

# Agilent 7697A 顶空进样器

安装和首次启动

# 声明

© Agilent Technologies, Inc. 2014

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

G4556-97013

## 版本

第四版, 2014 年 4 月  
第三版, 2012 年 9 月;  
第二版, 2011 年 11 月;  
第一版, 2011 年 1 月

美国印刷

Agilent Technologies, Inc. 2850 Centerville  
Road Wilmington, DE 19808-1610 USA

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

本文档中包含的材料按“现状”提供，若在后续版本中有任何更改，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。请您在完全理解注意声明并符合注意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 安装

开始操作之前	6
安装所需的工具	6
安装所需的人员	6
随仪器提供的部件	6
检查现场准备工作	8
准备 GC 和数据系统	8
确定如何将顶空进样器连接到 GC	8
安装进行 HS 校验所需的 GC 消耗品	11
检查顶空进样器	12
将顶空进样器放在工作台上	13
安装配置插头	15
验证可用的电源配置	15
安装配置插头	16
安装样品瓶盘（仅适用于 111 样品瓶型号）	19
连接缆线	25
Agilent GC 的接线图	26
其他系统	27
连接气体供给线	30
连接样品瓶加压气体	31
连接载气（使用 GC 进样口载气控制）	32
将传输线连接到 GC	35
将传输线安装到顶空	35
将传输线连接到 GC 进样口	42
安装传输线支架	44
打开顶空进样器	47
设置 IP 地址	48
使用面板键盘设置 LAN 地址	48
使用 DHCP 服务器	48
配置顶空进样器	49

## 2 首次启动

所需的工具和材料	52
在 HS 中调用校验方法	53

进行首次连接	55
设置校验方法参数	56
如果使用 Agilent 数据系统	56
校验方法 GC 参数	56
准备校验样品	59
运行校验样品	60
比较结果	63
准备您的方法（可选）	65

## **A 进行 Swagelok 连接**

进行 Swagelok 连接	68
使用 Swagelok Tee	71



# 1 安装

开始操作之前	6
检查顶空进样器	12
将顶空进样器放在工作台上	13
安装配置插头	15
安装样品瓶盘（仅适用于 111 样品瓶型号）	19
连接缆线	25
连接气体供给线	30
将传输线连接到 GC	35
打开顶空进样器	47
设置 IP 地址	48
配置顶空进样器	49

本指南介绍如何安装 **Agilent 7697A 顶空进样器 (HS)**。本指南假定 GC 已安装、已配置并且能够与所有关联的数据系统正常工作。

本章介绍打开仪器包装并安装仪器的安装步骤。下一章介绍如何首次启动 HS 并验证其是否能够正常工作。

### 开始操作之前

在安装顶空进样器 (HS) 之前，请查看以下信息。

#### 安装所需的工具

安装时需要使用以下工具和部件。

**表 1** 安装所需的工具和部件

工具	Agilent 部件号	使用
<b>必需</b>		
Torx T-20 螺丝刀	5182-3465	传输线安装
开口扳手： • 7/16 英寸 (2) • 5/16 英寸	8710-0972 8710-0510	用于气体连接、样品定量环和传输线的 Swagelok 接头
管线切割器	8710-1709	切割 1/8 英寸气体供给管道
精密管线切割器	5190-1442	切割 1/16 英寸不锈钢管线
<b>包含</b>		
1/4 英寸 x 3/16 英寸扳手	8710-2618	传输线安装
色谱柱切割片	5181-7487	传输线安装

其他必需的部件和工具随新仪器一起提供。

#### 安装所需的人员

仪器很重。抬起或移动仪器时，需要两个人合力完成。

#### 随仪器提供的部件

顶空进样器附带有足够用于典型安装和校验的消耗品和硬件。请参见下面的表 2。

表 2 随顶空进样器提供的部件

说明	部件号	数量	使用
3/16 英寸 x 1/4 英寸开口扳手	8710-2618	1	传输线连接。
LAN 电缆	8121-0940	1	通信。
APG 远程电缆, 9M/9M	G1530-60930	1	通信。
平底顶空样品瓶, 20 毫升, 100 个 / 包	5182-0837	1	校验。
顶空铝卷边盖, PTFE/Si 隔垫, 20 毫米, 100 个 / 包	5183-4477		校验。
人体工程学设计的手动卷边器, 适用于 20 毫米的瓶盖	5040-4669		校验。
泄漏测试工具包	G4556-67010	1	
<b>样品瓶加压连接工具包</b>			
后拉伸管线, 1650 毫米	1530-2239	1	将 HS 样品瓶压力接头连接到气体供给设备。
用于 1/16 英寸管线的不锈钢螺母	0100-0053	1	将 1/16 英寸后拉伸管线端与 HS 样品瓶压力接头连接。
用于 1/16 英寸管线的不锈钢密封垫圈组	0100-1490	1	
螺母和密封垫圈组, 1/8 英寸 Swagelok, 不锈钢	5181-7482	1	将 1/8 英寸管线端连接到气体供给设备。
<b>传输线连接工具包</b>			
脱活熔融石英管, 0.530 毫米内径 x 5 米长	160-2535-5	1	传输线。
内部异径管接头, 1/16 英寸至 1/32 英寸	0100-2594	1	传输线连接。
聚酰胺石墨密封垫圈, 1/32 英寸	0100-2595	1	传输线连接。
传输线支持组件	G3504-60620	1	在 GC 进样口处支持传输线。包含支架、夹具和滚花指旋螺钉。
后拉伸管线, 1650 毫米	1530-2239	1	将 HS 载气接头从 GC 进样口流量模块连接到气体供给设备。
SS 1/16 英寸管线接头	0100-0124	1	将 1/16 英寸后拉伸管线端与 GC 进样口载气管线开口端连接。
色谱柱切割片	5181-7487	1	修剪熔融石英传输线。
1/16 英寸不锈钢盖	0100-0050	1	盖住 SSL 或 MMI 进样口载气管线切割端。
螺母和密封垫圈组, 1/8 英寸 Swagelok, 不锈钢	5181-7482	1	将 1/8 英寸后拉伸管线端与 HS 连接。
用于 1/16 英寸管线的不锈钢螺母	0100-0053	1	盖住 SSL 或 MMI 进样口载气管线切割端。

**表 2** 随顶空进样器提供的部件（续）

说明	部件号	数量	使用
用于 1/16 英寸管线的不锈钢密封垫圈组	0100-1490	1	
用于传输线的隔垫固定螺母	G3452-60835	1	在 GC SSL 或 MMI 进样口上支持传输线
脱活的直连衬管，内径为 2 毫米	5181-8818	1	用于校验的 GC SSL 或 MM 进样口衬管。
含氟弹性体的 O 形环，2-010，10 个 / 包	5188-5365	1	GC SSL 或 MM 进样口衬管 O 形环。
11 毫米低渗漏隔垫，5 个 / 包	5182-3413	1	GC SSL 或 MM 进样口隔垫（用于校验）。

### 检查现场准备工作

检查是否已按照现场准备手册对现场进行了准备。必须准备好足够的工作台空间、电源插座、供应品、气体、捕集阱、必需的附件等。

### 准备 GC 和数据系统

如果尚未安装，请先安装气相色谱仪并验证其性能，然后再开始安装 HS。

- 安装 GC。
- 安装数据系统。
- 验证 GC 和数据系统性能。
- 将 GC 中的所有加热区冷却到安全处理温度，特别是柱温箱和进样口。HS 安装时需要中断载气流量，这可能会损坏热色谱柱。HS 安装需要与 GC 进样口接触，进样口可能很热，会造成烫伤。
- 如果购买了附加 HS 控制软件，请在安装数据系统后安装此软件。

### 确定如何将顶空进样器连接到 GC

将顶空进样器连接到 GC 的方法取决于：

- GC 型号
- GC 进样口类型
- 可选的 HS 附件
- 是否还需要将此相同的 GC 进样口用于其他进样类型（例如，ALS 或手动）

请参见表 3。确定最适合您的硬件和需求的连接。

表 3 支持的顶空进样器 – GC 连接和控制模式

进样口类型	GC 型号	连接类型	支持 HS 载气模式	注释
<b>推荐的配置</b>				
分流 / 不分流, 多模式	7890、7820、6890、6850、5975T	传输线穿过隔垫头	<ul style="list-style-type: none"> <li>GC 控制载气流</li> <li>GC + HS (附加) *</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>标准配置。</li> <li>可断开连接以支持自动进样器或手动进样。</li> <li>如果 GC 控制载气流, 对于非 HS 进样, HS 必须处于打开状态。</li> <li>支持经常更换色谱柱。</li> </ul> 可选硬件: <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A 载气 EPC 模块附件。</li> <li>G3521A 7890A S/SL MMI 顶空焊接件 (仅限 7890A、5975T)。</li> </ul>
分流 / 不分流, 多模式	7890	G3520A 传输线接口附件	GC 控制载气流	<ul style="list-style-type: none"> <li>允许交替使用 HS 和 ALS, 无需更换硬件。</li> <li>传输线绕过隔垫, 防止在运行之间发生交叉污染。</li> <li>设计减少了冷却点, 提高了包含分析物 (如高分子量烯烃 C40) 的样品的性能。</li> <li>为各种类型的分析提供最佳性能。</li> <li>支持经常更换色谱柱。</li> <li>降低泄漏的可能性。</li> <li>如果 GC 控制载气流, 对于非 HS 进样, HS 必须处于打开状态。</li> </ul> 所需硬件: <ul style="list-style-type: none"> <li>G3520A 传输线接口附件。</li> <li>1/16 英寸不锈钢管。</li> </ul> 可选硬件: <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A 载气 EPC 模块附件。</li> </ul>
挥发性物质分析接口	7890、6890	传输线连接到挥发性物质分析接口	GC 控制载气流	<ul style="list-style-type: none"> <li>不支持相加流量。</li> <li>高灵敏度。</li> <li>允许少量进样。</li> <li>惰性最强。</li> <li>不建议经常更换色谱柱。</li> <li>不支持 ALS 或手动进样。</li> </ul> 所需硬件: <ul style="list-style-type: none"> <li>消除应力适配器。</li> </ul>
<b>可选配置</b>				
分流 / 不分流, 多模式	7890、7820、6890、6850、5975T	传输线穿过隔垫头	<ul style="list-style-type: none"> <li>HS 控制载气流 *</li> <li>GC + HS (附加) *</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>可断开连接以支持自动进样器或手动进样。</li> <li>载气流控制强度不如使用 GC 的控制强度。</li> </ul> 所需硬件: <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A 载气 EPC 模块附件。</li> </ul>
* 需要 G4562A 载气 EPC 模块附件				

表 3 支持的顶空进样器 – GC 连接和控制模式 (续)

进样口类型	GC 型号	连接类型	支持 HS 载气模式	注释
吹扫填充	7890、 7820、 6890、 6850	传输线穿过隔 垫头	GC + HS (附加) *	<p><b>不建议对 HS 使用吹扫填充进样口。</b>通过传输线的流速必须较高, 这样可加宽峰。如果使用, 应将来自 PP 进样口的流量 (清扫进样口隔垫) 设置得比较小。使用 HS 相加流量提供主色谱柱流量。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>支持经常更换色谱柱。</li> <li>可断开连接以支持自动进样器或手动进样。</li> <li>用户需要使用流量来优化分析。</li> </ul> <p>所需硬件:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A 载气 EPC 模块附件。</li> </ul>
冷柱头	7890、 6890、 6850	传输线穿过隔 垫头	GC 控制载气流	<p><b>不建议对 HS 使用冷柱头进样口。</b>对于大多数分析物, 应改为使用 SSL 或 MMI, 使色谱柱向上通过传输线连接到 HS 六通阀。(不建议在传输线中使用超过 530 <math>\mu\text{m}</math> 的色谱柱。不支持使用内径较大的色谱柱。)如果将色谱柱直接连接到 HS 进样阀, 对于大多数分析物, 提供较小的分流流量, 这样可使进样口提供小流量来清扫隔垫, 让 HS 提供大部分流量, 例如 0.1:1。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>通过传输线的流速必须较高, 这样可加宽峰。</li> <li>支持经常更换色谱柱。</li> <li>可断开连接以支持自动进样器或手动进样, 但可能需要重新对齐 ALS 或更换进样口硬件。</li> <li>用户需要使用流量来优化分析。</li> <li>使用冷柱头进样口时, 传输线会碰到色谱柱。这是不希望出现的情况。</li> </ul> <p>所需硬件:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A 载气 EPC 模块附件。</li> <li>适合传输线大小的冷柱头进样口硬件。</li> </ul>
任何非 Agilent	任何非 Agilent	用户必须确定 连接方法	<ul style="list-style-type: none"> <li>GC + HS (附加) *</li> <li>HS 控制载气流</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>根据类似的 Agilent 硬件确定最佳模式和使用情况。</li> </ul> <p>所需硬件:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>G4562A 载气 EPC 模块附件。</li> </ul>

