

Agilent G1888

网络顶空进样器

用户信息



Agilent Technologies

说明

安捷伦科技有限公司 ©, 2004

根据美国和国际版权法，事先未经安捷伦科技公司书面许可，本书的任何部分不得以任何形式复制（包括存储为电版、修改和翻译成外文）。

手册部件号

G1888-96012

版本

第一版, 2004 年 3 月

美国印刷

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

致谢

Swagelok® 是 Swagelok 公司的注册商标。

Microsoft® 和 Windows® 是微软公司的注册商标。

声明

本文档中包含的资料“按原样”提供，在将来的版本中如有变动，恕不另行通知。而且，在适用法规许可的最大限度内，安捷伦科技公司拒绝承担任何保证，其中包括与本手册及其中包含的信息相关的明示或暗示性担保，包括但不限于对适销性和特定用途适用性的暗示性担保。安捷伦科技公司不对本说明或其中包含的任何信息的提供、使用或执行中出现的错误或偶发性或继发性损害承担任何责任。如果安捷伦科技公司和用户对涉及本文档中材料的保证条款有与这些条款冲突的独立书面协议，则以独立协议中的保证条款为准。

安全提示

小心

小心提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将影响产品或丢失重要数据。请充分理解并遵循小心说明所列的条件。

警告

警告提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将导致人身伤害或死亡。请充分理解并遵循“警告”说明所列的条件。

手册概述

本手册包含 10 个章节和一个索引。

1 前言

本章介绍了手册的目的及其内容概述。同时指定了预期的读者并列出了整个手册中所使用的惯例。

2 顶空及 G1888 网络顶空进样器简介

本章概述了顶空理论和实际操作。同时描述了仪器及其操作模式。

3 键盘

本章描述了键盘、每个键控制的功能以及如何为每个功能输入新设定点。

4 高级功能

本章描述了“高级功能”菜单所控制的高级功能，如何为这些功能编辑设定点以及每一功能中所涉及的显示。

5 制备样品

本章描述了分析样品的准备，包括充装和密封样品瓶，装载样品盘以及运行样品校正。

6 输入方法

本章描述了输入某种方法所遵从的步骤，包括更改设定点，存储和检索方法及链接方法。

7 开发方法

本章描述了参数的更改，这些更改可以影响敏感度、精密度和精确度。

8 运行样品

本章总结了顶空进样器运行样品的操作。

9 维护仪器

本章描述了维护过程，包括更改样品环路、传输线、针、阀门和EPROM。

10 故障解决和错误消息

本章列出了引起色谱问题或仪器故障的可能的原因和解决方法。

目录

1 前言

关于本手册	14
视频补充	14
预期用户	15
惯例	16
重要安全警告	17
此仪器的许多内部部件都带有危险电压	17
静电放电可能损坏仪器电路	17
许多部件具有危险高温	18
气体	18
一般警告	19
安全和规范认证	20
信息	20
符号	21
电磁兼容	21
德意志联邦共和国声发射认证	22
保险丝	23
清洁	23
产品回收	23

2 顶空及 G1888 网络顶空进样器简介

顶空分析概述	26
G1888 网络顶空进样器	28
加热箱	30
加热区	31

样品瓶盘	31
进样系统	31
传输线	31
键盘与显示	32
气动系统	32
操作原理	34
一般操作	34
通电诊断	35
待机条件	36
样品瓶加压	37
充装样品环路	38
环路平衡	39
注射样品	39
循环结束与样品瓶复原	40
操作模式	41
标准顶空萃取	41
以多次样品瓶穿孔的多次顶空萃取	43

3 键盘

存取功能	48
编辑设定点	48
键盘	49
键及其功能	50
Enter	50
Clear	50
数字键盘	50
Tray Advance	50
Start/Stop 键	51
Active Method 键	52
区温度	52
事件时间	54

样品瓶参数	57
菜单键	58
装载方法	59
存储方法	60
链方法	61
压力	62

4 高级功能

使用高级功能	64
高级功能列表	65
高级功能描述	67
稳定时间	67
参数增量	68
样品瓶编号和位置	70
键盘锁	71
手动操作	72
压力单位	73
存储的方法	74
多次顶空萃取	75
检查准备就绪	76
重置	78
阀门计数	79
样品瓶体积	80
区校准	81
LAN 配置	82
MAC 地址	83
启用 RS232	83
放空阀吹扫	84
泄漏检测	86
诊断	87

5 制备样品

样品制备	90
装载样品托盘	92

6 输入方法

输入方法	94
如何创建方法	94
输入区温度	95
设置事件时间	97
设置样品瓶参数	100
存储和装载方法	102
存储方法	102
装载方法	103
链接方法	104
激活方法链	104
取消激活方法链	105
将方法链用于 MHE (多次顶空萃取)	106

7 开发方法

开发方法	108
改变加热箱温度	110
改变事件时间	111
样品瓶平衡时间	111
环路充装时间	111
基体效应	113
更改样品环路	114
样品体积	115
样品瓶加压和时间	116
样品瓶加压	116

样品瓶加压时间	116
优化载气流	117
8 运行样品	
运行样品	120
设置条件	121
流速	121
使用 MPC 设置载气流速	122
使用 MPC 设置样品瓶加压气体压力	123
使用 EPC 设置载气流	123
使用 EPC 设置样品瓶加压流	124
9 维护仪器	
维护时间表	126
常换部件和易耗品	127
卸下环路盖	130
更换进样探针	132
更换样品环路	134
更换管线装配	136
检查对准	139
检查托盘链张力	139
检查位置 1 传感器对准	140
检查托盘 / 气门发动机组对准	140
对准齿轮	142
泄漏检测: 一般信息	144
泄漏检测	148
必备工具	148
安装	148
运行限流测试	149

压力衰减测试	150
区校准	156
建议工具	157
过程	157
保险丝位置	160

10 故障解决和错误消息

错误表	165
色谱结果	168
无峰或灵敏度降低	168
保留时间重现性差	169
面积计数重现性差	170
空气夹带或溶剂空白	171
不必要的背景噪音或峰	172
样品瓶处理	173
样品瓶未到位	173
取下所有样品瓶	173
210 托盘太慢错误	173
211 托盘发动机解码器错误	173
212 托盘位置 1 错误	174
220 气门错误	174
230 托盘升降器错误	174
240 样品探针升降器错误	175
250 齿轮错误	175
260 六通阀错误	175
未在加热箱中找到样品瓶	176
托盘已满!	176
从样品瓶传送错误中恢复	177
加热区温度	178
断开或短接	178
区温在室温或接近室温	178

区不稳定	178
由于温度错误使分析中止	178
压力读数	179
GC 在运行中未准备好	179
GC 压力读数与顶空进样器压力读数不匹配	179
压力低于正常的操作压力	179
与 GC 启动或准备就绪同步: GC 未启动	180
PC 与顶空进样器之间的通信	181
内部通信系列 I/O 错误	182
内存和处理器错误	183
空显示	184
电源打开, 无响应	185
活动内存中丢失方法	186

索引

1 前言

关于本手册	14
视频补充	14
预期用户	15
惯例	16
重要安全警告	17
此仪器的许多内部部件都带有危险电压	17
静电放电可能损坏仪器电路	17
许多部件具有危险高温	18
气体	18
一般警告	19
安全和规范认证	20
信息	20
符号	21
电磁兼容	21
德意志联邦共和国声发射认证	22
保险丝	23
清洁	23
产品回收	23

本章提供了本手册的概述和一些安全信息。



关于本手册

*G1888 网络顶空进样器用户信息手册*说明了如何使用 G1888 网络顶空进样器。它包括了用户在操作过程中需要的所有基本信息，如开发方法，使用进样器进行分析以及维护和解决进样器的问题和故障。有关场地准备要求和校正过程，请参见 *G1888 网络顶空进样器场地准备和安装手册*。

视频补充

在手册中看到这个图标的时候，单击它可以观看某些过程的视频补充。



预期用户

本手册是专为了解气相色谱的用户设计的。尽管手册中涉及了一些顶空理论，但它主要还是讲述 G1888 网络顶空进样器的操作、维护和故障解决信息。

本手册描述了以独立的方式使用顶空进样器。然而，本手册涉及的许多过程同样适用于通过 Agilent 集成数据系统（如 Agilent 化学工作站）操作顶空进样器的用户。

惯例

本手册使用了下述惯例：

- 1 大括号 { } 所包括的是一般名称，您需要用特定信息替换。例如，{setpoint} 表示您应该键入您需要的设定点数值。
- 2 **黑体**字表示您应该键入那个名字。注意输入信息的方式。例如，键的顺序 **Menu**, ., **1**, **Enter** 表示应该先按 **Menu** 键，然后 . 键，**1** 键，最后是 **Enter**。它并不表示应该按一个逗号（“,”）。在进样器的键盘上没有逗号。
- 3 **Courier** 字体表示您将在进样器显示屏上看到的消息。

重要安全警告

继续操作前, 请注意使用“顶空进样器”时须牢记的多项重要安全注意事项。

此仪器的许多内部部件都带有危险电压

如果将仪器连接至电源, 即使电源开关是未接通的, 以下部件上也可能存在危险电压:

- 仪器电源线与 AC 电源之间的接线、AC 电源本身及 AC 电源与电源开关之间的接线

电源接通时, 以下部件也可能存在危险电压:

- 仪器中的所有电路板
- 连接至这些电路板的内部接线和线缆
- 所有加热器的接线 (如加热箱)

警告

所有这些部件均用罩子隔离了起来。罩子就位时, 不易发生偶然接触危险电压的事件。除非另行说明, 否则切勿在加热区未关闭的情况下移走罩子。

警告

如果电源线绝缘层磨损或老化, 则必须进行更换。请与 Agilent 服务代理联系。

静电放电可能损坏仪器电路

静电放电会对该仪器中的印刷电路 (PC) 板造成损坏。除非绝对必要, 否则切勿接触任何电路板。如果必须触摸电路板, 请佩戴接地

的腕带并采取其他防静电措施。如果必须移走电子防护罩，请始终佩戴接地腕带。

许多部件具有危险高温

该仪器中的许多部件运行时具有很高温度，会导致严重烧伤。这些部件包括但不限于：

- 齿轮及其内部元件
- 进样探针 / 线圈装配件

在处理这些部件前，需使仪器的这些部位冷却至室温。如果事先将加热区温度设置为室温，则冷却速度会较快。当其达到设定点后关闭加热区。如果必须对高温部件进行维护，请使用扳手并戴上手套。在开始工作之前，请尽可能先冷却要维护的仪器部件。

警告

在仪器背后操作时请小心。在冷却过程中，仪器会释放可引起烧伤的高温气体。

气体

- 切勿使用可燃载气。
- 在“顶空进样器”中，切勿使用氢气作为载气。氢气在操作和“待机”过程中由于排气的原因可能会产生爆炸的危险。
- 使用压缩气体时请佩戴防护眼镜，防止伤害眼睛。
- 请将所有压缩气瓶牢固地固定在稳固结构上或固定墙体上。
- 请根据相关安全规范储存和处理压缩气体。
- 切勿将气瓶置于高温空气（包括 GC 加热箱排气）的排放通道中。

一般警告

- 请对供气管线、接头及气体管道定期进行漏气检查，以避免可能的危险情况。
- 为了避免使用液体溶液确定泄漏处时可能出现的电击危险，请关闭主电源开关，并断开主电源线。请注意不要使泄漏溶液溅落到电导线上。

安全和规范认证

该顶空进样器符合以下安全标准：

- 加拿大标准协会 (CSA): C22.2 No. 1010.1
- CSA/ 国家认可测试实验室 (NRTL): UL 61010A-1
- 国际电工委员会 (IEC): 61010-1
- 欧洲规范 (EN): 61010-1

该仪器符合以下电磁兼容 (EMC) 和射频干扰 (RFI) 规范：

- CISPR 11/EN 55011:Group 1, Class A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ 

此 ISM 设备符合加拿大 ICES-001。Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB-001 du Canada.



此设备是根据 ISO 9001 认可的质量体系设计和生产的。

信息

Agilent Technologies 顶空进样器满足下面的 IEC (国际电工委员会) 分类：安全类 I、瞬态超压类别 II、污染程度 2。

此设备根据经认可的安全标准设计和测试，设计用于室内用途。如果以非制造商指定的方式用此仪器，则可能削弱仪器所提供的保护措施。如果 Agilent 顶空进样器安全保护装置受损，请切断设备的所有电源，并保护设备避免无意操作。

请资深的维修人员进行维护。更换仪器部件或对其进行任何未经许可的改动都可能导致安全隐患。

符号

在对该仪器进行操作、保养和修理的所有阶段，都必须遵循手册中或仪器上的警告。不遵守这些防范措施将违反设计安全标准及仪器的设计用途。对于客户因不遵照这些要求而造成责任，安捷伦科技公司概不负责。

有关更多信息，请参阅随附的说明。



表示高温表面。



表示危险电压。



表示接地端。



表示有爆炸危险。



表示有静电放电危险。



电磁兼容

此设备符合 CISPR 11 中的要求。操作符合以下两种情况：

- 1 此设备不会引起有害干扰。
- 2 此设备必须接受任何接收到的干扰，包括可能引起意外操作的干扰。

如果此设备确实对收音机或电视的接收产生了有害干扰（可通过关闭或打开该设备确定这种干扰），鼓励用户尝试以下一种或多种措施：

- 1** 调整收音机或天线位置。
- 2** 将该设备移开，远离收音机或电视机。
- 3** 将该设备插入不同的电源插座，这样可使得该设备与收音机或电视机处于不同电路中。
- 4** 确保所有外设都经过了认证。
- 5** 确保使用合适电缆连接该设备与外设。
- 6** 向您的设备经销商、安捷伦科技公司或有经验的技术人员咨询以获取帮助。
- 7** 如果在未经 Agilent Technologies 明确批准的情况下进行变动或更改，可能导致用户无权操作设备。

德意志联邦共和国声发射认证

声压

声压 $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ ，根据 DIN-EN 27779
(类型测试)。

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $LP < 68 \text{ dB(A)}$ nach DIN-EN 27779
(Typprufung).

保险丝

表 1 列出了正确操作所需要的保险丝。仅 Agilent 维修人员可处理这些保险丝。

表 1 保险丝

保险丝名称	位置	保险丝额定性能和类型
F2、F3	电源线模块	10A 250V, 玻璃管
F3	变压器附近的终端	8A 250V, 玻璃管
F3、F4	电源板	6A 125V, 玻璃管
F1	电源板	1A 250V, 玻璃管

清洁

要清洁该设备, 请切断电源并使用湿软布擦拭。

产品回收

关于回收, 请联系 Agilent 销售部。

前言

2

顶空及 G1888 网络顶空进样器简介

顶空分析概述	26
G1888 网络顶空进样器	28
加热箱	30
加热区	31
样品瓶盘	31
进样系统	31
传输线	31
键盘与显示	32
操作原理	34
气动系统	32
一般操作	34
通电诊断	35
待机条件	36
样品瓶加压	37
充装样品环路	38
环路平衡	39
注射样品	39
操作模式	41
循环结束与样品瓶复原	40
标准顶空萃取	41
以多次样品瓶穿孔的多次顶空萃取	43

本章简述了顶空分析的理论和应用。它描述了 G1888 网络顶空进样器的部件及其操作模式。



顶空分析概述



您的新式顶空进样器是将含在液体或固体样品中的挥发和某些半挥发物引进气相色谱的一种工具。分析技术称为“静态顶空气相色谱”。术语“顶空”指放在封装瓶中的液体或固体样品上方的空间。术语“静态”是指样品瓶顶空中的挥发物处于与液体或固体中的相同化合物平衡的状态。

仪器萃取可重复体积的顶空并将其注入流过气相色谱的载气流中。食品、包装、药品、土壤和水通常都要经过检测，查看它们是否符合质量标准或法规标准。香料和易耗品也要使用顶空方法进行分析，以了解它们的成份。法医实验室使用顶空技术测量人血液中的酒精含量，检查法律上司机是否喝醉。

样品是否容易形成气态顶空取决于样品的“分配系数”。有关更详细全面的说明，请参见第 108 页上的“[开发方法](#)”。在程序设定的加热时间后，从样品瓶中抽取顶空气体并注入 GC 进行分析。

从样品瓶中萃取顶空气体有两种方式 – 单次顶空萃取或多次顶空萃取 (MHE)。单次顶空萃取是从每个样品瓶中只抽取一种气体样品。单次顶空萃取是标准方法。它适用于易挥发的样品，或者没有基体效应或基体效应有限的样品。定量分析可使用合适的内标或外标进行。

MHE 适用于无校准标准但易于制备的顶空样品（如固体样品），或者液体中挥发性很高的化合物，在这些液体中由于蒸发损失很难使用标准添加方法。MHE 可从每个样品瓶中萃取几次顶空样品。

每次抽取，气相和样品中的挥发物浓度都会减小，尽管比率保持恒定。将峰面积与抽取次数的记录绘制成图，以获取所感兴趣化合物的定量数据。

MHE 通常用作校正工具。一旦为给定样品基体建立了峰面积对浓度的关系，类似基体样品的定量测定就可以使用单次萃取来进行。

G1888 网络顶空进样器

G1888 网络顶空进样器提供了连续运行多达 70 个样品且无需操作员看管的一种自动化方法。进样器的微处理器可以根据操作员预先设定的值对每次运行所花的时间进行优化。可以存储 4 种不同的方法，用来分析一系列样品。

顶空进样器还可以使用多次隔垫穿孔进行多次顶空萃取 (MHE)，每个样品最多进行 100 次萃取。MHE 还可用来自动优化操作程序。

MHE 第二种可用的方法是 CONC 模式。CONC 模式可以使样品集中在柱头，来进行痕量分析。

有关顶空进样器的形象概览，请参见图 1 和图 2。



图 1 G1888 网络顶空进样器概览（仪器前端）

顶空及 G1888 网络顶空进样器简介



图 2 G1888 网络顶空进样器概览（仪器后端）

顶空进样器由如下几个部分组成：

加热箱

加热箱包含一个环形铝样品齿轮，最多能装十二个 10mL 或 20mL 的样品瓶。电阻传动带式加热器对加热箱进行加热。齿轮中间有一个电动风扇可以使空气流通，以保持恒定一致的温度。齿轮还可以以两种速度震动，以帮助组分更快进入顶空。机械杆向下移动小瓶到加热箱中，直到抽取的针为止。

加热区

有三个加热区。它们是样品瓶温箱、环路和传输线。每个加热区都可以设置特定温度或关闭。

样品瓶温箱是样品瓶保持热稳定性和化学稳定性过程中进行加热的地方。设定点温度范围是 40 °C 和 230 °C 之间。在这个点上，针尚未穿透隔垫。

环路区控制上舱、阀门和样品环路的温度。环路的设定点范围是 45 和 250 °C 之间。保持环路温度比大多数操作下的样品瓶温度高 10 到 15 °C 。

传输线的温度范围为 50 到 250 °C 。

样品瓶盘

含 70 个样品瓶的托盘在设备的顶部，加热箱的左侧。托盘是由一个带分隔器的有弹性的传动带构成，每个样品瓶都有自己的分隔间。顶空进样器前端的键盘可以控制托盘的旋转，帮助托盘装载顶空样品瓶。托盘还可以向前和向后移动。

进样系统

基本组件包括一个去活的不锈钢样品瓶 – 内径为 0.5mm 的进样探针、六通的阀、去活不锈钢阀样品环路、一套双微型电磁阀和一个去活不锈钢管线。

传输线

传输线是连接顶空进样器与 GC 的。有 85cm 长，由去活不锈钢制成。传输线可加热的最高温度为 250 °C。这里有一个可拆卸的针，易于与 GC 进样口隔垫进行接口连接。

键盘与显示

顶空进样器有一个 19 键的人造橡胶键盘和一个 LCD 图形显示器。除了 EPC 是由 GC 或化学工作站控制的以外，进样器的所有功能都是由键盘控制的。

气动系统

顶空进样器使用两种气流路：载气流和样品瓶加压流。有一个手动的流量控制器控制 GC 载气流和一个手动的压力调节阀控制样品瓶加压。当顶空进样器设置为“手动压力控制 (MPC)”时，可以使用手动流量控制器和手动压力调节阀。

当顶空进样器设置为“电子压力控制 (EPC)”时，GC 负责提供所有的流量和压力控制。

在 EPC 和 MPC 之间切换流量模式可以使用盖子下面的开关（如图 3 所示）。载气和样品瓶加压气体不必设置为同流模式。

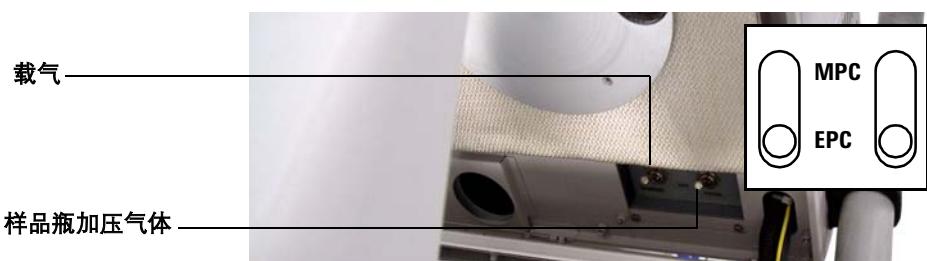
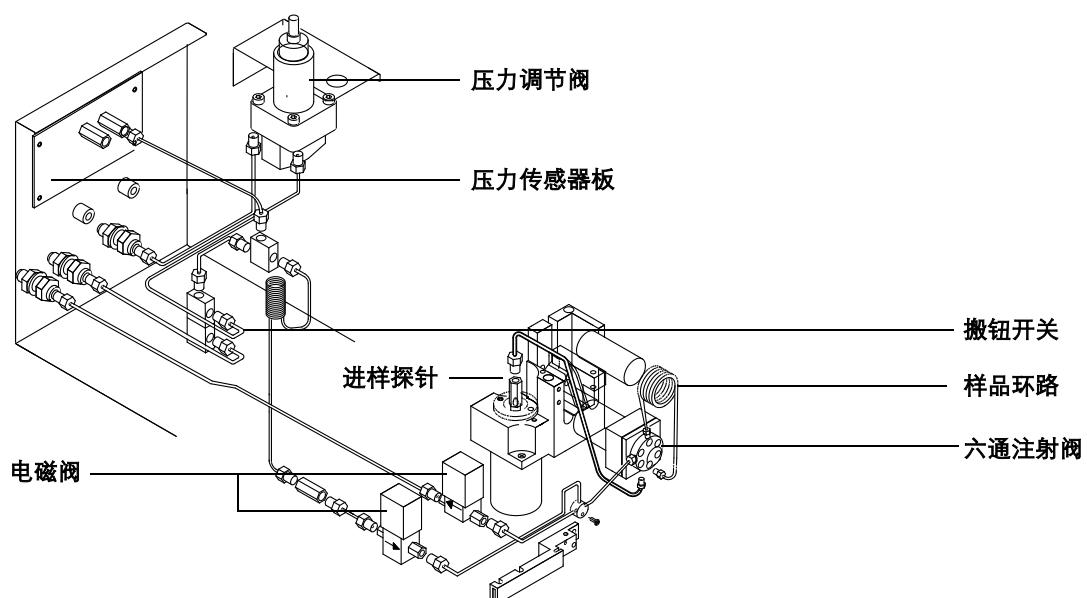
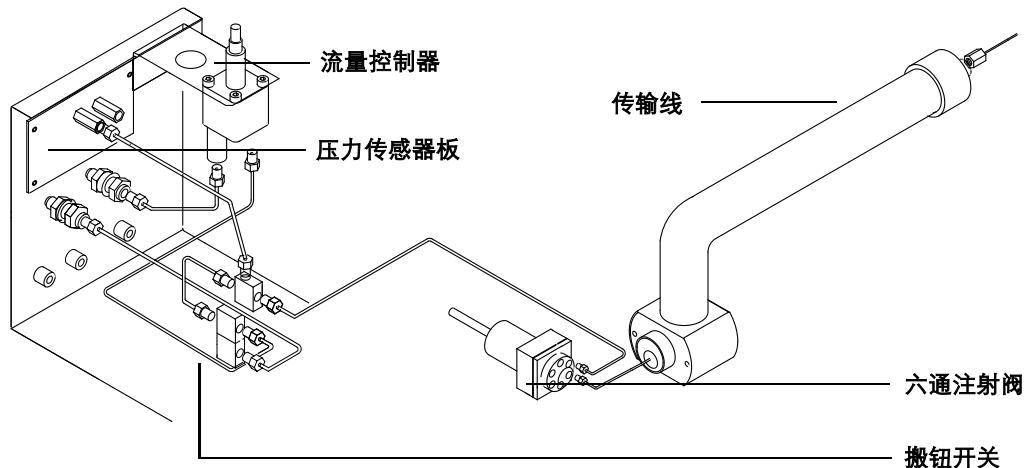


