 mL/min |
| 总流量 | 101.59 mL/min |
| 载气节省 | Off |
| **色谱柱(19091J-413)** | |
| 模式 | 恒流模式 |
| 初始流量 | 0.8 mL/min |
| 初始压力 | 3.8791 psi |
| 平均线速度 | 15.361 cm/s |
| **检测器–FID** | |
| 温度 | 300 °C |
| 氢气流量 | 30 mL/min |
| 空气流量 | 400 mL/min |
| 模式 | 恒定尾吹流量 |
| 尾吹流量 | 25 mL/min |
| **MS or MSD** | |
| 溶剂延迟 | 0 min |
| 运行时间 | 8.5 min |
| 扫描范围 | 45 to 300 |
| 使用的方法 | Atune 文件 |
| 进样口压力 | 82.8 kPa (12 psi) |
| 色谱柱流量 | 1.1 mL/min |

注意

**该表列出 7820A GC/5975T LTM GC/MSD 的设置。其他 GC 类型使用类似参数设置。**

# 准备校验样品

当仪器处于就绪状态时，请准备校验样品。

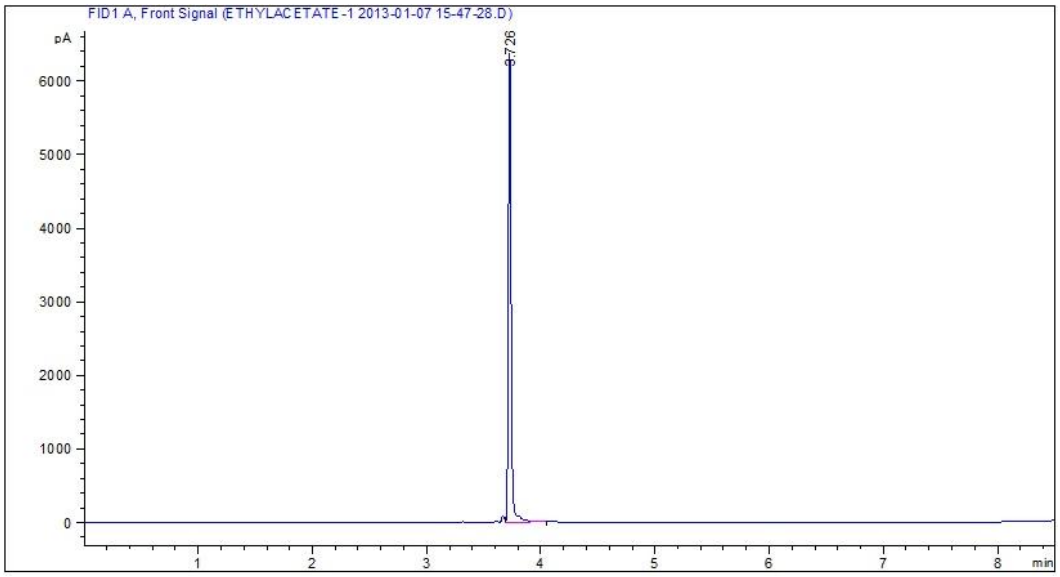
1. 从随机工具包中取出注射针和校验样品。
2. 打开仪器上盖，拧松三角螺母，拔出解析管组件，卸下解析管。
3. 用注射针抽取 0.4uL 校验样品。
4. 将校验样品从解析管凹槽端注入。
5. 将解析管安装好，插到仪器上，用手拧紧三角螺母。
6. 盖好仪器上盖。

# 运行校验方法

1. 选择**运行控制 > 样品信息。**进入“**样品信息**”界面。
2. 选择输出信号的保存路径，输出文件名以及样品瓶位置（Vial1 是默认的进样位置）。
3. 按［**运行方法**］按钮，开始运行校验方法方法。
4. 或者按［**确认**］按钮关闭“**样品信息**”框，再选择**运行控制 > 运行方法**运行校验方法。

# 比较校验结果

运行完成后，将输出的谱图与下面的示例进行比较，如果安装和操作正确，则输出的色谱图应该与示例类似。




**校验样品谱图**

# 4 软件操作指南

开始前准备 54
OpenLAB ChemStation / EZChrom 操作 54
开始在线仪器 54
气体类型配置 55
参数设置 55
创建方法 56
保存方法 59
运行方法 60
创建序列 61
保存序列 62
运行序列 63
Masshunter 操作 64
开始在线仪器 64
气体类型配置 64
参数设置 65
创建/保存方法 65
运行方法 65
创建序列 66
保存序列 67
运行序列 67
在线帮助信息 68

本指南介绍如何用 Agilent 数据系统来控制 Mini TD。

# 开始前准备

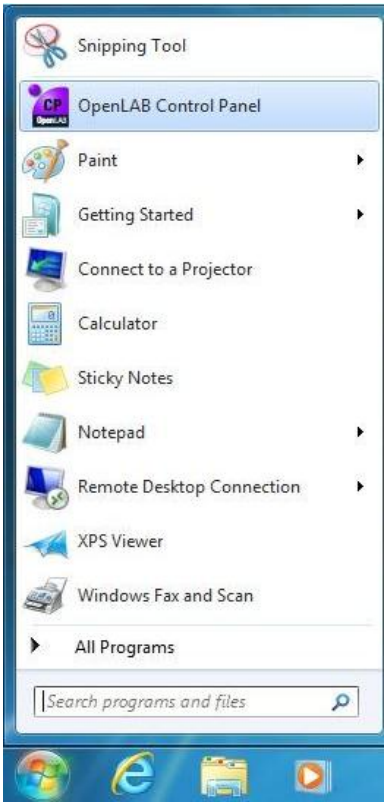
本指南假定：

- 已经安装好最新版本的 Agilent 数据系统（**OpenLAB ChemStation C.01.05/ OpenLAB EzChrom A.04.05/MassHunter B.07.00**）。
- 配置 7820A GC/5975T LTM GC/MSD 为在线仪器。
- 7820 GC/5975T LTM GC/MSD 和 Mini TD 都处于正常状态。

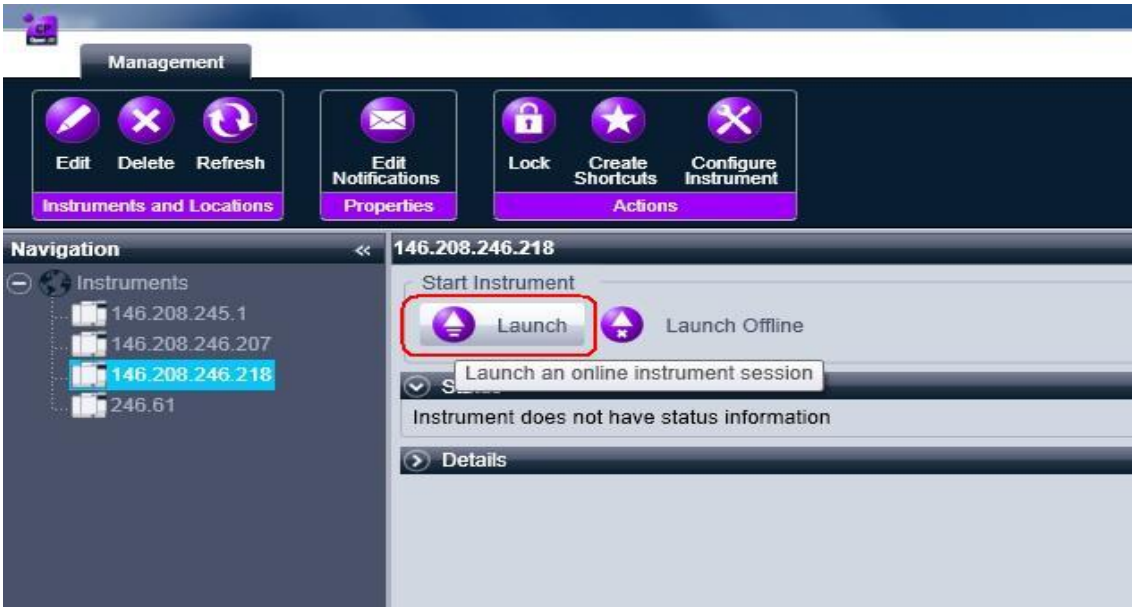
# OpenLAB ChemStation C.01.05/EZchrom A.04.05 操作

## 开始在线仪器

1. 在“**开始**”菜单中点击 OpenLAB 图标。

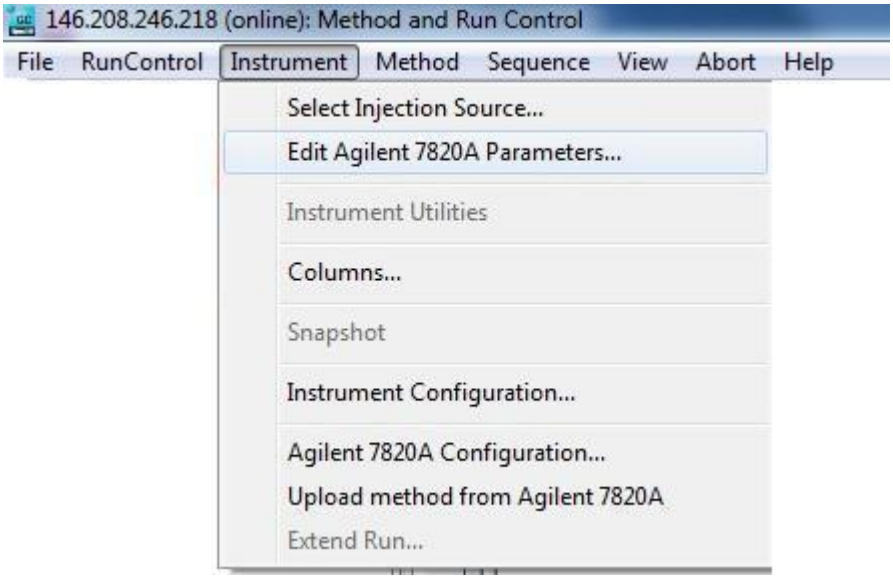


2. 在“**OpenLAB 控制面板**”框内按[Launch]按钮打开 **ChemStation** .