\* 需要 G4562A 载气 EPC 模块附件

## 安装进行 HS 校验所需的 GC 消耗品

HS 校验需要使用表 4 中列出的 GC 消耗品。在安装 HS 之前应先安装这些消耗品。详细信息，请参见 GC 用户文档。

**表 4** HS 性能验证所需的 GC 消耗品

说明	部件号
<b>GC 校验色谱柱:</b>	
7890、7820、6890:	19091J-413
6850:	19091J-413E
<b>如果使用 MS 或 MSD:</b>	
7890、7820、6890:	19091S-433
6850:	19091S-433E
5975T:	G3900-63001
氦气载气	
<b>对于分流 / 不分流或多次取样模式进样口</b>	
衬管	5181-8818*
衬管“O”形环	5188-6405*
<b>如果使用 FID 或 NPD</b>	
尾吹气	氮气或氦气
<b>如果使用 <math>\mu</math>ECD</b>	
尾吹气	氮气或氩气 / 甲烷
* 随 HS 一起提供。	

根据需要配置色谱柱和任何其他项目。

## 检查顶空进样器

**警告**

仪器很重。搬运仪器时要格外小心。建议两个人将其抬起。如果不采用两个人将其抬起的方法而使用其他方法可能会导致人身伤害。

---

检查顶空进样器 (HS) 运输包装箱。

- 1 检查运输包装箱是否有损坏。如果包装箱损坏或有挤压的痕迹，请通知运输公司和您当地的 Agilent 办事处。

保留所有运输材料以备运输公司检查。

- 2 对照装箱单检查收到的物品。如果存在差异，请立即通知您当地的 Agilent 办事处。

保留运输包装箱，直到您检查并确认其中的物品完整无缺并验证了仪器性能。

## 将顶空进样器放在工作台上

HS 要求工作台能够承受其重量以及与其配合使用的其他设备的重量。工作台范围内不能有悬挂的障碍物，它们会妨碍设备冷却，并妨碍工作人员查看仪器顶部。

### 警告

**仪器很重。搬运仪器时要格外小心。建议两个人将其抬起。如果不采用两个人将其抬起的方法而使用其他方法可能会导致人身伤害。**

- 1 从运输箱中取出 HS。
  - 在去除仪器四周的包装泡沫时请小心。泡沫还会对传输线起到保护作用。
- 2 将 HS 放在工作台上。确保气体和电源方便使用。将其他所需的设备放在 HS 附近。**只能安装在 GC 右侧。**
- 3 取下盖子和包装。

保护盖盖在设备背面的气体输入和出口接头上。

取下将传输线固定到仪器上的所有包装带。

对于 12 样品瓶型号，请提起样品盘盖板，然后从样品盘取下包装材料。



### 小心

样品盘台架仅用泡沫包装材料加以保护。在拆除样品盘包装时请小心。在提起样品盘时，台架会随之移动。

## 1 安装

### 4 拆除样品盘包装（如果已购买）。

检查样品盘的运输带和衬垫螺丝。将其取下。衬垫螺丝上标有一个标记或条带以便识别。取下找到的所有运输带或衬垫螺丝。

## 安装配置插头

使用之前，应设置 HS 电源配置。

### 验证可用的电源配置

- 1 找到顶空进样器附带的配置插头。将配置插头标签上标明的电压与实验室线路电压进行比较。（对于使用 100 VAC 的日本客户，此设备为 120 VAC 并带有一个外置 100 V/200 V 递增变压器。）请参见表 5。

**表 5** 顶空进样器电源配置插头

部件号	电压	颜色
G4556-60390	120 VAC	棕色
G4556-60400	200 VAC	红色
G4556-60410	220 VAC	橙色
G4556-60420	230 VAC	黄色
G4556-60430	240 VAC	紫色

- 2 找到顶空进样器附带的电源线。检查电源线符合当地法规和电压规范。

### 警告

测量电源电压会使您面临危险电流带来的风险。只有经过培训的技术人员才能执行此步骤。

- 3 测量电源插座电压并确认其是否符合表 6 中所列的电容要求。

**表 6** 功耗

产品	线路电压 (VAC)	频率 (Hz)	最大连续功耗 (VA)	额定电流 (安培)	电源插座额定电流
111 样品瓶型号	100*/120 单相 (-10%/+10%)	50/60	850	6.2	15 Amp
111 样品瓶型号	200/220/230/240 单 / 分相 (-10%/+10%)	50/60	850	3.8/3.4/3.3/3.1	10 Amp
12 样品瓶型号	100*/120 单相 (-10%/+10%)	50/60	850	6.2	15 Amp

\* 使用 100 V 电源的日本客户将收到 120 V 美国电源选件以及一个 100 V/120 V 的递增变压器。

## 1 安装

表 6 功耗

产品	线路电压 (VAC)	频率 (Hz)	最大连续功耗 (VA)	额定电流 (安培)	电源插座额定电流
12 样品瓶型号	200/220/230/240 单 / 分相 (-10%/+10%)	50/60	850	3.8/3.4/3.3/3.1	10 Amp

\* 使用 100 V 电源的日本客户将收到 120 V 美国电源选件以及一个 100 V/120 V 的递增变压器。

### 安装配置插头

按照下列步骤安装配置插头：

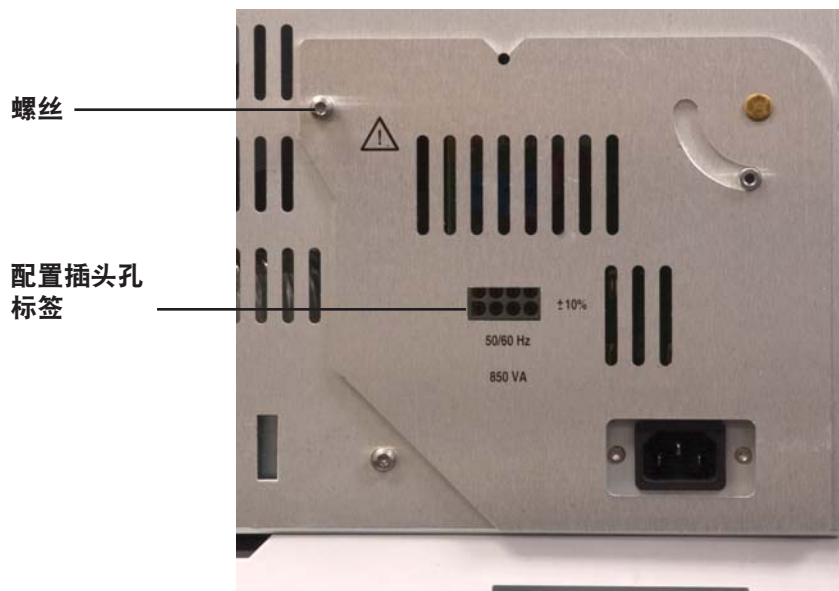
#### 警告

只有经过 Agilent 培训的技术人员才能执行此操作过程。

#### 小心

静电可能会损坏组件：请确保在执行此操作过程时佩戴让 GC 机箱接地的 ESD 腕带。

- 1 找到 HS 背面右下角上 AC 板的盖板。



- 2 松开盖板上的 T-20 Torx 螺丝，旋转盖板以露出 AC 板。



3 将配置插头插入 AC 板（连接器 P4）。请参见图 1。

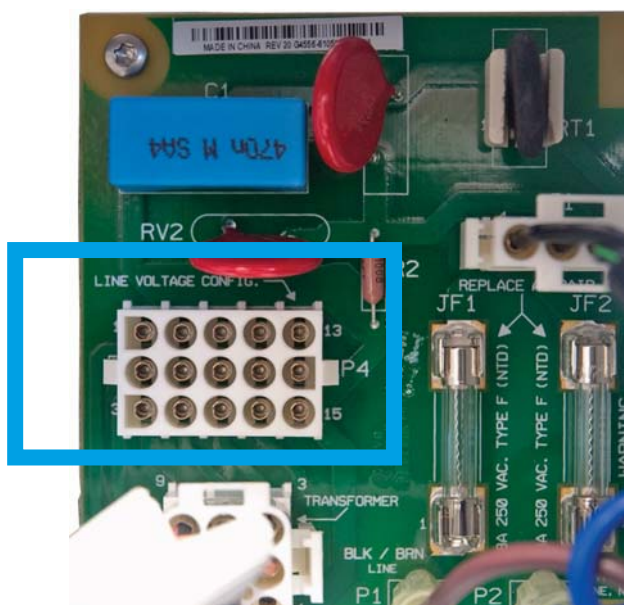


图 1 AC 板特写

4 旋转盖板直到其盖住插头。重新装上此螺丝以固定盖板。可通过盖板看到电源额定值标签。

## 1 安装

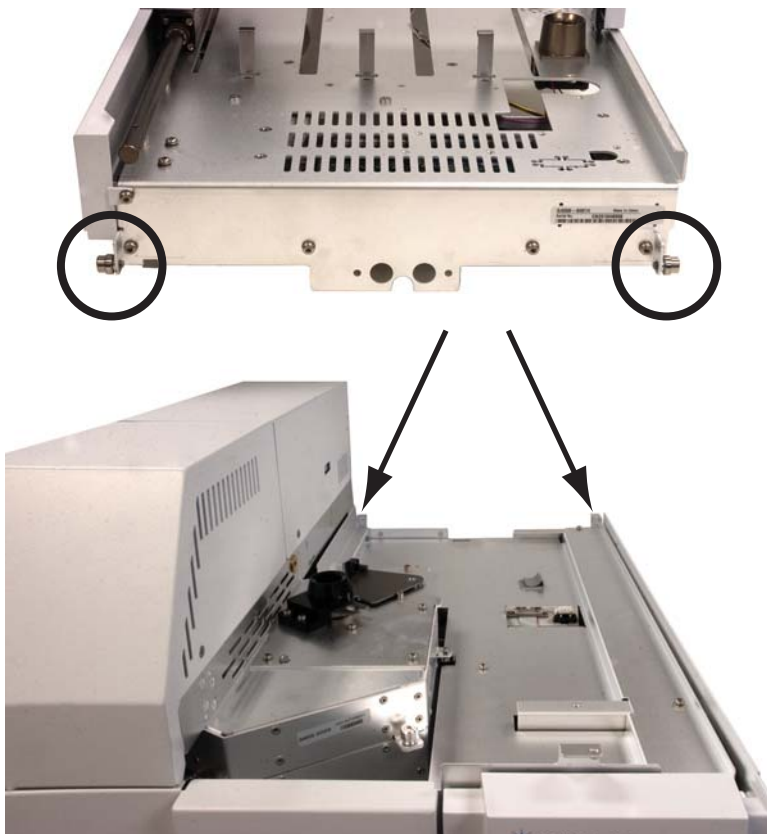
如果盖板没有盖上，请检查配置插头。



## 安装样品瓶盘（仅适用于 111 样品瓶型号）

如果没有购买 111 样品瓶的 7697A 顶空进样器型号，请跳至下一部分。

顶空进样器样品盘装在仪器的顶部右侧。样品盘背面的两个滚轮可滑入 HS 机箱顶部的安装夹。



## 1 安装

- 1 抬起样品盘，将其放在顶空进样器机箱上，使样品盘背面的两个滚轮放在 HS 机箱上，样品盘前端在距离机箱上方几厘米的位置上。



- 2 向后滚动样品盘，直到滚轮与机箱上的安装夹啮合。请参见图 2。



图 2 放置样品盘

## 1 安装

- 3 将样品盘控制电缆连接到机箱上的连接器。请参见图 3。将控制电缆穿过机箱上的塑料夹。
  - 小心撕下电缆的包装带。
  - 完成后，检查电缆是否穿过固定夹。

