Agilent 6890N GC

现场培训教材

安捷伦科技有限公司 化学分析仪器部 一、 培训目的:

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

二、 培训准备:

1、仪器设备: Agilent 6890N GC

- 进样口: 填充柱进样口 (PPIP); 毛细柱进样口 (S/SL); 冷柱头进样口 (COC); PTV 进样口。
- 检测器: FID; TCD; ECD; uECD; NPD; FPD。
- 色谱柱: P/N 19091J-433, HP-5 毛细柱: 30m, 320 µ × 0.25 µ
- 进样体积: lul。

2、气体准备:

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



6890N/GC 化学工作站

(一)、开机:

1、打开气源(按相应的检测器所需气体)。

2、打开计算机,进入 Windows NT (或 Windows 2000) 画面。

3、打开 6890N GC 电源开关。(6890N 的 IP 地址已通过其键盘提前输入进 6890N)

4、 待仪器自检完毕,双击 Instrument 1 Online 图标,化学工作站自动与 6890N 通讯,此时 6890N 显示屏上显示 "Loading..."。进入的工作站界面如下图:

1 Instrument 1 (online):	athod A Run Control		
File RunControl Instrument M	ethod <u>S</u> equence <u>V</u> iew <u>A</u> bor*	: <u>H</u> elp	
Method and Run Control 👥	DEF_GC.M 🛨 DI	EF_GC.S 💽 Run Method	
			😁 🖻 🖻 📎
Not Ready	Last Run 0.0	Method: DEF_GC.M	Sequence: DEF_GC.S
		Data File:	
<u> </u>	Front ?	Data File:DEFAULT.D	
Unline Plot			
Sig 1			
50-			
0	1 2	min	
Change	Adiust		
[F1=rrcip] [r ==rrccun] [r ==star	יישאר אישר אישר אישר אישר אישר אישר אישר		
	▾◣◣◧▢▤◣◢	🔷 • 🚄 • 🗛 • 🚍 🚍 🗄	
2页 1节 2/19	位置行	列 录制 修订 扩展 改写	
●新开始 ● Microsoft Word - #	ig Instrument 1 (or	1) 🗢 🖘 🏷 🌑 🏷 🚹 📶 8:46 PM

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

(二)数据采集方法编辑:

1. 开始编辑完整方法:

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

Instrument 1 (online): Method & Run Control
<u>File RunControl Instrument Method Sequence View Abort Melp</u>
Method and Run Control 🕑 DEF_GC.M 🕑 DEF_GC.S 🕑 Run Method
Edit Bethod: Instrument 1
Not Ready Check Method Sections to Edit Method: Sequence: DEF_GC.M DEF_GC.S
₩ethod Information
✓ Instrument/Acquisition
☐ Data Analysis
☑ <u>R</u> un Time Checklist
OK Cancel <u>H</u> elp
Colize Flot
Sig 1
Arbs
*
0 1 2 min
Change Adjust
[F1=nexp] rr==nexpg rr==searang rr==searang rr==searang [F11=NextWindow]
絵図 ⑥ ・ ㎏ 🌀 自选图形 ⑪ ・ \ 🔪 🗋 〇 🗑 🛍 4 🔗 ・ 🛃 ・ 🗖 🗮 🚍 🖬 🚺
4页 1节 4/19 位置 12.5厘米 12 行 1 列 录制 修订 扩展 四写 Q3K
第开始 107 Microsoft Word - Ag 「Instrument 1 (on 参Microsoft 照片编辑器 」