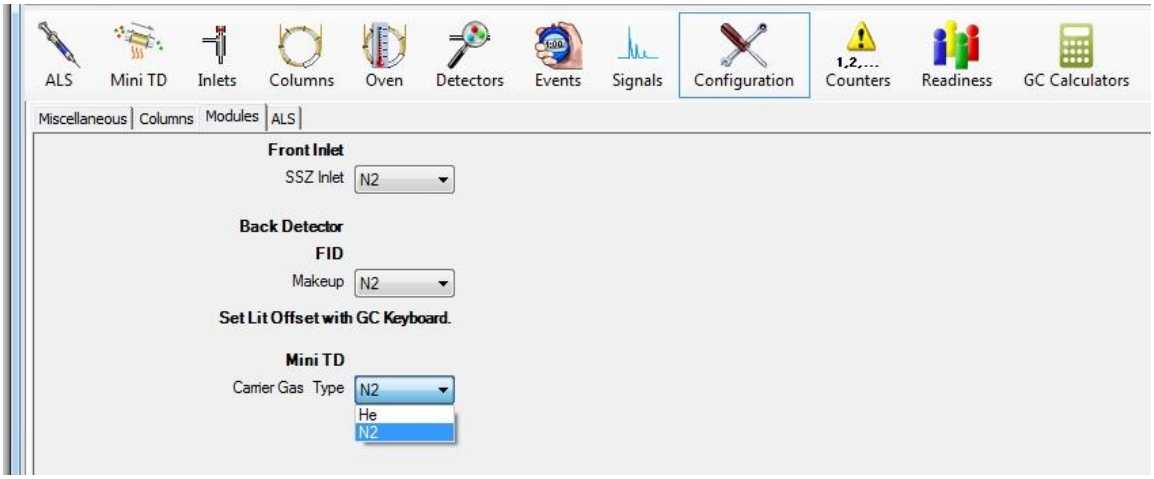



## 气体类型配置

1. 选择**仪器>编辑 Agilent 7820 参数**进入“**设置方法**”界面。



2. 在“**设置方法**”界面中选择**\配置\模块**进入气体类型选择操作界面。可选择的气体有氮气和氦气。




**警告** **Mini TD 的载气类型必须与 GC 的载气类型一致。**

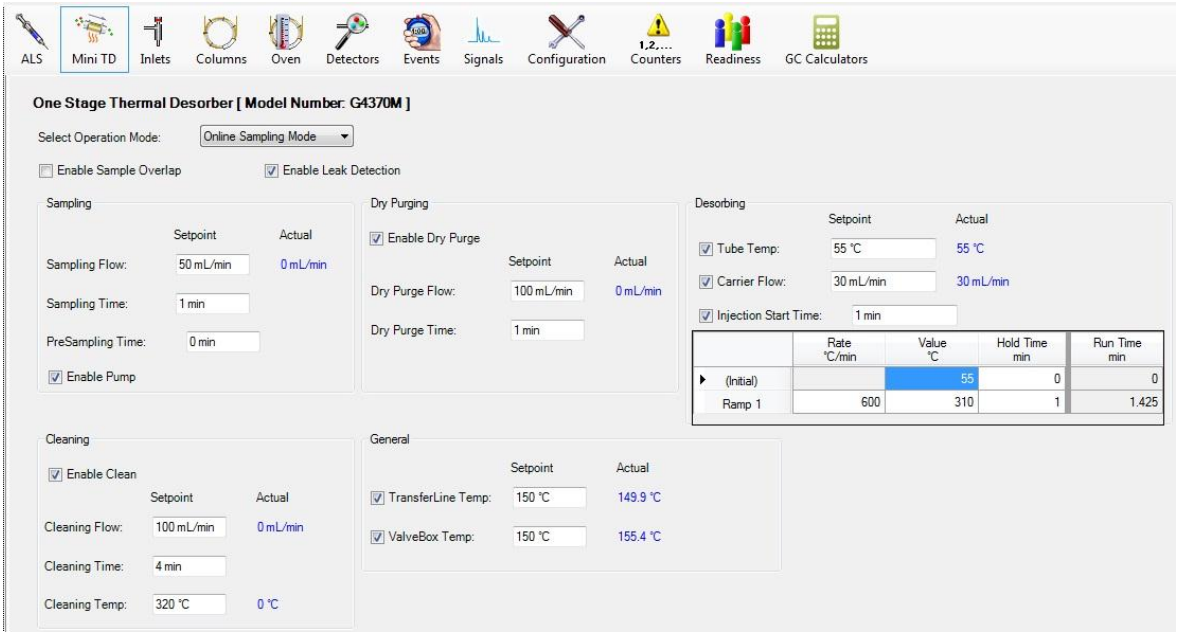
## 参数设置

1. 选择**仪器>编辑 Agilent 7820 参数**进入“**设置方法**”界面。
2. 点击 

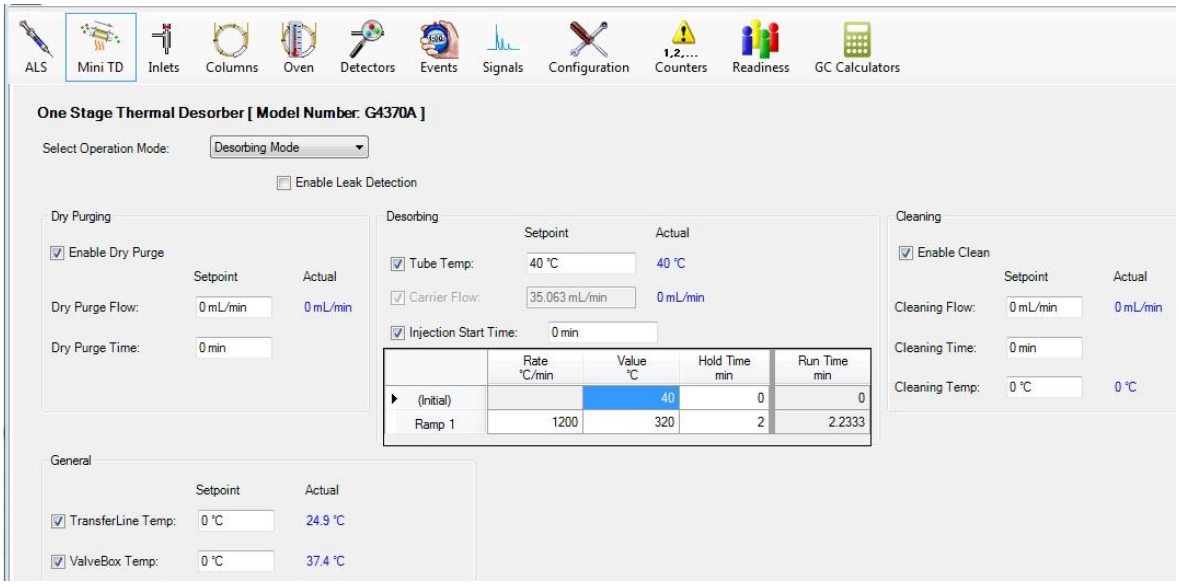
图标进入 Mini TD 参数设置界面。
3. 7667A 小型热解析仪有三种操作模式，用户可以根据实际情况，选择所需要的操作模式。



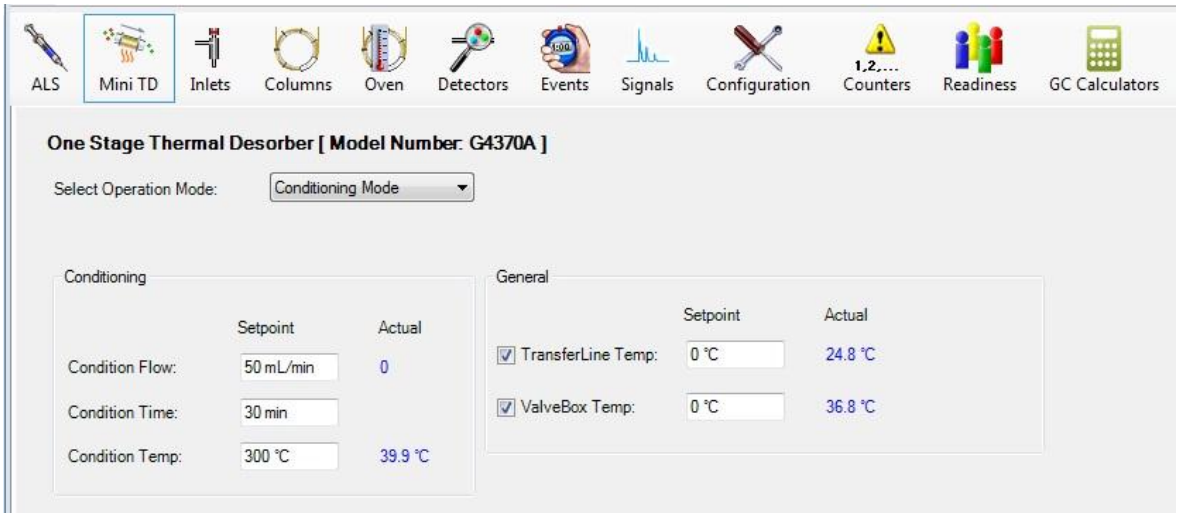

**操作模式下拉菜单界面**




在线采样模式界面




解析模式界面




**老化模式界面**

4. 表 8 列出了全部可编辑的参数，以及参数的范围。

**表 8** Mini TD 设置参数列表

| 参数 | 范围 | 说明 |
|---|---|---|
| 选择操作模式（Select Operation Mode） | 在线采样模式<br>解析模式<br>老化模式 | 按要求选择操作模式 |
| 允许样品重叠（Enable Sample Overlap）<br>（只适用于 G4370M）<br>○ 在前一次脱附完成之后<br>○ 准备样品 0分钟 在 GC 结束运行之前 | ☑/☐<br><br>⊙/○<br>⊙/○ 0 – 100 min | 启用该功能/关闭该功能<br>1. 在前一次进样完成后（如有清洗，则在清洗完成之后），就开始下一次的采样。<br>2. GC 运行完成前#分钟， 开始准备样品。 |
| 开启测漏功能（Enable Leak Detection） | ☑/☐ | 启用该功能/关闭该功能 |
| **采样参数 (Sampling)** | | |
| 开启抽气泵 (Enable Pump) | ☑/☐ | 启用泵/关闭泵 |
| 采样流量 (Sampling Flow) | 5 – 150* mL/min | 指定采样时的气体流量 |
| 采样时间 (Sampling Time) | 0 – 100 min | 指定采样操作的持续时间 |
| 预采样（PreSampling Time） | 0 – 100 min | 指定采样之前热解析仪的准备时间 |
| **干吹参数 (Dry Purging)** | | |
| 开启干吹功能 (Enable Dry Purge) | ☑/☐ | 启用该功能/关闭该功能 |
| 干吹流量 (Dry Purging Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定干吹时的气体流量 |
| 干吹时间 (Dry Purging Time) | 0 – 100 min | 指定干吹过程的持续时间 |

* 采样流量范围受到环境大气压力的影响，在海拔较高地区最大的采样流量将会下降。

表 7 Mini TD 设置参数列表（续）

| | | |
|---|---|---|
| **清洗参数 (Cleaning)** | | |
| 开启清洗功能 (Enable Cleaning) | ☑/☐ | 启用该功能/关闭该功能 |
| 清洗流量 (Cleaning Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定 Mini TD 清洗时的流量 |
| 清洗时间 (Cleaning Time) | 0 – 100 min | 指定清洗操作的持续时间 |
| 清洗温度 (Cleaning Temp) | ≤325°C | 指定 Mini TD 清洗时的温度 |
| **通用参数 (General)** | | |
| 传输线温度 (Xferline Temp) | ≤200°C | 指定传输线的温度 |
| 阀箱温度 (ValveBox Temp) | ≤ 175°C | 指定阀箱的温度 |
| **解析参数 (Desorbing)** | | |
| 解析管温度 (Tube Temp) | ☑/☐<br>≤ 325°C | 开启/关闭<br>指定解析管的初始温度 |
| 进样开始时间（Injection Start Time） | ☑/☐ | 开启功能（分离解析阶段和进样阶段）/关闭该功能（解析阶段和进样阶段同时进行） |
| | 0 – 100 min | 指定进样开始时间（单位“分钟”） |
| 载气流量 (Carrier Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定载气的流量 |
| 升温速率 (Ramp) | 0 - 500°C/min | 指定第一阶的升温速度 |
| 保持时间 (Hold time) | 0 – 999.99 min | 持续时间 |
| **老化参数** | | |
| 老化流量 (Condition Flow) | 5 – 200 mL/min | 指定老化时的气体流量 |
| 老化时间 (Condition Time) | 0 – 100 min | 指定老化过程的持续时间 |
| 老化温度 (Condition Temp) | ≤ 325°C | 指定老化时的温度 |