图 3 EPC/MPC 搬钮开关

在气动室的后面提供了四个 1/8 英寸的 Swagelok® 闷头接头，用来连接样品瓶压力管和载气管。其中两个接头用于 MPC，另外两个用于 EPC。

有关气动系统的图示，请参见图 4 和图 5。为了清楚，系统分为两个图。



操作原理

一般操作

当仪器打开时，进样器将第一个样品瓶移动到位。这时，顶空进样器并不把样品瓶放在加热箱中。加热箱、样品环路和传输线加热达到设定点值。显示屏将一直显示“Not Ready”，直到加热箱、样品环路和传输线达到其设定点为止。如果在机器准备好之前按下“启动 / 停止”，显示屏显示“Waiting for Ready”。达到设定点后，显示屏变为“Ready”，然后顶空进样器将第一个样品瓶放到加热箱中。

通电诊断

当仪器通电或重置后（请参见第 78 页），它将运行一系列检查以确保操作正常。图 6 显示启动诊断屏幕。

Firmware rev.:A.01.01	
ROM check: OK	
RAM check: OK	
Serial#:IT00410010	
Sample Valve: OK	
Vent Valve: OK	
Press Valve: OK	
Lifter Tray: OK	
Lifter Sampling: OK	
Shutter: OK	
Tray	
Carousel	
Oven Sensor	
Loop Sensor	
Trans.Line sensor: OK	
LAN interface: OK	
Vial press. sensor: OK	
Carrier press. sens.: OK	

图 6 启动诊断

还可能出现其他消息。如果收到其他消息，请参见第 163 页的故障解决和错误消息。

待机条件



待机过程中，加压阀是打开的。辅助气体冲过样品阀、样品环路和进样针。载气通过样品阀流向 GC 注射端口。请参见图 7。

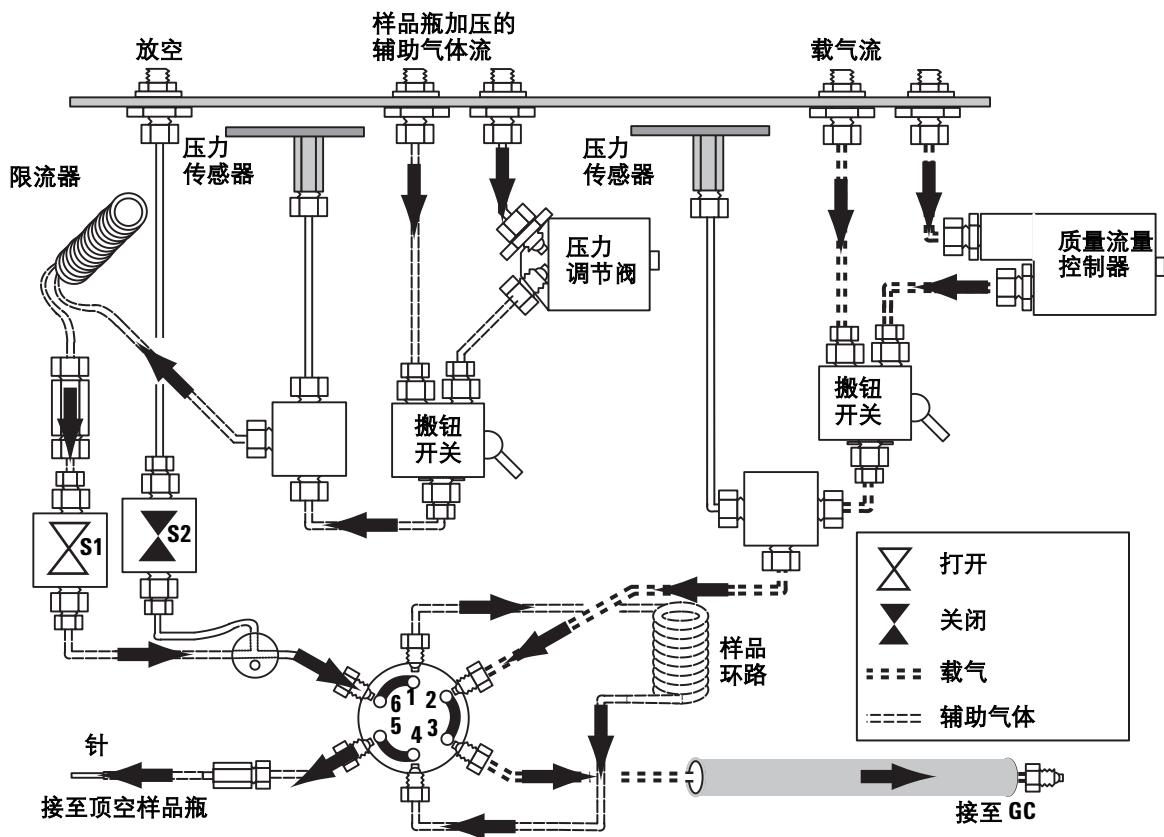


图 7 待机条件。S1 打开

样品瓶加压

在样品瓶到达平衡时间时，搅动停止，样品瓶移动至与进样探针成一直线，然后机械杆升起样品瓶到进样探针。压力阀关闭。进样探针穿透样品瓶隔垫。压力阀打开，使气体进入样品瓶至加压时间。然后再次关闭阀门。请参见图 8。

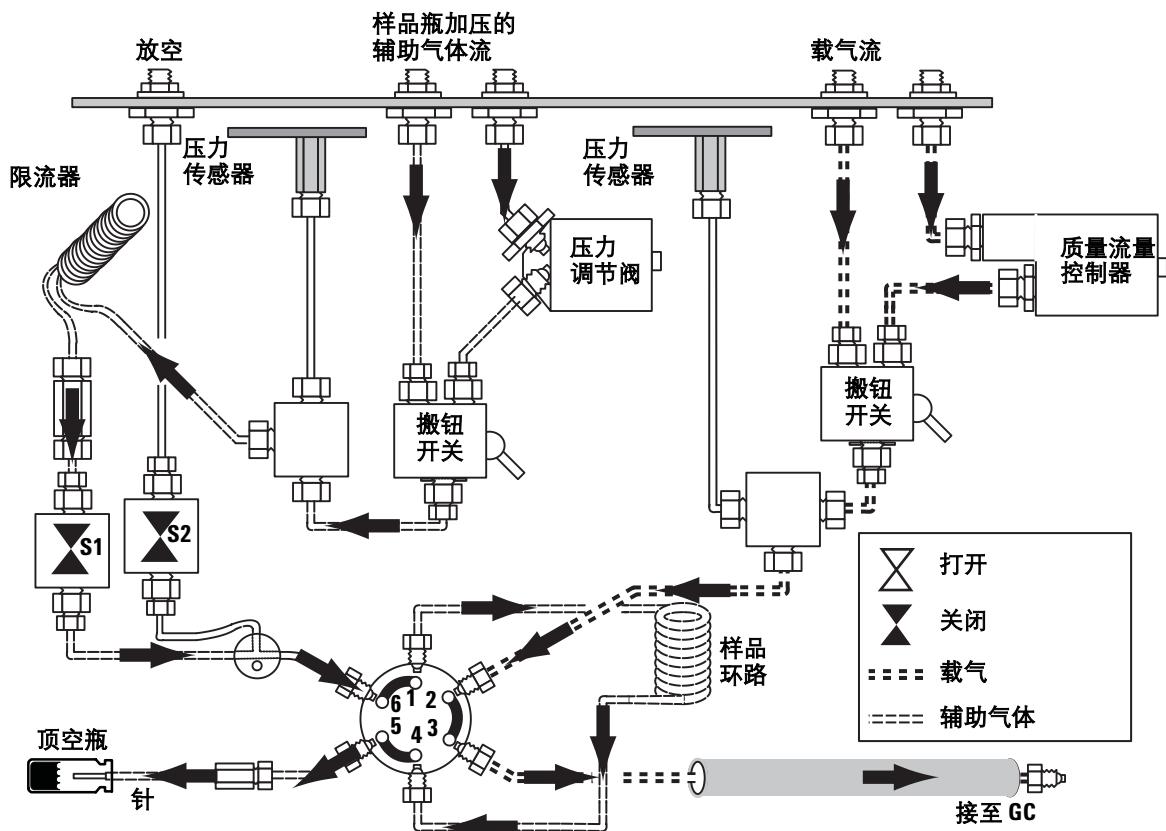


图 8 样品瓶加压。S1 关闭（样品瓶升至针位置）。

充装样品环路

放空阀打开，顶空气体充装到样品环路。然后通过放空出口排放到大气压力。短环路 – 充装时间（2 至 5 秒）可以使压力保持在与样品瓶压力平衡的环路中，并允许注射更多的分析物。长环路 – 充装时间（10 至 15 秒）使环路压力与大气压力保持平衡。请参见图 9。

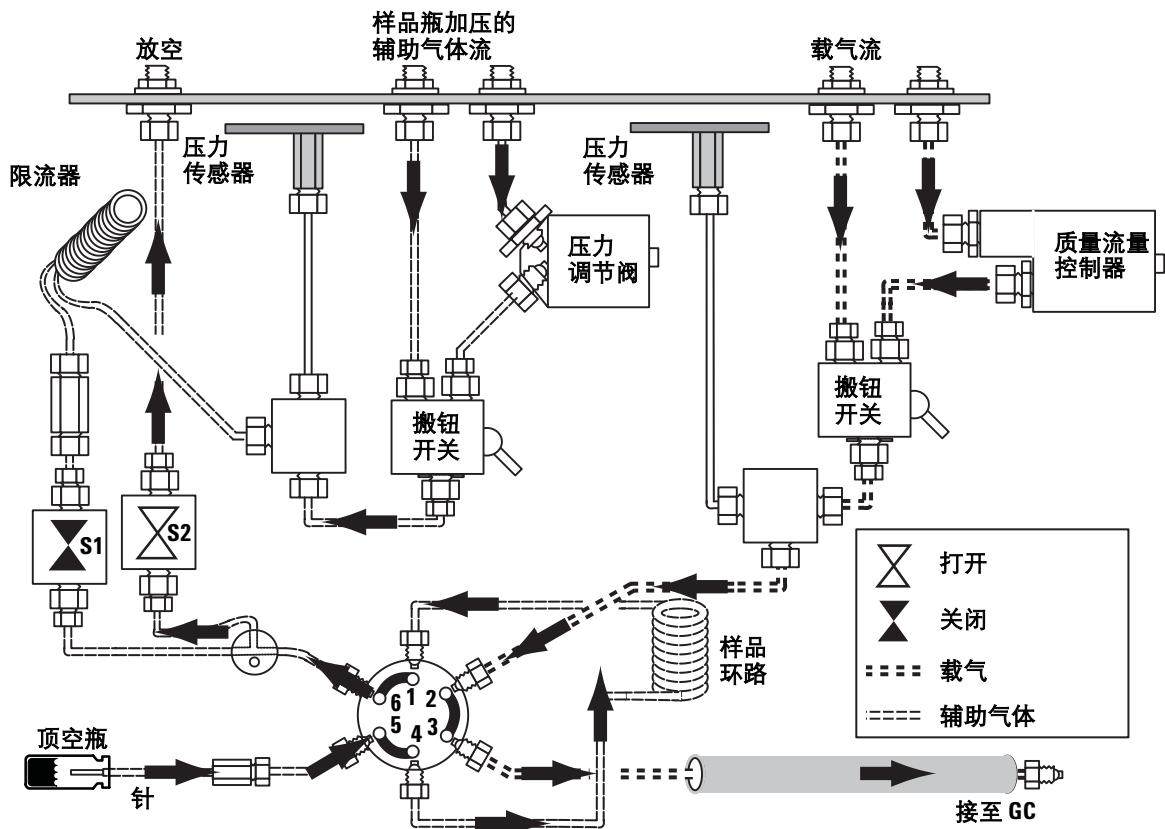


图 9 环路充装。S1 关闭。S2 打开以充装环路。

环路平衡

压力阀和放空阀已关闭，关闭时间为此设定点指定的时间。

注射样品

样品阀使样品环路与载气气流成一直线。载气流经样品环路和传输线流入 GC 进样口。这样就将样品冲入 GC 中。请参见图 10。

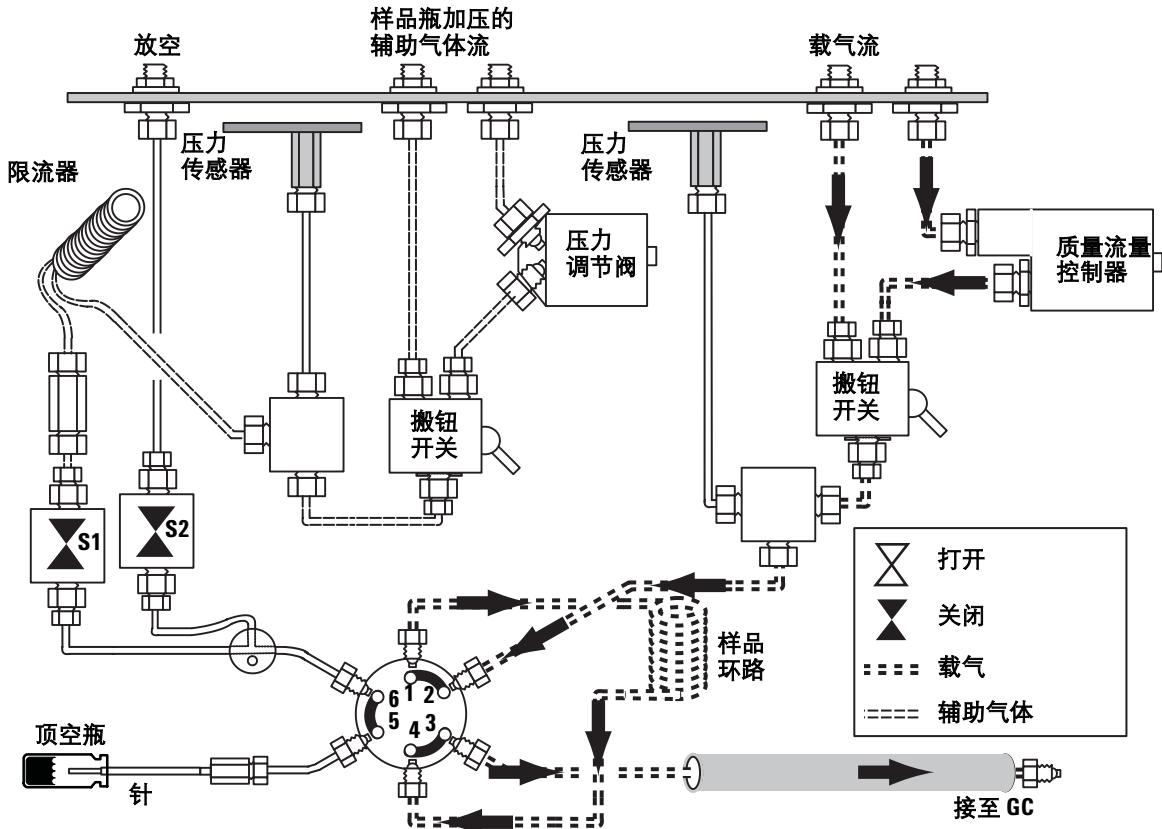


图 10 注射。S1 和 S2 均已关闭。

循环结束与样品瓶复原

样品瓶降低到齿轮。齿轮旋转，升降器将样品瓶送回托盘。放空阀打开吹扫放空线。进样器返回到待机配置。请参见图 11。S2 的缺省放空时间为 30 秒。要调整放空时间，请参见第 84 页的放空阀吹扫。

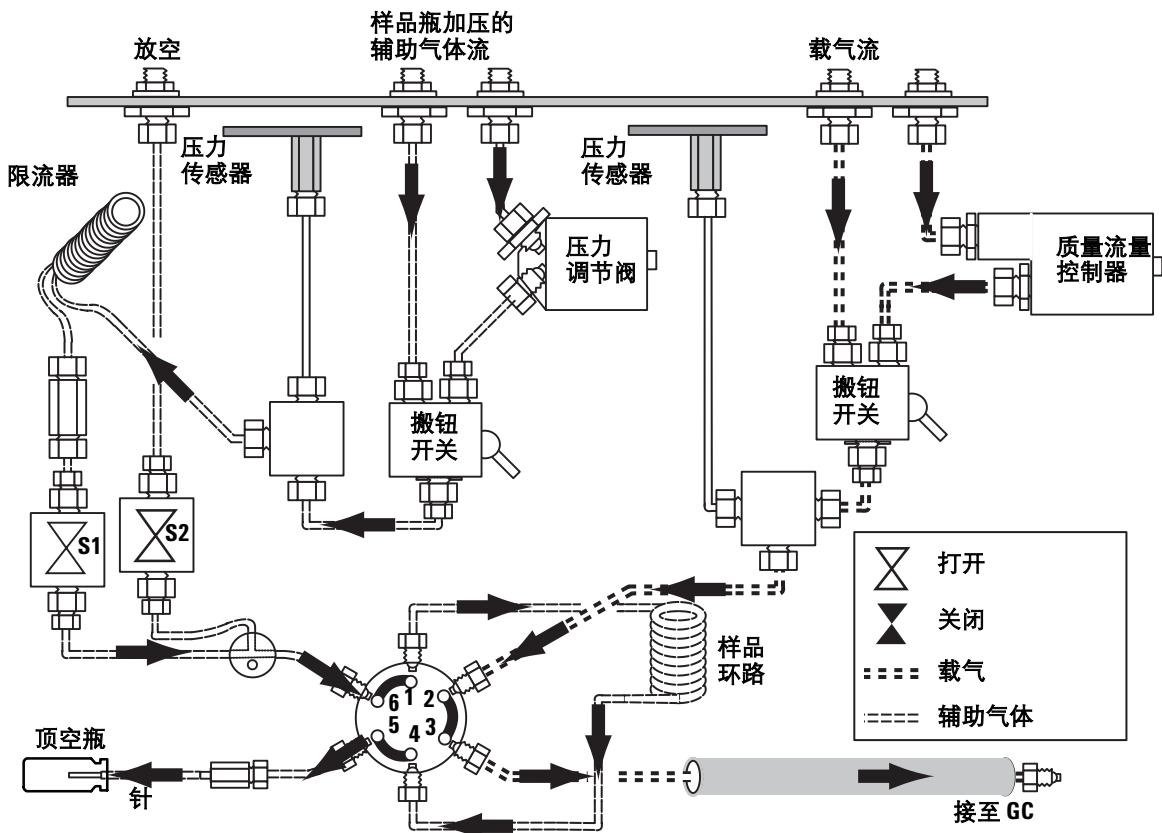


图 11 吹扫。S1 打开。S2 打开 30 秒。

操作模式

G1888 网络顶空进样器有两种操作模式 – 标准顶空萃取和多次顶空萃取。

标准顶空萃取

在标准顶空萃取模式中，对每一样品瓶只能萃取一次。当顶空进样器将样品注入 GC 进样口时，GC 开始运行。为了在气相色谱运行过程中保持相同的培养间隔，顶空进样器逐个将样品瓶传送至加热箱，进样完成后逐个放回原位。加热箱中可同时出现多个样品瓶。进样器对事件发生时间和 GC 循环时间进行分析，然后调整样品瓶的提交时间和恢复时间，以优化整个过程时间。在此模式中允许使用样品瓶搅动。

请注意，GC 运行的循环时间是指从本次注射开始到系统准备下次注射之间的时间。偶尔数据处理的时间也是一个因素。

顶空及 G1888 网络顶空进样器简介

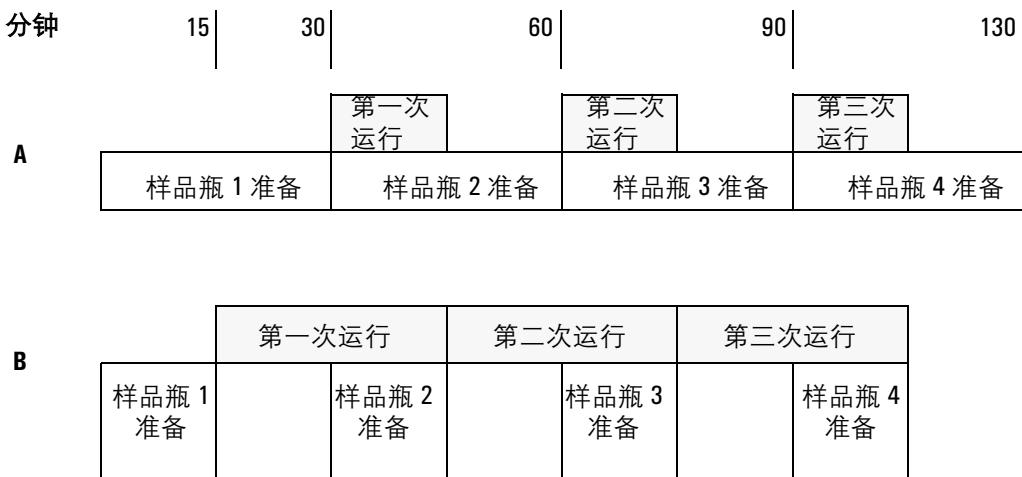


图 12 仪器同步

图 12 显示了仪器如何将已加热的和已准备注射的样品瓶与 GC 准备好的下次注射同步。为了简化，以两个案例说明：

- A 状况：总准备时间为 30 分钟，运行循环时间为 15 分钟。
- B 状况：总准备时间为 15 分钟，运行循环时间为 30 分钟。

事件顺序

正常的事件顺序是：

- 1** 待机条件。顶空进样器处于以前的方法设定点。
- 2** 装载方法。
- 3** 系统等待加热箱平衡时间。
- 4** 启动运行 / 方法。第一个样品瓶移入加热箱。
- 5** 如果设置搅动（摇动），齿轮会摇动至预置的时间。
- 6** 加热箱加热样品瓶，时间为样品瓶平衡时间。
- 7** 样品瓶充装加压气体。
- 8** 样品瓶被取样。充满样品环路。
- 9** 样品环路平衡。
- 10** 顶空进样器使顶空开始注射，并促使 GC 启动。
- 11** 样品瓶返回齿轮。
- 12** 样品瓶返回托盘。

以多次样品瓶穿孔的多次顶空萃取

MHE 模式对每个样品瓶可最多进行 100 次萃取。通过多样品瓶穿孔，每次萃取后针退出样品瓶，样品瓶返回到其原来在加热箱的位置。样品瓶可以搅动。

如果“参数增量”（高级功能 2）打开，则不允许 MHE 模式。

在 MHE 模式中，用户会遇到两种可能的情况：

- GC 循环时间比样品瓶平衡时间长。

达到样品瓶平衡时间后，开始进行第一次萃取。其后的每次萃取都基于循环时间间隔。

例如，如果样品瓶平衡时间 = 5.0 分钟，循环时间 = 10.0 分钟，则第一次萃取在 5.0 分钟的时候，第二次在其后 10 分钟，（累计约 15 分钟），第三次在再后的 10 分钟（累计 25 分钟），以此类推。

- GC 循环时间比样品瓶平衡时间短。

达到样品瓶平衡时间后，开始进行第一次萃取。其后的每次萃取都基于样品瓶平衡时间间隔。

例如，如果样品瓶平衡时间 = 8.0 分钟，循环时间 = 5.0 分钟，则第一次萃取在 8.0 分钟的时候，第二次在其后 8 分钟，（累计约 16 分钟），第三次在再后的 8 分钟（累计 24 分钟），以此类推。