- 2. 方法信息:
- 在"Method Comments"中输入方法的信息(如:方法的用途等),单击 Ok 进入下一画面。

Instrument 1 (online): Nethod &	Run Control		-D×
rile Kunlontrol Instrument Method	equence View Abort Melp	Northa Marcola	
Method and Run Control 🛨 DE		fun Method	
		1 H H H H	
Not Ready Last	Run 0.0 Method:	: equence	s
Bethod Information:	Instrument 1		X
<u>M</u> ethod Comments:			
this is for tes	t ! 		
			-
Dnline 0.			
ОКС	ancel <u>H</u> elp		
Arbs			
60-	fr 1		
0-			
0 1	2 min		
Change	Adjust 🔸		
[F1=ncip] n =nccanj n ==starananj n		Window]	buon
			Dusy
武开始 Instrument 🏘 Mics	osoft 照片 <mark>合</mark> 我的文档	Whicrosoft Word	😞 🏷 🕞 🔏 🖪 9:14 PM

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

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

Instrument 1 (online): Wethod & Run Control
Eile BunControl Instrument Method Sequence View Abort Melp
Method and Run Control 🗶 DEF_GC.M 🗶 DEF_GC.S 👥 Run Method
Not Ready Select Injection Source/Location
Select Injection Source:
Manual
Cancel
Calcot Intention Location:
• Front C Back C Dual
Online Flot
Sig 1
Arbs
50
0 1 2 min
IE1 Change Adjust ()
b The by to Share any to Shar
● 新开始 I III Instrument 参開icrosoft 照片 合我的文档 IV Microsoft Word № 分し合価 In 9:15 FM

4. 柱参数设定:

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

Instrument Edit Columns: (6890)						×	
■ Oven Temp	5	-, _, _, 10	15		20	Time (min.)	
Injector Valves Inlets Column	× 10 Oven	Detect	e J. ors Signal	s Aux	Runtim	e Options	
Column Mode: Const Pressure Installed Column Installed Column Inventory#: AB001 Inventory#: AB001 Inlet: Front Manufacturer's Specifications Detector: Front Manufacturer's Specifications Model No: HP 19091J-102 325°C Max HP-5 5% Phenyl Methol Siloxane							
He Flow Setpoint Actual	Pressure	kPa/min	Next kPa H	lold min	Run Time	Apply	
Pressure: 136 0 kPa	Initial Romo 1	0.00	136	0,00	27,67	OK	
<u>Elow:</u> 1.0 0.0 ml/min	Ramp 2	0,00	0	0,00		Cancel	
Average Velocity: 31 cm/sec	Ramp 3 Post Run	0,00	0	0,00 0,00	27,67	<u> </u>	

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

Change Column 2	Assign New Column Inventory#
This workstation maintains an inventory of the columns you use in your GC. Add New Column To Inventory Add Click on this button to add a new column to your inventory. Each	The new column will need a unique inventory#. This number may be derivable from the inventory# of a column already in the inventory.
Install Column In GC Click on this button when you want to install a column from your install	Already assigned inventory#'s AB002
Calibrate Currently Installed Column Calibrate Click on this button to adjust the dimensions of the column for use in the pneumatics control. This allows the GC to adjust for manufacturing variations or changes of column length.	Inventory# for new column AB003
ОК Нер	OK Cancel Help

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

5. 进样器参数设定:

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

Instrument Edit Inje	ctor: (6890)						×
Temperature (°C)	150 100 50 0	20	D	400	60	00	800	Time (min.)
Injector Valves	- Inlets		(D) Oven	Detectors	Signals	J. Aux	Runtime	
OUse Front Inje Front Injector Injection Volume Syringe Size Washes Preli Sample Solvent A Solvent B	ctor : 1.0 <u></u> : 10.1	O Use Ul Ul Ul Ul PostInjection 2 U	Back Inje Back In Wa S S	ctor Linjector jection Volu Syringe S shes P Sample olvent A olvent B	Use I me: 1.0 ize: relnjection 2 0 0 0	Both Inject UI 10.0 UI PostInje 2 0	ction	Apply OK Cancel

*** 若进样塔由前进样口改为后进样口,操作步骤:

- 1、关 6890N 电源。
- 2、将进样塔移到后进样口。将进样塔连线插到 6890N 后部相应的位置 (Front/Back)。

3、开 6890N 电源重新识别自动进样器。

6、阀参数设定:

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



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

nstrument Edit Inlets: (6890)	×
Oven Temp 200 200 200 100 50	
	Time (min.
Injector Injec	e Options
Front: EPC Purged Packed Inlet Heater Setpoint: 225 FOn Actual: Pressure	Front 💌
Setpoint: 22.62 psi Pon Actual: psi	Apply
Total Flow Setpoint: mL/mir MOn Actual: mL/mir	OK Cancel

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

nstrument Edit Inlets: (6890)	×
Oven Temp	
Plot 0 1 2 3 4 5	Time (min.)
Injector Valves Intets Columns Oven Detectors Signals Aux Runtim	e Options
Back: EPC Split-Splitless Inlet Mode: Split On Actual Setpoint Ø Heater, *C 25.00 Ø Pressure, psi Ø K4.8	Back 💌
	<u>A</u> pply OK
Split Ratio: Split Flow: Split 60.0 mL/min GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min	Cancel <u>H</u> elp

	Back: EPC Split-Splitless Inlet
Back: EPC Split-Splitless Inlet	Mode: Pulsed Splitless 🗸 Gas: He 🗸
Mode: Splitless Gas: He	On Actual Setpoint
On Actual Setpoint	I Heater, *C 250
I Heater, *C 250	I Pressure, psi 25.00
Pressure, psi 25.00	▼ Total Flow, mL/min 64.8
▼ Total Flow, mL/min 64.8	Injection Pulse Pressure: 0.00 psi until 0.00 min
Purge Flow to Split Vent: 60.0 mL/min@ 0.75 min	Purge Flow to Split Vent: 60.0 mL/min@ 0.75 min
□GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min	GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min

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

Instrument E	dit Inlet:	s: (6890)					×
■ Oven Temp Plot	Temperature ("C)	150 100 50 0	5	10	15	20	Time (min.)
Injector	O Valves	⊣j Inlets		Ven Detectors	Signals	Aux Runtim	e Options
Front: EPC Heater X On Mode: R	Cool On-I Actual: amped Te	Column Inle *C	t Gas: He		He N2 H2 He ArCH4)	Front 💌
Ramps	*C/min	Next *C	Hold min		\smile		Annlu
Initial	0.00	50	0,00		\sim	_	Арру
Bamp 2	0,00	0	0,00	R	amped Temp	$\overline{}$	OK
Ramp 3	0,00	0	0,00		amped Temp		
Pressure X On	Setpoint: Actual:	12.0 psi psi			dck Uven		Cancel <u>H</u> elp

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

Split						
Instrument Edit Inle	ts: (6890)					×
■ Oven Temp (), and an and a set of the set	55 50 45 40 0	200	400	600	800	Time (min.)
Injector Valves	inlets Column	s Oven	Detectors Si	gnals Aux	Runtime	Options
Front: EPC HP PT Cryo Config On V Heater, *C V Pressure, psi	/ Inlet 	Mode:	Split	T 6 s: He	_	Front 💌
Total Flow, mL/	min 70.0 70.	D				Apply
Initial Ramp 1 0,0	40 0, 0 0 0,	DO R	Split atio: 50.0 :1	Split Flow: 66.0 m	L/min	Cancel
Ramp 2 0,0 Ramp 3 0,0	i0 0 0,	00 🔽 🔽 Ga	sSaver: 20.0	mL/min @ 2.00	min	<u>H</u> elp

Solvent Vent

Front: EPC	HP PTV I	nlet			
Cryo Co	onfig			Mode: Solvent Vent 💌 Gas: He 💌	
On		Actu	al Setpoint		Front 💌
✓ Heater,	*C	4	6 40	Estimated Total	
Pressur	e, psi	11.	0 11.0	Injection Time: 0.00 min	
✓ Total FI	ow, mL/m	in 70.	0 70.0		Apply
				Vent Flow: 30.0 mL/min	
Ramps	*C/min	Next *C	Hold min	Vent Pressure: 5.0 psi until 1.00 min	OK
Initial		40	0,00	Purge Flow to	
Ramp 1	0,00	0	0,00	Split Vent: 66.0 mL/min@ 1.50 min	Cancel
Ramp 2	0,00	0	0,00		
Ramp 3	0,00	0	0,00	☑ GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min	Help
					<u></u> 51p