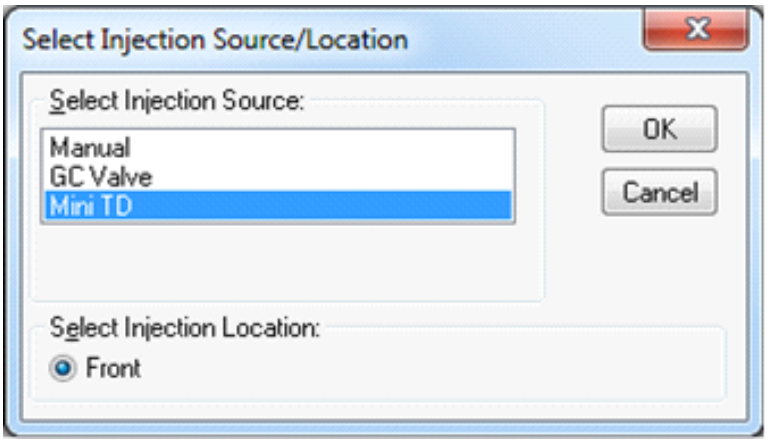
**注意** **7667A 小型热解析仪只支持一阶程序升温，其最高升温速率为 500° C/min。**

## 创建方法

1. 选择**仪器>编辑 Agilent 7820 参数**进入“**方法设置**”界面。
2. 点击 

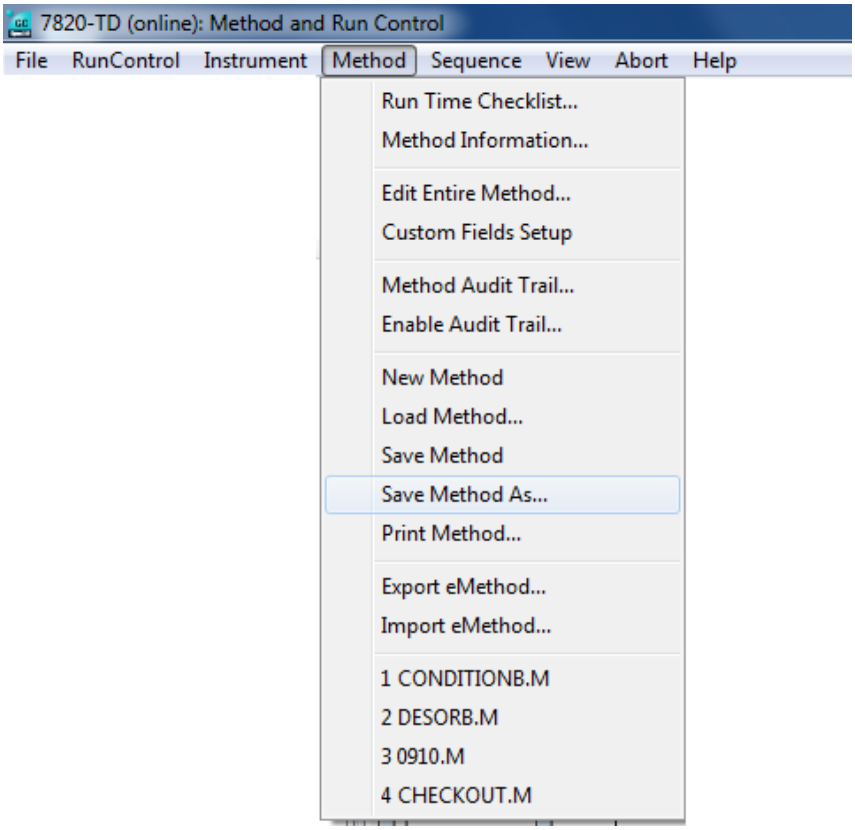
图标进入 Mini TD 参数设置界面。
3. 按要求选择操作模式。
4. 按要求输入/更改其他参数。参数设置参见前面“参数设置”
5. 按 [应用] 按键，将方法应用于 Mini TD。
6. 编辑 7820 GC 参数（可参考 7820A GC 操作手册）。

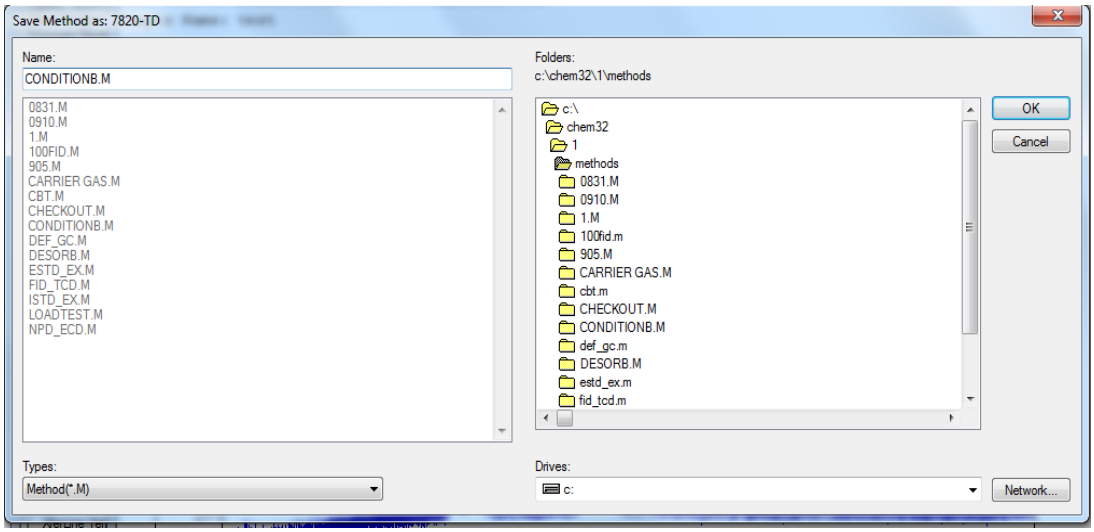
7. 选择**仪器>进样源**打开“**选择进样源**”对话框，选择“Mini TD”为进样源。




## 保存方法

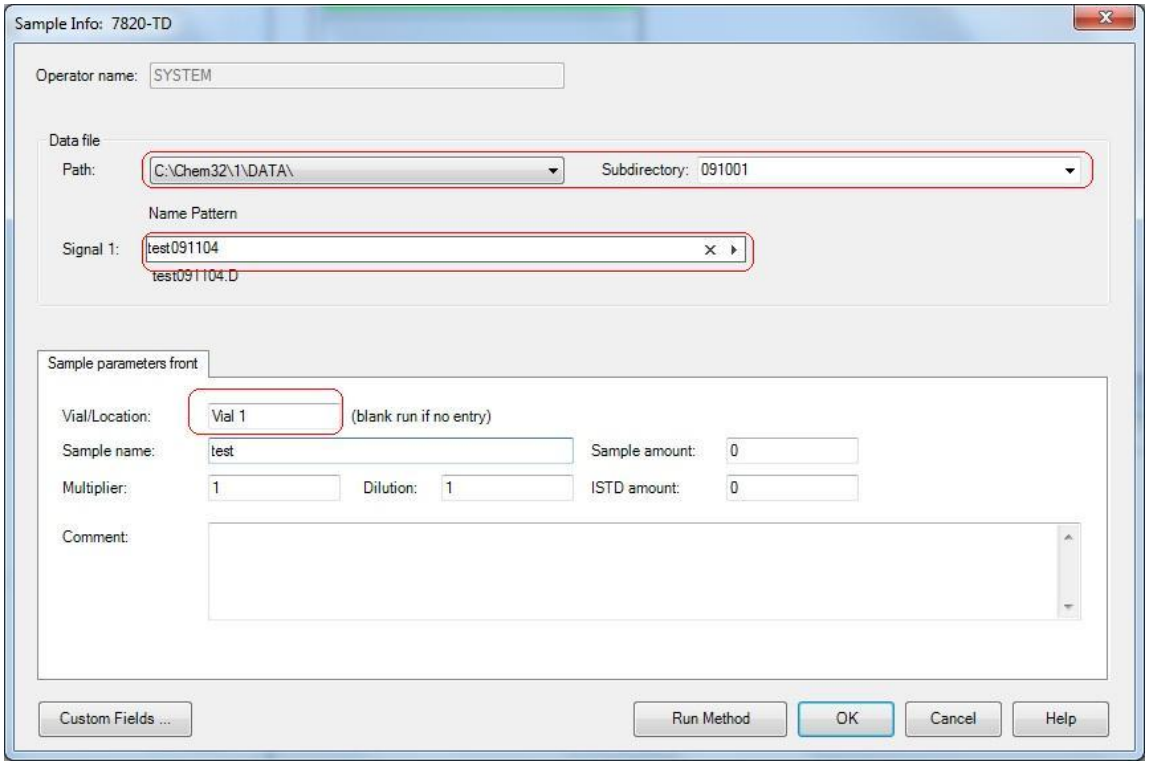
选择“**方法>方法另存为**”打开“**方法另存为**”对话框，输入新的文件名，然后按[**确定**]按键，当前方法被保存。同时，也将方法应用到你所连接的 GC-Mini TD 系统。






## 运行方法

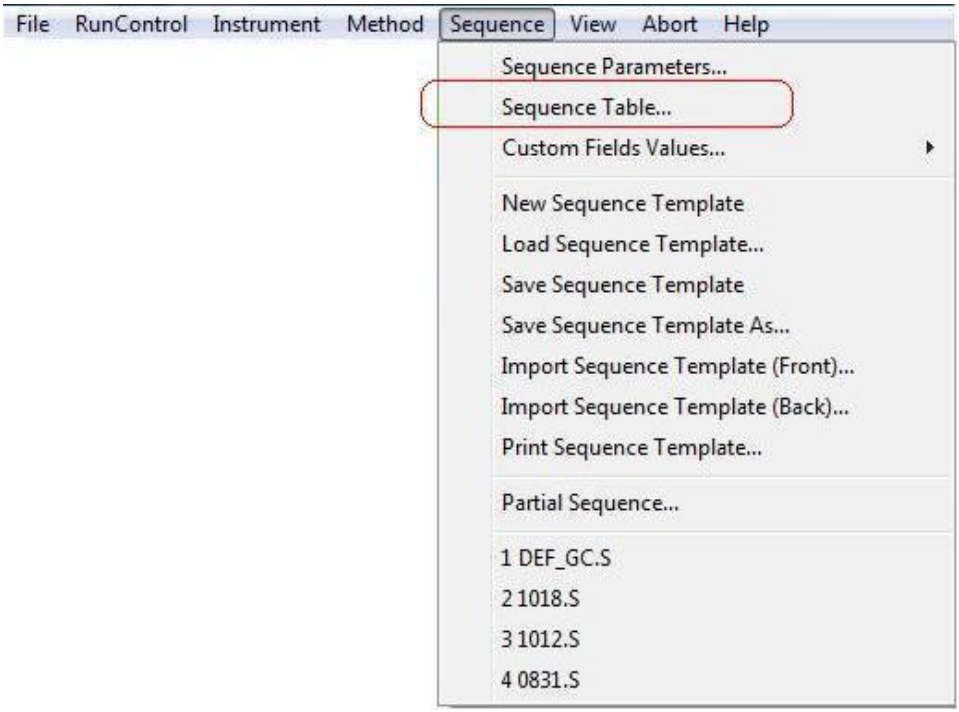
1. 选择**运行控制 > 样品信息**打开“**样品信息**”框，然后选择输出信号的保存路径，输出文件名以及样品瓶位置（Vial1 是默认位置）。