在带多样品瓶穿孔的 MHE 过程中，发生下述时间：

- 1 装载多萃取方法
- 2 样品瓶置于加热箱中
- 3 样品瓶加热到样品瓶平衡时间
- 4 根据事件时间对样品瓶取样
- 5 启动 GC
- 6 样品瓶返回到加热箱齿轮的插槽中
- 7 第二次加热开始计时
- 8 根据事件时间对样品瓶取样
- 9 启动 GC
- 10 样品瓶返回到加热箱
- 11 从步骤 7 重新开始继续（直到完成每个样品瓶的萃取次数）
- 12 样品瓶返回到托盘

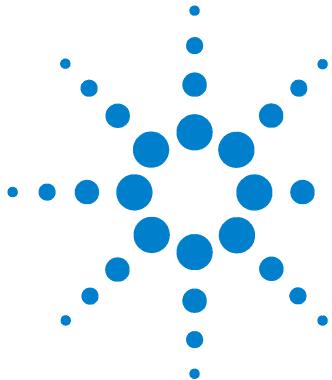
多次顶空萃取：标准

在此 MHE 模式中，顶空进样器可对每个样品瓶进行多次取样。每次从样品瓶萃取后 GC 收到一个启动信号。有关详细信息，请参见第 75 页的[多次顶空萃取](#)。通常如果设置的温度和平衡时间比较合适，那么对每个样品瓶萃取四次就足以获得一个良好的记录（面积）对萃取次数图，从而看到定量工作的结果。

多次顶空萃取：Conc 模式

在此 MHE 模式中，顶空进样器对样品瓶进行多次取样，以将分析物浓缩在 GC 柱头部分或者 GC 进样口的低温冷阱中。最后一次从样品瓶萃取后 GC 收到一个启动信号。有关详细信息，请参见第 75 页的[多次顶空萃取](#)。此技术对得到最大灵敏度检测是非常有用的。

顶空及 G1888 网络顶空进样器简介



3 键盘

存取功能	48
编辑设定点	48
键盘	49
键及其功能	50
Enter	50
Clear	50
数字键盘	50
Tray Advance	50
Start/Stop 键	51
Active Method 键	52
区温度	52
事件时间	54
样品瓶参数	57
菜单键	58
装载方法	59
存储方法	60
链方法	61
压力	62

本章描述了每个键及其相应功能。



存取功能

使用仪器前端的键盘和屏幕查看和更改所有设置。按一下 **Menu**、**Active Method** 或 **Tray Advance** 显示一个与该键相关联的参数菜单。使用上下光标键滚动至可用的菜单项进行控制。仪器显示屏显示了高亮显示参数设定点的当前值。

编辑设定点

要编辑一个设定点：

- 1 导航到参数。
- 2 使用数字键盘键入新值。
- 3 按 **Enter** 使新值作为一部分活动方法。

如果新值不在允许的范围内，进样器将显示一条消息，显示允许的范围。按任一非数字键删除错误消息。

在菜单中的任何位置，按 **Clear** 都可以返回到上一级显示。

为了快速参考这些键及其功能，请参见表 2。

键盘

下面的表 2 列出了顶空进样器上的所有键，并汇总了它们的功能。有关详细信息，请参见第 50 页的键及其功能。

图 13 显示键盘布局。

表 2 键及功能的快速参考

键	定义 / 功能
Start/Stop	启动、停止和 / 或重置一个操作运行
Active Method	显示编辑方法参数的菜单
Menu	显示访问高级功能和装载、存储及链接方法的主菜单
Tray Advance	将托盘移动一个位置
Cursor keys	导航菜单选项
Clear	取消键盘输入。显示上级菜单
Enter	将键盘输入加入到当前的方法，或执行高亮显示的选择



图 13 键盘

键及其功能

Enter

输入数字值后使用该键，使输入值作为设定点。按 **Enter** 将更改合并到活动方法中。**Enter** 键还可以选择高亮显示的菜单项。

Clear

编辑过程中按 **Clear** 键，使值返回到其原来的设定点。**Clear** 键还可以将显示返回到上级菜单。您可能需要不止一次地按 **Clear** 以达到顶级菜单。

数字键盘

编号键可以用来输入顶空进样器可变条件下的设定点值。小数点键用于菜单快捷方式。

Tray Advance

按此键进入“Tray Advance”屏幕并手动放置托盘。按“Tray Advance”屏幕中的光标键将托盘第一位置以任意方向移动。使用键盘键入 1 到 70 之间的数字，然后按“Enter”，直接移至指定托盘位置。

按 **Advance Tray**, {position+7} 和 **Enter**，将所需的装载位置移至样品托盘的最前端。例如，输入 67，将托盘位置 60 移至机器的前端。注意，位置 1 与位置 70 相邻。例如，输入 5，将位置 68 移至机器的前端。

Start/Stop 键

按此键启动或停止运行。要启动运行，按一下。要停止运行，再按一下。显示屏出现：

PRESS STOP TO CONFIRM （按“停止”确认）

这会防止无意中中断运行。要确认停止，再按一下。要继续运行，按 **Clear**。

- 进样器在运行过程中停止时，加热箱中的样品瓶会自动返回到样品托盘。方法不能继续。要继续从上一样品瓶取样进行分析，必须更改方法以便从正确的样品瓶开始分析。

Active Method 键

按“Active Method”键显示下列菜单：

ACTIVE METHOD
Zone Temps
Event Times
Vial Parameters

- 有关“区温度”的详细信息，请参见第 52 页。
- 有关“事件时间”的详细信息，请参见第 54 页。
- 有关“样品瓶参数”的详细信息，请参见第 57 页。

区温度

ACT	SET	ZONE TEMPS
Oven (°C)	50	50
Loop (°C)	60	60
Tr.Line (°C)	70	70
New value:		

说明

“区温度”设置进样器中不同加热区的温度值。

过程

使用光标键滚动至 OVEN、LOOP 或 TR.LINE（传输线）设置温度值。使用数字键盘输入一个新值。按 **Enter** 设定该值。有关允许的温度范围，请参见表 3。

表 3 区温范围

加热区	允许的设定点范围	缺省值 (°C)
加热箱	40–230, 1 °C 增量 *	50
环路	40–250, 1 °C 增量	60
传输线	50–250, 1 °C 增量	70

* 加热箱最低温度为环境温度以上 40 °C 或 10 °C, 以任何一个较大值为准。

为设定点值输入 0 关闭加热区。顶空进样器显示 OFF。

作为一个通用的原则, 环路和传输线的温度应当设置得比加热箱温度高一些, 以避免浓缩。将环路温度设置得比加热箱温度高 10 到 15 °C, 将传输线温度设置得比加热箱温度高 20 到 25 °C。

小心

加热箱温度必须比样品瓶中任何溶剂的沸点低 10 °C。超出这个范围可能使帽和隔垫泄漏或迸开, 样品瓶压力线也会受到沾污。

事件时间

SET	ADV.FUNCTION
GC Cycle Time (min)	25.0
Vial Eq.Time (min)	15.0
Pressuriz Time (min)	0.20 ↓

SET. ↑	ADV.FUNCTION
Loop Fill Time (min)	0.15
Loop Eq.Time (min)	0.05
Inject Time (min)	0.30

说明

从“Active Method”菜单中选择 Event Times，指定各种方法参数的持续时间。

GC 循环时间 这是整个 GC 运行完成所需的时间。它是 GC 运行时间和 GC 平衡时间（从 GC 前板读取），以及所需的任何冷却时间估计值的总和。GC 循环时间必须足够长，以使 GC 达到“ready”状态。这个时间可以使顶空进样器有效地将样品引入加热箱，避免在 GC 准备就绪之前注射样品。

Vial Eq.Time (样品瓶平衡时间) 样品瓶在加热样品的加热箱中的时间。适当的时间长度取决于样品的类型（固体、液体），样品数量和分析物的分配系数。在大多数情况下，样品瓶平衡时间的长度应该足以在样品瓶中保持平衡。

Pressuriz.Time (加压时间)

样品瓶加压气体引入样品瓶从而为样品瓶增加额外压力的时间。

环路充装时间 顶空/样品瓶加压气体混合物通过样品环路到放空的时间。在这段时间中，将向样品环路中充装精确量的顶空气体。

Loop Eq.Time (环路平衡时间) 放空阀关闭后使样品环路中的分析物平衡到较高的环路温度并使环路中的压力和流量稳定的时间。

注射时间 样品环路中的气体注入 GC 中的时间。该时间必须足以完成样品传送。如果时间太短，分析将损失灵敏度，因为并非所有的样品都已被传送。如果时间比需要的时间长，那么这将不构成问题。所需的实际时间取决于载气流速和样品环路体积。

过程

使用光标键滚动到事件时间列表。使用数字键盘输入一个新的时间值。按 **Enter** 设定该值。有关设定点的范围，请参见表 4。有关每个事件的描述，请参见第 54 页。

表 4 事件时间设定点

事件	允许的设定点范围 (分钟, 增量)	缺省值 (分钟)
GC Cycle Time	1.0–999.9, 0.1	25
Vial Eq.Time	0–999.9, 0.1	15
Pressuriz.Time	0–99.99, 0.01	0.20
Loop Fill Time	0–99.99, 0.01	0.20
Loop Eq.Time	0–99.99, 0.01	0.05
Inject Time	0–99.99, 0.01	1.00

样品瓶参数

	SET	VIAL PARAM.
First Vial	1	
Last Vial	22	
Shake	Off	Not Ready

说明

从“Active Method”菜单中选择 Vial Parameters，指定方法中分析的样品瓶并访问摇动功能。

第一个样品瓶 指定由当前的方法分析的第一个样品瓶 (1-70)。

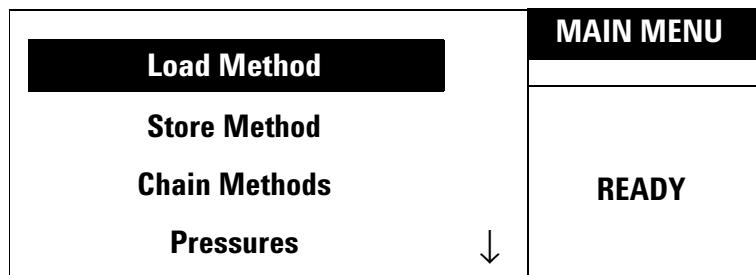
最后一个样品瓶 指定由当前的方法分析的最后一个样品瓶 (1-70)。最后一个样品瓶编号不能小于第一个样品瓶编号。否则顶空进样器将发出错误消息，您需要重新输入样品瓶编号。

摇动 “摇动”指加热箱齿轮在样品瓶平衡过程中搅动的级别。摇动样品瓶将缩短样品瓶平衡的时间。

有三种摇动设置：off、low 和 high。使用光标键和 Enter 键指定所需的级别。“Low”（低）适用于大多数的应用。

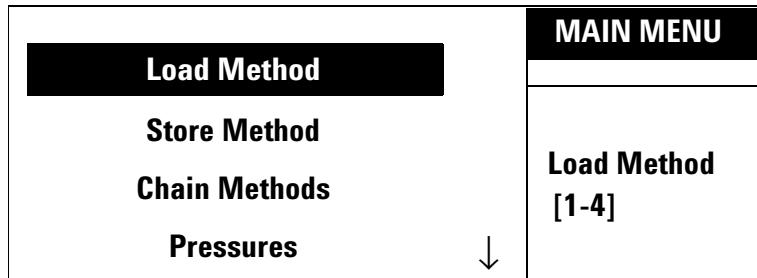
菜单键

按 **Menu** 键显示下列屏幕：



- 有关“装载方法”的详细信息，请参见第 59 页。
- 有关“存储方法”的详细信息，请参见第 60 页。
- 有关“链方法”的详细信息，请参见第 61 页。
- 有关“压力”的详细信息，请参见第 62 页。
- 有关“高级功能”的详细信息，请参见第 64 页。

装载方法



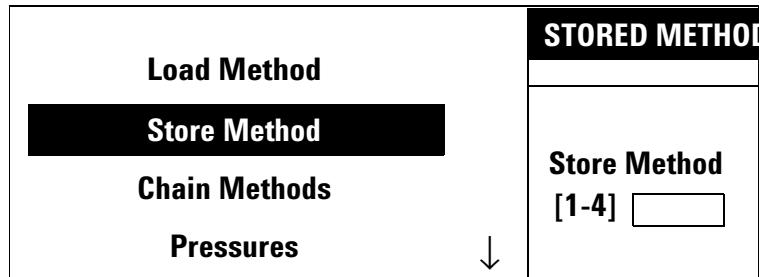
说明

“装载方法”检索四种存储的方法之一，并将其置于活动内存中，以用于当前的分析。注意，装载方法将覆盖活动内存中当前的方法。

过程

使用数字键盘输入一个 1 到 4 之间的数值。按 **Enter** 键装载该位置中存储的方法。

存储方法



说明

“存储方法”将当前的方法存储在四个方法存储区之一中。

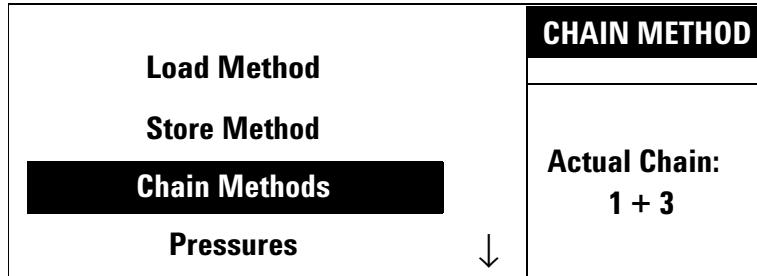
过程

使用数字键盘输入一个 1 到 4 之间的数值。按 **Enter** 键将方法存储在该存储区中。

小心

存储一种方法将覆盖存储区中已存储的任何方法。进行覆盖时没有任何警告消息。

链方法



说明

“链方法”使用两种到四种方法连续分析托盘中的样品组。如果启用了“参数增量”，则必须禁用“链方法”。注意，链方法将覆盖活动内存中当前的方法。

过程

使用数字键盘输入两个至四个 1 到 4 之间的数字。按 **Enter** 将方法链在一起。

在数字键盘上输入 **0** 可禁用链。

允许任意组合的方法。有如下示例：

1+1+1+1

1+2+3+4

4+2+3+2

2+1

3+1+2

压力

此屏幕显示载气或样品瓶加压气体的压力。载气压力在流量控制器的出口测量。样品瓶加压的压力在内嵌的限流器之前的压力调节阀出口测量。有关气动系统的图示和压力传感器板的位置，请参见[第32页](#)。

此压力屏幕是只读显示。使用光标键将显示从载气滚动至样品瓶加压气体。最大的传感器压力为 100 psig。

ACT.		PRESSURES
Carr. (PSI)	7.0	
Vial (PSI)	8.3	

4 高级功能

使用高级功能	64
高级功能列表	65
高级功能描述	67
稳定时间	67
参数增量	68
样品瓶编号和位置	70
键盘锁	71
手动操作	72
压力单位	73
存储的方法	74
多次顶空萃取	75
检查准备就绪	76
重置	78
阀门计数	79
样品瓶体积	80
区校准	81
LAN 配置	82
MAC 地址	83
启用 RS232	83
放空阀吹扫	84
泄漏检测	86
诊断	87

本章描述了“高级功能”菜单所控制的一些非日常操作的功能。同时还描述了这些功能的显示内容、值范围以及编辑设定点的方式。



使用高级功能

要访问高级功能设定点或读数：

- 1 按 **Menu** 键。
- 2 滚动至 **Advanced Functions** 菜单项并按 **Enter**。
- 3 滚动至所需功能并按 **Enter**，或在键盘上按其相应的菜单号。如果菜单号大于 9，则使用小数点后跟菜单号的第二位数字。例如，按 **.2** 表示选择第 12 个菜单项。
- 4 某些高级功能还包含子功能，例如**区校准**。如果适用，滚动至所需的子功能并按 **Enter**。

在菜单中的任何位置，按 **Clear** 都可以返回到上一级显示。

为了快速参考“高级功能”，请参见表 5。有关详细信息，请参见第 67 页的“高级功能描述”。

高级功能列表

表 5 高级功能的快速参考

显示	定义 / 功能	菜单选择键	页码
STABILIZE TIME	设置加热箱达到初始设定点到装载第一个样品瓶之间的等待时间	1	67
PARAM.INCREMENT	为后续样品瓶创建加热箱温度或平衡时间的渐进增量	2	68
VIAL NO. AND LOC.	显示每个加热箱齿轮位置的样品瓶编号。样品瓶编号与样品瓶原来的托盘位置相对应。	3	70
KEYBOARD LOCK	除了导航和方法启动 / 停止功能外，禁用所有的键盘功能	4	71
MANUAL OPERATION	允许用户手动移动所有的电动机、升降器、托盘和气门，并打开和关闭顶空进样器的所有阀门。	5	72
PRESSURE UNITS	更改压力单位	6	73
STORED METHOD	装载五个预置方法之一	7	74
MULTI.HS EXTR.	为多次顶空萃取设置参数	8	75
CHECK FOR READY	告诉顶空进样器是否在注射前等待来自 GC 的准备就绪信号	9	76
RESET	选择“重置”迫使进样器放弃并返回到其启动时的操作程序，无论它当时在执行什么操作。样品瓶返回到托盘。	. 0	78
VALVE COUNT	使用此功能查看 / 重置样品注射阀的循环次数	. 1	79
VIAL SIZE	选择 10mL 或 20mL 的样品瓶	. 2	80
ZONE CALIBRATION	为加热箱和样品环路加热区创建一个自定义的温度补偿值	. 3	81
LAN CONFIGURATION	设置 IP 地址、子网掩码和网关。	. 4	82
MAC ADDRESS	显示 MAC 地址	. 5	83

高级功能

表 5 高级功能的快速参考（继续）

ENABLE RS-232	将顶空进样器设置为 RS-232 或 LAN 模式。 在从 RS232 切换到 LAN 时，此功能需要重新通电。	.. 6	83
PURGE VALVES	迫使加压气体冲出放空口以吹扫管线	.. 7	84
LEAK TEST	启动运行泄漏检测	.. 8	86
DIAGNOSTIC	显示固件修订、 RAM/ROM 状态和序列号	.. 9	87

高级功能描述

稳定时间

说明

此功能可更改在样品瓶装载到加热箱之前加热箱达到其初始设定点之后的平衡时间。选择“稳定时间”出现如下显示：

	SET	ADV.FUNC.
Stab.Time (min)	0.0	
		READY

过程

输入键盘上的编号，然后按 **Enter** 来设置值。

缺省时间为一分钟。允许的值范围为 0.0 到 99.9 分钟。

参数增量

SET		PARAM INCR.
Oven Temp Step (°C)	0	
Vial Eq Step	0.0	READY

说明

“参数增量”是一种方法开发工具，它可以为后续的每个样品瓶取样自动渐进增加样品瓶平衡时间或加热箱温度。

在参数增量过程中，对每个样品瓶取样并返回到齿轮。每次增量之间，对于 GC 循环时间段，进样器显示“NOT READY”。如果样品瓶温度增加，则显示“WAITING FOR READY”直到达到新的设定点为止。

两种显示的缺省值都是 0.0，表示参数增量关闭。两种参数是互斥的：如果对其中一个参数输入非零值，则另一个自动设置为零。

加热箱温度步进 对“加热箱温度步进”输入一个值，可使样品瓶温度在其平衡过程中按这种程度增加，第二个样品瓶和后续的每个样品瓶都按这种方式增加温度。

例如，为“加热箱温度步进”输入一个 4 °C，并运行加热箱温度为 100 °C 的方法。第一个样品瓶的加热箱温度为 100 °C，第二个样品瓶的加热箱温度为 104 °C，第三个样品瓶的加热箱温度为 108 °C。

值范围从 0 到 99 °C。

样品瓶平衡步进 对“样品瓶平衡步进”输入一个值，可按这个时间增加稳定时间，第二个样品瓶和后续的每个样品瓶都按这种方式增加稳定时间。

值范围从 0.0 到 99.9 分钟。

过程

启用时，使用光标键滚动至加热箱温度步进增量和稳定时间步进增量：

还可以从数字键盘更改增量，然后按 **Enter** 键设置更改值。

- 样品瓶最高温度必须比样品中的任何溶剂的沸点低 10 °C 以下。
- “样品瓶温度增加”功能只随着顶空样品瓶中的每次运行来增加温度。环路和传输线温度仍然保持在其原有的设定点上。确保按这种方式设置环路和传输线的温度，即超过样品瓶预定达到的最高温度。注意您正在使用的传输线的任何最高温度。
- 如果“样品瓶温度增量”或“样品瓶平衡增量”中的任何一个值设置为非零值，则不可使用链方法。
- 如果随着样品数增加加热箱温度步进值，最后的作用结果使加热箱温度高于允许的最高温度（例如，开始温度为 155 °C，步进值为 10 °C，而一共有十个样品瓶），则顶空进样器会显示警告消息。如果无论如何要启动运行，则加热箱温度达到 230 °C 时分析将停止。

样品瓶编号和位置

						VIAL IN LOC.
#01 #02 #03 #04 #05 #06						
5 0 0 0 0 10						
<hr/>						READY
#07 #08 #09 #10 #11 #12						
0 0 0 0 0 0						

说明

样品瓶编号和位置告诉用户哪个样品瓶号处于加热箱齿轮的哪个位置。样品瓶编号直接与样品瓶原来的托盘位置相对应。例如，样品瓶 1 也就是位于托盘位置 1 的样品瓶。

屏幕左边的第一个编号就是加热箱齿轮的第一个位置。屏幕右边的最后一个编号就是加热箱齿轮的第六个位置。在此例中，样品瓶编号 5 是加热箱齿轮的第一个位置，样品瓶编号 10 是第六个位置。这是只读显示。不能进行编辑。

键盘锁

说明

此功能禁用数字键盘输入和 Enter 键。它们仍然可以用于导航和启动方法。选择“键盘锁”将在屏幕顶部显示一个小锁的图形。

1. Stabilize Time	ADV.FUNCTION
2. Param Increment	LOCKED
3. Vial No. and Loc.	UNLOCKED
4. Keyboard Lock	

过程

要锁定键盘，使用光标键滚动至“LOCKED”并按 **Enter**。

滚动至“UNLOCKED”并按 **Enter** 打开键盘锁。

手动操作

Carousel	1	Tray	1
Lifter Tray	Down	Sample V.	Off
Lifter Sam.	Down	Press V.	On
Shutter	Closed	Vent V.	Off

说明

此功能可以手动操作样品瓶齿轮、样品瓶托盘、阀门、气门和两个样品瓶升降器，来检查是否有故障。如果操作不起作用，请参见第 163 页的故障解决和错误消息，然后致电 Agilent 维修人员。

使用“手动操作”后，电动机并不会重置为缺省状态。使用重置功能将马达恢复为其缺省状态。请参见第 78 页。

过程

使用光标键滚动到菜单项。

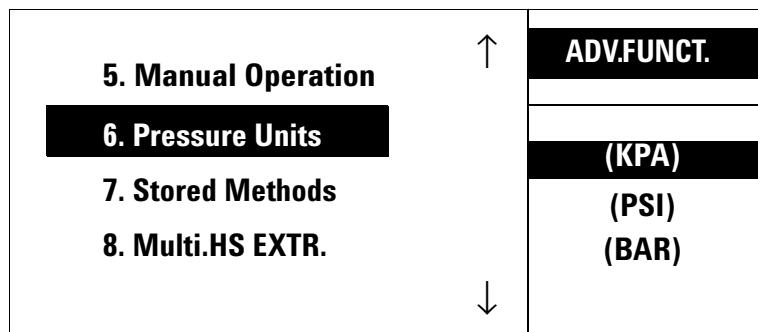
齿轮和托盘 按 **1** 顺时针方向旋转到第 **1** 位置。按 **0** 逆时针方向旋转到第 **1** 位置。

托盘升降器和取样升降器 按 **1** 升起升降机。按 **0** 降下升降器。显示屏根据样品瓶的大小显示出升降器抬升的距离。注意“托盘升降器”在气门关闭时不能抬升。

气门 按 **1** 打开“气门”至中间位置。显示屏显示 **midway**。再按一次 **1** 打开“气门”。显示屏显示 **open**。按 **0** 将“气门”返回到中间位置，然后再按 **0** 关闭“气门”。注意“气门”在“托盘升降器”抬起时不能关闭。