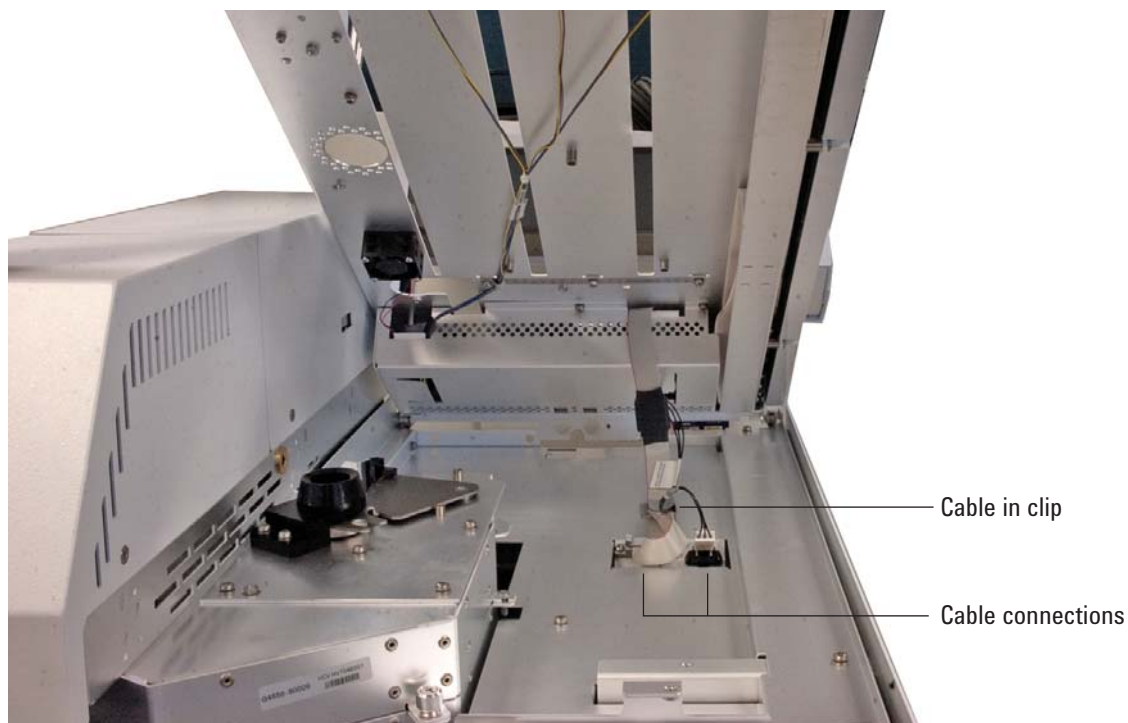


图 3 连接并布置电缆线路

- 慢慢降低样品盘前端。将样品瓶柱箱检修通孔与样品瓶柱箱检修端口凸起的边缘对齐。将样品盘前端与仪器前端对齐。样品盘必须与仪器机箱一样处于水平位置。



- 如果需要，轻轻将台架完全滑到样品盘背面。



## 1 安装

6 将 3 个样品瓶架装到样品盘中。



## 连接缆线

- 1 连接电源线。请参见图 4。

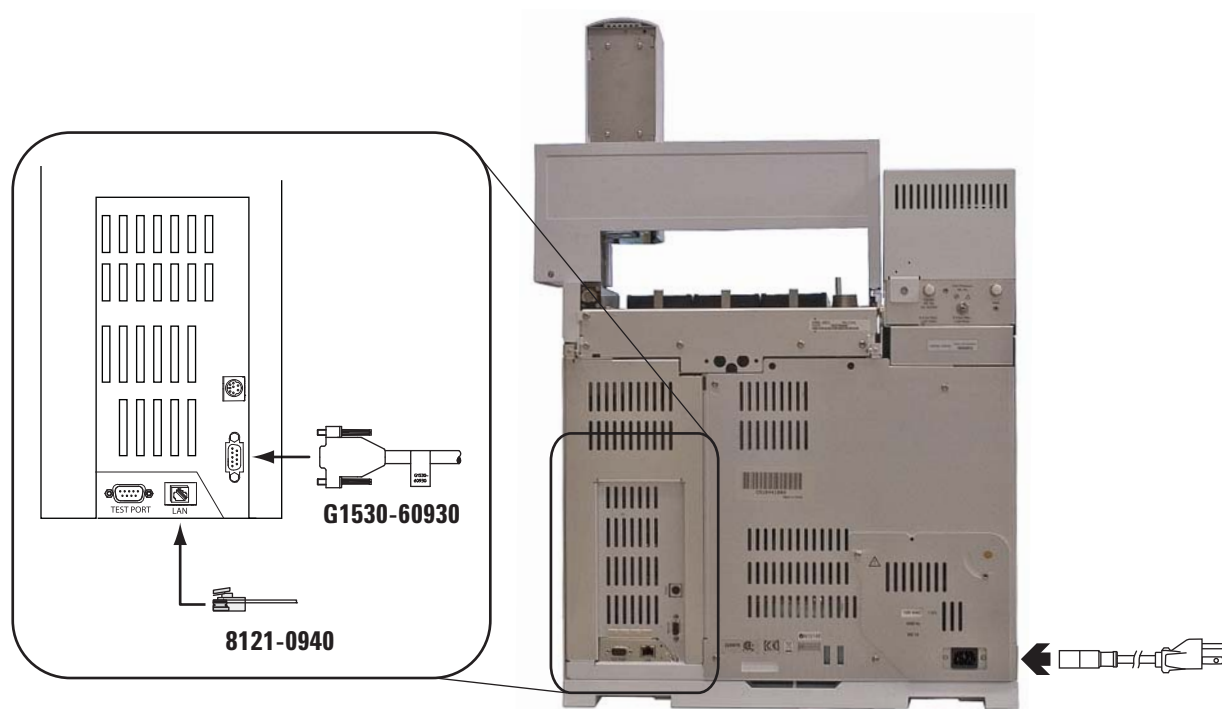
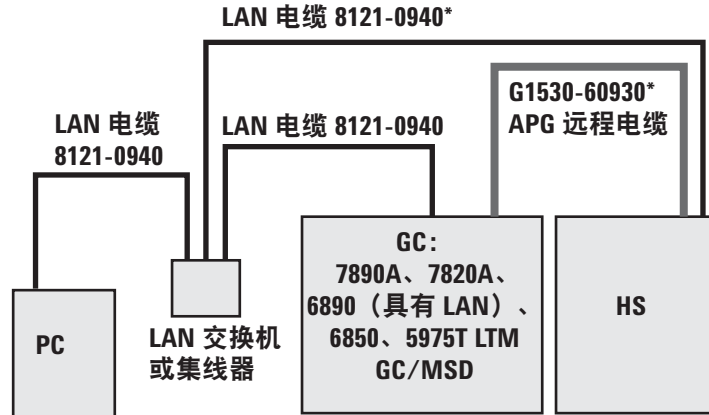


图 4 后面板连接

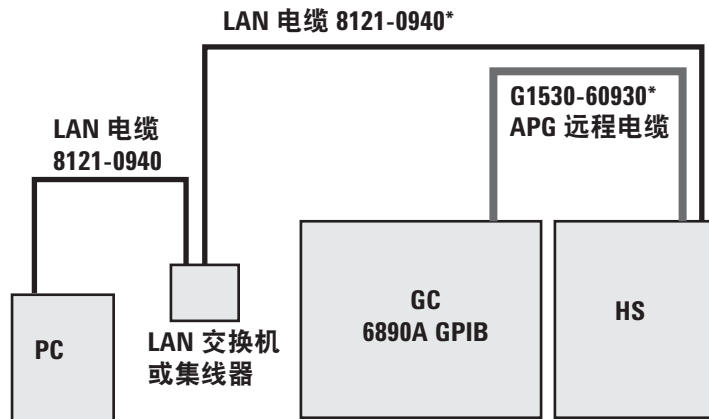
- 2 连接 LAN 电缆。请参见图 4。
- 3 连接 APG 远程电缆。请参见图 4 至图 7。

### Agilent GC 的接线图



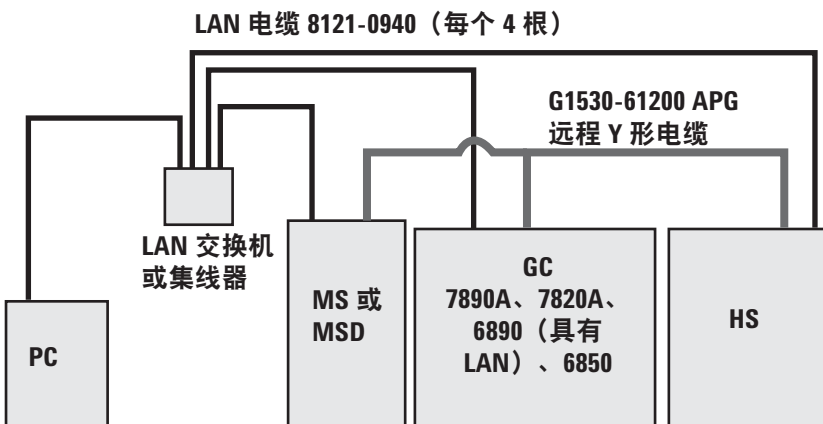
\*包含在运输工具箱中。

图 5 HS-GC (LAN)-PC



\*包含在运输工具箱中。

图 6 HS-GC (GPIB)-PC



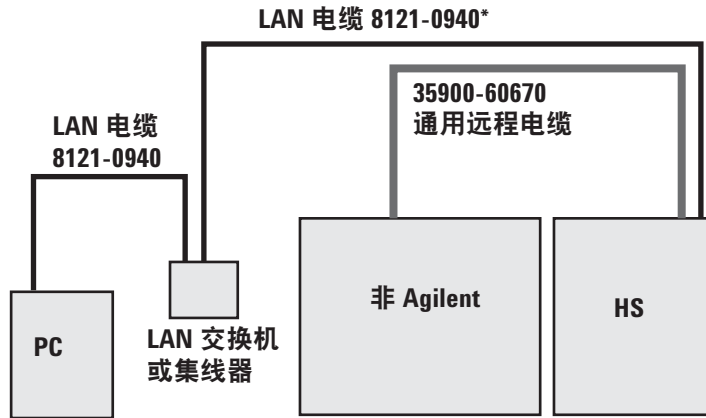
一根 LAN 电缆 8121-0940 (包含在 HS 运输工具箱中)。如果按完整系统 (MS/MSD + GC + HS) 购买，则运输工具箱中包含一个 G1530-61200。

图 7 HS-GC (LAN)-PC-MS (或 MSD)

## 其他系统

使用 Agilent 通用远程启动 / 停止电缆 35900-60670 同步

Agilent 产品和非 Agilent 产品。请参见图 8 和图 9。



\*包含在运输工具箱中。

图 8 HS-GC (LAN)-PC-MS (或 MSD)

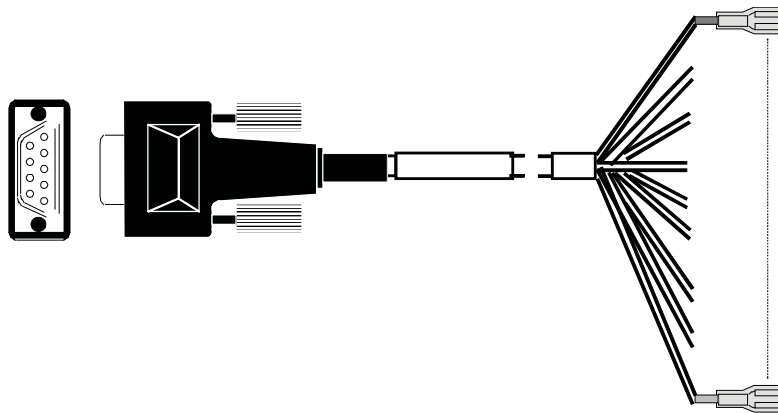


图 9 通用远程启动 / 停止电缆，Agilent 产品至非 Agilent 产品

表 7 电缆引出线，通用远程启动 / 停止电缆

连接线颜色	信号名称
黑色	地线
白色	准备 (低电平有效)
红色	启动 (低电平有效)
绿色	启动继电器
棕色	启动继电器
蓝色	不使用

表 7 电缆引出线，通用远程启动 / 停止电缆（续）

连接线颜色	信号名称
橙色	就绪（高电平有效输入）
黄色	停止（低电平有效）
紫色	不使用

在连接到非 Agilent 产品时，要确保兼容性，需要全面了解信号电平、驱动程序和接收器电路以及定时等知识。

## 连接气体供给线

## 注意

Agilent 建议将关闭阀（未附随提供）安装在样品瓶加压和载气接头附近。使用阀可以在故障排除和不活动期间快速隔离 HS。

Agilent 提供了接通仪器气体管线的硬件，如图 10 中所示。在此示例中，HS 通过进样口隔垫连接到 7890A GC。GC 提供载气控制。样品瓶加压气体连接到与载气不同的气体供给线。