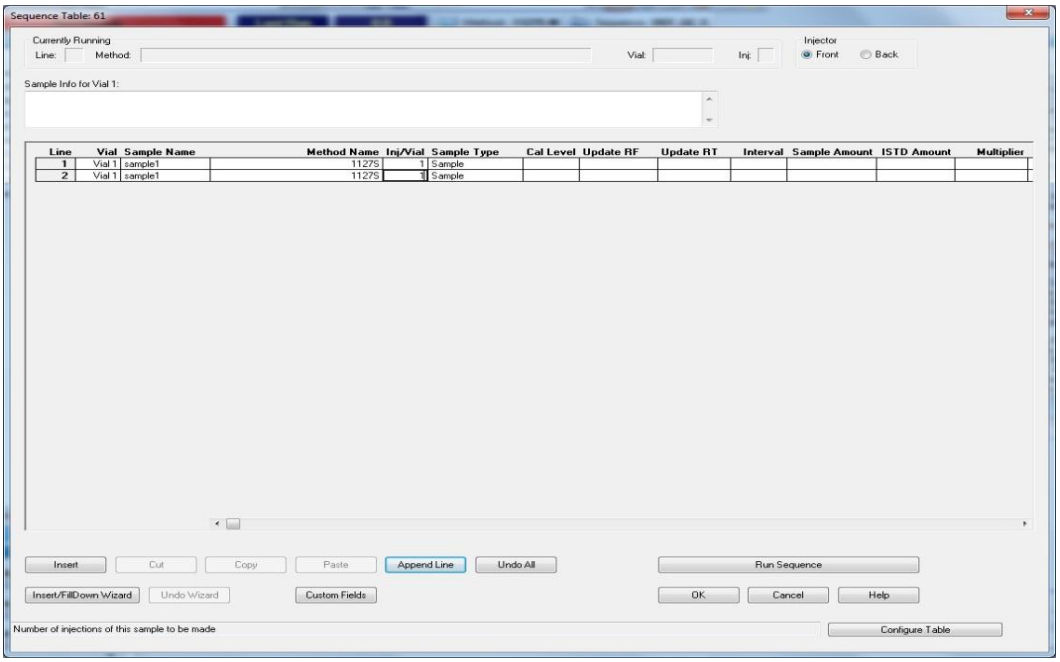
2. 按［**运行方法**］按键，开始运行方法；或按［**确定**］按键关闭 “**样品信息**”框。再选择**运行控制** > **运行方法**开始运行方法。

## 创建序列

1. 选择**序列** > **序列表**打开序列表。

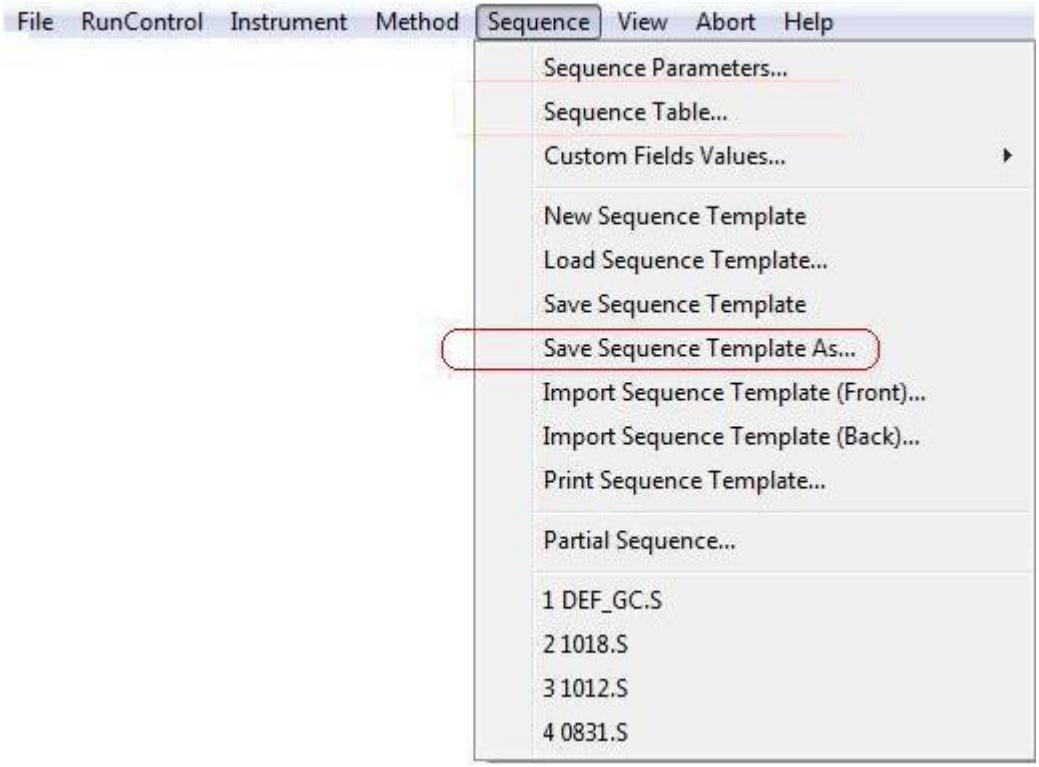



2. 在序列表中输入样品瓶位置（Vial1）、方法名和数据文件名。



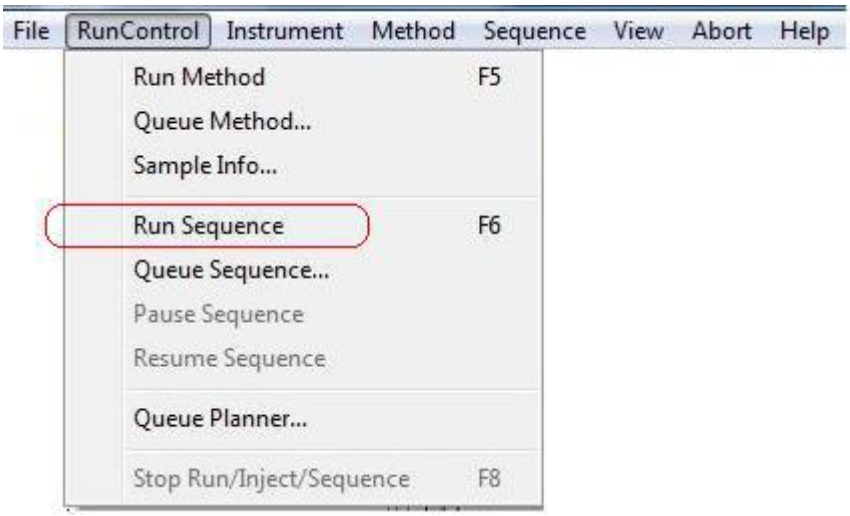
## 保存序列

3. 选择**序列** > **另存序列表为**保存序列。




## 运行序列

4. 选择**运行控制** > **运行序列**开始运行当前序列。



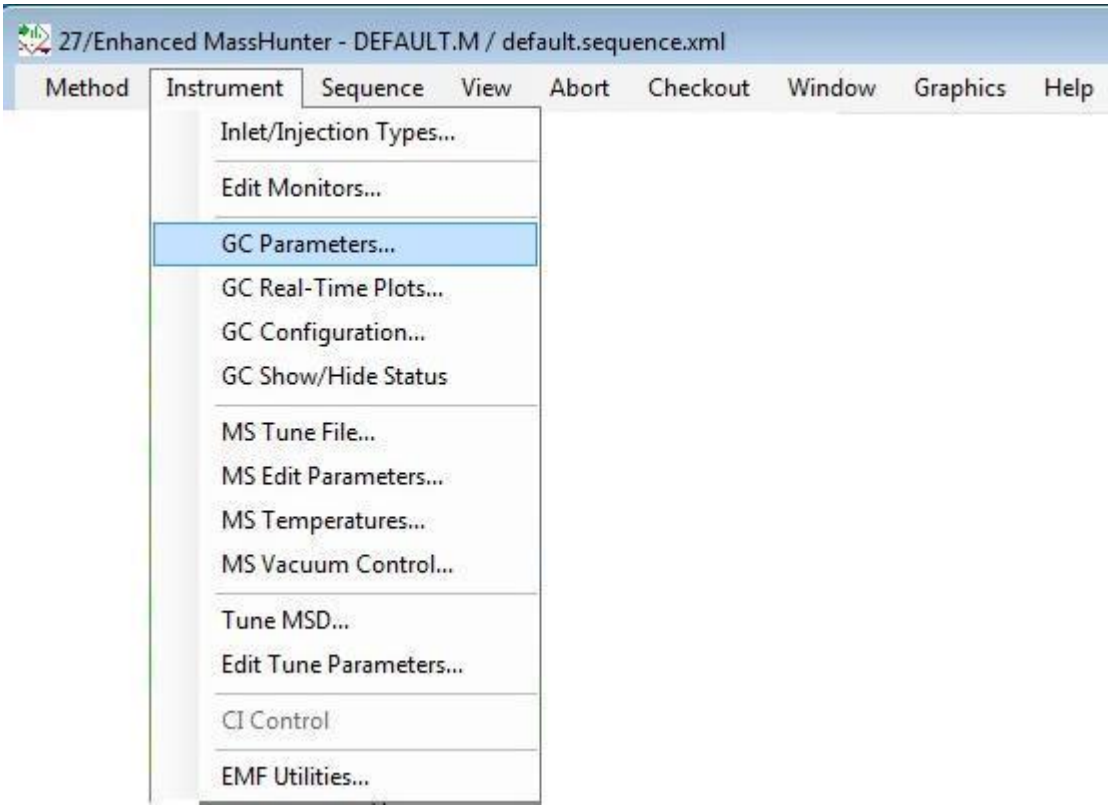
# MassHunter 操作

## 开始在线仪器

1. 在“桌面”上点击在线仪器图标进入 MassHunter 主界面。

## 气体类型配置

1. 选择**仪器 > GC 参数**进入“**编辑 GC 参数**”界面。




2. 在“**编辑 GC 参数**”界面中，选择**配置 \ 模块**进入气体类型选择操作界面。
3. 可选择的气体类型为氦气。

## 参数设置

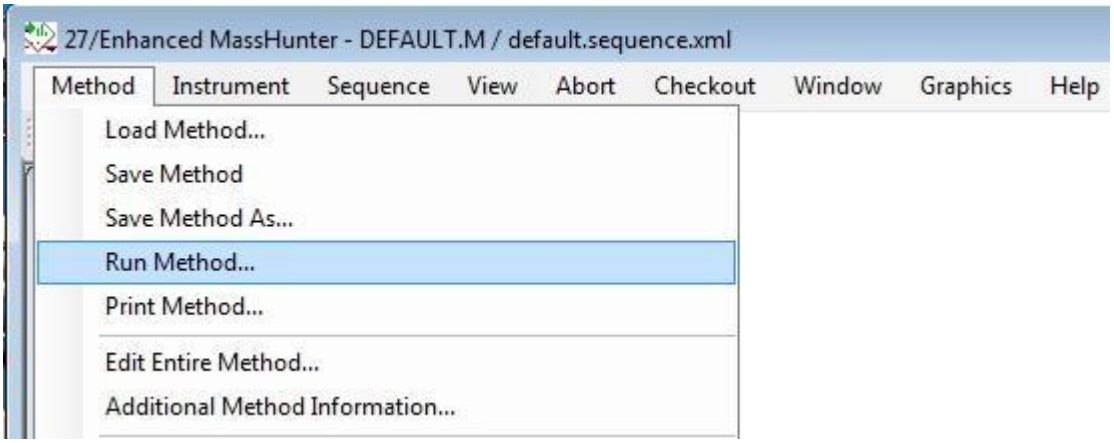
1. 选择**仪器 > GC 参数**进入“**编辑 GC 参数**”界面，然后输入 GC 参数。（具体操作步骤与 **ChemStation** 的操作相同）。
2. 选择**仪器 > MS 参数**进入“**编辑 MS 参数**”界面，然后输入 MS 参数。