样品阀、压力阀和放空阀 按 **1** 打开阀门。按 **0** 关闭阀门。

压力单位



说明

此功能更改压力单位显示，psi、kPa 和 bar。

过程

Psi 是顶空进样器启动时的缺省压力单位。使用光标键滚动至 kPa 或 bar。显示屏上显示的单位为激活状态。

存储的方法

Default	STORED METH.
Checkout	
OO/PV-GC	
MeOH in H2O	READY ↓

说明

使用“存储的方法”屏幕装载五个预置方法其中之一。有关每种方法中存储的参数，请参见表 6。

表 6 存储的方法

参数	缺省	校正	OO/PV-GC	水中的甲醇	OO/PV-MSD
加热区 (°C)	加热箱	50	100	60	100
	环路	60	110	110	150
	传输线	70	115	115	180
平衡时间 (min)	GC 循环时间	25.0	5.5	2.0	6.0
	样品瓶平衡时间	15.0	7.0	7.0	5.0
	加压时间	0.20	0.08	0.08	0.1
	环路充装时间	0.20	0.5	0.5	0.5
	环路平衡时间	0.05	0.05	0.05	0.1
	注射时间	1.0	1.0	0.2	1.0
样品瓶参数	第一个样品瓶	1	1	1	1
	最后一个样品瓶	10	1	8	1
	摇动	关	关	关	关
	样品瓶体积	20 mL	20 mL	20 mL	20 mL
高级功能	多次萃取	关	关	开	关
	每一样品瓶注射	1	1	20	1

过程

使用光标键滚动选择五个存储的缺省方法之一。按 **Enter** 键装载方法。

多次顶空萃取

SET	MULTI EXTR.
Multi HS Extr.	OFF
	OFF
	ON
	CONC

说明

多次顶空萃取 (MHE) 用于对相同的样品瓶反复取样。每次萃取时，样品瓶都要抬升到进样探针，取样，然后降低离开探针。顶空进样器可使用两种类型的 MHE。

- 如果 MHE 设置为 “ON”，顶空进样器将在每次萃取完成后向 GC 发出一个启动信号。
- 如果 MHE 设置为 “CONC”，顶空进样器将在最后一次萃取完成后向 GC 发出一个启动信号。

注意

如果“参数增量”为打开状态，则不能使用 MHE。请参见第 68 页。

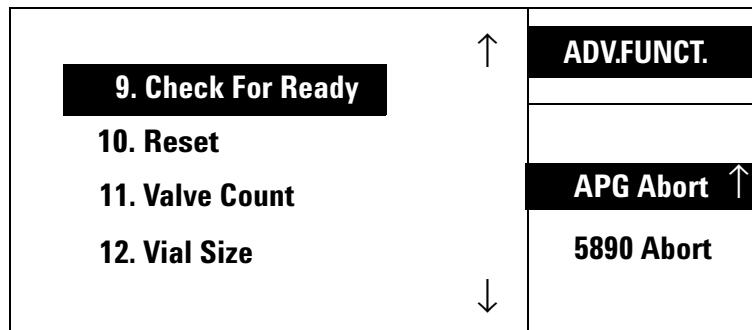
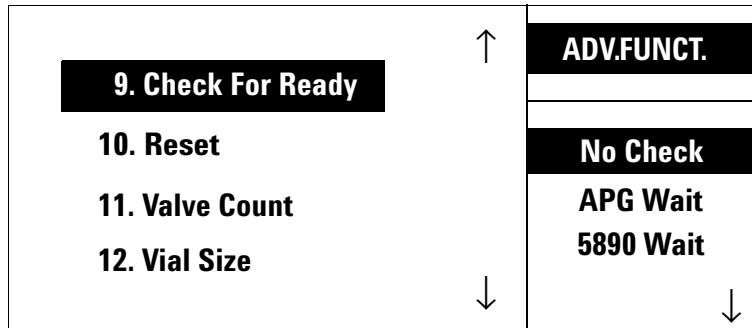
过程

使用光标键选择右边的菜单项。

关 按 **Enter** 关闭 MHE。

ON 和 CONC 按 **Enter** 打开 MHE。使用键盘还可输入对样品瓶的萃取次数。允许的范围是 2 -100 次抽取。

检查准备就绪



说明

在 GC 和顶空进样器之间用硬件连接建立了远程启动电缆。使用此功能可以等待 GC 准备就绪信号，放弃后续工作或无 GC 准备就绪信号继续进行。

如果“检查准备就绪”功能为激活状态，则进样器在注射之前检查是否有来自 GC 的准备就绪信号。如果没有 GC 准备就绪信号，进样器将根据启动的模式等待、放弃或继续进行。

有以下几种模式：

无检查 无论 GC 是否准备就绪， HS 都将进行注射。

5890 等待 在开始后续工作之前， HS 将等待 5890 GC 准备就绪信号。顶空进样器的样品平衡时间已被忽略，后续工作由准备好的 GC 控制。如果已达到恒定加热时间但 GC 循环时间未到，则此模式将破坏恒定加热时间。

APG 等待 在开始后续工作之前， HS 将等待 6850/6890/6820 GC 准备就绪信号。顶空进样器的样品平衡时间已被忽略，后续工作由准备好的 GC 控制。如果已达到恒定加热时间但 GC 循环时间未到，则此模式将破坏恒定加热时间。

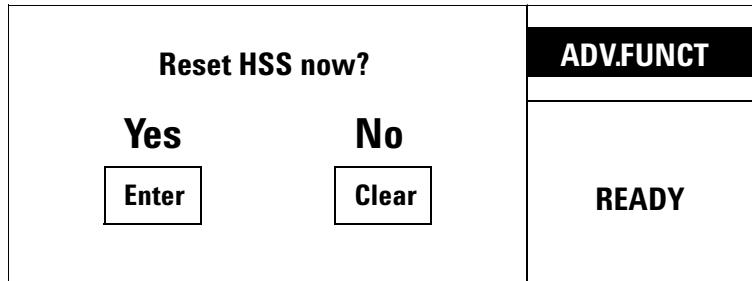
5890 放弃 当准备注射时，如果 5890 GC 未准备好，则后续工作放弃。所有的样品瓶都返回到托盘， HS 显示消息 “GC NOT READY”。对于使用 5890 GC 的用户，建议使用此设置。

APG 放弃 当准备注射时，如果 6850/6890/6820 GC 未准备好，则后续工作放弃。所有的样品瓶都返回到托盘， HS 显示消息 “GC NOT READY”。对于使用 6850、 6890 或 6820 GC 的用户，建议使用此设置。

过程

使用光标键高亮显示显示屏右边的所需模式。按 **Enter** 选择高亮显示的模式。

重置



说明

选择“重置”迫使进样器放弃并返回到其启动时的操作程序，无论它当时在执行什么操作。有关详细信息，请参见第 35 页的“通电诊断”。

注意：

- 仪器一直保持“Not Ready”状态，直到达到方法的所有设定点为止。
- 重置前正在使用的最后一个方法保持有效。
- 重置后，顶空进样器询问是否将样品瓶从加热箱齿轮恢复到其原有位置。选择“yes”，顶空进样器将样品瓶返回到托盘。选择“no”手动恢复样品瓶，如果加热箱中还有样品瓶的话。

阀门计数

ACT	VALVE COUNT.
Valve Count. 18155	
Reset Counter	READY

说明

“阀门计数”显示了进样阀开动的次数。Agilent 维修人员可参考“阀门计数”来了解进样器使用的程度。阀门必须向两个方向移动（开和关）后，计数器才会增加。

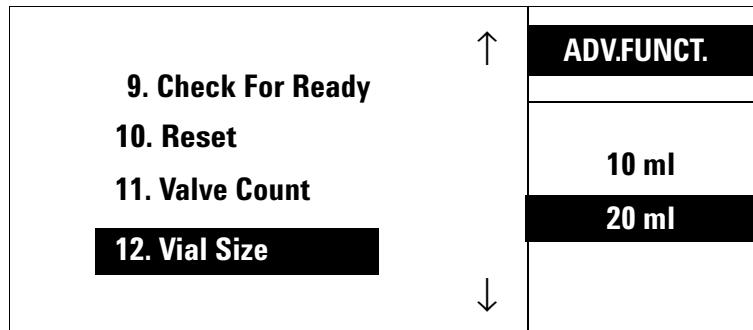
过程

要重置计数器，使用光标键高亮显示“Reset Counter”。按 **Enter**。出现如下屏幕：

Reset Valve Count Counter?	VALVE COUNT.
Yes	READY
Enter	Clear

按 **Enter** 重置计数器，按 **Clear** 返回到前一屏幕。

样品瓶体积



说明

此功能设置 HS 使用的样品瓶体积，10-mL 或 20-mL。HS 不能在相同的方法中一起使用 10-mL 和 20-mL 样品瓶。

过程

使用光标键选择合适的“样品瓶体积”，并按 **Enter**。

区校准

Oven Calibration	ZONE CALIB.
Reset Oven Defaults	
Loop Calibration	
Reset Loop Defaults	READY

说明

“区校准”屏幕为顶空进样器创建了一个自定义的温度偏移量。校准还可以在此屏幕恢复为出厂缺省设置。

如果存在一个自定义的偏移量，则只出现“Reset Oven Defaults”和“Reset Loop Defaults”菜单选项。

有关校准过程的详细信息，请参见[第 156 页的区校准](#)。

LAN 配置

SET			LAN Config.
IP Address	100.10.100.33		
Sub Mask	255.255.255.0		Ready
Gateway	130.10.250.1		

说明

此功能用来配置要在 LAN 上使用的顶空进样器。

过程

使用光标键滚动至 IP 地址、子网掩码和网关的数字。

在数字键盘上键入数字，更改屏幕上高亮显示的值。按 **Enter** 接受该数字，按 **Clear** 取消。

输入完一个数字后，高亮显示自动移至下一个值。

在 LAN 上使用顶空进样器之前，必须关闭“启用 RS232”功能。
有关详细信息，请参见第 83 页的[启用 RS232](#)。

当从 RS232 切换到 LAN 时，必须重置顶空进样器以激活 LAN 连接。

MAC 地址

ACT	MAC Address	MAC Address
	00:20:4A:32:10:3B	
		Running

说明

MAC 地址是只读显示。

启用 RS232

13. Zones Calibration 14. LAN Configuration 15. MAC Address 16. Enable RS232	↑	ADV.FUNCTION
	↓	
Yes No		

说明

此功能启用顶空进样器上的 RS232 端口。要启用 LAN 端口，必须禁用 RS232 端口。

过程

使用光标键选择 “Yes” 启用 RS232，选择 “No” 禁用 RS232 并启用 LAN。

放空阀吹扫

V2 Sequence Purge	Vent Purge
V2 Standby Purge	Not Ready

ACT	SET	PURGE VALVES
Timer (min)	0.0	1
Start purging		RUNNING

说明

V2 顺序吹扫 此功能设置了每次样品瓶注射后 V2 放空阀打开的时间。缺省值为 30 秒。

V2 待机吹扫 此功能打开放空阀，并使高压气体冲出放空。如果需要，在运行方法之前，使用此功能可以从顶空进样器管线中吹扫所有无用物的痕迹。

过程

V2 顺序吹扫 用光标键选择 V2 Sequence Purge，并按 **Enter**。使用数字键盘键入时间值。按 **Enter**。

V2 待机吹扫 用光标键选择 V2 Standby Purge，并按 **Enter**。使用数字键盘键入时间值，范围为 1 到 999 分钟。按 **Enter**。

此值出现在 SET 栏中。ACT 栏开始计算实际剩余时间。计时器为 0 时自动结束该过程。

泄漏检测

说明

泄漏检测检查以下内容：

- 与充装环路相关的流路中的气阻
- 载气流路中的泄漏
- 样品瓶加压流路中的泄漏
- 通过六通进样阀的泄漏

征兆 与气阻相关的征兆包括：

- 无峰值
- 灵敏度降低

气阻通常是由螺线管放空阀封口的膨胀或者排气管中残余物的堵塞引起的。

与泄漏相关的征兆包括：

- 检测器背景值高
- 灵敏度降低

最常见的泄漏是在传输线、外部管线和样品探针部件的连接处。

有关泄漏检测的过程，请参见第 148 页的 [泄漏检测](#)。

诊断

Firmware rev.:A.01.01	DIAGNOSTIC
ROM check: OK	
RAM check: OK	
Serial#: US000OLP22	↓ HSS FAULT HARDWARE ERROR

Firmware rev.:A.01.01	DIAGNOSTIC
ROM check: OK	
RAM check: OK	
Serial#: IT004410010	↓ RUNNING

Sample Valve: FAIL	↑	DIAGNOSTIC
Vent Valve: OK		
Press Valve: OK		
Lifter Tray: OK		RUNNING
Lifter Sampling: OK	↓	

Shutter:	OK	↑	DIAGNOSTIC
Tray	OK		
Carousel	OK		
Oven Sensor	OK		RUNNING
Loop Sensor	OK	↓	

Trans.Line sensor:	OK	↑	DIAGNOSTIC
LAN interface:	OK		
Vial press. sensor:	OK		
Carrier press. sens.:	OK		RUNNING

说明

此诊断屏幕是只读显示，只显示通电系统的诊断消息。

5 制备样品

样品制备 90
装载样品托盘 92

本章描述了制备分析样品的必要步骤，包括充装和封装样品瓶以及装载样品托盘。



样品制备

将要进行顶空萃取的样品放在玻璃瓶中。将玻璃瓶放在顶空进样器托盘中。一般情况下，充装样品瓶约一半左右（尽管样品瓶可以充装到 3/4 的程度）。这样可以确保进样探针不会在进样过程中接触到固体或液体段。

G1888 网络顶空进样器可以接受 10-mL 或 20-mL 的样品瓶。顶空进样器一次只能运行一种样品瓶体积。有关更改样品瓶体积的详细信息，请参见第 80 页的 [样品瓶体积](#)。

样品瓶必须正确封装，以确保顶空气体不会过早地溢出。对于卷缩样品瓶顶盖，使用专为 20-mm 盖封装的顶空样品瓶设计的卷缩机（Agilent 部件号 9301-0720）。螺丝帽（Agilent 部件号 5188-2759）和螺丝盖样品瓶（Agilent 部件号 5188-2753）也可使用。请参见第 127 页的易耗品列表。

注 意

从未正确加盖的样品瓶中进样可能使顶空进样器在隔垫穿孔过程中堵塞。

按下述步骤准备样品瓶进样：

- 1** 将隔垫置于面向样品瓶有特氟纶的样品瓶盖中。小心不要污染隔垫。
- 2** 将盖反过来放在桌子上。
- 3** 将样品放在样品瓶中。大多数样品瓶不应该充满到 50% 以上，但是有一些样品瓶可以充满到 75%。
- 4** 将隔垫和盖一起放在打开的样品瓶上。

- 5 将卷缩机放在盖和样品瓶上。请参见图 14。
- 6 用缓慢稳定的压力挤压卷缩机手柄，封装样品瓶。
- 7 卸下卷缩机。
- 8 转动样品瓶和盖 90° ，在进行卷缩。
- 9 通过尝试着拧样品瓶上的盖，检查封装是否充分。应该很困难或无法转动盖子。如果盖子很轻松地转动了，则要重新卷缩盖子。卷缩工具可能需要调整。
- 10 要打开样品瓶，使用专为 20-mm 盖子设计的起盖器（部件号 5181-1214）。

注意

样品瓶中会含有实验室空气，它可能已被从空调中泄漏的诸如溶剂或氟里昂的一些物质所污染。如果污染会反向影响您的结果，则在加盖和封装前使用氩气吹扫样品瓶。

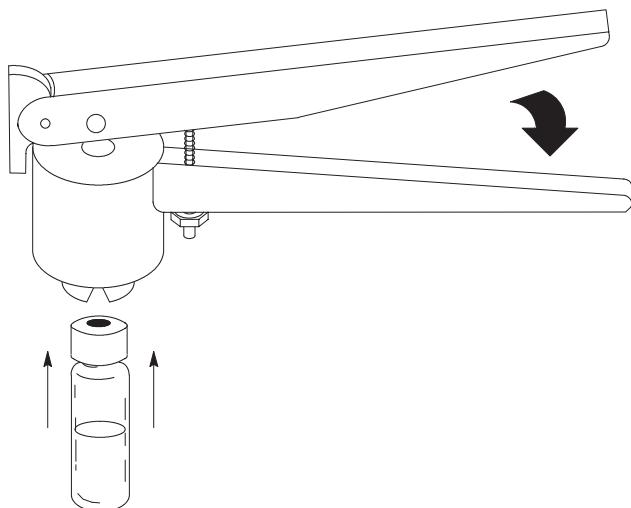


图 14 卷缩机的位置和正确加盖的样品瓶

装载样品托盘

按 **Advance Tray**, {position+7} 和 **Enter**, 将所需的装载位置移至样品托盘的最前端。

使用光标键，在添加样品瓶时逐个前移托盘位置，直到所有的样品瓶都装载到托盘上为止。

不要在托盘中混合使用 10-mL 和 20-mL 样品瓶。

6 输入方法

输入方法	94
如何创建方法	94
输入区温度	95
设置事件时间	97
设置样品瓶参数	100
存储和装载方法	102
存储方法	102
装载方法	103
链接方法	104
激活方法链	104
取消激活方法链	105
将方法链用于 MHE (多次顶空萃取)	106

本章详述了输入方法的过程，包括存储和检索方法，以及链接方法。



输入方法

如何创建方法

要通过键盘创建顶空进样器的方法，在下述菜单屏幕中输入每一设定点的值：

- 区温度：请参见第 95 页。
- 事件时间：请参见第 97 页。
- 样品瓶参数：请参见第 100 页。

这些屏幕中的每一个都包含许多设定点。要输入设定点的值，使用光标键滚动至该设定点，用数字键盘键入值，然后按 **Enter**。如果值不在允许的范围内，进样器将显示一条消息，显示允许的范围。按任一非数字键删除错误消息。

按 **Clear** 删除输入设定点值时敲错的键。**Clear** 键还可以在未输入设定点时返回到上级显示屏。

用户还可以设置放空阀的吹扫时间。增加放空阀的吹扫时间可以降低携带和污染。有关详细信息，请参见第 84 页的放空阀吹扫。

每次定义完设定点后，将方法存储到四个存储位置之一。有关存储方法的详细信息，请参见第 102 页。注意，样品瓶体积并不作为方法的一部分存储。

要运行样品，将样品瓶装载到样品托盘合适的插槽中，然后按 **Start**。

输入区温度

使用“ZONE TEMPS”屏幕输入加热箱温度、环路温度和传输线温度的值。

导航到“ZONE TEMPS”屏幕

按**Active Method**键。从“Active Method”菜单中选择 Zone Temps。进样器如下显示：

	ACT	SET	ZONE TEMPS
Oven (°C)	50	50	
Loop (°C)	60	60	New value:
Tr.Line (°C)	70	70	

有关“区温度”的详细信息，请参见[第 52 页的区温度](#)。

设置加热箱区温度

使用光标键高亮显示Oven (°C)。为加热箱温度设置键入所需的值，然后按**Enter**。

此设置的允许范围为40-230 °C，增量为1 °C。

小心

加热箱温度必须比样品瓶中任何溶剂的沸点低10 °C以上。超出这个范围可能使帽和隔垫泄漏或迸开，样品瓶压力线也会受到污染。

注意

尽管进样器允许您输入的温度为从0 °C到39 °C，然而加热箱最低温度为环境温度以上40 °C或15 °C，以任何一个较大值为准。

设置样品环路区温度

使用光标键高亮显示 Loop (°C)。键入所需温度，然后按 **Enter**。

此设置的允许范围为 45-250 °C，增量为 1 °C。

设置传输线区温度

使用光标键高亮显示 Tr. Line (°C)。键入所需温度，然后按 **Enter**。

此设置的允许范围为 50-250 °C，增量为 1 °C。

注 意

作为一个通用的原则，环路和传输线的温度应当设置得比加热箱温度高一些，以避免浓缩。将环路温度设置得比加热箱温度高 15 °C，将传输线温度设置得比加热箱温度高 25 °C。

设置事件时间

使用“EVENT TIMES”屏幕输入定时事件的分钟数，这些事件构成了样品瓶进样的顺序。包括下述事件：

- GC 循环时间
- 样品瓶平衡时间
- 加压时间
- 环路充装时间
- 环路平衡时间
- 注射时间

当顶空进样器正在运行样品时，可以在显示屏上对这些时间进行检查和更改。分析下一个样品瓶时，更改才可生效。您不能更改当前正在取样的样品瓶的参数。所涉及的键都已被锁定。

导航到“EVENT TIMES”屏幕

按**Active Method** 键。从“Active Method”菜单中选择 Event Times。进样器如下显示：

SET.	EVENT TIMES
GC Cycle Time (min) 25.0	New Setpoint: 27.0
Vial Eq. Time (min) 15.0	
Pressuriz. Time (min) 0.20	↓

SET. ↑	EVENT TIMES
Loop Fill Time (min) 0.15	New Setpoint: 0.08
Loop Eq. Time (min) 0.05	
Inject Time (min) 0.30	

有关“事件时间”的详细信息，请参见第 54 页的事件时间。

设置 GC 循环时间

“GC 循环时间”是完成整个 GC 运行所需的时间。它是 GC 运行时间，GC 平衡时间（从 GC 前板读取）以及所需的任何冷却时间估计值的总和。

使用光标键高亮显示 **GC Cycle Time (min)**。键入所需值，然后按 **Enter**。

此设置的允许范围为 1.0-999.9 分钟，增量为 0.1 分钟。建议的最小 GC 循环时间为 2.5 分钟。

设置样品瓶平衡时间

“样品瓶平衡时间”是样品瓶在加热箱中加热到形成顶空气体的时间。

使用光标键高亮显示 **Vial Eq. Time (min)**。键入所需值，然后按 **Enter**。

如果对液体样品启用了摇动，则“样品瓶平衡时间”可能会缩短。请参见[样品瓶参数](#)。

此设置的允许范围为 0-999.9 分钟，增量为 0.1 分钟。

设置加压时间

“加压时间”是样品瓶加压气体引入样品瓶从而为样品瓶增加额外压力的时间。

使用光标键高亮显示 **Pressuriz. Time (min)**。键入所需值，然后按 **Enter**。

此设置的允许范围为 0-99.99 分钟，增量为 .01 分钟。

设置环路充装时间

“环路充装时间”是顶空 / 样品瓶加压气体混合物通过样品环路到放空的时间。在这段时间中，将向样品环路中充装精确量的顶空气体。

使用光标键高亮显示 Loop Fill Time (min)。键入所需值，然后按 **Enter**。

此设置的允许范围为 0-99.99 分钟，增量为 .01 分钟。

设置环路平衡时间

“环路平衡时间”是放空阀关闭后的时间。这个时间可以使样品环路中的分析物平衡到较高的环路温度，并使环路中的压力和流量稳定。

使用光标键高亮显示 Loop Eq. Time (min)。键入所需值，然后按 **Enter**。

此设置的允许范围为 0-99.99 分钟，增量为 .01 分钟。

设置注射时间

“注射时间”是样品阀打开后样品环路中的气体冲向 GC 的时间。

使用光标键高亮显示 Inject Time (min)。键入所需值，然后按 **Enter**。

此设置的允许范围为 0-99.99 分钟，增量为 .01 分钟。

设置样品瓶参数

使用“VIAL PARAM.”屏幕选择方法中所用的样品托盘位置并启用或禁用样品瓶摇动。包括下述设定点：

- 第一个样品瓶
- 最后一个样品瓶
- 摆动

导航到“VIAL PARAM.”屏幕

按**Active Method**键。从“Active Method”菜单中选择 Vial Param.。进样器如下显示：

SET	VIAL PARAM.
First Vial	1
Last Vial	22
Shake	Off

有关“样品瓶参数”的详细信息，请参见第 57 页的[样品瓶参数](#)。

设置第一个样品瓶

“第一个样品瓶”指定了将由此方法分析的第一个样品瓶的位置。

使用光标键高亮显示 First Vial。键入所需位置，然后按**Enter**。

此设置允许的范围为 1-70。

设置最后一个样品瓶

“最后一个样品瓶”指定了将由此方法分析的最后一个样品瓶的位置。

使用光标键高亮显示 **Last Vial**。键入所需位置，然后按 **Enter**。

此设置允许的范围为 1-70。最后一个样品瓶的编号不能小于第一个样品瓶的编号。如果最后一个样品瓶的位置小于第一个样品瓶的位置，顶空进样器将发出错误消息，最后一个样品瓶的位置必须重新输入。