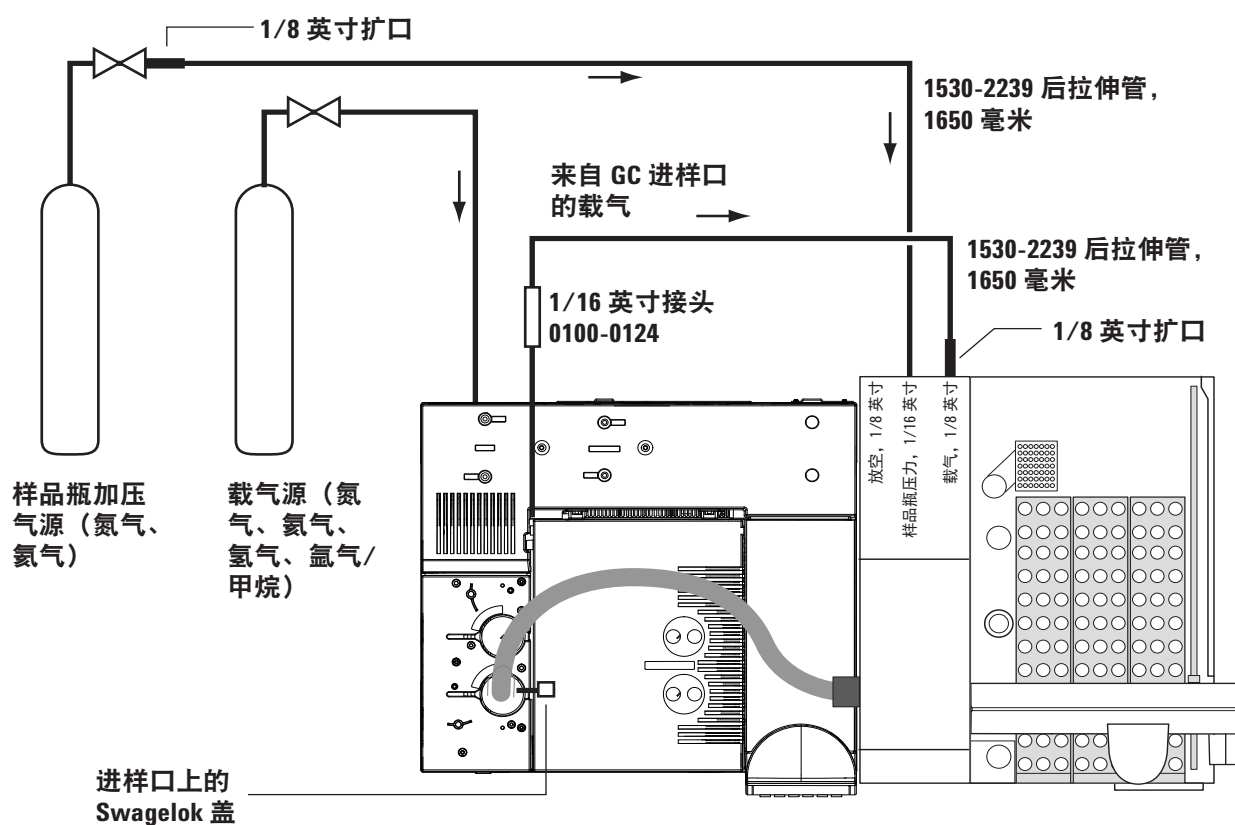


图 10 标准管道配置

请参见表 8 以获得 HS 可接受气体类型的摘要。

表 8 用于 HS 的可接受气体

气体类型	样品瓶加压	载气
氦气	是	是
氮气	是	是

表 8 用于 HS 的可接受气体（续）

气体类型	样品瓶加压	载气
氢气	否	是
氩气 (5%)/ 甲烷 (95%)	否	是

**注意**

下面的步骤假定使用标准配置：管道（如图 10 中所示），具有使用进样口 EPC 模块的 GC 载气控件。这些操作过程还假定 GC 的管道已连接并正在工作，并且 GC 连接了氦气载气。

如果您的安装不同，请根据情况连接气体。

**连接样品瓶加压气体**

所需材料：

- 1/8 英寸 Swagelok 螺母和密封垫圈组，不锈钢
- 1/16 英寸 Swagelok 螺母和密封垫圈组
- 1/16 至 1/8 英寸扩口不锈钢管管线，1650 毫米长

所需工具：

- 7/16 英寸开口扳手
- 5/16 英寸开口扳手
- 精密管线切割器

有关进行 Swagelok 连接的详细信息，请参见“进行 Swagelok 连接”。

**警告**

**仅使用氦气或氮气作为样品瓶加压气体。切勿使用易燃气体对样品瓶加压。如果使用易燃气体对样品瓶加压，则会导致爆炸危险。**

- 1 关闭样品瓶加压气体供给设备。
- 2 使用 1/8 英寸 Swagelok 螺母和密封垫圈将 1/8 英寸不锈钢管线的扩口端连接到气体供给设备。
- 3 使用 1/16 英寸螺母和密封垫圈将 1/16 英寸不锈钢管线端连接到 HS 背面的**样品瓶压力**接头。
- 4 打开样品瓶加压气体供给设备，并将源压力设置为 410 kPa (60 psi)。
- 5 检查所有外部接头是否存在泄漏情况。修复所有泄漏问题，然后再继续。

## 连接载气（使用 GC 进样口载气控制）

所需材料：

- 1/16 英寸不锈钢 Swagelok 接头
- 1/16 英寸不锈钢 Swagelok 端盖
- 1/8 英寸 Swagelok 螺母和密封垫圈组，不锈钢
- 1/16 英寸 Swagelok 螺母和密封垫圈组，不锈钢
- 1/16 至 1/8 英寸扩口不锈钢管管线，1650 毫米长

所需工具：

- 7/16 英寸开口扳手
- 1/4 英寸开口扳手
- 精密管线切割器

开始之前，请确保 GC 柱箱已冷却。您需要停止 GC 载气流。停止 GC 载气流会损坏热色谱柱。

### 注意

以下操作过程假设 7890A GC 具有多模式或分流 / 不分流进样口。其他仪器类型都是类似的。

### 注意

此操作过程假设您手动将 HS 与载气流接合起来。如果购买了 G3521A 附件和 7890A S/SL MMI 顶空焊接件，您将跳过一些步骤。请参见下面的内容。此操作过程不讨论使用其他附件或进样口类型的安装。

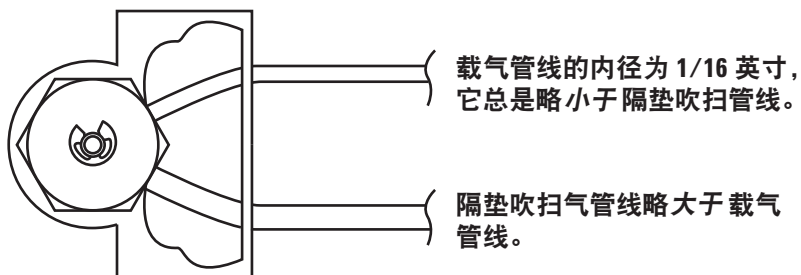
- 1 关闭载气供给（如果已打开）。
- 2 从 GC 卸下所有 ALS 进样器和 GC 检测器盖板。
- 3 卸下 GC 气路控制组件盖板。（您可能需要断开所有排气管连接。）

### 注意

如果您购买了 G3521A 7890A S/SL MMI 顶空焊接件，请立即安装此焊接件。跳过步骤 4。

- 4 接合到进样口载气管线。
  - a 找到进样口载气管线。进样口载气管线是一根长度为 1/16 英寸的不锈钢管，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 / 不分流和多次取样模式进样口，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。



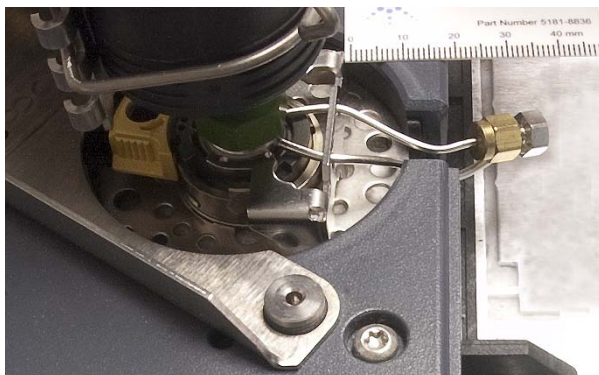
所示的是 7890A 多模式进样口。其他进样口类似。

- b 使用精密管线切割器，从距离隔垫头约 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。

- c 使用运输工具箱中提供的 1/16 英寸 Swagelok 螺母、密封垫圈和瓶盖组件将进样口载气管线插入隔垫头。



- 5 将 1/16 英寸外螺纹接头的一半安装到来自进样器 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，方法是从插头取下端盖，然后连接管线的两端。

## 1 安装

- 6 使用 1/16 英寸 Swagelok 接头的另一半部分将载气管线从 EPC 模块（已在步骤 5 中准备）连接到扩口不锈钢管线的较小端（1/16 英寸）。
- 7 使用 1/8 英寸 Swagelok 螺母和密封垫圈将扩口不锈钢管线的较大端连接到 HS 上的载气接头。
- 8 打开载气供给。将输送压力设定为 550 kPa (80 psi)。
- 9 检查所有外部接头是否存在泄漏情况。修复所有泄漏问题，然后再继续。

## 将传输线连接到 GC

此操作过程介绍了如何安装随仪器一起提供的熔融石英传输线。如果您购买了其他的传输线，则可以安装它，代替以下所列的 530 微米传输线。有关部件号和操作过程，请参考**维护手册**。

所需材料：

- 1/16 英寸内部异径管接头
- 530 微米的熔融石英色谱柱
- 11 毫米的隔垫
- 隔垫螺母转换接头 (G3452-60835)

所需的工具：

- 3/16 英寸开口扳手
- 1/4 英寸开口扳手
- 色谱柱切割片

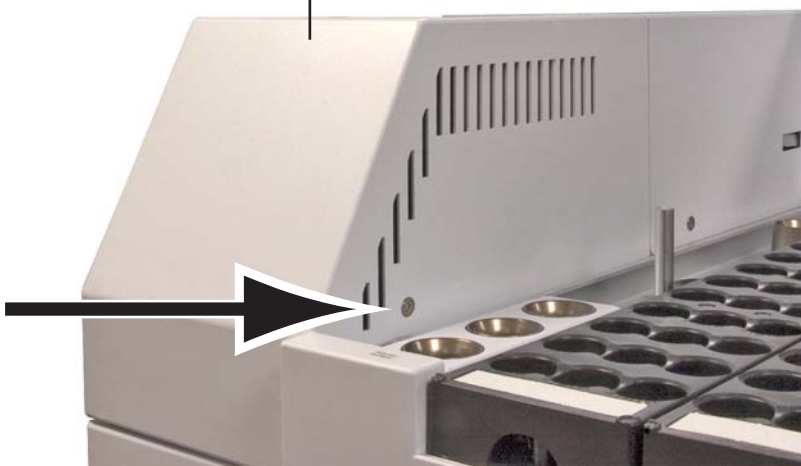
## 将传输线安装到顶空

**小心**

应佩戴干净的不含绒的手套，以防止部件沾上灰尘和皮肤分泌物。

- 1 卸下气路控制组件前盖板。
  - a 卸下用于固定盖板的 T-20 螺丝。

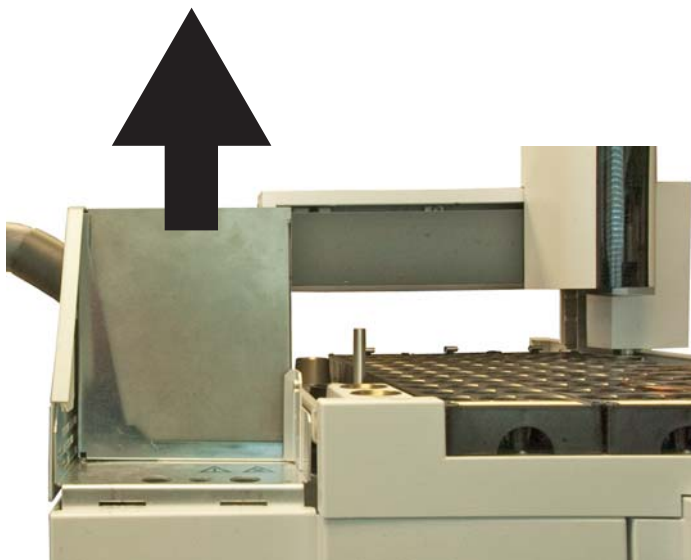
前气路控制组件盖板



- b 将盖板拖离机箱，然后将其提起以将其卸下。

## 1 安装

2 从 HS 竖直提起阀保温箱。



3 根据硬件配置，执行以下操作之一：

- 卸下阀盖板（图 11）。完全松开两颗 T-20 Torx 固定螺丝，然后卸下阀盖板。
- 卸下阀 / 定量环盖板（图 12）。完全松开三颗 T-20 Torx 固定螺丝，然后卸下阀 / 定量环盖板。