## 创建/保存方法

创建/保存方法的操作步骤与 **ChemStation** 的操作相同。

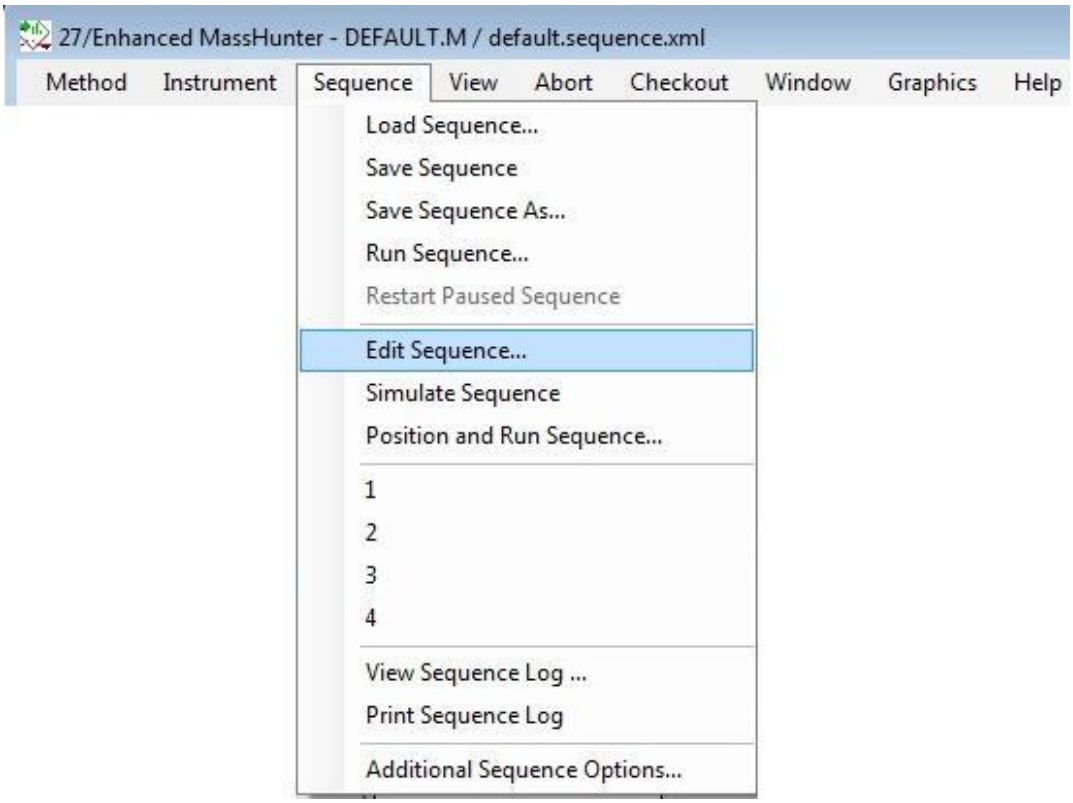
## 运行方法

选择**方法 > 运行方法**开始运行当前方法。

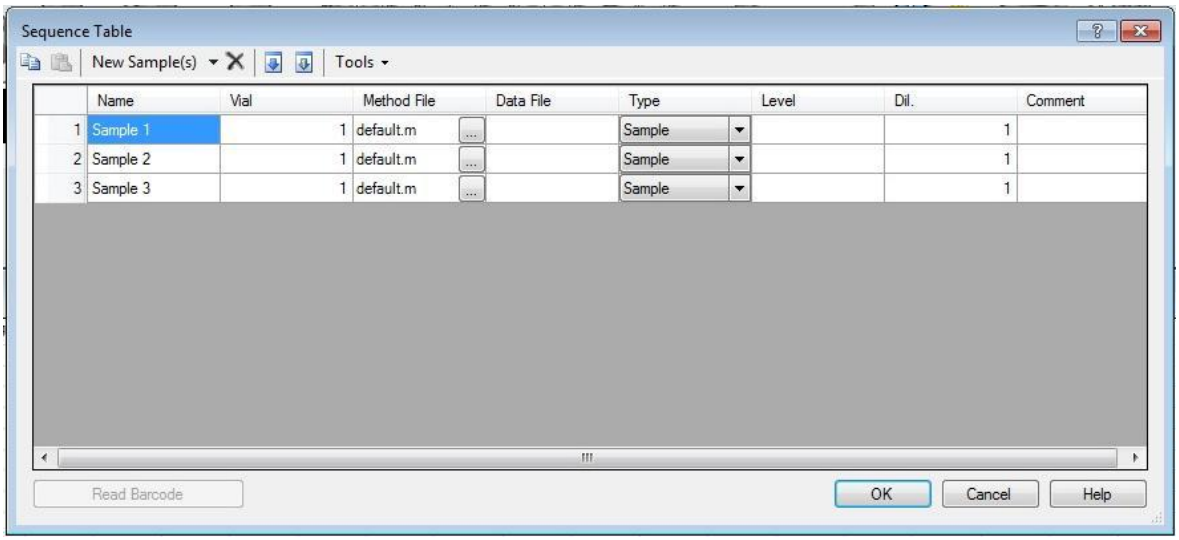


# 创建序列

1. 选择**序列** > **编辑序列**打开“**序列表**”。

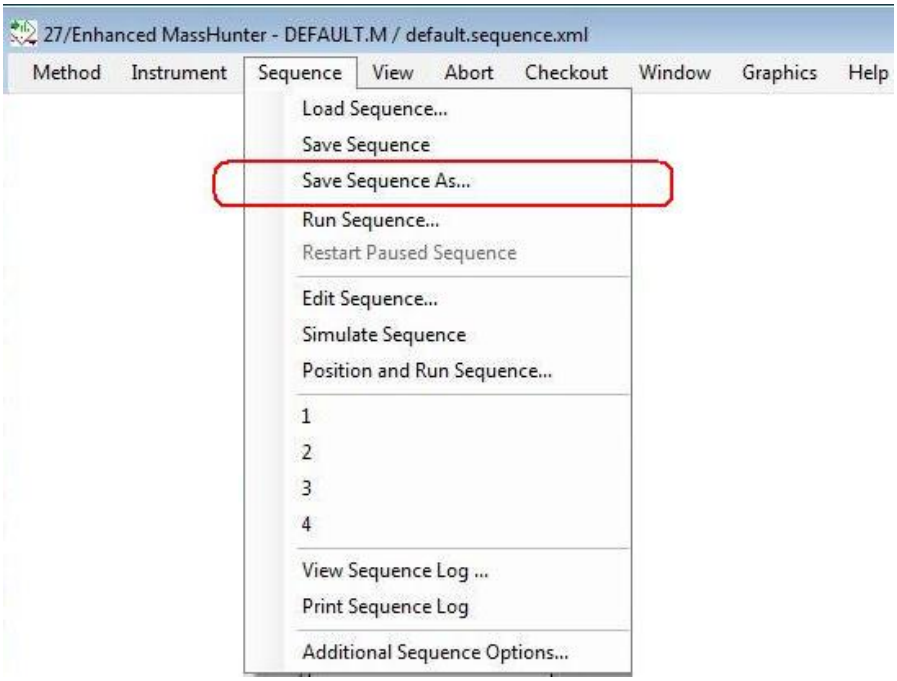



2. 在“**序列表**”中输入样品瓶位置（Vial1）、方法名和数据文件名。



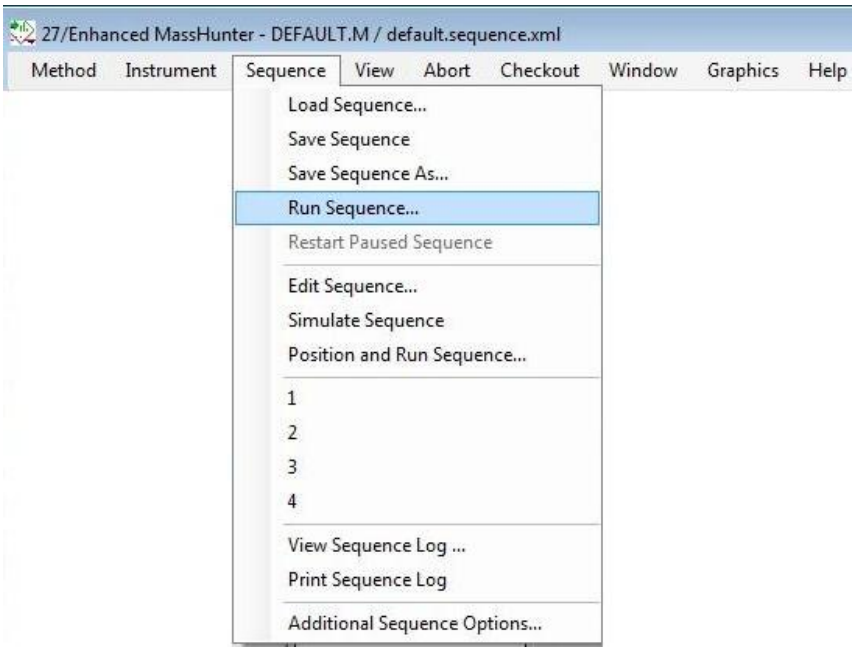
## 保存序列

3. 选择**序列 > 另存序列表为**保存当前序列。



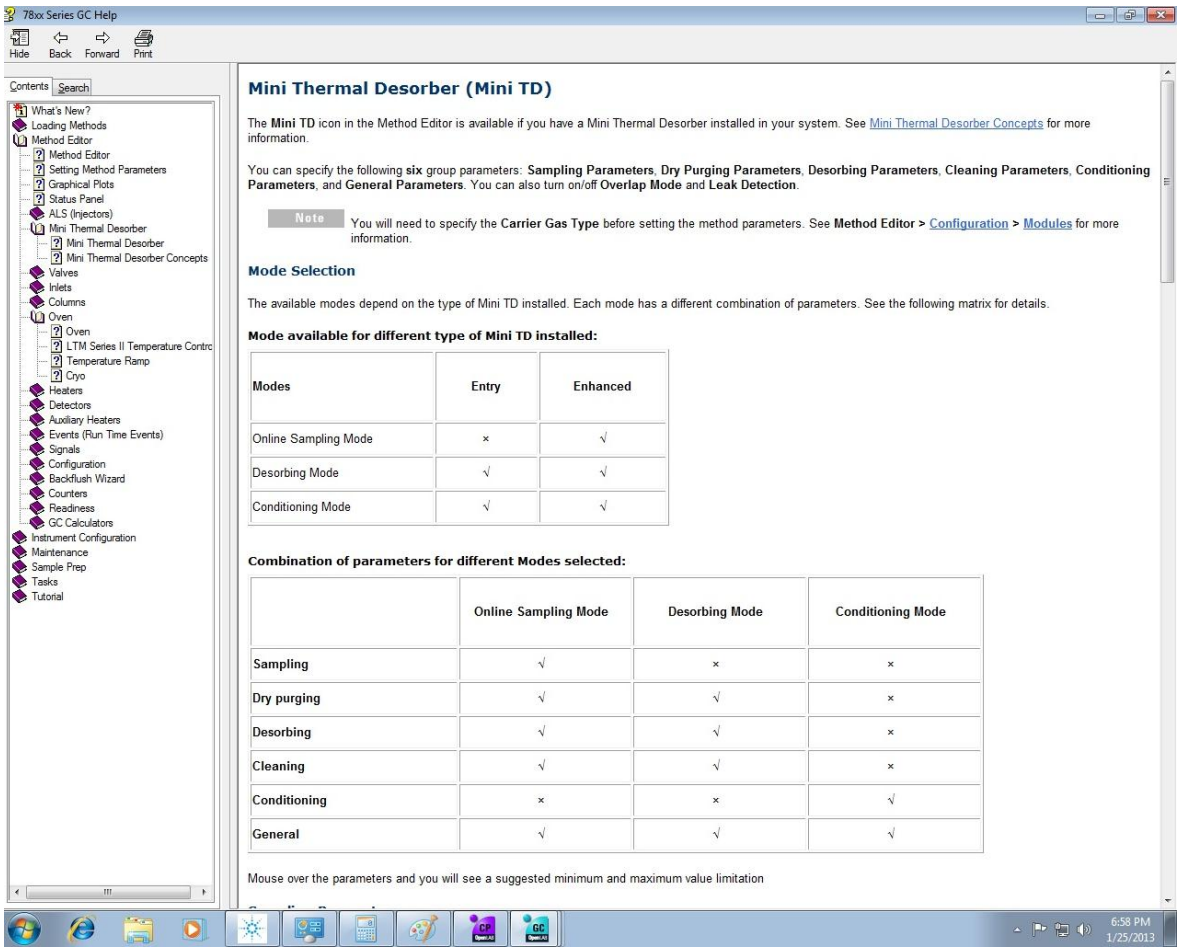

## 运行序列

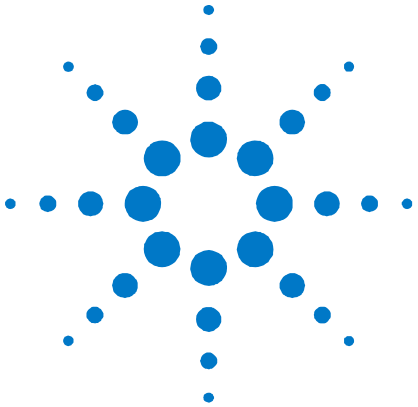
4. 选择**序列 > 运行序列**运行当前序列



# 在线帮助信息

Agilent 集成 Mini TD 软件拥有在线帮助系统，上面提供详细信息，以及如何使用该软件的常规操作指南。





# 5 日常维护

消耗品列表 70
更新 Mini TD 固件 70
更换进样针 71
安装进样针 71
卸下进样针 73
更换 O 圈和过滤膜 74
更换 G4370M 上的过滤器滤芯 77
从传输线上卸下不锈钢进样管 80

本节中包含的信息将帮助您顺利使用小型热解析仪并确保7667A小型热解析仪系统达到良好性能。

**G4370A/G4370M** 的维护间隔随仪器的使用频率而有所不同。

# 消耗品列表

表 9 列出了 7667A 附带的若干消耗品。有关最新的部件和消耗品，可访问 Agilent 网站，网址为 **www.agilent.com/chem**。

表 9 消耗品列表

| **消耗品** | **Agilent** 部件号 |
|---|---|
| 解析管 | C-TBP1TC |
| O 圈 0.239-in-ID | 0905-1820 |
| O 圈 0.364-in-ID (大) | 0905-1819 |
| 进样针组件 | G4372-60015 |
| 过滤膜 | MKI-U-DISK3 |
| 过滤器滤芯 | G1544-80500 |