设置摇动

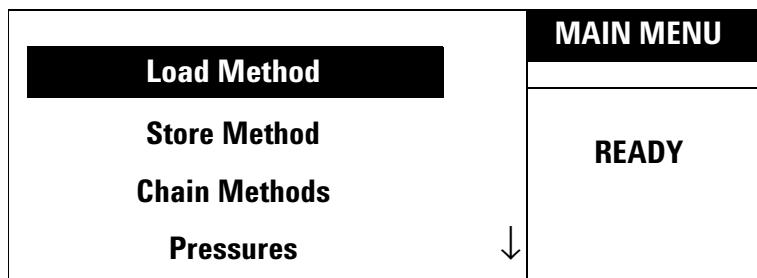
“摇动”指加热箱齿轮在样品瓶平衡过程中搅动的级别。有三种摇动设置：off、low 和 high。使用光标键和 **Enter** 键指定所需的级别。

存储和装载方法

存储方法

“存储方法”是将活动内存中的方法放到四个存储位置之一，以备今后使用。要存储当前正在使用的方法：

- 1 按 **Menu**。显示下述屏幕：



- 2 使用光标键高亮显示 **Store Method**。

- 3 在数字键盘上输入所需的存储位置 {1-4}，然后按 **Enter**。

顶空进样器将当前的方法存入指定的内存位置。存储的方法包括下列参数：

- 区温度
- 事件时间
- 样品瓶参数
- “加热箱稳定时间”的高级功能
- “压力设备”的高级功能
- “多次顶空萃取”的高级功能

小心

存储会覆盖该位置中已有的任何方法。进行覆盖时没有任何警告消息。

注 意

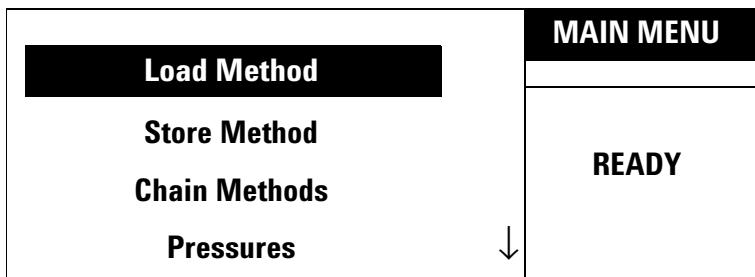
当顶空进样器失去了电池支持的 RAM 后首次启动时，缺省的方法（请参见第 74 页）会载入所有四个方法存储位置。

装载方法

使用“装载方法”功能从内存中检索一种方法，用于当前的分析。“装载方法”还可以用来检索用户定义的方法。要装载五个出厂预置的方法之一，请参见第 74 页的**存储的方法**。

要装载方法：

1 按 **Menu**。显示下述屏幕：



- 2 使用光标键高亮显示 **Load Method**。
 - 3 在数字键盘上输入所需的位置 {1-4}，然后按 **Enter**。
- 存储在指定位置的方法目前可以用于当前的分析。

链接方法

“链方法”使连续使用的两种至四种存储方法可以运行几组样品。它为用户提供了某些自动操作。一旦链（顺序）已经编入程序且样品已经装载，进样器就可以在没有操作员干涉的情况下运行后续的工作。链接的方法也是执行 MHE 的一种方式。

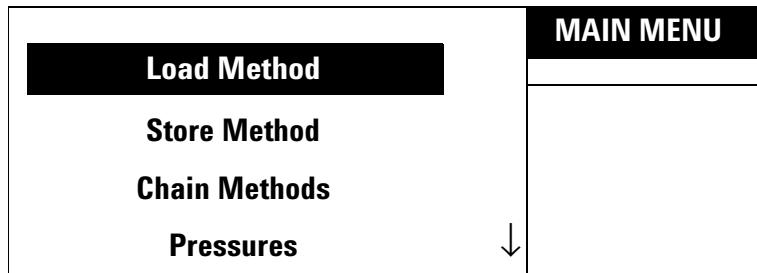
注 意

如果“参数增量”为激活状态，则“链方法”必须禁用。关闭“参数增量”，以使用方法链接功能。

激活方法链

要激活方法链：

- 1 按 **Menu**。显示下述屏幕：



- 2 使用光标键高亮显示 Chain Method。按 **Enter**。
- 3 键入要运行的方法顺序（最多四种方法）。从任何可用的方法编号 {1-4} 中选择。
- 4 按 **Enter** 激活该链。启用链时没有指示。

要确认方法链，再次高亮显示 Chain Methods，然后按 **Enter**。显示当前的链顺序。例如，使用方法 1、2 和 3 的链显示如下：

Actual Chain:

1+2+3

按从左到右的顺序运行显示的方法。此方法顺序一直保持激活状态，直到对其进行编辑或装载新方法为止。

取消激活方法链

要取消激活方法链：

1 高亮显示 Chain Methods。显示屏出现：

Actual chain

#+#+#+#

表示方法的编号。

2 按 **0**，然后按 **Enter**。显示屏出现：

Actual chain

Chain off

将方法链用于 MHE（多次顶空萃取）

使用“链方法”以多次穿孔和每次萃取固定的平衡时间运行多次顶空萃取（MHE）。

要运行 MHE：

- 1 键入方法参数，“区温度”、“事件时间”和“样品瓶参数”。请参见第 94 页。
- 2 将此方法存储到四个存储位置之一。请参见第 102 页。
- 3 如下输入：

Chain Methods {X + X + X + X }

其中 X 是存储方法的位置。

7 开发方法

开发方法	108
改变加热箱温度	110
改变事件时间	111
样品瓶平衡时间	111
环路充装时间	111
基体效应	113
更改样品环路	114
样品体积	115
样品瓶加压和时间	116
样品瓶加压	116
样品瓶加压时间	116
优化载气流	117

本章描述了开发方法的主要原则。



开发方法

本章讨论了影响分析的灵敏度、精密度和准确度的各种参数。

一种物质进入气相的趋势是分配系数 K ，其中 C_c 是凝相（样品基体）中分析物的浓度， C_g 是气相（顶空）中分析物的浓度。分配系数 K 与基体中分析物的溶解度相关。例如，苯是不易溶于水的，它的 K 约为 7。乙醇是易溶于水的，它的 K 是 7000。 K 值高说明分析物很难脱离基体进入顶空。有关分配系数的图示，请参见图 15。

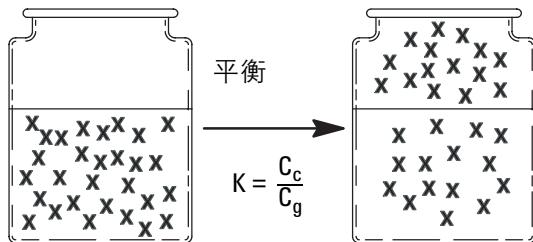


图 15 分配系数图示

K 还取决于温度，如下述等式所示：

$$\frac{dK}{dT} = \frac{1}{T^2}$$

降低 K 值的过程可以增加顶空分析的灵敏度。可以使用下列方式降低 K 值：

- 1 向基体（水状样品）中添加矿物质盐，如 NaCl 或 Na₂SO₄。
- 2 向基体中添加另一种液体。
- 3 增加温度。

改变加热箱温度

加热箱温度对于通过顶空气体的分析物的浓度有很深的影响。通常，随着加热箱温度的增加，从样品进入顶空的气体量就会增加，样品瓶中的压力增加，使更多的分析物进入 GC。这样就会增加分析的灵敏度。

在选择加热箱温度时要考虑以下事项：

- 顶空样品瓶的压力多大会有危险。
- 不稳定的化合物会在升高的温度下产生降解。

您可以通过两种方式对顶空进样器编程，以增加加热箱温度，步骤如下：

- 使用“链方法”（请参见第 104 页的链接方法），将链中每一方法的加热箱温度设置高一些。
- 使用“参数增量”（请参见第 68 页的参数增量。）

注 意

除某些特例外，加热箱温度必须设置为比样品中任何溶剂的沸点低 10 °C 以上。

环路和传输线的温度应该设置得比加热箱在程序顺序中将要达到的最高温度高一些。

改变事件时间

样品瓶平衡时间

样品瓶在加热箱中的时间决定了顶空气体中分析物的含量以及是否存在平衡。还可以对顶空进样器编程来分析一系列样品，以确定是否达到平衡。

要确定是否达到平衡，使用“链方法”（请参见第 104 页的链接方法）增加链中每一方法的“样品瓶平衡时间”，或使用“参数增量”（请参见第 68 页的参数增量）增加序列中每个后续样品的“样品瓶平衡时间”。然后绘制峰值区对某一峰值平衡时间的图。当图中曲线变平时，系统处于平衡状态。请参见图 16。

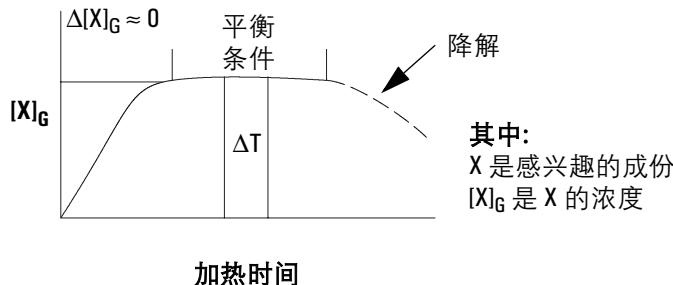


图 16 平衡曲线

环路充装时间

通常，环路充装时间设置为 10 秒。

环路充装时间短（1 至 2 秒）可以有助于提高顶空分析的灵敏度。顶空气体吹扫样品环路，但是在样品瓶降为大气压之前放空阀是关

闭的。环路仍然保持在样品瓶的较高压力水平。由于环路压力较大，分析物更易集中，因此会有更多的样品注射到 GC。可以将一定长度的限流管连接到顶空进样器后端标为“vent”的 Swagelok 接头上也以提高灵敏度。

基体效应

样品基体的成份可以影响释放到顶空中的分析物的含量。在水性样品中添加无机盐可以通过减小样品基体中的可溶性来增加灵敏度，从而增加顶空中有机分子的浓度。对于非水性但易于和水混合的系统，用水稀释样品。这样会降低样品中大多数有机分子的溶解性，从而增加它们在顶空中的浓度。

基体效应在开发外标时非常重要。标准中的基体成分应接近样品成分，或准确度类似。标准的基体效应可以通过使用标准加入方法或使用 MHE 的定量结果进行补偿。

更改样品环路

尽管 1-mL 的样品环路通常已经足够，但进行痕量分析仍然需要更大的样品注射。可以使用 3-mL 的环路。请参见第 134 页的[更换样品环路](#)。

注 意

更大的样品注射可以使某些峰变宽，尤其在毛细柱上。通常，更大的载气流速也是必要的。

样品体积

较大的样品种体积可以提高灵敏度。峰面积通常受到样品瓶气相和凝相相对量的严重影响。增加样品种体积可以相应地增加峰面积。如果灵敏度不是问题，那么优先选择少量样品，因为这样所需的平衡时间更短。

样品瓶加压和时间

进样器开始运行时，将第一个样品瓶放入加热箱。平衡时间开始计算。要缩短所需的平衡时间，搅动加热箱中的样品瓶。请参见第 57 页的[样品瓶参数](#)。

样品瓶加压

对于许多液体（例如水性样品）样品，样品瓶中产生的压力可能已足够确保充装阀环路，而无需额外增加压力。某些样品（例如干塑料）可能不能产生足够的排出压力，需要在方法中添加更多的压力。

通常，对于充装阀环路来说，样品瓶中 1.5–2 个大气压是比较合适的。可以制作或购买一个装有指示针的气压计，但是它不能确定在您的时间和温度条件下产生的实际样品瓶压力。将方法“样品瓶加压”设置为较高的值（例如，10–15 psi），如果您测量的压力不能足以确保充分的环路充装的话。

小心

如果压力设置太低，样品瓶加压流路可能会受到污染。

要优化样品瓶加压的选择，可以使用不同的压力运行一系列样品瓶，并从峰面积对样品瓶压力的图中找到最优条件。

注意

优化只对于特定加热箱温度下的特定样品的分析才有效。

样品瓶加压时间

典型的样品瓶加压时间范围为 10 到 30 秒。

优化载气流

顶空进样器载气流速应当设置得高一些，使顶空样品足以冲出样品环路进入 GC，而不会引起峰变宽。例如，对给出 15 秒宽峰的充装柱，对 1 mL 环路流量至少为 6 mL/min，这样可以在 10 秒内冲出环路。

注 意

某些检测器，如 ECD 和 TCD，在检测器流速低的情况下更灵敏一些。

开发方法

8 运行样品

运行样品	120
设置条件	121
流速	121
使用 MPC 设置载气流速	122
使用 MPC 设置样品瓶加压气体压力	123
使用 EPC 设置载气流	123
使用 EPC 设置样品瓶加压流	124

本章详述了运行样品的过程。



运行样品

要运行样品，按下述步骤执行：

- 1** 确保有充足的气体供应进行所有分析。
- 2** 设定顶空进样器的流量和压力。请参见第 [121](#) 页。
- 3** 设定 GC 条件。请参见 GC 操作手册。
- 4** 装载方法或设置方法链。请参见 [第 103 页的装载方法](#) 或 [第 104 页的激活方法链](#)。
- 5** 制备样品。请参见 [第 90 页的样品制备](#)。
- 6** 将样品装载到托盘中。请参见 [第 92 页](#)。
- 7** 当 GC 和 HS 准备好后，按 **Start**。

设置条件

流速

顶空进样器有两种不同的气流控制方法。可用于带机械气动控制的 MPC 模式。也可用于带 EPC 控制的 GC。EPC 和 MPC 设置流速的过程是不同的。

有关其气流系统的详细信息，请参考 GC 操作手册。有关顶空进样器的压力调节阀和流路控制器的位置，请参见图 17。

在进行操作前，确保顶空进样器盖上的 EPC/MPC 扳钮开关设置在正确的气流模式中。使用 MPC 和 EPC 流控制和压力控制的任意组合。有关详细信息，请参考顶空进样器安装手册。



图 17 气流控制器和压力调节阀的位置

使用 MPC 设置载气流速

按如下步骤设置载气流速：

- 1 设置每个方法中显示的 GC 参数。使用 1:1 的分流比。
- 2 设置分流流速为 4 mL/min。GC 总流速为 11 mL/min。
- 3 按 **Menu** 并从菜单中选择 **Pressure**。使用光标键滚动至 **Carr. (PSI)**。实际的载气压力显示在窗口的右边。请参见 [第 62 页](#)。
- 4 将电子流量计连接到 GC 分流放空口。打开顶空载气流，直到出分流放空口的流速等于柱中所需的流速为止。分流比为 1:1。此流速等于柱流速。请参见 [图 18](#)。卸下流量计。

注意，从 GC 和顶空进样器上读取的压力值应该是相同的。记录顶空压力值 – 它可以用来设置今后的校正。

小 心

顶空进样器中加入的气流使进样口的流速计算值不正确。如果加入的气流和压力超过了进样口的限制，GC 可能变为“NotReady”。

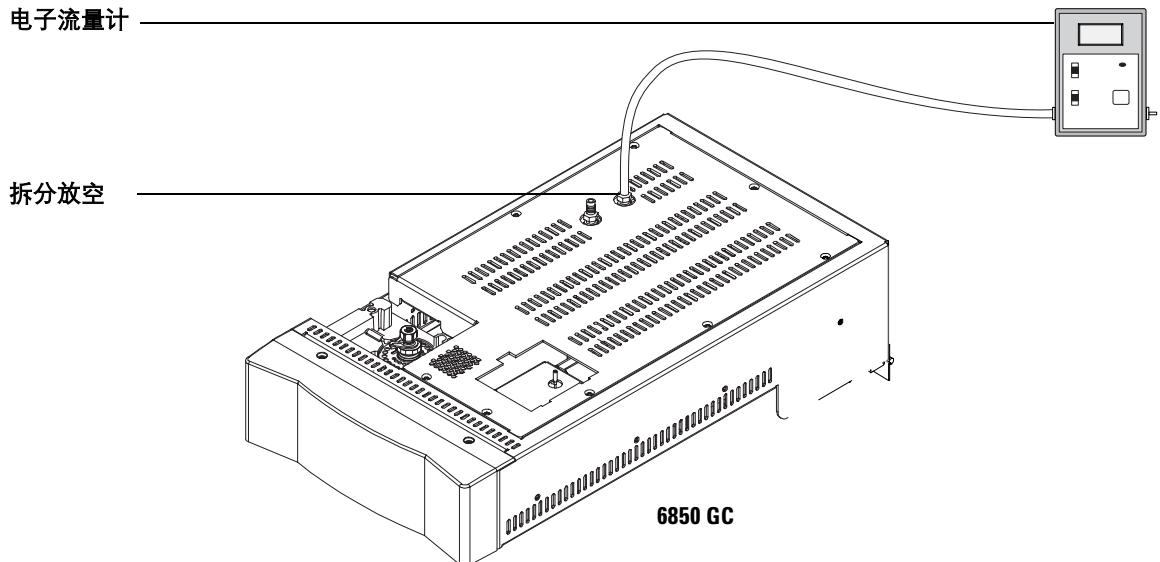


图 18 测量分流放空口流速

使用 MPC 设置样品瓶加压气体压力

使用压力调节阀控制样品瓶加压所使用的气压。请参见图 17。

将样品瓶加压气压设置得比样品瓶内的气压高一点儿，防止回流污染样品瓶加压气流途径。通常 10 到 20 psi 的设置就足够了。

要读取实际压力值，按 **Menu**，然后从菜单中选择 **Pressure**。压力显示在窗口的右边。请参见第 62 页。

使用 EPC 设置载气流

直接使用 GC 或 GC 数据系统设置载气流速。使用 6890 GC 时需要一个辅助 EPC 模块。

使用 EPC 设置样品瓶加压流

直接使用 GC 中适当的辅助通道设置样品瓶压力。最常见的辅助通道为 3、4 和 5。

将样品瓶加压气压设置得比样品瓶内的气压高一点儿，防止回流污染样品瓶加压气流途径。通常 10 到 20 psi 的设置就足够了。

9

维护仪器

维护时间表	126
常换部件和易耗品	127
卸下环路盖	130
更换进样探针	132
更换样品环路	134
更换管线装配	136
检查对准	139
检查托盘链张力	139
检查位置 1 传感器对准	140
检查托盘 / 气门发动机组对准	140
对准齿轮	142
泄漏检测：一般信息	144
泄漏检测	148
必备工具	148
安装	148
运行限流测试	149
压力衰减测试	150
区校准	156
过程	157
保险丝位置	160

本章描述了维护仪器的过程。



维护时间表

表 8 列出了日常的维护活动，有了这些活动，就可以减少无计划的维修和维护。仪器适当的维护频率会根据样品基体、溶剂、温度和样品产量的不同存在显著的差异。使用表 7 来确定正确的用户类型。

表 7 一般用户类型

每日的样品数	低沸点溶剂 (水、食品、香料分析)	高沸点溶剂 (OVI、血液酒精分析)
≤ 70	用户类型 1	用户类型 3
> 70	用户类型 2	用户类型 4

表 8 建议的维护时间表

维护活动	用户类型 1	用户类型 2	用户类型 3	用户类型 4
更换样品探针	6 个月	3 个月	3 个月	每月
蒸汽清洗	6 个月	3 个月	3 个月	每月
更换环路和减活化管线	用 PM	用 PM	用 PM	6 个月
检查托盘张力并进行调整	12 个月	6 个月	12 个月	6 个月
顶空和进样口的 PM	36 个月	12 个月	12 个月	--
顶空的扩展 PM	60 个月	36 个月	24 个月	12 个月

常换部件和易耗品

表 9 列出了一些常用部件。有关易耗品及其供应, 请参考 Agilent 产品目录。

表 9 常换部件和易耗品

说明	注释 / 使用	部件号
工具		
起盖器, 20-mm		5181-1214
卷缩机, 20-mm		9301-0720
扳手, 7 × 8 mm, 2 套		1340407010
扳手, 8 × 10 mm, 2 套		1340408000
扳手, 6 × 7 mm, 2 套		1340406000
六角 L 扳手, 3 mm		1341203000
六角 L 扳手, 2.5 mm		1341002500
泄漏检测组件	用于为传输线和其他连接加盖	G1888-60701
样品瓶组件		
20-mL 平底顶空卷缩顶盖样品瓶, 具有安全功能的镀银铝制卷缩盖, 成型 PTFE/ 合成橡胶隔片, 100/ 包	一般用途	5182-0839
20-mL 平底顶空卷缩顶盖样品瓶, 具有安全功能的镀银铝制卷缩盖, 成型 PTFE/ 硅树脂隔片, 100/ 包	隔片的温度范围越宽, 需要的灵敏度就越高。	5182-0840
20-mL 平底顶空螺丝帽样品瓶, 亮色, 100/ 包		5188-2753
20-mL 平底顶空螺丝帽样品瓶, 琥珀色, 100/ 包		5188-2754
螺丝帽, PTFE/ 硅树脂隔片, 100/ 包		5188-2759

维护仪器

表 9 常换部件和易耗品（续）

说明	注释 / 使用	部件号
样品环路		
1-mL 去活化钢管		2321700003
3-mL 去活化钢管		2321700004
探针 / 接头		
去活化样品探针	去活化钢管	2322700011
M6 接头	铜	2302533140
无死体积接头	去活化钢管	2307230001
接头		2307232901
传输线针和接头		
传输线针, od 0.5, 用于分流 / 不分流进样口	去活化钢管	2322590004
传输线针, od 0.7, 用于分流 / 不分流进样口	去活化钢管	2322590005
应力释放隔垫螺母		6410090050
管子		
管子, 至六通阀的螺线管	去活化钢管	0410105017
管子, 至六通阀的样品探针	去活化钢管	1300502506
手册		
维修 CD-ROM		G1888-90008

表 9 常换部件和易耗品（续）

说明	注释 / 使用	部件号
网络顶空进样器用户信息 CD-ROM		G1888-90010
现场准备与安装		
操作		
标准		
顶空 QO/PV 标准套件:		5182-9733
1 个标准的安瓿瓶， 1 mL		
1 包 5-mL 微量移液管		
材料安全数据单		
分析合格证		
PM 套件		
带 1 mL 环路的 G1888A PM 套件		G18888-60702
带 3 mL 环路的 G1888A PM 套件		G18888-60703
G1888A 增强的 PM 套件		G18888-60704