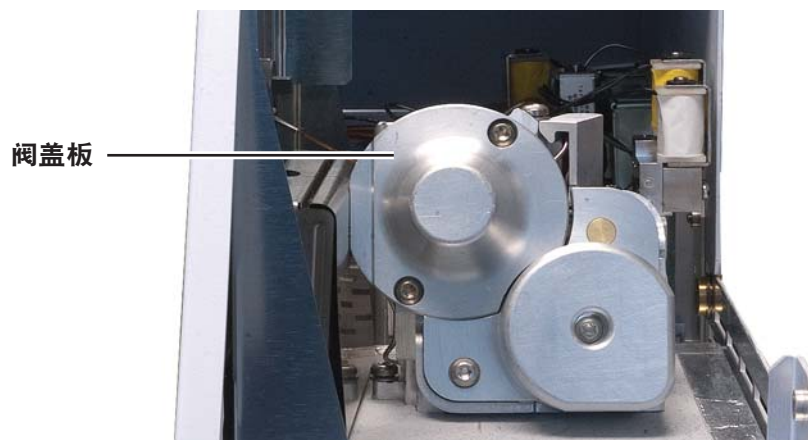
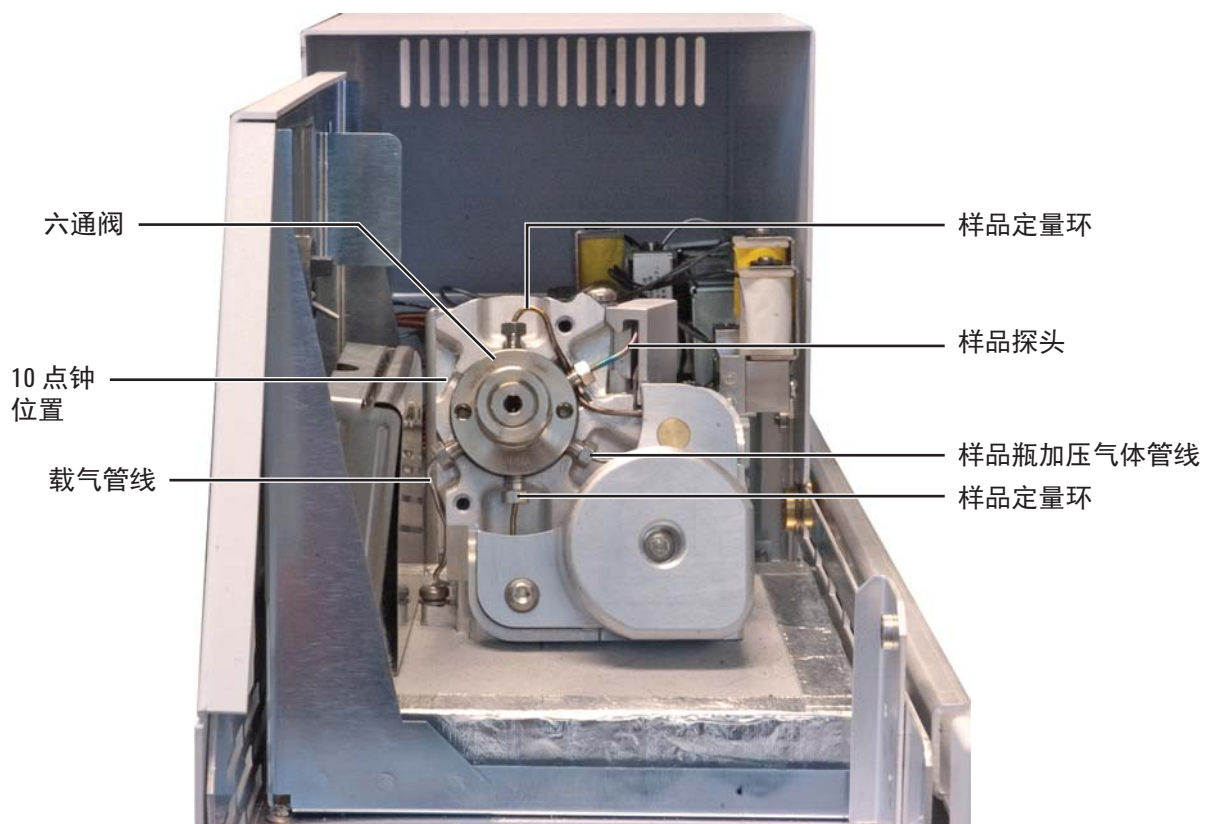


图 11 阀盖板



图 12 阀 / 定量环盖板

- 4 将传输线以 10 点钟的方位安装在阀口中，如下图所示（阀口 3）。取下 1/16 英寸塞子。保存好塞子以备将来使用。



- 5 拆下 HS 运输工具箱中提供的 1/16 英寸内部异径管接头。

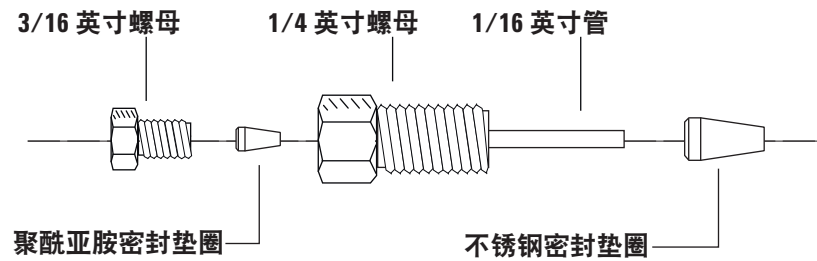
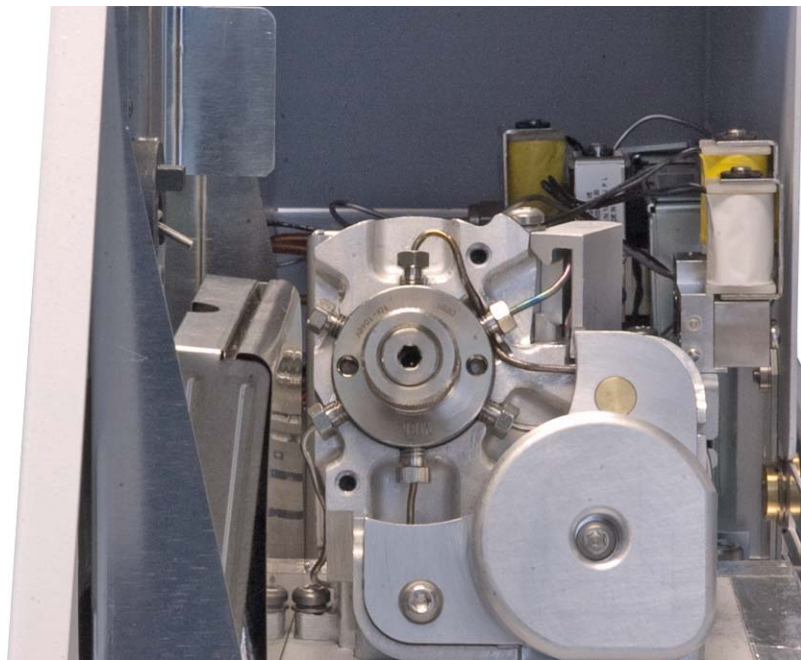


图 13 内部异径管接头部件

**警告**

在拿取、切割以及安装玻璃或熔融石英毛细管色谱柱时应佩戴护目镜，以防颗粒物溅入眼部。小心拿取这些色谱柱，以免刺伤皮肤。

- 6 将不锈钢密封垫圈滑到异径管接头的 1/16 英寸管的一端，然后安装到阀开口端（按 10 点钟方位）。用手拧紧，然后再拧紧 1/4 圈。



- 7 卸下传输线的保护端盖。



- 8 根据您在传输线中使用的管类型，执行以下操作：

**无涂层脱活熔融石英管：**解开约 1 米长的 530  $\mu\text{m}$  无涂层脱活熔融石英管。

**ProSteel 管：**使用精确的管切割器将 ProSteel 金属毛细管（内径为 0.53 毫米，最大外径为 0.67 毫米）切割成大约 1 米的长度。

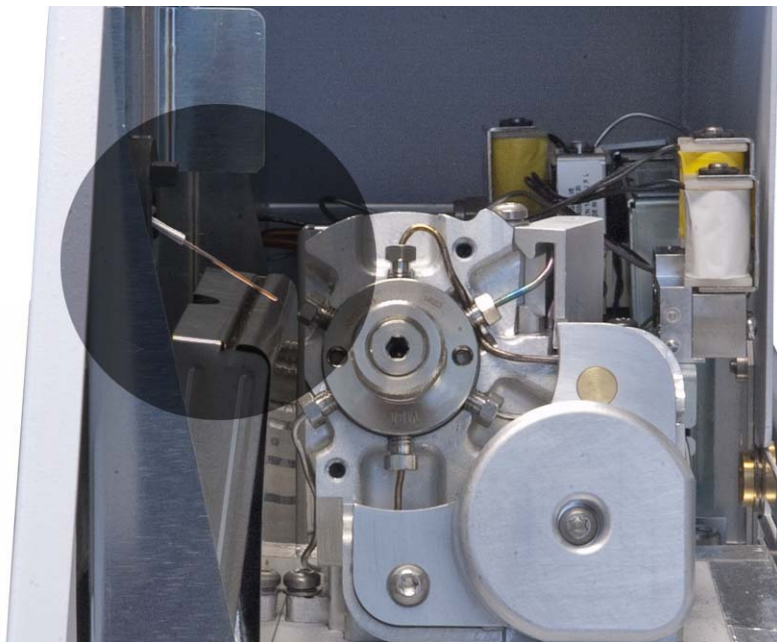
- 9 如果使用 ProSteel 管，并且您想要在 200 °C 和更高温度的操作，必须将 ProSteel 保护套管与 ProSteel 管结合使用。如果没有 ProSteel 保护套管，则 ProSteel 管线会永久粘到加热导管上。如果使用熔融石英管，请跳过此步骤。

要安装 ProSteel 保护套管，请执行以下操作：

- a 修剪 ProSteel 保护套管，以与传输线的长度（大约 1 米）匹配（相差几毫米）。
  - b 将 ProSteel 管线和保护套管拉直。
  - c 将 ProSteel 管线穿过保护套管。
- 10 从将连接到 GC 的开口端（不是靠近六通阀的一端）开始，轻轻将管线穿过传输线，直到其从靠近六通阀的一端露出来。

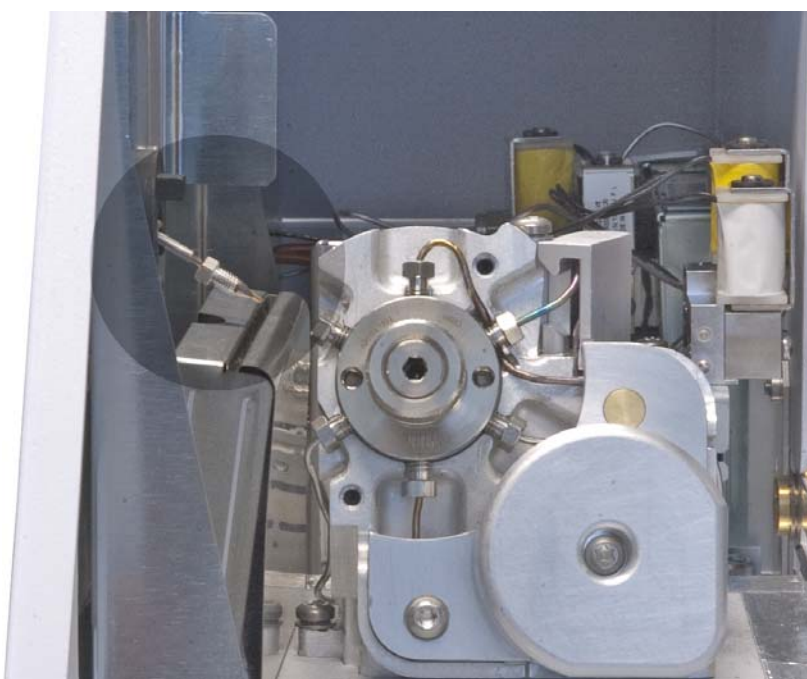
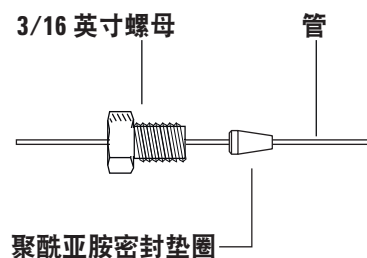
## 1 安装

如果将 ProSteel 管与保护套管结合使用，请确保保护套管超出传输线两端几毫米，以便于拆卸。



- 11 轻轻抓住 HS 一端的熔融石英管，轻轻推拉此管线以确认它在传输线中没有断开。此石英管应可以来回移动。

- 12 将 3/16 英寸螺母和聚酰亚胺密封垫圈装到熔融石英管上，如下所示。确保使用随所用毛细管一起提供的适当螺母和密封垫圈。



- 13 使用色谱柱切割器从熔融石英管的前端修剪掉约 1 厘米。

### 注意

如何修剪熔融石英色谱柱的详细说明，请参考 HS 维护手册或 GC 维护手册。

- 14 将管线插入内部异径管，然后以略松的方式安装 3/16 英寸螺母。但不要拧紧。

- 15 轻轻地将此管线穿入内部异径管，直到其抵达底部。用手拧紧 3/16 英寸螺母，然后再拧紧 1/4 圈。轻轻拉动传输线，测试连接。传输线不应从新安装的接头滑出。请参见图 14。