# 更新 Mini TD 固件

请使用 **Agilent 仪器更新实用工具（Instrument Update Utility A.01.01）**更新 Mini TD 固件。用户可以从 Agilent 网站 **www.agilent.com/chem** 下载最新的固件版本，或与本地的 Agilent 销售联系。

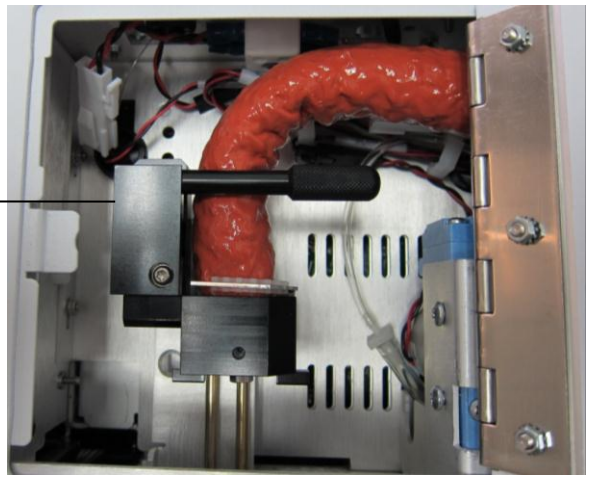
# 更换进样针组件

## 安装进样针组件

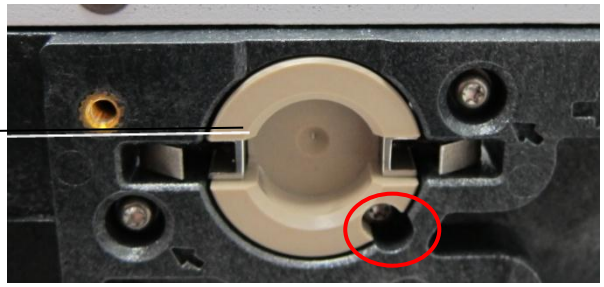
1. 将 G4370M 侧门朝上，平放在工作台上，打开侧门



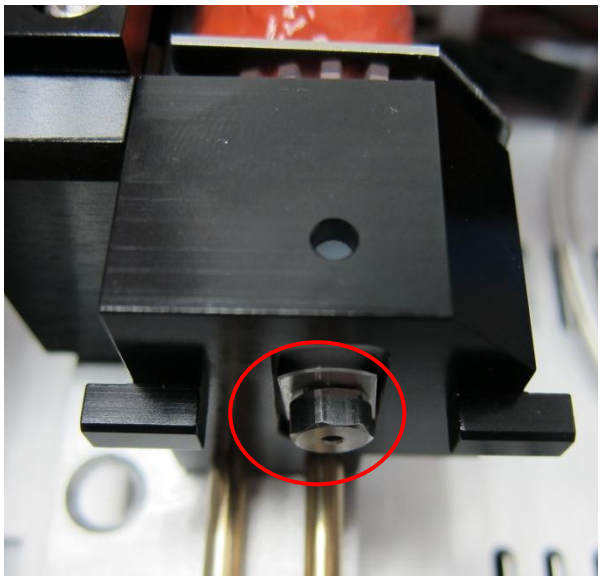
2. 确认进样滑块处于锁定高位。



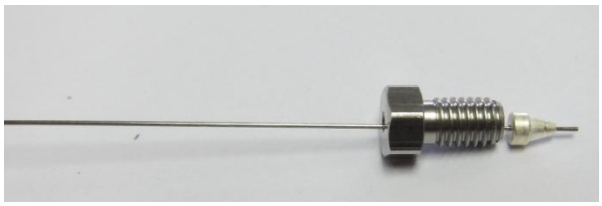

3. 用 T10 螺丝刀卸下图示中的螺钉。



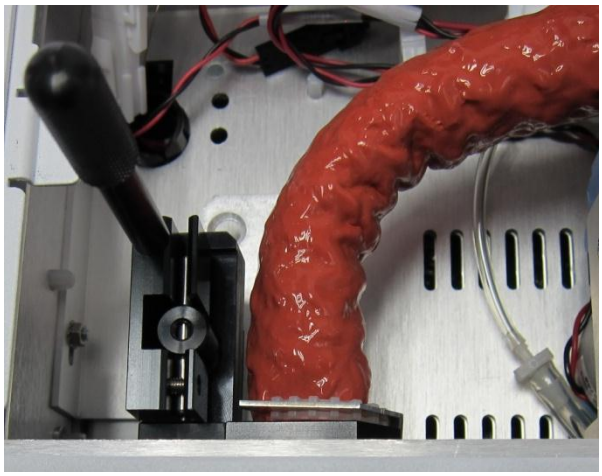
4. 用手从里向外推出进样口转接头。
5. 使用 1/4 英寸扳手卸下锁定螺母。



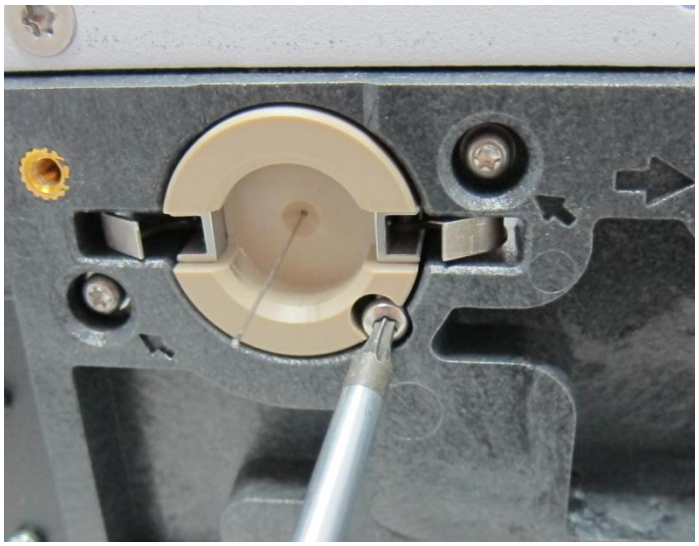
6. 将进样针组件（G4372-60015）插入锁定螺母（见下图），用手将其固定在进样滑块上（见下图），再用扳手加固。



7. 旋转锁定把手至垂直位置，解锁进样滑块。推抵至进样低位。



8. 装上进样口转接头。



9. 推抵进样滑块至锁定高位，然后旋转锁定把手至锁定位置。

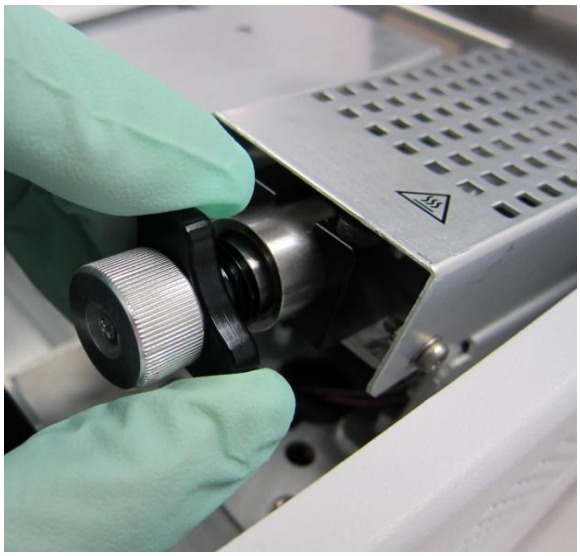
## 卸下进样针组件

**警告** **当心！传输线可能很热，会造成烫伤。请冷却传输线温度至 70°C 以下，以免烫伤。**

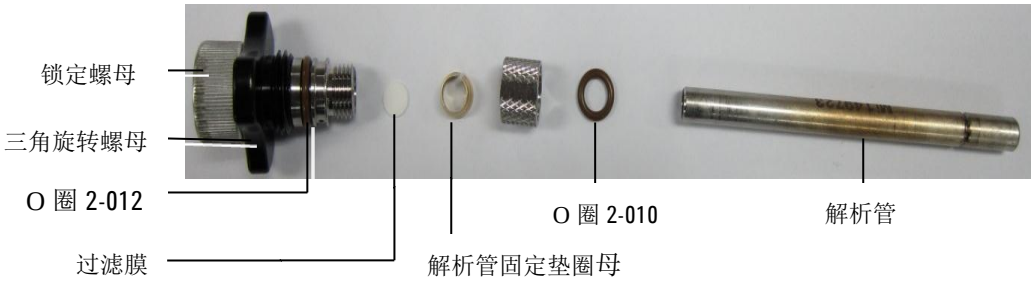
1. 冷却传输线温度至室温。
2. 打开侧门，旋转锁定把手至垂直位置，解锁进样滑块
3. 推抵进样滑块至锁定高位，旋转锁定把手至锁定位置。
4. 关闭侧门。
5. 关闭电源和气路。卸下全部气路管线。
6. 从 5975T 上卸下 G4370M，平放在工作台上。
7. 打开侧门，卸下进样口转接头（请按照本章节中“安装进样针组件”步骤 3 和 4 操作）。
8. 卸下锁定螺母（请按照本章节中 “安装进样针组件” 步骤 5 操作），用手拔出进样针组件。