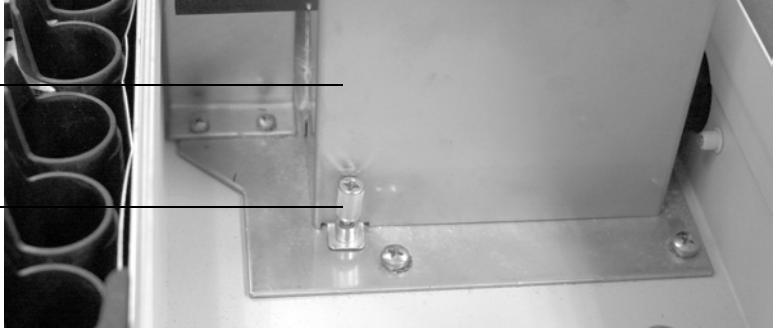
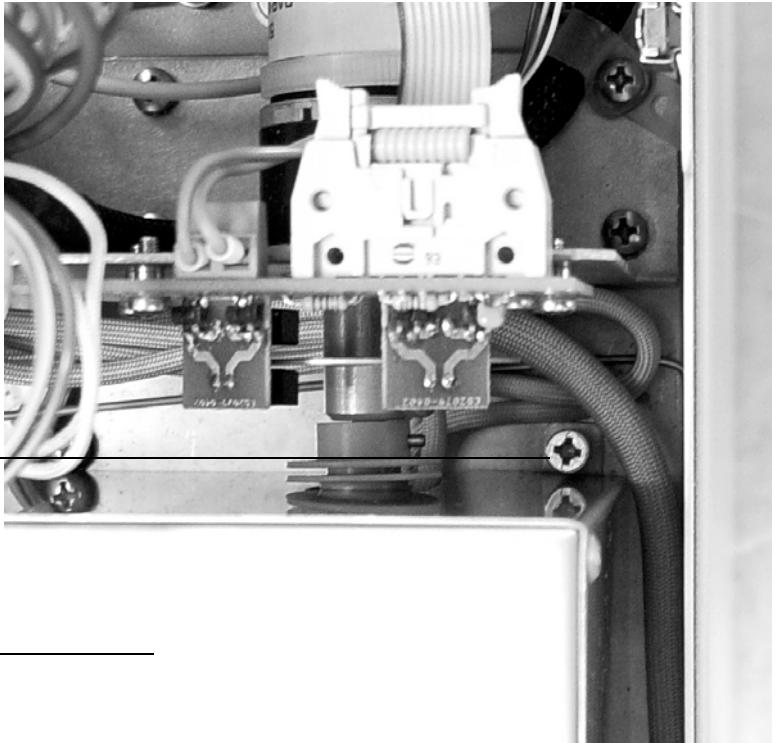
卸下环路盖

卸下环路盖，就可以接触到大多数用户可维修的部件。遵从表 10 中的步骤。

表 10 卸下环路盖

步骤	操作	注释
1 打开气动盖。	<ul style="list-style-type: none">a 抬起进样器盖。b 使用 Phillips 螺丝刀松动进样器盖前面的两个螺丝，如下图所示。c 放下进样器盖。d 抬起气动盖。	

表 10 卸下环路盖 (续)

步骤	操作	注释
2 卸下环路盖。	a 松动环路盖的两个螺丝。 b 卸下盖。	 环路盖 (前) _____ 盖螺丝 _____  盖螺丝 _____ 环路盖 (顶) _____

更换进样探针

遵从表 11 中的所有步骤来更换进样探针。

表 11 更换进样探针

步骤	操作	注释
1 卸下环路盖。遵从第 130 页 中的步骤。		
2 卸下盖在进样探针上的加热块。	a 松动 Phillips 螺丝，如下所示。 b 拧出加热块。	

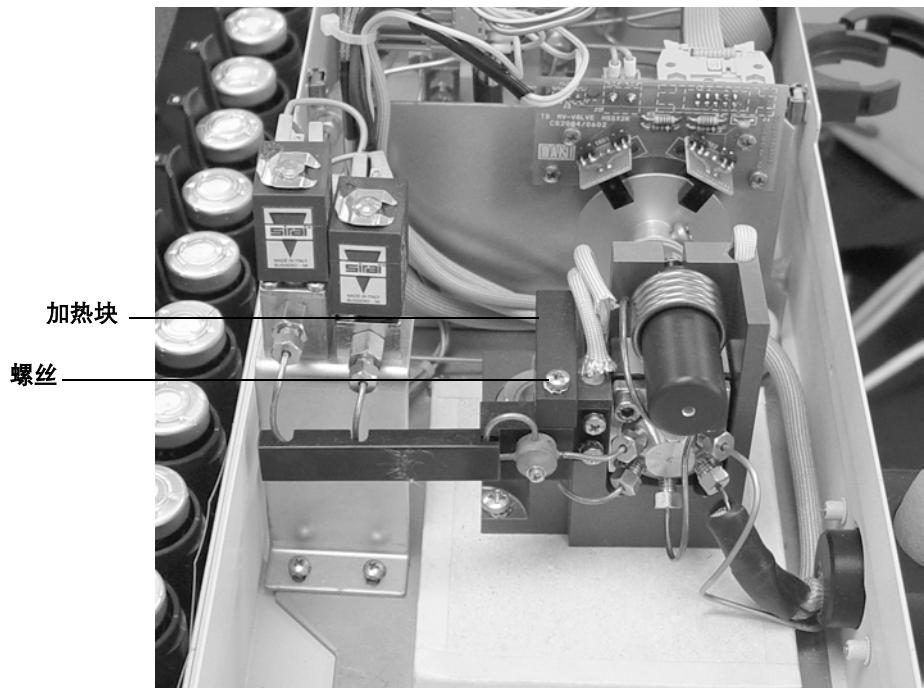
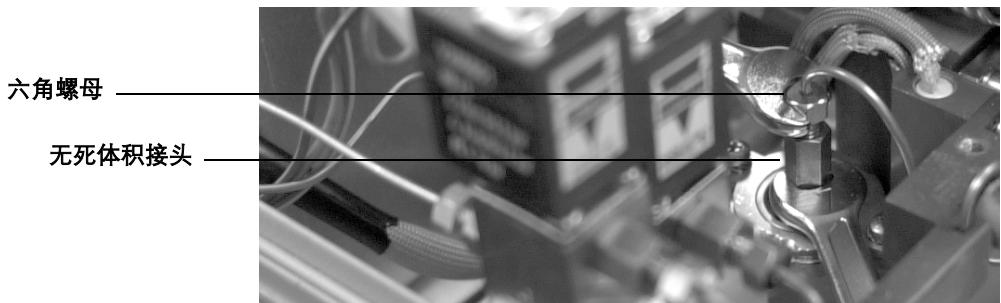
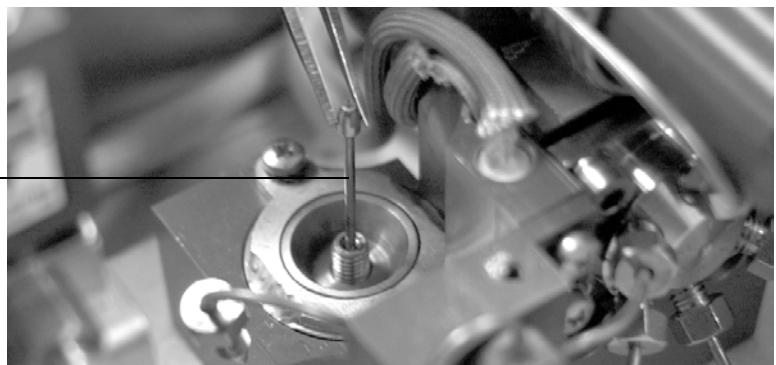


表 11 更换进样探针（续）

步骤	操作	注释
3 断开管线与进样探针的连接。	<p>a 用 7-mm 的扳手支撑无死体积接头，并用另一个 7-mm 扳手卸下螺母。</p> <p>b 松动六通阀上 5 号位的连接。抬起管子移出进样探针，并旋转到不碍事的地方。</p> <p>c 松动并卸下无死体积接头。请参见下图。</p>	在安装时，请不要弯曲任何管子，否则会使涂层破裂和变形失效。



- 4** 卸下进样探针。
- 用小钳子捏紧进样探针，然后将其从设备上取下。



- 5** 插上新进样探针，并按照上述步骤的倒序重新组装顶空进样器。
- 在更换绝缘层和盖之前，要拧紧每个接头并进行泄漏检测。

更换样品环路

遵从表 12 中的所有步骤来更换样品环路。

表 12 更换样品环路

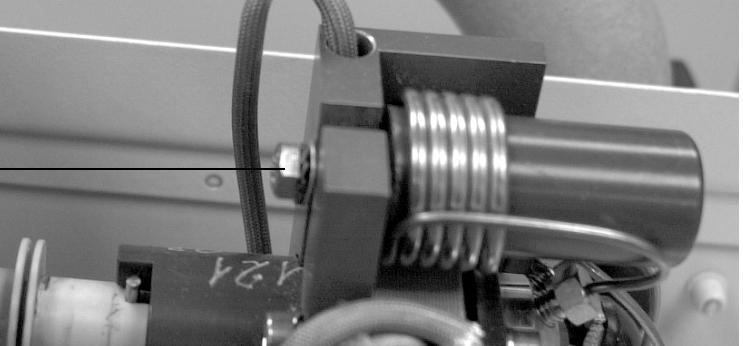
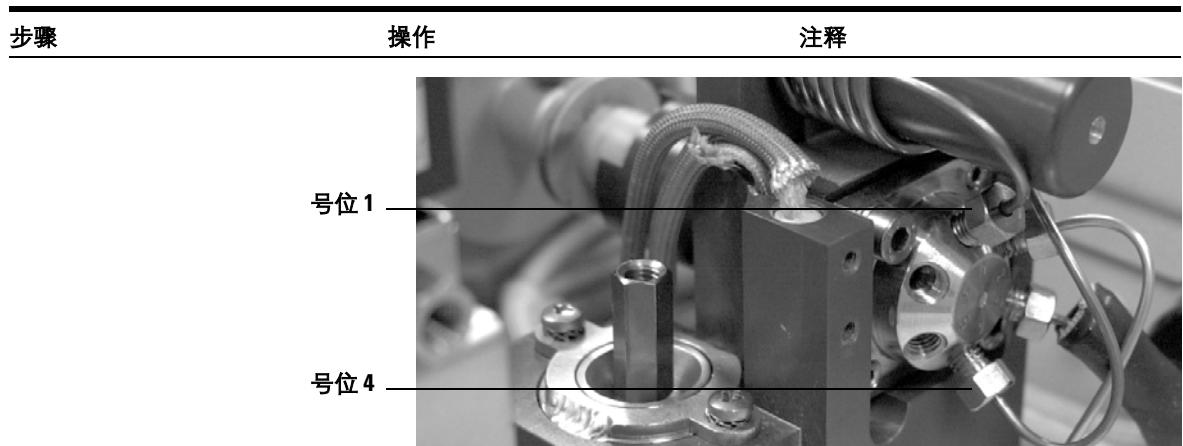
步骤	操作	注释
1 卸下环路盖。遵从第 130 页 中的步骤。		
2 松动固定环路轴心后端与管路主体的螺钉。	<ul style="list-style-type: none">使用 7-mm 扳手松动螺钉，如下所示。	
3 从六通阀上卸下管线。	<ul style="list-style-type: none">使用 7-mm 扳手松动样品环路与六通阀的 1 和 4 号位连接的两个螺母。请参见下图。	

表 12 更换样品环路（续）



4 更换样品环路。

- a 将环路滑出轴心。
- b 将新样品环路滑入轴心。

- 在安装去活化样品环路时，请注意不要弯曲环路，否则就会破坏涂层并且变形失效。
- 更换绝缘层和管路盖之前，要对接头执行泄漏检测。

5 按上述步骤的倒序重新组装顶空进样器。

更换管线装配

遵从表 13 中的所有步骤来更换管线装配。

表 13 更换管线装配

步骤	操作	注释
1 卸下环路盖。遵从第 130 页 中的步骤。		
2 卸下盖在进样探针和管线装配上的加热块。	a 松动 Phillips 螺丝，如下所示。 b 抬出加热块。	

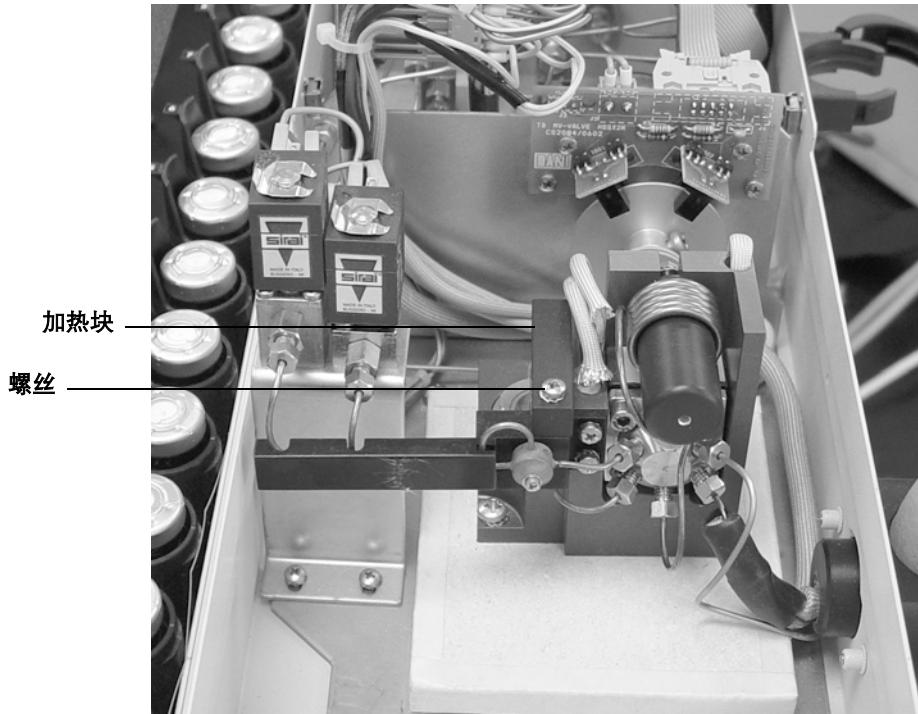
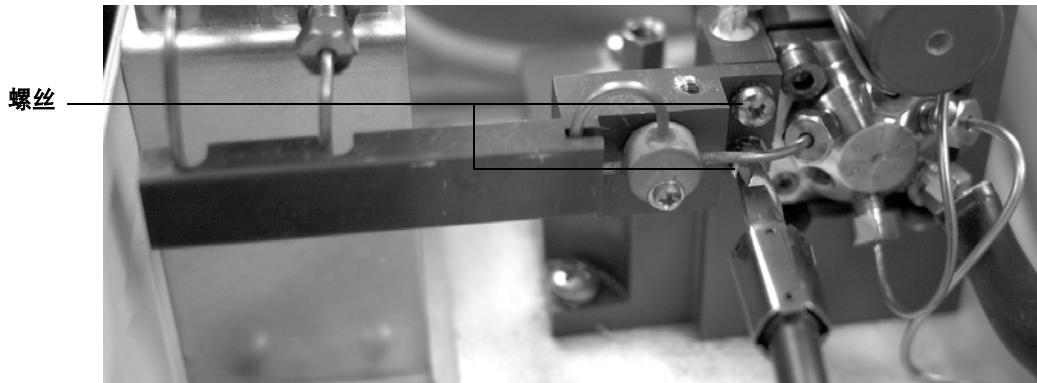


表 13 更换管线装配（续）

步骤	操作	注释
3 取下两个螺丝。	<ul style="list-style-type: none"> 取下两个 Phillips 头螺丝，如下所示。 	



4 断开管线连接

- a 断开螺线管阀门连接。使用 8-mm 扳手紧固螺线管接头，然后用 7-mm 扳手拧管线上的接头。
- b 断开六通阀 6 号位的接头。使用一个 7-mm 扳手。



表 13 更换管线装配（续）

步骤	操作	注释
5 更换管线装配	• 卸下旧装配，将新装配安在顶空进样器上。	注意不要在安装时弯曲管线，否则会破坏涂层并使其变形失效。
6 按上述步骤的倒序重新组装顶空进样器。		• 更换绝缘层和管路盖之前，要对接头执行泄漏检测。

检查对准

可靠的样品瓶传送取决于以下关键的对准：

- 托盘链张力。
- 托盘位置 1 传感器对准。
- 托盘 / 气门发动机组的对准。
- 齿轮对准。
- 气门对准。

使用下列过程检查对准问题。

检查托盘链张力

如果托盘没有正确地拉紧，链环就可能围绕铰链旋转，并且在样品瓶传送时妨碍样品瓶对准气门孔的中心。产生的结果是出现“Vial Not Dropped”错误。

执行下述所有的目视检查，以确认链的张力：

- 1 将链按到左侧的支撑点。
- 2 确认托盘链是否有阻力并在释放后弹回。



图 19 托盘链对准

如果链张力不正确，请联系 Agilent 维修人员。

检查位置 1 传感器对准

如果位置 1 传感器未对准，则链就无法与加热箱抬升孔保持在一条线上。产生的结果是出现“Vial Not Dropped”错误。执行下列目视检查：

- 1 使用托盘前移（请参见第 50 页），将链移至位置 35，然后返回位置 1。
- 2 使用高级功能“手动操作”（请参见第 72 页）来返回托盘。按 **Menu** 并选择 Advanced Functions。在键盘上，按 **5**，然后按 **Enter**。滚动至 Tray。在键盘上按 **5**。
- 3 确认托盘链环零件是否与托盘壁上的凹处对齐。请参见图 20。如果未对齐，请与 Agilent 维修代理联系。

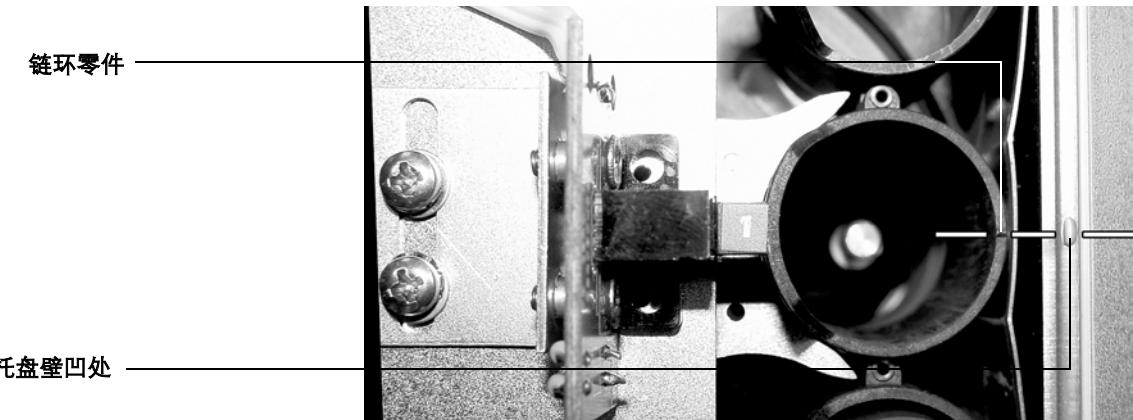


图 20 托盘链对准

检查托盘 / 气门发动机组对准

如果托盘 / 气门发动机组未对准，则链或气门孔可能没有对准盖上孔的中心位置。请参见图 21。产生的结果是出现“Vial Not Dropped”错误。如果组离右边过远，气门就无法正确转动。产生的结果通常是出现气门错误。执行下述所有的目视检查，以确认是否对准：



图 21 马达组对准

1 目视检查气门是否接触到托盘底盘的边缘。请参见图 22。

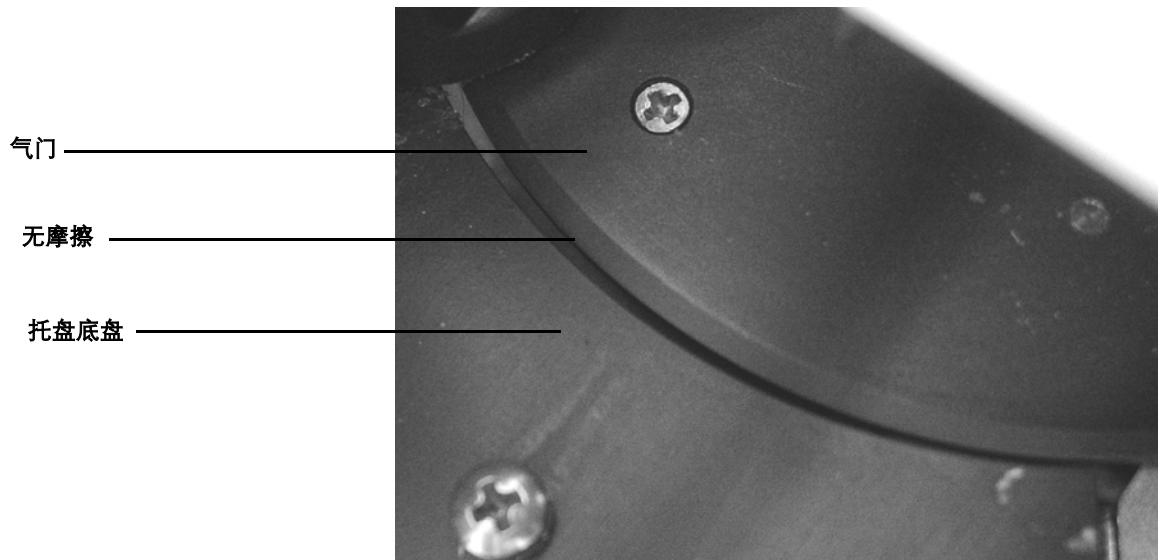


图 22 气门对准

- 2 接通仪器电源。观察自检测并细听气门发出的特殊的咔哒声。
- 3 使用“高级功能 5”的“手动操作”（请参见第 72 页）来检查气门对准。用光标键滚动至 Shutter。使用 **1** 键将气门移至中间打开的位置。使用 **0** 键将气门返回至中间关闭的位置。

如果气门未正确对准，请联系 Agilent 维修人员。

对准齿轮

如果齿轮未正确对准，盖上的孔就没有与齿轮上的柱形样品瓶支架对齐。请参见图 23。产生的结果是出现“Vial Not Dropped”错误。如果差几个毫米以上没有对准，那么齿轮上的孔与升降器也没有对齐。产生的结果是升降机错误。

警告

加热箱的表面、齿轮以及加热箱盖都可能很烫，并且会灼伤你。开始之前，请将加热箱和环路温度设置为“关”。使加热箱冷却到室温。

执行下列目视检查：

- 1 打开并锁定盖。
- 2 找到齿轮位置 1。它是用一个小凹痕标记的。
- 3 使用高级功能“手动操作”（请参见第 72 页）来返回齿轮。按 **Menu** 并选择 Advanced Functions。在键盘上，按 **5**，然后按 **Enter**。滚动至 Carousel。按键盘上的 **1**，顺时针方向将齿轮移动一个位置。按 **0**，逆时针方向将齿轮移动一个位置。
- 4 滚动至 Shutter。按 **1** 打开气门。
- 5 滚动至 Lifter tray。按 **1** 升起升降机。
- 6 确认升降机与齿轮的孔中心对齐。
- 7 使用“高级功能 10”重置或重新给进样器通电。