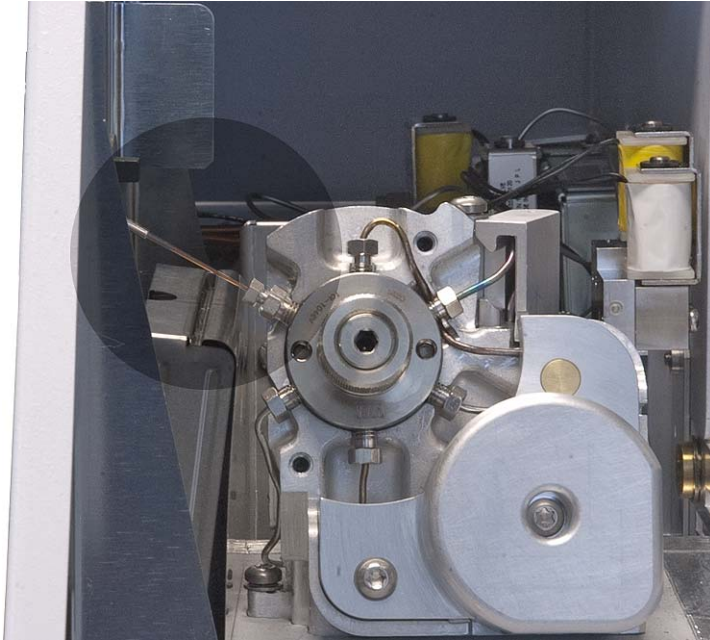


图 14 安装到六通阀中的传输线

### 将传输线连接到 GC 进样口

#### 小心

应佩戴干净的不含绒的手套，以防止部件沾上灰尘和皮肤分泌物。

#### 警告

当心！柱箱和 / 或进样口可能很热，会造成烫伤。请戴上防护手套以免烫伤。

### 分流 / 不分流或多模式进样口

- 1 在管上滑动整体式隔垫螺母和应力消除耦合片，直到传输线的内部金属套管降至应力消除的最低点。
- 2 在管上滑动隔垫，直到隔垫贴在整体式隔垫螺母和应力消除耦合片的底部。
- 3 修剪色谱柱，使其超出隔垫末端 42 +/- 5 毫米。
- 4 安装适合应用的进样口衬管（带有 O 形环）。

- 5 将传输线的尖端插入进样口。用手拧紧应力消除耦合片。

### 吹扫 / 填充进样口

- 1 在管上滑动整体式隔垫螺母和应力消除耦合片，直到传输线的内部金属套管降至应力消除的最低点。
- 2 在管上滑动隔垫，直到隔垫贴在整体式隔垫螺母和应力消除耦合片的底部。
- 3 修剪色谱柱，使其超出隔垫末端 42 +/- 5 毫米。
- 4 安装适合应用的进样口衬管（带有 O 形环）。
- 5 将传输线的尖端插入进样口。用手拧紧应力消除耦合片。

### 挥发性物质分析接口

- 1 将传输线螺母 (G2319-20210) 滑到管上。
- 2 安装 SilTite 密封垫圈，并按以下所述进行 SilTite 连接。请参考表 9，并使用适用于传输线的 SilTite 密封垫圈。

3

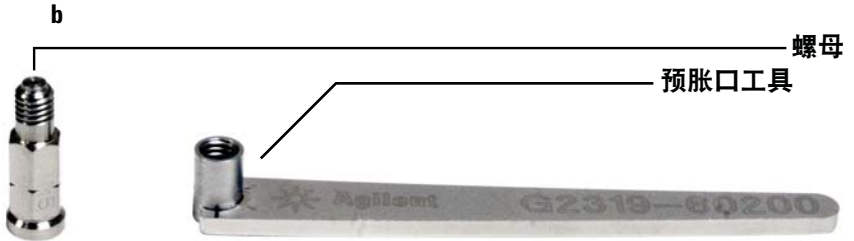
**表 9** SilTite 密封垫圈

传输线内径	使用 SilTite 密封垫圈部件号:
0.25 毫米	5188-5361
0.32 毫米	5188-5362
0.53 毫米	5188-5363

#### 小心

SilTite 密封垫圈是易损品。严格按照后续步骤中的说明操作，以避免拧得过紧。

- a 将传输线管端穿过 SilTite 密封垫圈，大约留 1 厘米管超出密封垫圈。将预胀口工具拧到传输线螺母上（图 15），使管从工具穿出。



**图 15** 挥发性物质分析接口螺母和预胀口工具 (G4556-67018)

- c 使用扳手和密封垫圈预胀口工具每次将螺母拧紧一点，并随时检查密封垫圈是否夹紧此管。密封垫圈刚开始夹紧此管时，注意螺母的位置，然后将螺母旋转 45 到 60 度（但不要超过 60 度）将其拧紧（使螺母与管齐平）。如果您可以轻松拉出传输线管，则说明夹得不够紧。
  - d 卸下预胀口工具。
  - e 使用陶瓷片色谱柱切割器修剪密封垫圈更细一端的管线，并留有大约 0.3 毫米的管线伸出密封垫圈。管线末端不要超出密封垫圈末端 0.5 毫米，这很重要。
  - f 使用放大镜检查管线的末端。管线的末端不需要特别地整齐，但在密封垫圈下面不应该有延伸的裂痕。
- 4 用螺丝将螺母固定到挥发性物质分析接口。

### 冷柱头进样口

- 1 修剪管线，使它从传输线上的内部金属套管中伸出 42 毫米。
- 2 将管线穿过冷柱头进样口上的固定螺母。
- 3 用手拧紧固定螺母。轻轻地拉动传输线以确保密封垫圈对传输线已形成密封。如有必要，请进一步拧紧固定螺母。

### 安装传输线支架

按如下所述安装传输线支架。在所有配置中并对所有 Agilent 进

样口类型和 GC 使用此支架。

- 1 如果需要，应从传输线旁边的安装孔卸下任何已有的 ALS 柱。
- 2 将传输线支架放在进样口载气盖板上。支架中的定位器孔应与进样口 ALS 进样器柱和凸起的安装零件上的孔对齐。请参见下图。

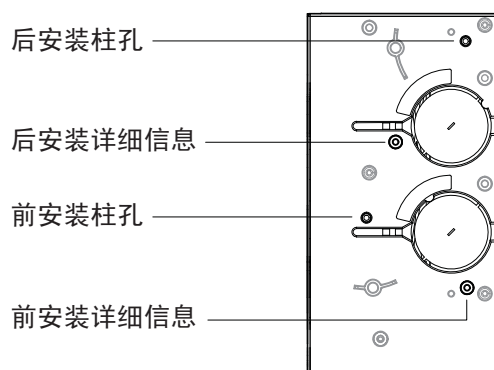


图 16 支架的安装位置，所示为 7890A 进样口载气盖板



图 17 安装到 7890A 进样口中的传输线

- 3 找到 HS 运输工具箱中提供的用于传输线支持组件的滚花指旋螺钉。

## 1 安装

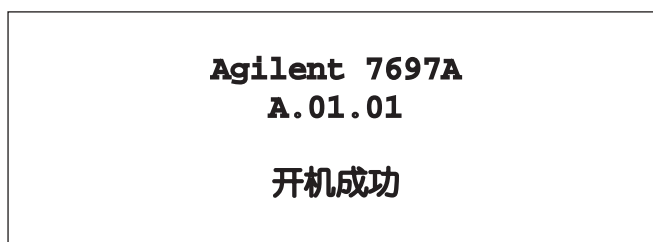
- 4 将滚花指旋螺钉安装到进样口盖中，穿过传输线支架。
- 5 将夹子装到支架上。调整夹子位置，使其将传输线支撑在 GC 上方尽可能高的位置，如图 17 所示。

## 打开顶空进样器

- 1 打开气体供给线。
- 2 打开顶空进样器。



接通电源后，显示屏应如下所示：



现在气体和 HS 已打开，样品瓶加压气体将开始吹扫 HS 进样系统。

### 设置 IP 地址

要进行网络（LAN）操作，HS 需要使用 IP 地址。通常，使用 HS 键盘输入 IP 地址。请咨询 LAN 管理员。

#### 使用面板键盘设置 LAN 地址

- 1 按 **[Options]**（选项）。滚动至 **Communications**（通信），然后按 **[Enter]**。
- 2 滚动至 **IP**。输入 HS IP 地址的数字，数字之间用句点隔开，然后按 **[Enter]**。此时将出现一条消息，提示您重新启动仪器电源。但此时请勿重新启动电源。按 **[Clear]**（清除）。
- 3 滚动至 **GW**。输入网关号码并按 **[Enter]**。此时将出现一条消息，提示您重新启动仪器电源。但此时请勿重新启动电源。按 **[Clear]**（清除）。
- 4 滚动至 **SM** 并按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）。在显示的列表中滚动至相应的子网掩码，并按 **[Enter]**。此时将出现一条消息，提示您重新启动仪器电源。但此时请勿重新启动电源。按 **[Clear]**（清除）。
- 5 滚动至 **Reboot instrument**（重新启动仪器）。按 **[On/Yes]**（开 / 是）和 **[On/Yes]**（开 / 是）重新打开仪器电源，然后应用 LAN 设定值。

#### 使用 DHCP 服务器

注意，不是所有的 Agilent 数据系统都支持 DHCP。

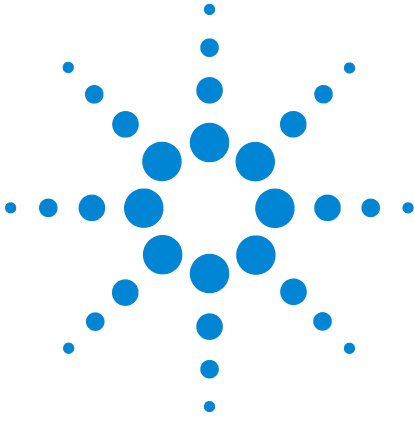
- 1 按 **[Options]**（选项）。滚动至 **Communications**（通信），然后按 **[Enter]**。
- 2 滚动至 **Enable DHCP**（启用 DHCP）并按 **[On/Yes]**（开 / 是）。系统提示时，关闭仪器，然后再打开。

## 配置顶空进样器

接下来，输入描述气体类型、样品瓶体积、样品定量环体积的详细信息和其他重要信息。

- 1 按 **[Config]**（配置）。
- 2 使用  $\uparrow\downarrow$  滚动至 **Vial Gas type**（样品瓶气体类型）并按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）。
- 3 使用  $\uparrow\downarrow$  从列表中选择样品瓶加压气体类型，然后按 **[Enter]**。
- 4 滚动至 **Loop Volume (mL)**（定量环体积（毫升））。按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）。选择 **1.0** 作为样品定量环体积（以毫升为单位），然后按 **[Enter]**。（所有顶空进样器都装有 1 毫升样品定量环。）
- 5 如果订购可选的 G4562A 载气 EPC 模块附件，则滚动至 **Carrier**（载气）。按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）。选择要校验的正确的控制模式：
  - 如果 HS 将所有载气提供给 GC，则选择 **GC Control**（GC 控制）。（例如，不要将载气连接到 GC。）
  - 如果 GC 将提供其自己的载气流，则选择 **GC + HS Control**（GC + HS 控制）。在这种情况下，HS 将在进样期间提供足够的其他载气流，以将校验样品推入 GC 进样口。
- 6 滚动至 **APG polarity**（APG 极性）。如果需要，按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）进行更改。
  - 对于 Agilent GC，使用 **Active high**（有效高电平）。
  - 对于非 Agilent GC，请参考 GC 文档。

# 1 安装



## 2 首次启动

在 HS 中调用校验方法	53
进行首次连接	55
设置校验方法参数	56
如果使用 Agilent 数据系统	56
校验方法 GC 参数	56
准备校验样品	59
运行校验样品	60
比较结果	63
准备您的方法（可选）	65

本部分介绍如何首次启动 **Agilent 7697A 顶空进样器** 并验证其性能。还介绍如何通过前面板和 **Agilent 数据系统** 开始使用仪器。虽然介绍的特定软件是 **Agilent ChemStation B.04.03 版**，但这些说明一般适用于任何 **Agilent 数据系统**。请参考数据系统的帮助。

仅执行适用于您安装的部分。



### 所需的工具和材料

所需材料：

- 顶空校验样品， 5182-9733
- 平底顶空样品瓶， 20 毫升
- 顶空卷边盖， 20 毫米隔垫

所需工具：

- 人体工程学设计的手动卷边器，适用于 20 毫米的瓶盖
- 镊子或钳子

校验样品包（部件号 5182-9733）包含 5 毫升样品和一盒 5 微升微量吸液管。

样品成分为：

- $9.59 \pm 0.05\%$  壬烷 (w/w)
- $0.348 \pm 0.002\%$  1,2- 二氯苯 (w/w)
- $0.322 \pm 0.002\%$  硝基苯 (w/w)
- $0.241 \pm 0.001\%$  叔丁基二硫 (w/w)

在十二烷基基质中。

## 在 HS 中调用校验方法

使用 HS 前面板调用校验方法。

- 1 按 **[Load][Method]**（调用方法）。
- 2 滚动以选择 **Checkout**（校验），然后按 **[Enter]**。

将调用校验方法。HS 将开始加热并将流量调整为初始状态。

前面板显示 **Ready**（就绪）后，让 HS 进样器稳定 25 至 30 分钟，然后再运行校验样品。此保留时间可确保加热区的稳定性，并将任何残留水分或其他污染物从系统清扫出去。

作为参考，表 10 列出了顶空进样器校验设定值和配置。

**表 10** 顶空校验参数

<b>配置</b>	
样品瓶气体类型	氦气
定量环体积（毫升）	1
<b>高级功能</b>	
萃取模式	单次
吹扫流量	100.0
吹扫时间	1.000
<b>温度</b>	
柱箱	100.0 °C
定量环 / 阀	110 °C
传输线	115 °C
<b>时间</b>	
GC 循环时间	4 分钟（FID、NPD） 5 分钟（ $\mu$ ECD） 6.5 分钟（MS、MSD）
样品瓶平衡时间	7 分钟
压力平衡时间	0.1 分钟
进样时间	0.5 min
<b>样品瓶</b>	
填充模式	流量压力
填充压力	103.4 kPa (15 psi)
填充流量	50 mL/min