# 更换 O 圈和过滤膜

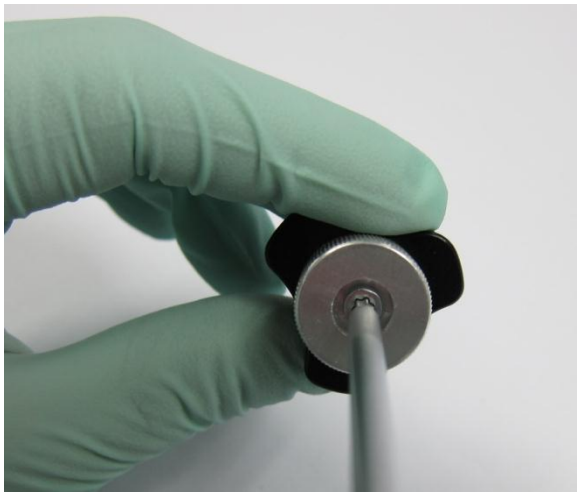
1. 打开上盖。
2. 逆时针拧松三角旋转螺母，取出解析管部件。



3. 旋松锁定螺母，拔出解析管，取下 O 圈 2-010 和过滤膜。



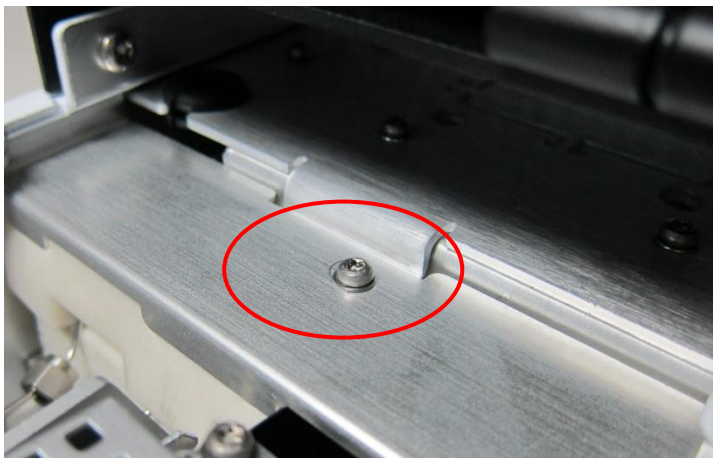

4. 更换 O 圈 0.239-in-ID 和过滤膜。
5. 如果不需要更换 O 圈 0.364-in-ID (大)，请忽略步骤 6-9。
6. 用 T-10 螺丝刀，卸下图中螺钉。



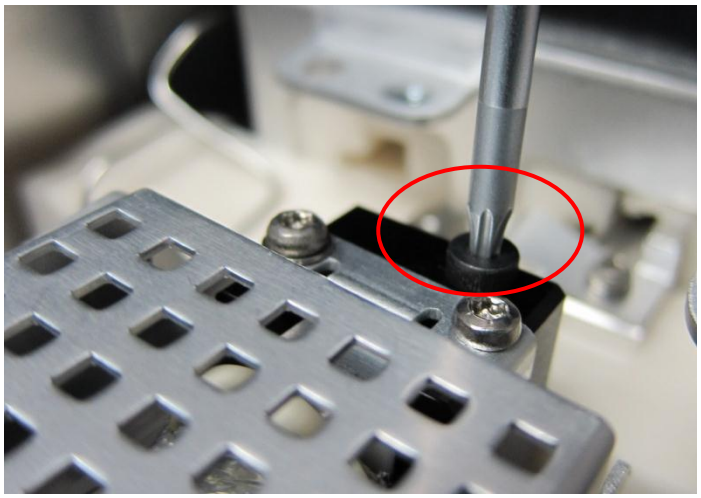
7. 取下锁定螺母和三角旋转螺母。



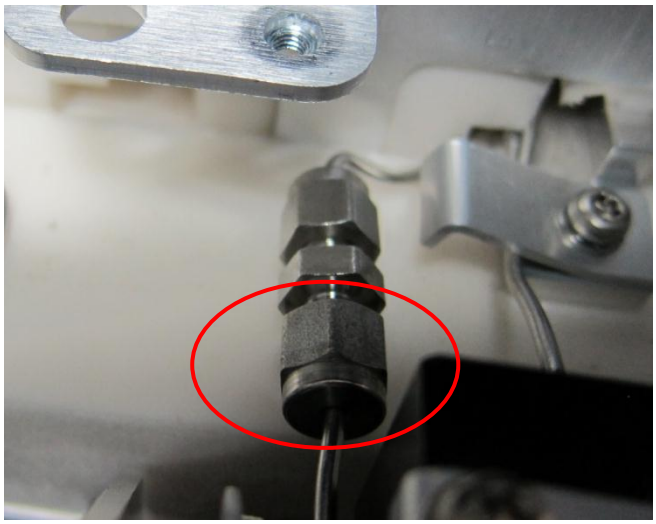
8. 更换 O 圈 0.364-in-ID (大)。
9. 恢复解析管部件。
10. 如果需要更换解析管凹槽端的密封 O 圈和过滤膜，请按以下步骤操作，否则忽略以下步骤。
11. 用 T-10 螺丝刀，卸下图中螺钉，取下保温棉盖板及保温棉。



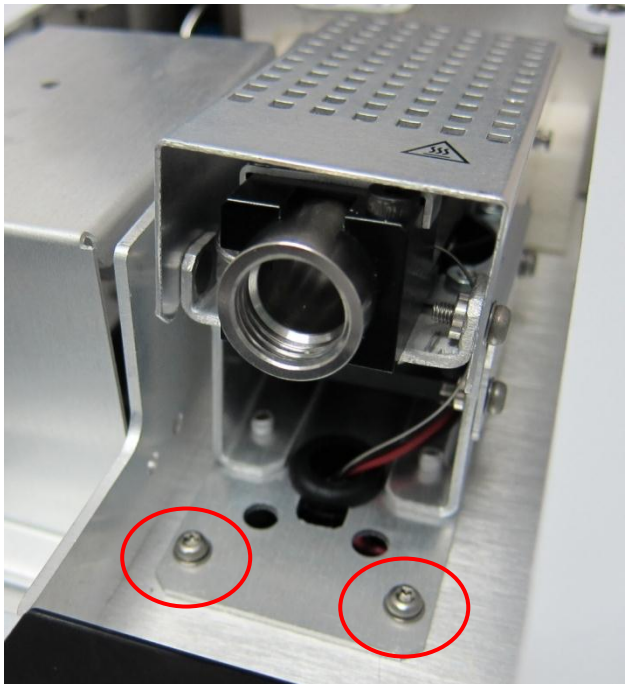
12. 拧松后拔出图中螺钉。



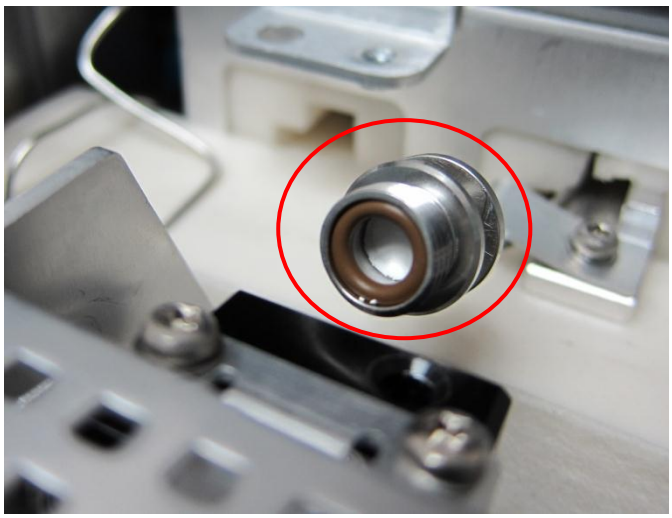
13. 用 5/16 英寸扳手把图中螺母卸下。



14. 卸下图中螺钉。



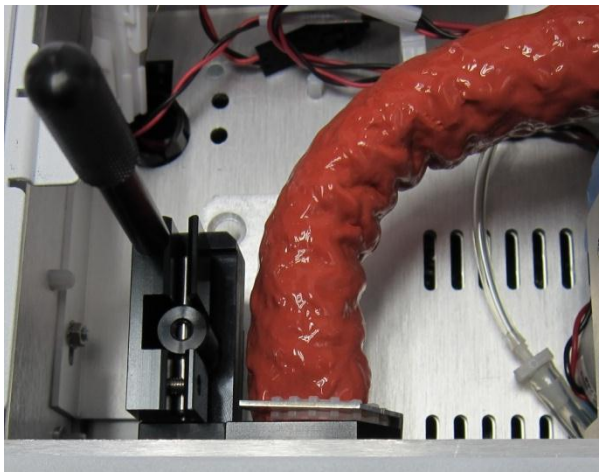
15. 把解析管加热模块往后推，更换图中 O 圈和过滤膜。



16. 恢复解析管加热模块状态。

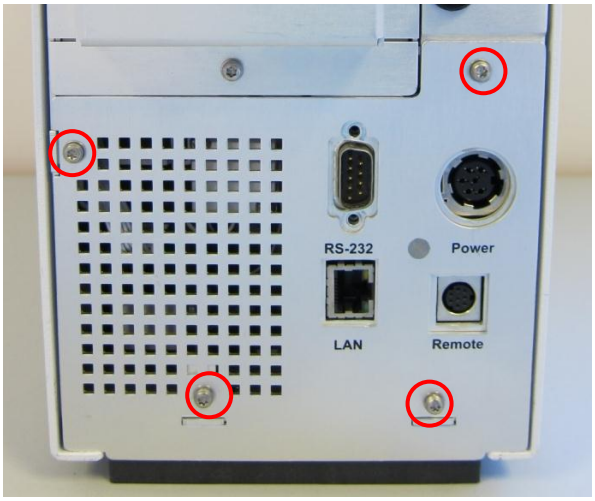
# 更换过滤器滤芯(G4370A)

1. 冷却各加热区温度至室温。
2. 关闭电源并拔下电源插头。
3. 关闭气源，然后卸下仪器背部的气路管线。
4. 打开侧门。
5. 旋转锁定把手至垂直位置（见下图），将进样滑块解锁。