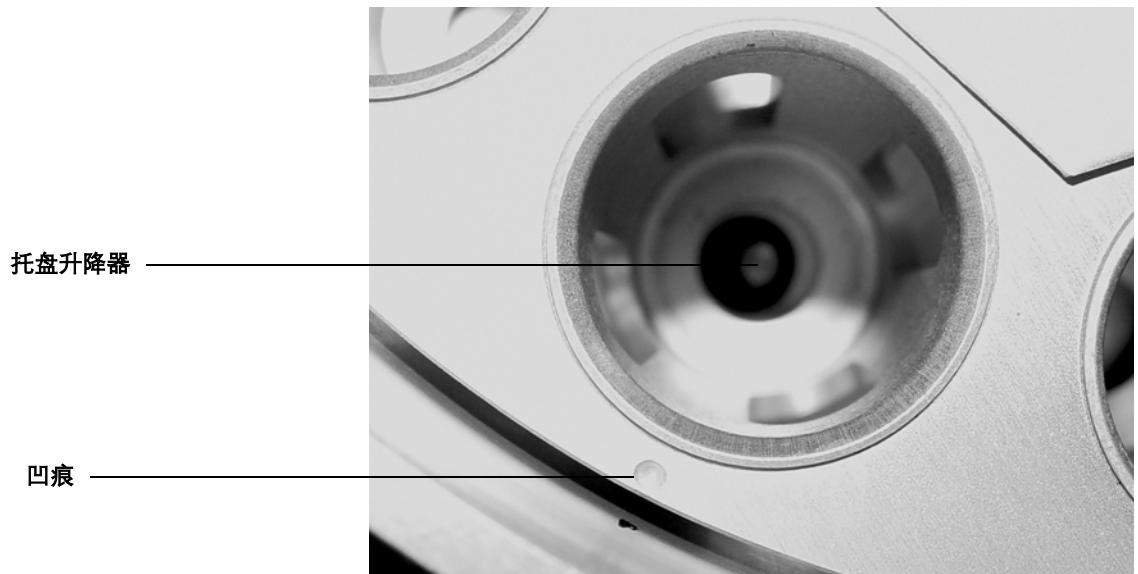


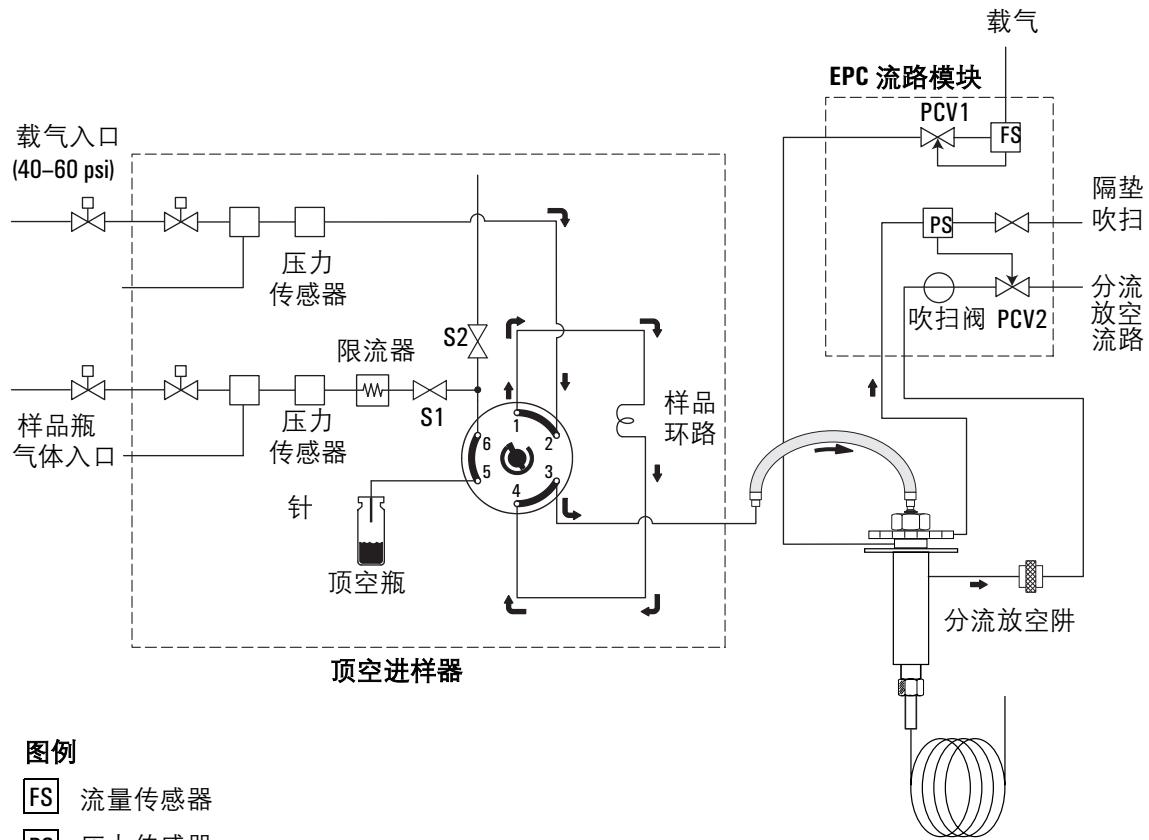
图 23 齿轮对准

如果升降器轴和套管没有与齿轮柱型孔精确对准，请联系 Agilent 维修人员。

泄漏检测：一般信息

请参考图 24 和图 25，显示了 EPC 和 MPC 顶空安装中所使用的所有气体流路。

色谱征兆，如灵敏度降低，可能是由泄漏和气阻引起的。使用下列几套检测方法来确认顶空进样器中的泄漏和气阻。在检查顶空进样器内的泄漏情况时，请确认 GC 进样口不泄漏。

**GC 运行前的流路****图 24 MPC G1888 至 GC 安装的流路**

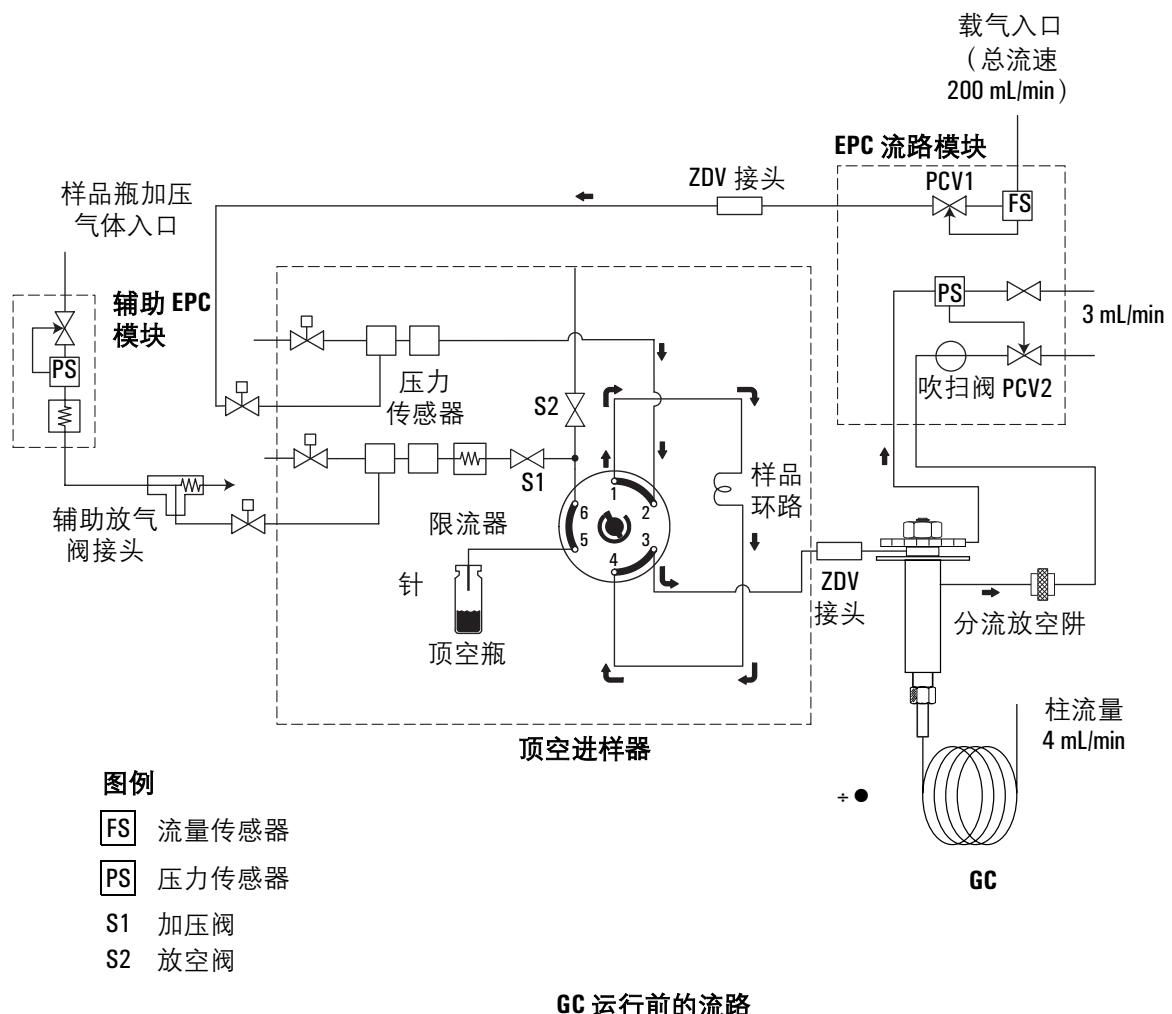


图 25 EPC G1888 至 GC 安装的流路

在维护或维修后，通常会发生的问题是断开连接和重新连接的接头位置的泄漏。这些区域包括：

- 传输线与进样口的连接处，如针和隔垫、无死体积接头和挥发进样口。
- 至六通进样阀的连接处。
- 进样探针上的无死体积接头。

在某些应用中，残余物和烈性溶剂可能对六通阀和放空管和电磁阀放空阀的限流造成损坏。

泄漏检测

泄漏测试检查以下内容：

- 与充装环路相关的流路中的气阻
- 载气流路中的泄漏
- 样品瓶加压流路中的泄漏
- 通过六通进样阀的泄漏

最常见的泄漏是在传输线、外部管线和样品探针接头的连接处。

必备工具

- 装水的烧杯
- 20-mL 加盖的样品瓶
- 泄漏检测套件 G1888-60701
- 7 × 8-mm 扳手
- 如果使用 CD ROM 上的“高级功能 5”诊断工具，检测会变得很容易。

安装

- 1 将外径为 1/8 英寸管接到带 Swagelok 接头的放空口。用手拧紧接头。
- 2 将管子的另一端放到一烧杯水中。
- 3 如果需要，在气源与载气和样品瓶加压气体的闷头之间安装一个切断阀门。在顶空进样器背后的闷头与气源之间安装阀门。
- 4 对于 EPC 安装，在载气和样品瓶加压气体入口上增加一个 T 型接头连接切断阀门。
- 5 将压力单位变为 PSI。此设置要比 kPa 或 Bar 更实用。请参见第 73 页。
- 6 将气源压力设置为 30 PSI。

- 7 从 GC 进样口断开传输线。如果正在使用传输线针，拔掉与隔垫相连的一端。如果没有针，拔掉与接头和插头相连的一端。
- 8 将一个空的 20-mL 加盖的样品瓶放在托盘位置 1。确保顶空进样器设置为可使用 20-mL 样品瓶。请参见第 80 页。
- 9 将铝制的泄漏检测瓶放在托盘位置 2。将瓶子标有“G1888”的一端面向上。
- 10 按 **Menu** 键。选择 **Advanced Functions**。选择菜单项 18 **Leak Test**，并按 **Enter**。再按 **Enter** 开始检测。

运行限流测试

顶空进样器将托盘位置 1 上的样品瓶装入加热箱齿轮中，并将其升至进样探针。样品瓶停留在此部分检测的探针上。

- 1 加压阀打开，将样品瓶加压 0.2 分钟。0.2 分钟后，加压阀关闭。放空阀打开 0.3 分钟。排出的空气流过进样阀的 1、3、5 和 6 位。
观察装水的烧杯。阀门发出咔哒声，并从水中的管子里冒出气泡。正常情况，连发的气泡变慢并且在 4-5 秒后停止。
- 2 加压阀打开，将样品瓶加压 0.2 分钟。0.2 分钟后，加压阀关闭。放空阀打开 0.3 分钟。排出的空气流过进样阀的端口 5 和 6。
仪器将六通阀切换到进样口位置。观察装水的烧杯。阀门发出咔哒声，并从水中的管子里冒出气泡。正常情况，连发的气泡变慢并且在 3-4 秒后停止。
- 3 在气阻检测结束时，仪器将空玻璃瓶返回到托盘位置 1。顶空进样器将阀门设置为待机模式，并从托盘位置 2 装载铝制泄漏测试瓶。

如果没有气泡或缓慢成流的气泡，请联系 Agilent 维修代理。顶空进样器可能存在下列问题：

- 塞紧的或限流放空流路
- 塞紧的或限流阀
- 放空流路中的泄漏

压力衰减测试

概述

每个压力衰减检测都有四个步骤：

- 1 给流路加压足够长的时间，使压力可以补偿通过手动气动控制和流量限制器的压力。
- 2 密封流路。
- 3 监控压力 5 分钟。
- 4 检查结果。压力应该在 5 分钟后衰减不到 2 psi。

压力衰减检测通常要进行两次：

- 一次是为样品瓶加压流路中的进样环路（待机模式）
- 一次是为载气流路中的进样环路（注射模式）。

可为检查六通阀的泄漏可选地进行一次压力衰减检测。这个可选的检测需要多达 4 次额外的压力衰减检测。

压力衰减测试第 1 部分：待机模式

压力衰减检测首先要检查的是待机模式中的泄漏。执行下列步骤，运行压力衰减检测：

- 1 给流路加压至少 5 分钟。
- 2 关闭仪器后面的切断阀门。
- 3 打印表 14。记录表中的时间和初始压力值。

表 14 压力衰减检测第 1 部分

	最终时间	初始时间	差异
时间			5 分钟
流路	初始压力	最终压力	
载气			
样品瓶加压			

- 4 允许通过 5 分钟。记录表 14 中的最终时间和压力值。

5 分钟后压力衰减多于 2 psi 表示有泄漏。确保传输线没有泄漏。

- 载气流路的泄漏表示可能在六通阀的 2 或 3 口位置有泄漏。
- 样品瓶加压流路的泄漏表示可能在六通阀的 1、4、5 或 6 口位置有泄漏。

在继续泄漏检测之前修复所有的泄漏。一旦所有的接头都已拧紧，再次进行压力衰减检测。如果压力衰减检测仍然显示泄漏，或者无法修复或找到泄漏，请与 Agilent 维修代理联系。

压力衰减测试第 2 部分：六通阀待机模式（可选）

此部分包括两次压力衰减检测。此检测检查六通阀处于待机模式时的内部交叉泄漏。要略过此部分，请继续到[压力衰减测试第 3 部分：注射模式](#)。

- 1 松动或断开载气与传输线的连接。载气 (PSI) 读数应该在 1 分钟内降低到近乎 0 PSI。
- 2 打印[表 15](#)。记录表中的时间和初始样品瓶压力值。

表 15 压力衰减检测第 2A 部分

	最终时间	初始时间	差异
时间			5 分钟
流路	初始压力	最终压力	
样品瓶加压			

- 3 允许通过 5 分钟。记录[表 15](#) 中的最终时间和压力值。5 分钟后压力衰减多于 2 psi 表示有泄漏。如果有泄漏，请与 Agilent 维修代理联系。如果没有泄漏，请继续到[步骤 4](#)。
- 4 拧紧或重新连接载气与传输线。打开切断阀为载气流路加压。载气 (PSI) 会在 1 分钟内重新充气。
- 5 打开盖子。样品探针从泄漏检测瓶中脱离。样品瓶 (PSI) 应在 1 分钟内降到近乎 0 psi。
- 6 关闭仪器后面的载气切断阀门。
- 7 打印[表 16](#)。记录表中的时间和初始压力值。

表 16 压力衰减测试第 2B 部分

	最终时间	初始时间	差异
时间			5 分钟
流路	初始压力	最终压力	
载气			

8 允许通过 5 分钟。记录表 16 中的最终时间和压力值。仔细关闭进样器的盖子，使样品探针进入到泄漏检测瓶中。

5 分钟后压力衰减多于 2 psi 表示有泄漏。如果有泄漏，请与 Agilent 维修代理联系。在继续泄漏检测之前修复所有的泄漏。

压力衰减测试第 3 部分：注射模式

此压力衰减检测要检查的是注射模式中的泄漏。执行下列步骤，运行压力衰减检测：

- 1 打开顶空进样器后面的切断阀。
- 2 等候 5 分钟，以进行流路加压和平衡。
- 3 关闭顶空进样器后面的切断阀。
- 4 打印表 17。记录表中的时间和初始压力值。

表 17 压力衰减测试第 3 部分

	最终时间	初始时间	差异
时间			5 分钟
流路	初始压力	最终压力	
载气			
样品瓶加压			

5 允许通过 5 分钟。记录表 17 中的最终时间和压力值。

5 分钟后压力衰减多于 2 psi 表示有泄漏。确保传输线没有泄漏。

- 载气流路的泄漏表示可能在六通阀的 1、2、3 或 4 口位置有泄漏。
- 样品瓶加压流路的泄漏表示可能在六通阀的 5 或 6 口位置有泄漏。

在继续泄漏检测之前修复所有的泄漏。一旦所有的接头都已拧紧，再次进行压力衰减检测。如果压力衰减检测仍然显示泄漏，或者无法修复或找到泄漏，请与 Agilent 维修代理联系。要完成可选检查六通阀的泄漏检测，请继续到第 4 部分。否则，按 Clear 结束泄漏检测。

压力衰减检测第 4 部分：六通阀注射模式（可选）

此部分包括两次压力衰减检测。此检测检查六通阀门处于注射模式时的内部交叉泄漏。此部分是可选的。

- 1 松动或断开载气与传输线的连接。载气 (PSI) 应在 1 分钟内降低到近乎 0 psi。
- 2 打印表 18。记录表中的时间和初始压力值。

表 18 压力衰减测试第 4A 部分

	最终时间	初始时间	差异
时间			5 分钟
流路	初始压力	最终压力	
样品瓶加压			

3 允许通过 5 分钟。记录表 18 中的最终时间和压力值。5 分钟后压力衰减多于 2 psi 表示有泄漏。如果有泄漏，请与 Agilent 维修代理联系。如果没有泄漏，请继续到步骤 4。

- 4 拧紧或重新连接载气与传输线。打开切断阀为载气流路加压。载气 (PSI)会在 1 分钟内重新充装。
- 5 打开盖子。样品探针从泄漏检测瓶中脱离。样品瓶 (PSI) 应在 1 分钟内降到近乎 0 psi。
- 6 关闭顶空进样器后面的载气切断阀门。
- 7 打印表 19。记录表中的时间和初始压力值。

表 19 压力衰减测试第 4B 部分

	最终时间	初始时间	差异
时间			5 分钟
流路	初始压力	最终压力	
载气			

- 8 允许通过 5 分钟。记录表 19 中的最终时间和压力值。仔细关闭进样器的盖子，使样品探针进入到泄漏检测瓶中。
5 分钟后压力衰减多于 2 psi 表示有泄漏。如果有泄漏，请与 Agilent 维修代理联系。
按 **Clear** 键结束泄漏检测。

区校准

使用“区校准”创建自定义的温度偏移量。在某些情况下，自定义的偏移量不是必需的。但是，自定义偏移量对于下列几种情况可能比较有用：

- 实验室环境温度在顶空进样器建议的操作温度之外。
- 该方法需要使用顶空进样器的最高或最低温度设置。
- 特殊的样品基体和平衡时间需要更准确的加热箱温度和 / 或环路温度。

校准过程可能要花几天的时间完成。一旦完成，自定义的偏移量就会存储在主处理器 PCA 的内存中。如果此 PCA 出现故障，那么自定义的偏移量就无法恢复。以防万一，可以执行下列操作：

- 保存校准过程中获得的温度读数副本，这样就可以在主处理器 PCA 一旦出现故障的情况下重新输入温度读数。
- 要求 Agilent 维修代理用诊断实用程序备份自定义的设置数据。

打印表 20，并用其记录区校准数据。

表 20 区校准数据

加热箱设定点	加热箱测量值	环路设定点	环路测量值
50 °C		65 °C	
80 °C		95 °C	
110 °C		125 °C	
140 °C		165 °C	
170 °C		185 °C	
200 °C		215 °C	
230 °C		245 °C	
230 °C		245 °C	

建议工具

您需要表 21 中列出的这些工具来完成区校准过程。

表 21 建议工具

数量	说明	注释
1	20-mL 样品瓶和盖	建议的样品瓶部件号为 5182-0837，盖和隔垫的部件号为 5183-4477。
1	1 号 Phillips 头螺丝刀	用于环路加热区。
1	高温带	用来固定加热箱中的探针头。
1	定时器	用来跟踪区分别达到设定点和测量值之间的平衡时间。
1	数字温度计	建议两个输入端，准确度为 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 。
2	K 型热电偶铂珠探针	能够工作在 0°C 和 260°C 之间，准确度为 $\pm 1.1^\circ\text{C}$ 。

过程

此过程包括三个任务：

- 1** 收集温度测量值
- 2** 将温度测量值输入到顶空进样器
- 3** 存储自定义偏移量

遵从表 22 中的过程。

表 22 收集温度测量值

步骤	操作	注释
1 准备样品瓶。	<p>a 将 10mL 的干砂装入 20-mL 的样品瓶中。</p> <p>b 盖上样品瓶（请参见第 90 页），并在隔垫中间戳一个小洞。</p> <p>c 将 K 型探针穿过小洞，进入到干砂中。确保探针未碰到样品瓶壁。</p>	
2 从“区校准”屏幕启动校准过程。	<p>a 导航到“高级功能 13”。请参见第 81 页。</p> <p>b 使用光标键从“区校准”屏幕中高亮显示 Oven Calibration。按 Enter。</p>	
3 放置温度探针。	<p>a 抬起顶空进样器的顶盖，并将带温度探针的样品瓶放置在齿轮位置 1。</p> <p>b 从进样环路上取下管路盖。请参见第 130 页。</p> <p>c 将第二个 K 型探针放置在固定样品环路的加热块的孔中。请参见下图所示。</p> <p>d 更换管路盖并拧紧螺丝。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 沿传输线放置样品环路探针头，以免截断。 将探针按在样品环路加热块的孔的后面。

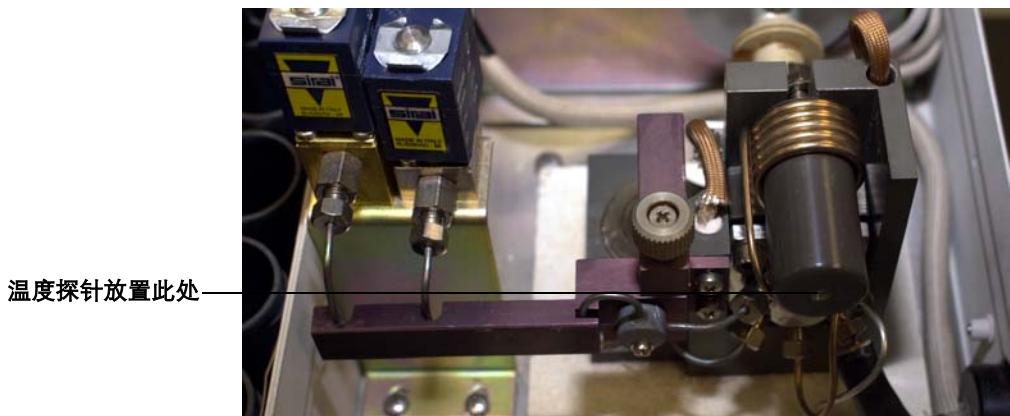


表 22 收集温度测量值（续）

步骤	操作	注释
4 开始校准过程。	<p>a 将 K 型探针接到数字温度计上</p> <p>b 按顶空进样器的 Enter 继续。</p>	
5 记录温度读数。	<p>a 顶空进样器要达到显示的设定点可能需要 1 小时的时间。</p> <p>b 记录数字温度计上显示的温度。</p> <p>c 按向下箭头键移至下一个温度设定点。重复，直到记录了每个设定点。</p>	<p>要在较低的设定点重复测量，按向上箭头键，直到设定点显示在屏幕上为止。打开加热箱的盖子，进行冷却。</p> <p>记录表 20 中的温度读数。</p>
6 输入温度测量值。	<p>a 顶空进样器显示表明温度设定点的表格。使用键盘输入每个设定点下的测量值。</p> <p>b 按向下箭头键移至下一个设定点。重复，直到输入了每个测量值为止。</p>	
7 计算偏移量。	<p>a 每输入 14 个温度设置后，HS 将显示“Ready to process custom temperature offset?”。</p> <p>b 按 Enter 完成。按 Clear 返回。</p>	

保险丝位置

有关保险丝的位置和部件号，请参考图 26 和表 23。

警告

更换保险丝应该只能由合格的维修人员来完成。

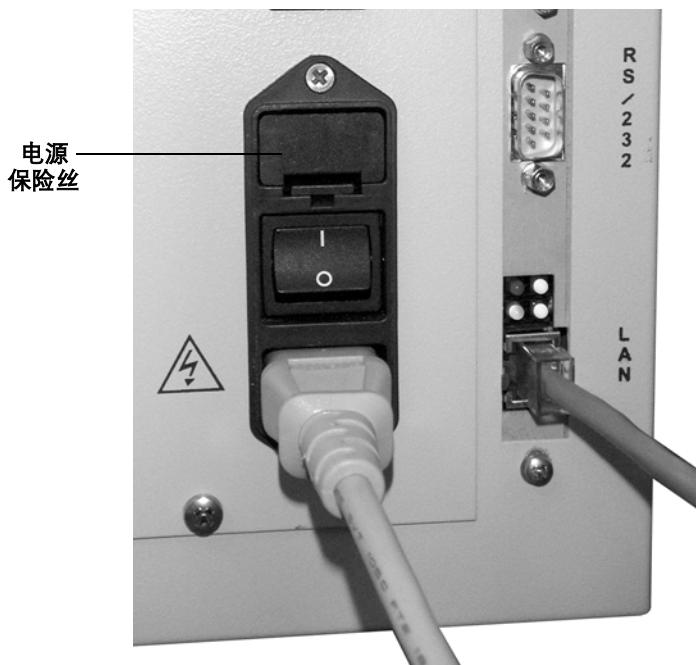


图 26 电源上的保险丝位置

表 23 保险丝

保险丝名称	位置	保险丝额定性能和类型
F2、F3	电源线模块	10A 250V, 玻璃管
F3	变压器附近的终端	8A 250V, 玻璃管
F3、F4	电源板	6A 125V, 玻璃管
F1	电源板	1A 250V, 玻璃管