**表 10** 顶空校验参数（续）

定量环填充模式	缺省值
萃取后放空	是
样品瓶体积	20 mL
摇动	1

## 进行首次连接

如果使用 Agilent 数据系统，请执行此步骤。如果以独立模式操作 HS，请跳过此部分。

- 1 打开 GC 的在线会话。
- 2 当 GC 会话打开时，系统将提示您配置仪器。选择 **Yes**（是）。仪器配置实用程序将打开。

如果没有显示提示，则从 **Instrument**（仪器）菜单打开实用程序。

- 3 在左侧窗格中，双击 **7697A** 仪器。仪器图标会移动到右侧列表中。
- 4 单击 **Configure**（配置）。在打开的对话框中，输入下列信息：
  - 在 **Connect Info**（连接信息）组中，输入 **Instrument Name**（仪器名称），然后输入仪器的 IP 地址或主机名。
  - 在 **Instrument License**（仪器许可证）字段中输入许可证密钥。您将看到仪器的 **Version Information**（版本信息）显示出来（仪器序列号、固件版本、软件版本等）。
  - 根据需要输入任何 **Notes**（注释）。

## 设置校验方法参数

下一步，设置其余的校验参数。

### 如果使用 Agilent 数据系统

如果使用 Agilent 数据系统，可将当前 HS 参数上传到数据系统方法。在 ChemStation 中，选择 **Method and Run Control**（方法和运行控制）视图。

- 1 选择 **Instrument > Upload method from Agilent 7697A**（仪器 > 从 Agilent 7697A 上传方法）。
- 2 使用新名称保存方法。
- 3 选择 **Instrument > Edit Parameters**（仪器 > 编辑参数），然后输入在下一部分中列出的 GC 参数。

将方法应用于 GC 并保存它。

### 校验方法 GC 参数

在数据系统（如果已使用）中或使用面板键盘在 GC 上输入下列 GC 设定值。

#### 注意

该表列出 7890A GC 的设置。其他 GC 类型使用类似的设置。

**表 11** GC 校验方法

<b>柱箱</b>	
初始温度	100 °C
初始时间	4.00 min
速率	0（关闭）
平衡时间	1.00 min
运行时间	4.00 min
<b>进样口（多次取样模式、挥发性物质分析接口或分流 / 不分流）</b>	
模式	分流
初始温度	250 °C（开）
压力	134.4 kPa (19.5 psi)
分流比	20:1

表 11 GC 校验方法 (续)

分流流量	80 mL/min
总流量	87 mL/min
载气节省	关
<b>色谱柱</b>	
模式	恒定流量
初始流量	4.0 mL/min
初始压力	134.4 kPa (19.5 psi)
平均流速	60 cm/s
<b>检测器参数 – FID</b>	
温度	300 °C
氢气 (燃料) 流量	30 mL/min
空气流量	400 mL/min
尾吹气模式	恒定尾吹气
尾吹气流量	25 mL/min
<b>检测器参数 – NPD</b>	
温度	300 °C
氢气 (燃料) 流量	2.0 mL/min
空气流量	60 mL/min
尾吹气模式	恒定尾吹气
尾吹气流量	8 mL/min
<b>检测器参数 – <math>\mu</math>ECD</b>	
温度	250 °C
尾吹气模式	恒定尾吹气
尾吹气流量	30 mL/min
<b>MS 或 MSD</b>	
溶剂延迟	3 min
运行时间	6.5 min
GC 循环时间的顶空事件时间	7 min
扫描范围	45 - 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

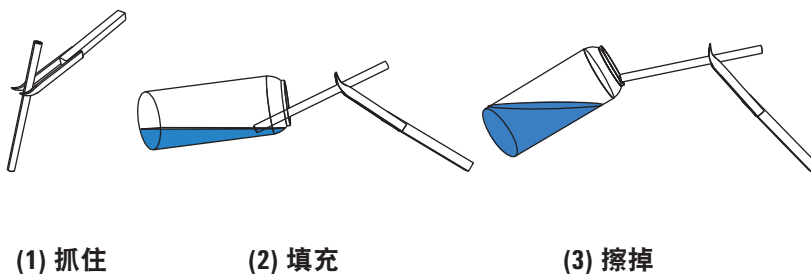
**表 11** GC 校验方法（续）

分流比	80:1
进样源	顶空进样器（前）
进样量	5 $\mu$ L

## 准备校验样品

仪器处于平衡状态时，可准备校验样品。校验方法需要在 20 mL 顶空样品瓶中有 5  $\mu$ L 样品。

- 1 折断校验样品安瓿的顶部。将内部物质传送到螺纹盖溶剂瓶。
- 2 分配一个毛细吸液管。
- 3 使用干净的镊子夹住吸液管。使校验样品瓶和吸液管尽可能保持水平，将吸液管末端浸入样品。请参见图 18。



**图 18** 灌注吸液管

- 4 吸液管将通过毛细作用灌满。吸液管完全灌满后，将其从样品中取出。将吸液管底部边缘在样品瓶边缘擦拭，以去除外部的小液滴。
- 5 将灌满的吸液管浸入 20 mL 顶空样品瓶。在样品瓶上盖上卷边盖。
- 6 盖上校验样品瓶。

## 运行校验样品

当 HS 处于就绪状态 25–30 分钟后，它已被吹扫，并变得足够稳定，可以运行校验样品。

**1** 将校验样品装入 HS。

对于 111 样品瓶型号：

- a 按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）以“停放”样品盘（将台架移至静止位置，以便容易地处理样品瓶架）。
- b 将盖好的样品瓶放在位置 1。

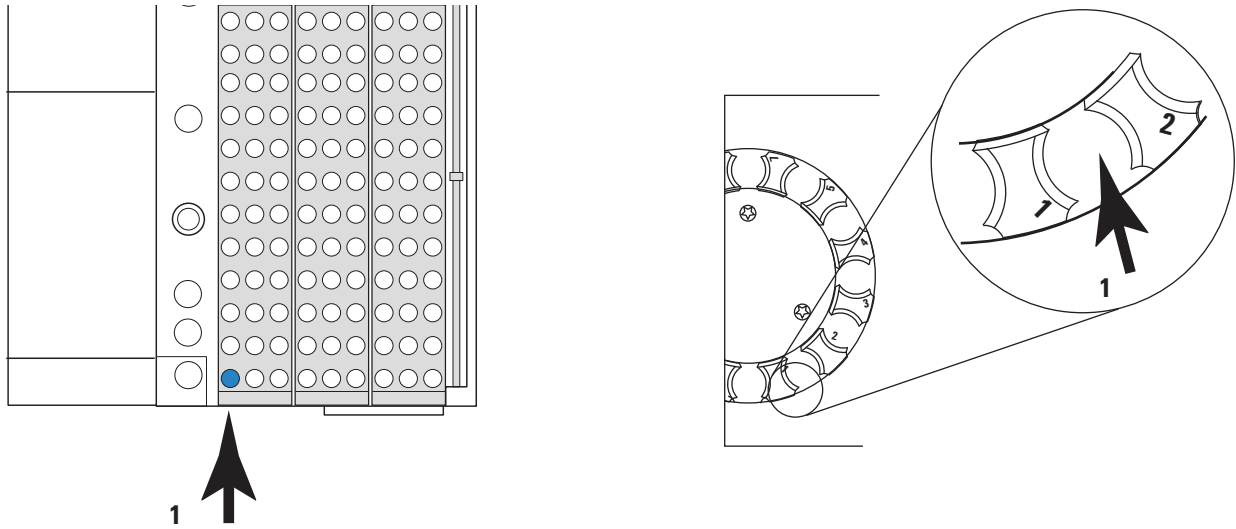


图 19 样品盘样品瓶位置 1

- c 按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）以准备使用样品盘。

对于 12 样品瓶型号：

- a 打开样品盘盖板。每个样品瓶位置左侧的标签标有该位置的编号。请参见图 19 和图 20。
- b 如果样品瓶位置 1 不可用，可按 [**Tray Park/Carousel Advance**]（样品盘停放 / 传送装置前进）来旋转样品盘。
- c 将盖好的样品瓶放在位置 1。



图 20 打开样品盘盖板

## 2 开始样品运行。

如果使用 Agilent 数据系统：

- a 将进样源设置为 HS。
- b 创建 1 行序列，以使用校验方法运行校验样品（样品瓶 1）一次。
- c 设置报告，使正确的信号输出成为报告的一部分。
- d 开始序列。