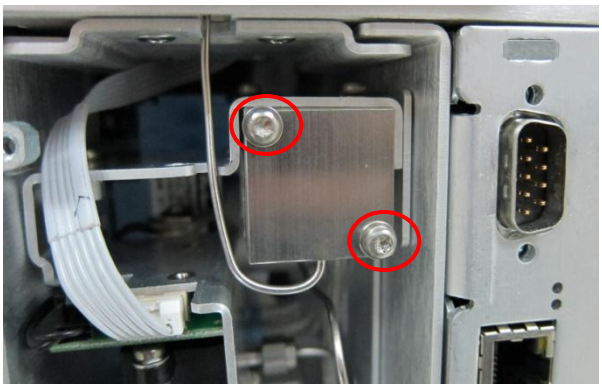


6. 推抵进样滑块至锁定高位，然后旋转锁定把手至锁定位置。
7. 关闭侧门。
8. 从 5975T 上卸下 G4370M。

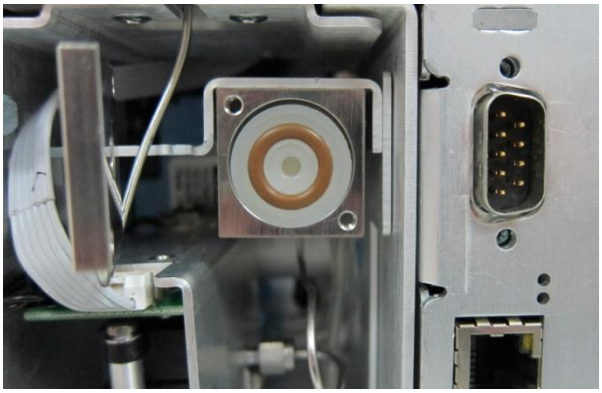
9. 将仪器放在工作台上，卸下图示中的 4 个螺钉，取下后盖板。



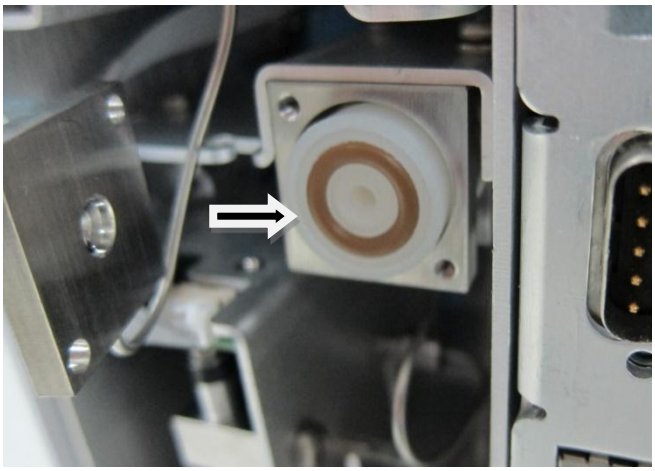

10. 卸下图示中的两个螺钉。



11. 将过滤器滤芯盖板旋转至图示位置。



12. 用手取出过滤器滤芯。



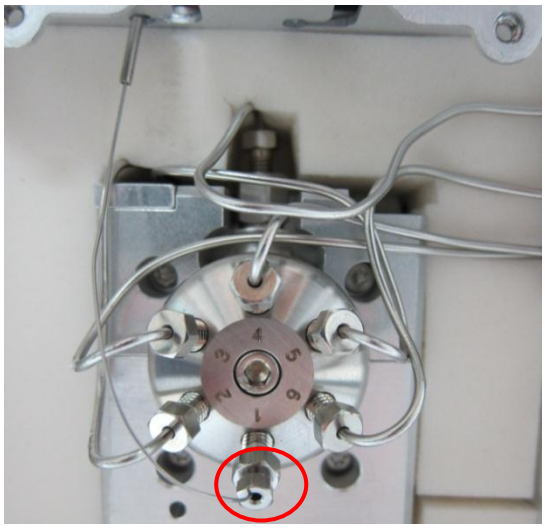
13. 插入新的过滤器滤芯（部件号 G1544-80500。
14. 恢复仪器到原来状态。

# 从传输线上卸下不锈钢进样管

**小心** **断开传输线连接可能会中断 GC 载气流。根据需要冷却 GC 色谱柱箱和进样口温度至室温，以防止损坏色谱柱。**

**警告** **当心！柱箱和进样口可能很热，会造成烫伤。请戴上防护手套以免烫伤。**

1. 冷却 G4370A 各加热区温度至室温。
2. 卸下阀箱盖板，取出保温棉。
3. 用 1/4-3/16 扳手卸下六通阀端口 1 的 Fitting-internal Reducer 1/16 to 1/32-in（0100-2594）。保存好备将来使用。



4. 松开 GC 上的长传输线固定夹。
5. 将不锈钢进样管从进样口端拔出。
6. 轻轻抓住进样口一端的不锈钢进样管，并将其从传输线中拉出。

# 6 故障排除

症状 1：启动失败 82
症状 2：载气流量达不到设定值 82
症状 3：不出色谱峰图 82
症状 4：色谱峰杂峰较多 83
症状 5：漏气 83
症状 6：过载 83
错误消息 84

本节仅处理与Mini TD相关的问题。但是，此处说明的许多症状还可能源自其他问题，特别是GC温度及其气体供给的稳定性。

如果您无法纠正问题，请联系 Agilent 服务部门

# 症状 1：启动失败

打开 G4370 电源开关，无法启动，

| 可能的原因 | 操作 |
| --- | --- |
| 电源线没插好 | 检查电源插头是否插好。 |
| 电源适配器插头没插好 | 检查电源适配器 6 孔接头是否插好 |

# 症状 2：载气流量达不到设定值

| 可能的原因 | 操作 |
| --- | --- |
| 气路接口未连接好 | 拧紧载气接口，载气类型配置与实际接入气体类型要一致。 |
| 压力不足导致载气无法正常供应 | 检查载气上游压力，对于 G4370A，上游压力要大于 60 psi（或 0.4 Mpa） |
| 进样针堵塞 | 更换进样针 |

# 症状 3：不出色谱峰图

| 可能的原因 | 操作 |
| --- | --- |
| 气相色谱故障 | 建议断开热解析仪，准备标准 checkout 样品，观察样品是否出峰 |
| Mini TD 进样针未插入 GC 进样口 | 进样针插入气相色谱进样口 |
| 解析管未正确配置在热解析仪上 | 检查解析管是否被正确安装在热解析仪上。<br>检查解析管是带填料的，而不是空管。<br>检查驱动气是否连接正确及压力是否正常。 |
| 采样失败，载气类型配置不正确 | 若是 G4370M 版本，确定样品气进口，观察采样流速是否达到设定值，若采样流速很低或为零，重新启动仪器，重新配置载气类型。<br>若是 G4370A 版本，确保样品导入过程无问题 |
| 解析管连接处漏气<br>采样流速正常，吹扫时流速达不到设定值或为零 | 确认拧紧解析管部件中的三角螺母，若无效，更换 O 圈 |
| 载气流量未达到设定值 | 检查载气上游压力，对于 G4370A，上游压力要大于 60 psi（或 0.4 Mpa） |

# 症状 4：色谱峰杂质较多

| 可能的原因 | 操作 |
| --- | --- |
| 色谱柱和解析管有杂质残留 | 在测试样品前，建议老化色谱柱和解析管，然后走一针空白样品，可用氮气代替。若空白样品依然杂峰较多，确定是否是气相色谱本身进样口等被污染， |
| 衬管和隔垫被污染 | 更换衬管和隔垫 |

# 症状 5：漏气

在吹扫过程中，若流量未达到设定值或为零

| 可能的原因 | 操作 |
| --- | --- |
| 解析管未拧紧在热解析仪上，或解析管 O 圈老化 | 建议拧紧解析管或更换 O 圈。 |

# 症状 6：过载

在进样品之后紧随的空白测定中发现残留严重，响应大于原样品峰面积的 1%。

| 可能的原因 | 操作 |
| --- | --- |
| 样品浓度过大 | 建议延长清洗时间到 10 min，解析管加热到最高允许温度，流量设定为 200 ml/min。 |
| 高沸点样品进入热脱附仪 | 确定样品是否熔沸点过大，本热解析仪不支持熔沸点大于正构烷烃 C16。若不小心进入高沸点物质，熔沸点高于正构烷烃 C20，若对实验结果有影响，建议先老化整个系统。如果问题还在，联系客服，可能要更换管线或阀。 |

# 错误消息

表 10 列出了 Mini TD 中报告的错误消息（在工作站日志及控制面板界面）。如果收到的错误消息未包含于下表中，请记录该消息。如果该问题持续出现，请将错误消息报告给 Agilent 服务部门。

表 10 错误消息

| 错误代码 | 代码涵义 | 可能原因 |
|---|---|---|
| 0x0001 | 传输线热区关闭 | 传输线被烧坏 |
| 0x0002 | 传输线热传感器无响应 | 传输线被烧坏或传感器损坏 |
| 0x0004 | 阀箱热区关闭 | 阀箱被烧坏 |
| 0x0008 | 阀箱热传感器无响应 | 阀箱被烧坏或传感器损坏 |
| 0x0010 | 吸附管热区关闭 | 加热丝损坏 |
| 0x0020 | 吸附管热传感器无响应 | 加热丝损坏或传感器损坏 |
| 0x0040 | 采样流路 EPC 关闭 | 采样通道堵塞 |
| 0x0080 | 采样流路 EPC 异常 | 采样通道堵塞 |
| 0x0400 | 载气流路 EPC 关闭 | 载气上游压力不足或无载气，载气配置与实际接入气体不一致 |
| 0x0800 | 载气流路 EPC 异常 | 载气上游压力不足或无载气，载气配置与实际接入气体不一致 |
| 0x1000 | TD 通信异常 | 同步线未接好 |
| 0x2000 | 检测到气体泄漏 | 解析管未拧紧，或解析管中 O 圈未密封好 |
| 0x3000 | 热解析仪与 GC 已断开连接 | 串口未连接好 |

# 附录

热解析管参数

MARKES international

Markes International Ltd.
Gwaun Elai Medi Science Campus, Llantrisant
RCT, CF72 8XL, United Kingdom
Tel: +44 (0)1443 230935 Fax: +44 (0)1443 231531
www.markes.com enquiries@markes.com

## How to condition your sorbent tubes

Your tubes are packed with: **Tenax TA**

They have a maximum desorption temperature of: **350°C**

Tubes should be conditioned using clean carrier gas Carrier gas (e.g. Oxygen Free Nitrogen or Helium at 5N grade and ideally with a hydrocarbon filter in the gas line), at a flow of between 50ml/min and 100ml/min.

We recommend the following conditioning method for these freshly packed sorbent tubes:

**2 hours at 320°C followed by**

**30 mins at 335°C**

Once cleaned tubes should be capped with ¼ inch brass storage caps fitted with ¼ inch combined PTFE ferrules. These caps should be tightened finger tight and a quarter turn.

Tubes should be stored in a CLEAN environment and the brass storage caps should not be removed until immediately prior to sampling or desorption.

For trace level (low ppb / ppt level) analyses it is advisable to run blank desorptions prior to sampling.

We recommend the following maximum desorption temperature to reduce artefacts and extend sorbent lifetime: **300 - 320°C**

For reconditioning tubes we recommend:

**15 – 30 mins at 335°C**

However if the tubes become severely contaminated or are left for a period of time (1week+) without being capped then it is recommended that the full procedure shown above be repeated.

These tubes have a lifetime of approximately: **100** cycles, which includes both desorption and conditioning cycles. We recommend that the tubes be repacked with fresh sorbent after this.

Further information about selection of sorbents and conditioning criteria can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS05. Further information about minimising tube artefacts during storage and / or transportation can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS19.

These and many other technical publications can be obtained by registering on the Markes web site **www.markes.com/registration** or by contacting Markes International on consumables@markes.com