10

故障解决和错误消息

错误表	165
色谱结果	168
无峰或灵敏度降低	168
保留时间重现性差	169
面积计数重现性差	170
空气夹带或溶剂空白	171
不必要的背景噪音或峰	172
样品瓶处理	173
样品瓶未到位	173
取下所有样品瓶	173
210 托盘太慢错误	173
211 托盘发动机解码器错误	173
212 托盘位置 1 错误	174
220 气门错误	174
230 托盘升降器错误	174
240 样品探针升降器错误	175
250 齿轮错误	175
260 六通阀错误	175
未在加热箱中找到样品瓶	176
托盘已满!	176
从样品瓶传送错误中恢复	177
加热区温度	178
断开或短接	178
区温在室温或接近室温	178
区不稳定	178
由于温度错误使分析中止	178



压力读数	179
GC 在运行中未准备好	179
GC 压力读数与顶空进样器压力读数不匹配	179
压力低于正常的操作压力	179
与 GC 启动或准备就绪同步: GC 未启动	180
PC 与顶空进样器之间的通信	181
内部通信系列 I/O 错误	182
内存和处理器错误	183
空显示	184
电源打开, 无响应	185
活动内存中丢失方法	186

本章帮助用户解决操作顶空进样器的过程中发生的大多数问题。

错误表

表 24 列出了可能发生的各种错误。转至表右侧显示的页码，获取处理问题的说明。诊断错误消息可以出现值 OK、LOCK 或 FAIL。FAIL 错误指出了需要解决故障的组件。

表 24 错误列表

症状类型	观察现象 / 错误消息	页码
色谱结果	无峰	168
	灵敏度降低	168
	保留时间重现性差	169
	面积计数重现性差	170
	空气中携带或溶剂空白	171
	不必要的背景噪音或峰	172
<hr/>		
样品瓶处理	样品瓶未到位	173
	取下所有样品瓶	173
	210 托盘太慢错误	173
	211 托盘发动机解码器错误	173
	212 托盘位置 1 错误	174
	220 气门错误	174
	230 托盘升降器错误	174
	240 样品探针升降器错误	175
	250 齿轮错误	175
	260 六通阀错误	175
	未在加热箱中找到样品瓶	176
	托盘已满!	176

故障解决和错误消息

表 24 错误列表 (续)

症状类型	观察现象 / 错误消息	页码
加热区温度	温度实际值为 “open” 温度实际值为 “short” 区在或接近室温 区不稳定 分析中止加热箱温度错误 分析中止环路温度错误 分析中止传输线温度错误	178 178 178 178 178 178 178
压力读数	GC 在运行中未准备好 GC 压力读数与顶空进样器压力读数不匹配 压力低于正常的操作压力	179 179 179
与 GC 启动或准备就绪同步	GC 未启动	180
与 PC 通信	运行方法或序列，但未启动进样器 无法 ping 顶空进样器	181 181
内部通信	510 系列 I/O 错误 520 系列 I/O 错误 530 系列 I/O 错误 540 系列 I/O 错误 550 系列 I/O 错误 560 系列 I/O 错误	182 182 182 182 182 182

表 24 错误列表 (续)

症状类型	观察现象 / 错误消息	页码
内存和处理器错误	600-605 内存错误	183
空显示	显示灯亮, 自检测未启动, 风扇运行	184
仪器死机	给进样器通电, 无反应	185
活动内存中无方法	装载了新方法或链接了方法, 但活动内存中无方法	185

色谱结果

无峰或灵敏度降低

当样品未达到 GC 检测器时，无色谱峰。检查以下区域的问题：

GC

首先确认 GC 工作正常。如果可能，在进样口安装一个自动液体进样器 (ALS)，并直接将一系列内检或校正标准样品注入进样口。如果出现了色谱峰，则 GC 没有问题。

顶空进样器气源

气源的压力可能低于气体压力，或者设置了错误的压力。检查下列气体设置：

- 对 MPC 载气和样品瓶加压气体使用 60 到 80 psi。
- 对于 EPC，样品瓶加压气体平衡后，使用比样品瓶内的压力高一些的压力（通常为 10 至 20 psi）。
- 使用 EPC 载气的进样口压力设置

样品瓶

检查样品瓶是否破裂或封装不严

内顶空进样器流路

检查顶空进样器流路的以下区域：

- 样品瓶加压的气源连接至正确的闷头。例如，在以 EPC 模式运行样品瓶加压气体时，不要将样品瓶加压气体连接至 MPC 进样口。
- 载气的气源连接至正确的闷头。例如，在以 EPC 模式运行载气时，不要将载气连接至 MPC 进样口。在带 EPC 的 GC 中，从顶空进样器到进样口流量短缺通常会出现进样口中断错误。

- 样品瓶加压和载气的气动扳钮开关设置正确。例如，以 EPC 载气模式使用顶空进样器时，将载气扳钮开关设置为 EPC。请参见第 32 页的[气动系统](#)。在带 EPC 的 GC 中，从顶空进样器到进样口流量不足通常会出现进样口中断错误。
- 确认从顶空进样器到 GC 进样口有载气流通过。对于 MPC，设置载气压力，使进样器可以向进样口供给足够的流量。
- 检查阻止充装样品环路流路的气阻。流路从样品探针开始运行到闷头。请参见第 148 页的[泄漏检测](#)。
- 检查载气流路中的泄漏。流路从样品探针开始运行到 GC 进样口。请参见第 148 页的[泄漏检测](#)。

保留时间重现性差

“保留时间重现性差”是由样品到达 GC 检测器所用的时间变化引起的。检查 GC 和顶空进样器流路。

检查载气流路中的泄漏和气阻。流路从样品探针开始运行到 GC 进样口。请参见第 148 页的[泄漏检测](#)。

面积计数重现性差

“面积计数重现性差”是由到达 GC 检测器的样品量变化引起的。检查这些普通区域：

样品瓶

检查装有样品的样品瓶是否显示低面积数。查看是否有裂痕，封装是否不严以及是否没有盖紧。

GC

- 确认 GC 工作正常。如果可能，在进样口安装一个 ALS，并直接将一系列标准样品注入进样口。检查区域数再生。
- 如果[检查准备就绪](#)设置为“5890 Wait”或“APG Wait”，样品瓶平衡时间可能会不同。增加 [GC 循环时间](#)或选择不同的“Check for Ready”设置。

样品瓶平衡

- 平衡温度或平衡时间的选择差。为了获得最好的重现性，样品中和样品瓶顶空中的分析物必须达到静态平衡。增加平衡时间（请参见[第 55 页](#)）和/或增加加热箱加热区温度（请参见[第 52 页](#)）。
- 如果样品是液体，试着进行摇动来加速平衡。请参见[第 57 页](#)。

样品准备

检查不一致的样品制备技术和样品瓶盖卷缩。

空气夹带或溶剂空白

理论上，样品运行后再运行一个空白，在色谱图上就不会有色谱峰，除了实验室空气或样品瓶捕集的溶剂中的分析物。当流路中样品凝聚或被捕集在样品注射的未扫区域时，会引起携带。空白运行可看到一小部分分析物。

如果每次运行时一系列溶剂空白中的携带量按 5 到 10 的系数递减，则携带可能是由于一个未扫区域造成的。检查下列区域：

- GC 进样口是否有气流扫过进样口焊接件。
- 检查与 GC 进样口连接的传输线。

如果一系列溶剂空白中的携带量并未在每次运行时衰减，则携带可能是由流路或进样口中吸附或凝聚的分析物引起的。检查下列区域：

- 缺少加热区温度设置选项。请参见第 52 页。
- 缺少样品瓶加压压力或时间选项。
请参见第 57 页。
- 流路或 GC 进样口污染。
- 缺少进样口选项。

不必要的背景噪音或峰

理论上，含有样品的运行在色谱图中没有无法识别的峰。当样品瓶或流路中存在未知成份时，可能会出现不必要的峰或鬼峰。

确认 GC 工作正常。如果可能，在进样口安装一个 ALS，并直接将一系列内检或校正标准样品注入进样口。如果未出现无法识别的峰值，则 GC 没有问题。

检查顶空进样器以下内容：

- 样品制备材料和技术中可能有沾污。
- 检查载气流路中的泄漏和气阻。流路从样品探针开始运行到 GC 进样口。请参见第 148 页的泄漏检测。
- 实验室空气中可能有污染。用氮气或氩气吹扫样品瓶顶空后，运行一个标准样品。

样品瓶处理

样品瓶未到位

当样品瓶无法从托盘降低到齿轮中时，出现这个错误。在托盘升降器降低样品瓶后，传感器会检查样品瓶。检查下列内容，然后与 Agilent 维修代理联系：

- 托盘带张力。请参见第 139 页。
- 托盘位置 1 对准。请参见第 140 页。
- 齿轮对准。请参见第 142 页。
- 障碍物或污垢

请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。

取下所有样品瓶

如果进样器试图在样品瓶处理错误或按了停止按钮后恢复样品瓶，则会出现此错误。此消息表明进样器在预料之外的齿轮位置发现了样品瓶。请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。

210 托盘太慢错误

如果托盘发动机解码器感觉到了阻塞，则会出现此错误。检查并清除托盘链上的任何阻塞。请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

211 托盘发动机解码器错误

如果托盘发动机解码器无响应，则会出现此错误。请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

212 托盘位置 1 错误

如果经过几次尝试仍未发现托盘位置 1 传感器，则会出现此错误。

- 检查托盘链张力。请参见第 139 页。
- 检查托盘位置 1 对准。请参见第 140 页。

请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

220 气门错误

如果气门分档器发动机感觉障碍或无法找到其原始位置，则会出现此错误。检查气门区域的障碍物，并检查托盘气门组对准。请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

230 托盘升降器错误

如果托盘升降器发动机解码器感觉障碍或无法找到其原始位置，则会出现此错误。

- 检查并清除升降机上的任何障碍物。
- 检查齿轮对准。请参见第 142 页。

请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

240 样品探针升降器错误

如果进样器升降器发动机解码器感觉障碍或无法找到其原始位置，则会出现此错误。

- 检查并清除升降器上的任何障碍。
- 确保样品瓶体积设置正确。请参见第 80 页的“高级功能 12”。
- 检查齿轮对准。请参见第 142 页。

请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

250 齿轮错误

如果齿轮发动机解码器感觉障碍或无法找到其位置，则会出现此错误。

- 检查并清除齿轮上的任何障碍。
- 检查齿轮对准。请参见第 142 页。

请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

260 六通阀错误

如果六通阀发动机解码器感觉障碍或无法找到其原始位置，则会出现此错误。

- 检查并清除阀门发动机连接处的任何障碍。
- 检查绝缘盖后面与环路加热区的任何摩擦。

请参见第 177 页的从样品瓶传送错误中恢复。有关错误的编号的名称，请联系 Agilent 维修代理。

未在加热箱中找到样品瓶

如果进样器试图在样品瓶处理错误或按了停止按钮后恢复样品瓶，则会出现此错误。此消息表明进样器未在预定放置样品瓶的齿轮上找到样品瓶。请参见第 177 页的[从样品瓶传送错误中恢复](#)。

托盘已满！

如果进样器试图在样品瓶处理错误或按了停止按钮后恢复样品瓶，则会出现此错误。此消息表明托盘已满而且无法检查齿轮中的样品瓶。仔细从托盘中取下一个样品瓶，然后用“高级功能 10”重置顶空进样器（请参见第 78 页）或对仪器重新通电。请参见第 177 页的[从样品瓶传送错误中恢复](#)。

从样品瓶传送错误中恢复

执行下述步骤从样品瓶传送错误中恢复：

警告

加热箱的表面、齿轮以及加热箱盖都可能很烫，并且会灼伤你。开始之前，请将加热箱和环路温度设置为“关”。使加热箱冷却到室温。注意，即使加热箱已冷却，样品瓶可能仍然很烫。

- 1 打开顶空进样器的盖子。
- 2 取下导致样品瓶传送错误的样品瓶。
- 3 如果需要，手动取下加热箱中的任何样品瓶。手动取下样品瓶比顶空进样器自动取要快很多，但是样品瓶可能会很烫或者无法接触。
- 4 调查样品瓶传送错误的可能原因。如果有未对准的现象，则顶空进样器自动恢复样品瓶的日常操作可能会再次引起相同的错误。请参见第 139 页的[检查对准](#)。
- 5 用“高级功能 10”重置顶空进样器（请参见第 78 页）或对仪器重新通电。
- 6 顶空进样器会询问是否要尝试自动恢复加热箱中的样品瓶。如果样品瓶在步骤 3 中手动取下，按 **Clear** 拒绝自动恢复样品瓶。如果步骤 4 中仍然有未解决的对准错误，也按 **Clear**。

加热区温度

断开或短接

加热区的温度错误可能是由电路问题或绝缘问题引起的。

如果实际温度值为“open”或“short”，则该区的温度传感器未连接或已损坏。请联系 Agilent 维修代理。

区温在室温或接近室温

如果实际温度接近室温，则检查下列内容：

- 区设定点为“0”或“OFF”。请参见第 52 页。
- 加热区的保险丝已烧断。请联系 Agilent 维修代理。

区不稳定

如果实际的加热箱温度响应较慢，或者无法达到设定点，检查以下内容：

- 加热箱盖已关闭，并且已锁定插销。
- 环路加热区盖的位置与气动室的底部齐平。
- 线路电压选择器设置正确。例如，如果电源插座上的电压从 90 到 132 VAC，则线路电压选择器开关设置为 115 VAC。

由于温度错误使分析中止

运行过程中，如果实际温度处于

$\pm 4^{\circ}\text{C}$ 范围以外，仪器中止该序列并发出一条错误消息。如果发生此错误，检查以下内容：

- 加热箱盖已关闭，并且已锁定插销。
- 环路加热区盖的位置与气动室的底部齐平。
- 请联系 Agilent 维修代理。

压力读数

GC 在运行中未准备好

使用 AUX EPC 加压样品瓶时，样品萃取过程中 10 到 20 秒的时间 GC 通常未准备好。连接 AUX EPC 模块和切断阀门的管子外径为 1/16 英寸。切断阀门一侧的管子有 6 英寸长外径为 1/8 英寸铜管。如果 1/8 英寸的管子过长，可能会引起问题。

GC 压力读数与顶空进样器压力读数不匹配

顶空进样器的压力读数与 GC 压力读数稍有不同。仪器使用不同类型的传感器，两种传感器又使用不同过程校准。如果压力有严重差异，请检查泄漏和气阻。请参见第 148 页的 [泄漏检测](#)。

压力低于正常的操作压力

如果压力低于正常的操作压力，则检查下列内容：

- 检查气源压力（罐、发生器或多支管路）。例如，罐的压力可能会低一些。
- 确保打开顶空进样器后面的切断阀。
- 检查气源与 GC (EPC) 或顶空进样器 (MPC) 闷头之间的泄漏。
- 检查顶空进样器中较大的气阻或泄漏。请参见第 148 页的 [泄漏检测](#)。

与 GC 启动或准备就绪同步：GC 未启动

如果顶空进样器未启动 GC，则检查下列内容：

- 远程启动 / 停止电缆连接
- [检查准备就绪设置](#)，高级功能 9

PC 与顶空进样器之间的通信

此类型的问题是由于计算机和顶空进样器之间的通信中断引起的。
检查计算机与进样器之间的电缆连接。

检查顶空进样器设置与 LAN 连接的下列内容：

- 顶空进样器与计算机有兼容的网络地址。例如，相同网络上的 IP 地址是兼容的。
- “启用 RS-232” 设置为 OFF。请参见第 83 页的“高级功能 16”。
- LAN 地址正确。请参见第 82 页的“高级功能 14”。对顶空进样器重置或重新通电，使 IP 地址更改生效。
- 在 PC 命令窗口使用声脉冲命令来测试连接。

检查顶空进样器设置与 RS-232 连接的下列内容：

- com 端口设置正确。每秒比特：9600；数据比特：8；奇偶校验：无；停止比特：1；流路控制：硬件。
- “启用 RS-232” 设置为 ON。请参见第 83 页的“高级功能 16”。

内部通信系列 I/O 错误

这些错误表明主处理器 PCA 和外设 PCA 之间的连接有问题。请联系 Agilent 维修代理。

内存和处理器错误

这些错误是由固件缺陷或有故障的主处理器 PCA 引起的。请联系 Agilent 维修代理。

空显示

空显示是由中断的或未完成的固件更新引起的。仪器风扇正在运行，但是没有自检测，显示屏亮但是空的。请联系 Agilent 维修代理来运行“从蓝屏中恢复”过程。

电源打开，无响应

这种症状是由于墙壁插座的线路电压未达到仪器内部电源要求引起的。检查下列区域：

- 顶空进样器线路模块保险丝是打开的还是烧断了。
- 检查电源选择器开关设置。如果开关设置为 115 VAC，线路电压为 220-260 VAC，保险丝将烧断。
- 电源线未连接。
- 电源 ON 开关设置为 OFF。
- 线路电压不可用于电源插座。

活动内存中丢失方法

装载新方法或连接方法时，活动内存中的方法未保存。覆盖活动内存中的方法之前，没有任何警告消息。这不是一个错误。确保在装载或链接新方法之前将活动内存中的方法存储到四个存储位置之一，以免丢失。请参见第 60 页。

索引

A

安全, 20

B

保险丝, 23

 保险丝位置, 160

部件

 易耗品, 127

C

Clear, 50

 编辑设定点, 48, 94

 导航, 64

 键盘, 49

参数增量

 高级功能, 68

操作原理, 34

常换部件

 经常, 127

齿轮, 30

 安全, 18

 参数增量, 68

 对准, 142

 事件顺序, 43

 手动操作, 72

 循环结束, 40

 样品瓶编号和位置, 70

 摇动, 57, 101

 重置, 78

充装样品环路

 气动, 38

存储的方法

 高级功能, 74

存储方法, 60

D

待机条件

 气动, 36

电源开关

 安全, 17, 19

 位置, 30

电子压力控制

 气动, 32

 设置流速, 121

 样品瓶加压气体流, 124

 载气流, 123

顶空分析

 概述, 26

对准, 139

 齿轮, 142

 气门, 140

 托盘链张力, 139

 位置1传感器, 140

多次顶空萃取

 标准, 45

多次顶空萃取

 Conc 模式, 45

 多次样品瓶穿孔, 43

 分析物集中, 45

 概述, 26, 28

 高级功能, 75

 基体效应, 113

 链接方法, 104, 106

E

Enter 键, 50

F

阀门计数

 高级功能, 79

方法

 存储, 60, 102

 高级功能存储的方法, 74

 开发, 108

 链, 61, 104

 输入, 94

 装载, 59, 103

放空阀吹扫

 高级功能, 84

分配系数

 等式, 108

 说明, 108

辅助气体

 待机条件, 36

G

GC 循环时间

 标准顶空萃取, 41

 设置事件时间, 98

 说明, 54

概述

 G1888 网络顶空进样器, 28

高级功能

 参数增量, 68

 存储的方法, 74

 存储方法, 102

 多次顶空萃取, 43, 75

 阀门计数, 79

 放空阀吹扫, 84

 检查准备就绪, 76

 键盘, 49

索引

键盘锁, 71
LAN 配置, 82
列表, 65
MAC 地址, 83
描述, 67
启用 RS232, 83
区校准, 81
使用, 64
手动操作, 72
稳定时间, 67
泄漏检测, 86
压力单位, 73
样品瓶编号和位置, 70
样品瓶体积, 80
诊断, 87
重置, 78
惯例, 16
管线装配
 更换, 136

H

环路充装时间
 设置, 99
 说明, 55
 优化, 111
环路盖
 卸下, 130
环路平衡时间
 设置事件时间, 99
 说明, 55
环路温度
 设置, 31, 53, 96

J

基体效应, 113
 顶空分析概述, 26
加热区
 说明, 31
加热箱
 输入温度, 52
 说明, 30

加热箱温度
 设置, 95
加压时间
 设置事件时间, 98
键操作
 Active method 键, 52
 Clear, 50
 菜单键, 58
 Enter, 50
 Start/Stop, 51
 数字键盘, 50
 Tray Advance, 50
检查准备就绪
 高级功能, 76
键盘
 说明, 49
 锁定和开锁, 71
键盘锁
 高级功能, 71
进样探针
 更换, 132

K

开关
 安全, 17, 19
 位置, 30

L

LAN 配置
 高级功能, 82
链方法, 61, 104
 参数增量, 69
 多次顶空萃取, 106
 改变加热箱温度, 110
 改变事件时间, 111
流速
 设置条件, 121
 使用 EPC 设置载气和样品瓶加压流, 123
 使用 MPC 设置载气流速, 122
 优化载气流, 117

M

MAC 地址
 高级功能, 83

P

平衡
 顶空概述, 26
 样品瓶平衡时间, 111
平衡时间
 设置事件时间, 98

Q

气动
 说明, 32
气门
 对准, 140
启用 RS232
 高级功能, 83
气阻测试, 149
区校准, 156
 高级功能, 81
取样系统
 说明, 31
缺省的方法, 74

S

设定点
 编辑, 48
 创建方法, 94
时间
 GC 循环时间, 54
 环路充装时间, 55
 环路平衡时间, 55
 加压时间, 55
 输入设定点, 54
 样品瓶平衡, 55
 注射时间, 55
时间表

索引

维护, 126
事件时间, 54
标准顶空萃取, 41
改变事件时间, 111
设置事件时间, 97
手动操作
 高级功能, 72
输入数据
 编辑设定点, 48

T

通电
 诊断, 35
托盘链张力, 139

W

维护
 时间表, 126
位置 1 传感器
 对准, 140
稳定时间
 高级功能, 67
温度
 输入值, 52

X

泄漏检测
 高级功能, 86
过程, 148
 一般信息, 144
循环结束, 40

Y

压力
 使用 EPC 设置样品瓶加压, 124
 使用 MPC 设置样品瓶加压, 123
显示, 62
 样品瓶加压, 116

压力单位
 高级功能, 73
压力衰减检测, 150
样品
 运行, 120
 注射, 39
 准备, 90
样品环路
 充装, 38
 更换, 134
样品瓶
 加盖, 90
 卷缩, 90
 未加盖, 90
 准备, 90
样品瓶编号和位置
 高级功能, 70
样品瓶参数
 设置, 100
样品瓶恢复原状, 40
样品瓶加压, 116
 气动, 37
样品瓶加压时间, 116
样品瓶盒
 说明, 31
样品瓶平衡时间
 改变事件时间, 111
样品瓶体积
 高级功能, 80
样品托盘
 Tray Advance, 50
 装载, 92
易耗品, 127
优化方法
 改变加热箱温度, 110
 改变事件时间, 111
 更改样品环路, 114
 样品尺寸, 115
 样品瓶压力和时间, 116
 载气流, 117
预期用户, 15

Z

载气
 安全, 18
待机条件, 36
顶空概述, 26
气动概述, 32
使用 EPC 设置流速, 123
使用 MPC 设置流速, 122
泄漏检测, 152
压力, 62
优化流, 117
载气端口位置, 30
注射样品, 39
诊断
 高级功能, 87
重置
 高级功能, 78
注射
 气动图, 39
 事件顺序, 43
注射时间
 设置事件时间, 99
 说明, 55
注射样品
 气动, 39
传输线
 设置温度, 96
 输入温度, 52
 说明, 31
装载方法, 59



Agilent Technologies

安捷伦科技有限公司 ©
美国印刷，2004 年 3 月



G1888-96012