如果单独使用 HS：

- a 按 [**Sequence**][**Load/Append**]（序列）调用 / 附加）。这将创建序列的第一行。请注意，默认的新序列行将选择

## 2 首次启动

当前方法，样品瓶范围 1 至 1，以及每个样品瓶 1 次进样。序列已完成。

- b** 当 GC 就绪时，按 HS 键盘上的 **[Start]**（开始）。

## 比较结果

运行完成后，将输出色谱图与下面的示例进行比较。如果安装和操作都正确，则输出色谱图应与此处的示例类似。

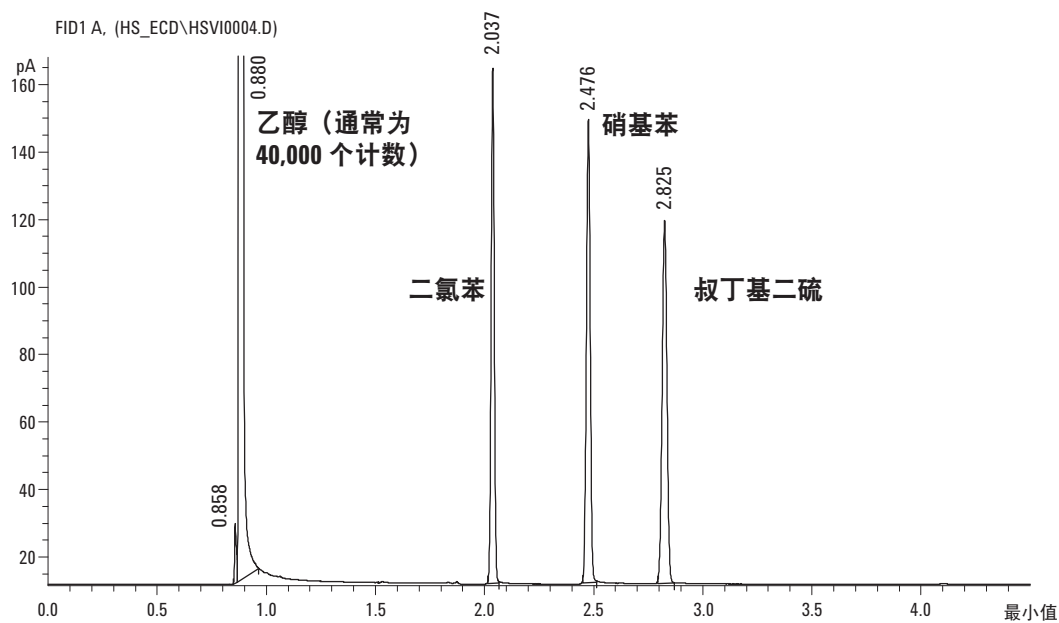


图 21 FID 校验色谱图

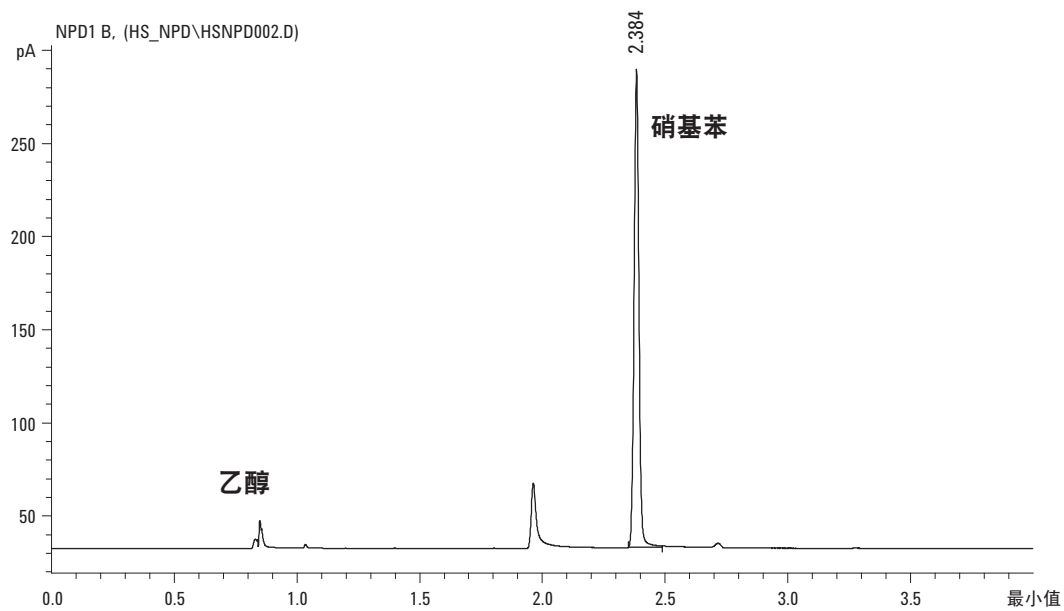


图 22 NPD 校验色谱图

## 2 首次启动

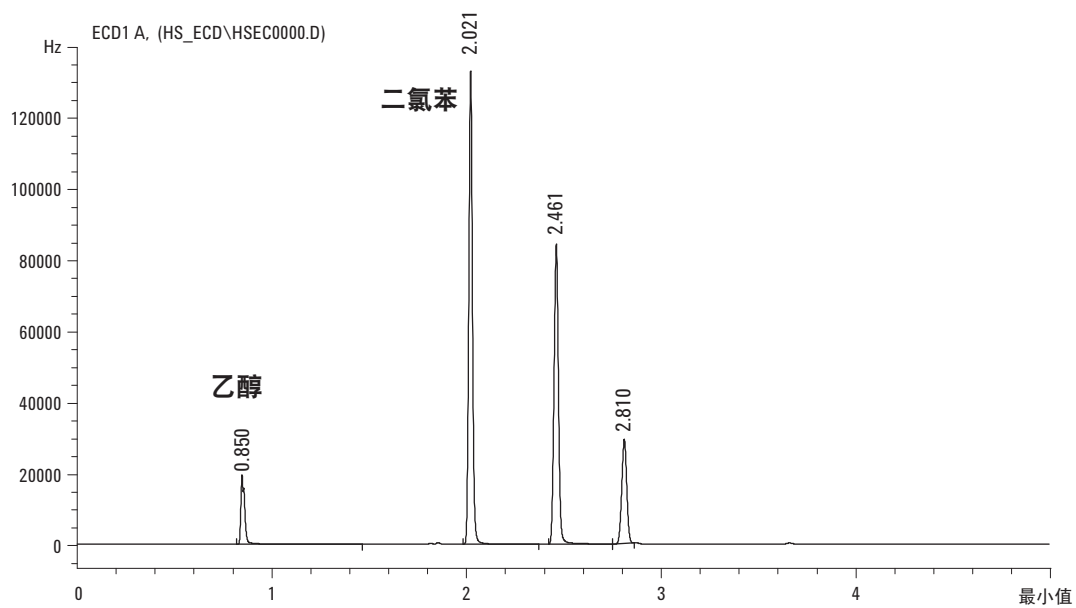


图 23  $\mu$ ECD 校验色谱图

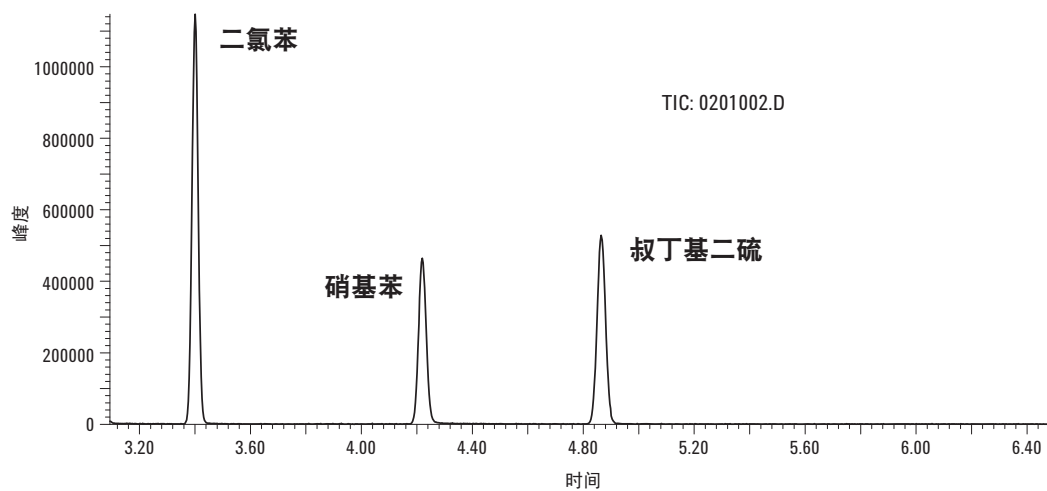


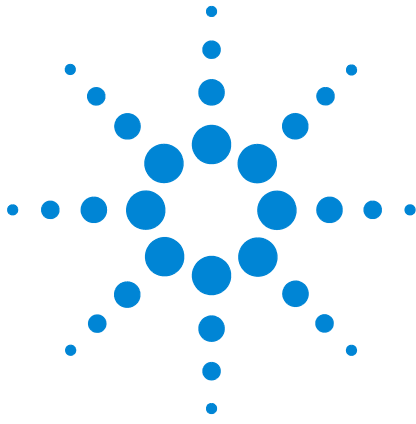
图 24 MS 和 MSD 校验色谱图

## 准备您的方法（可选）

此时，安装已完成。但是，如果购买了可选的样品定量环，则可立即安装它，然后再继续。有关详细信息，请参见[维护指南](#)。

还要考虑方法的样品瓶压力和载气压力。确保将气体供给设备设置为可提供至少比所需的最高压力（对于程序升温期间样品瓶加压或 GC 色谱柱载气流量）高 138 kPa (20 psi) 的压力，最高可达最大输入压力 828 kPa (120 psi)。

## 2 首次启动



## A 进行 Swagelok 连接

进行 Swagelok 连接	68
使用 Swagelok Tee	71

气体供给管线连有 Swagelok 接头。如果您不熟悉 Swagelok 连接，请查看以下过程。

## 进行 Swagelok 连接

### 目标

进行没有泄漏且可在不损坏接头的情况下拆开的管线连接。

### 所需材料：

- 1/8 英寸（或 1/4 英寸，如果已使用）的预调节铜管
- 1/8 英寸（或 1/4 英寸，如果已使用） Swagelok 螺母
- 前和后密封垫圈
- 两个 7/16 英寸（用于 1/8 英寸的螺母）或 9/16 英寸（用于 1/4 英寸的螺母）扳手

- 1 将 Swagelok 螺母、后密封垫圈和前密封垫圈置于管线中，如图 25 所示。

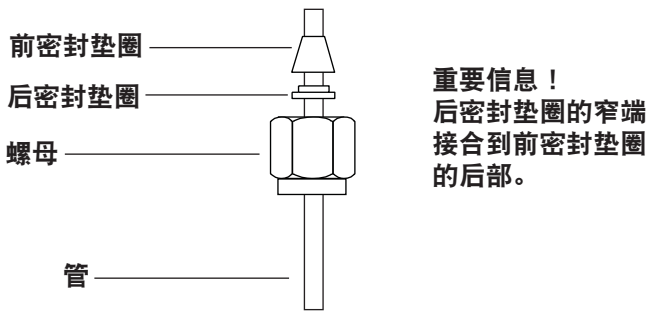


图 25 Swagelok 螺母和密封垫圈

- 2 将不锈钢塞子或类似的接头固定在台钳中。

### 小心

在最初拧紧螺母的台钳中使用单独的不锈钢接头。请不要使用进样口接头或检测器接头。正确装配密封垫圈时需要使用强力，进样口接头或检测器接头一旦损坏，修复起来非常昂贵。

- 3 将管线推入不锈钢塞子中（请参见图 26）。

- 4 确保前密封垫圈与塞子接触。在密封垫圈上方滑动 Swagelok 螺母并将其旋上塞子。

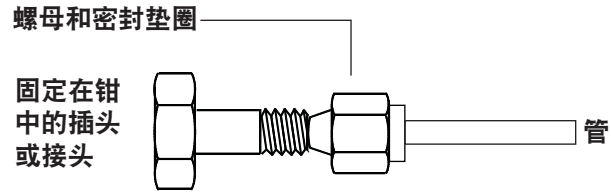


图 26 组装接头

- 5 将管线完全推入插头中，然后将其抽出大约 1 至 2 毫米（请参见图 27）。

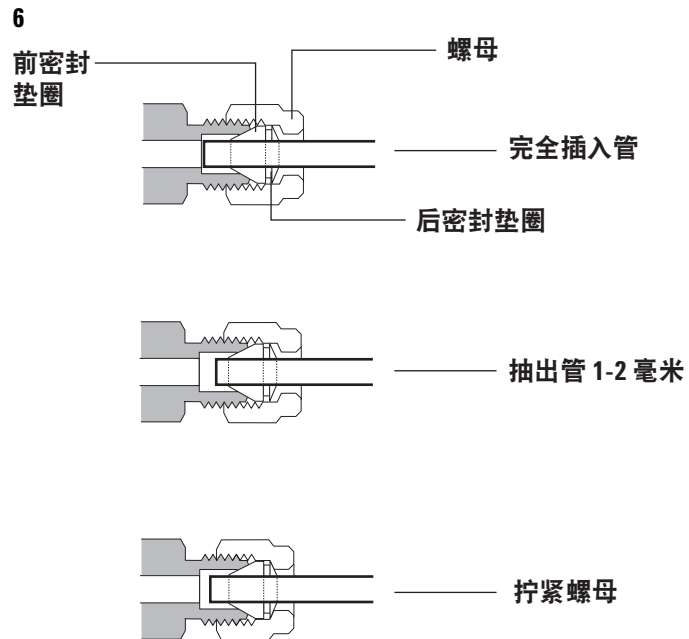


图 27 插入管线

- 7 用手拧紧螺母。

## A 进行 Swagelok 连接

- 8 用铅笔标记螺母（请参见图 28）。

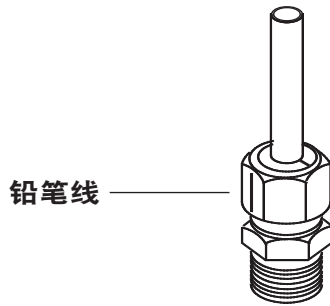


图 28 标记接头

- 9 对于 1/8 英寸的 Swagelok 接头，请使用一对扳手拧动一圈的 3/4（请参见图 29）。

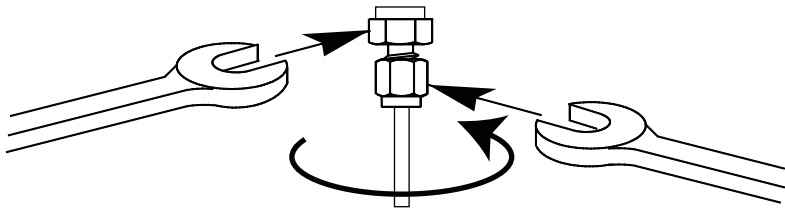


图 29 最终拧紧

- 10 将插头从接头中取下。要使用螺母和密封垫圈将该管线连接到另一条管线，请用手拧紧螺母，然后使用扳手将其旋转 3/4（1/8 英寸的接头）圈将其拧紧。
- 11 图 30 中显示了正确套接的连接和不正确套接的连接。请注意，正确套接的接头中的管线的一端没有破碎，且不会与密封垫圈的操作发生干扰。

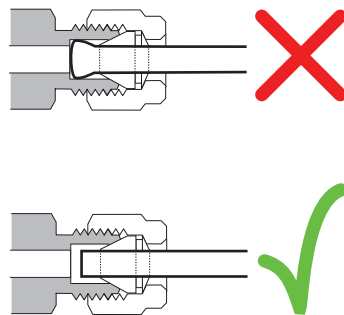


图 30 完成的接头

## 使用 Swagelok Tee

要从单个源为多个输入供气，请使用 Swagelok Tee。

### 注意

请不要将阀门制动器中的空气与火焰离子化空气混合。阀门操作会导致检测器信号中出现主要干扰。

### 所需材料：

- 1/8 英寸的预调节铜管
  - 管线切割器
  - 1/8 英寸的 Swagelok 螺母以及前和后密封垫圈
  - 1/8 英寸的 Swagelok Tee
  - 两把 7/16 英寸扳手
  - 1/8 英寸 Swagelok 端盖（可选）
- 1 在要安装 Tee 的位置切割管线。使用 Swagelok 接头连接管线和 Tee。请参见图 31。

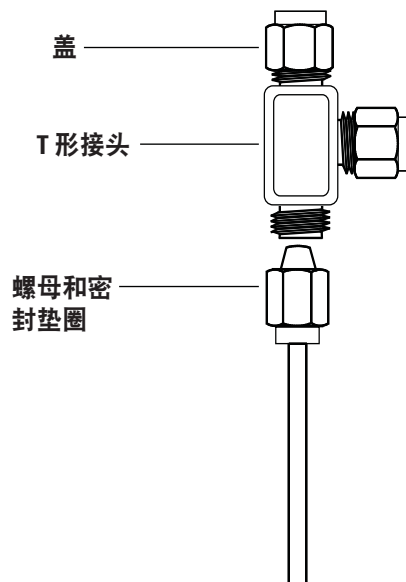


图 31 Swagelok Tee

- 2 测量从 Tee 到仪器接头的距离。使用 Swagelok 接头将铜管线连接到开口的 Tee 端。

## A 进行 Swagelok 连接