Splitless

Front: EPC	HP PTV I	nlet			
Cryo Co	onfig			Mode: Splitless 🔻 6 s: He 🔻	
On		Actu	al Setpoint		Front 💌
Heater,	*C	4	5 40		
Pressur	e, psi	11.	0 11.0		
🔽 Total Fl	low, mL/mi	in 70.	0 70.0		Apply
Ramps	*C/min	Next *C	Hold min		OK
Initial		40	0,00	Purge Flow to	
Ramp 1	0,00	0	0,00	Split Vent: 66.0 mL/min@ 1.50 min	Cancel
			0.00		
Ramp 2	0,00	0	0,00		
Ramp 2 Ramp 3	0,00 0,00	0	0,00	☑ GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min	Help

Pulsed Splitless

Front: EPC	HP PTV I	nlet			
Crvo Co	mfig			Mode: Pulsed Splitless V Gas: He	
On	2	Actu	al Setpoint		Front 💌
✓ Heater.	•C	4	5 40		
Pressur	e, psi	11	n 11.0		
🔽 Total Fl	ow, mL/m	in 70.	0 70.0		Applu
				laiastias Dalas	дрру
Ramps	*C/min	Next *C	Hold min	Pressure: 30.0 psi until 1.00 min	ОК
Initial		40	0,00	Purge Flow to	
Ramp 1	0,00	0	0,00	Split Vent: 66.0 mL/min@ 1.50 min	Cancel
Ramp 2	0,00	0	0,00		
Ramp 3	0,00	0	0,00	☑ GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min	<u>H</u> elp

11、柱温箱温度参数设定:

点击 "Oven"图标,进入柱温箱参数设定。在 "Set point" 右边的空白框内输入初始温度(如 40℃),点击 "On"左边的方框; Ramp---升温阶次; ℃ /min—升温速率; Hold min—在 Next C保持的时间;也可输入柱子的最大耐高温、平衡时间(如 325℃, 3min);

下图为一程序升温的例子,点击 "Apply" 钮。
 40℃(2min)----10℃/min----90℃(0min)----15℃/min----170℃(2min)

Instrument	1 (online):	Hethod & B	un Contro	L				
File RunContr	ol <u>Instrument</u>	Method Sec	uence <u>V</u> iew	Abort	Help			
Method and I	Run Control 🛛 🖢	DEF_U	GC.M 💽	DEF	GC.S	Run Method		
								ا ٦
	instrument E	dit Oven	: (6890)				×	7
		@						
N	• Oven remp	S 150						
		at at						
		- 100-						
		50-						
Le l	Plot	-			· · · ·		12 Time (min)	
		<u> </u>						
) 🗹 – 🚹				Image:	l 🧭 l 🖓 🕍	
		/ V		N				
	Injector Val	ves Inlet	s Columr	is Ove	n Dete	tors Signals Aux	Runtime Options	
	0 <u>v</u> en					<u>Oven</u> Configuration		
	Setp	ooint 癥:	40			Maximum 療: 325		
P Dali	✓ Un ∆/	stual æ				Equilibration min:	.00	
Conce distances in		staar =:				[
	Oven Ramp	⁄∕min N	lext 瘏 Ho	d min 🛛 B	un Time	_ Cryo Configuration		
Au	Initial		40	2.00	2.00	🗖 Gryo On	Analy 1	
12	Ramp 1	10.00	90	0.00	7.00	🗖 Quick Cooling On	Арріу	
	Ramp 2	15.00	170	2.00	14.33	赛 Ambient		
	Hamp 3	0.00	U	0.00				
	Ramp 4	0.00	0	0.00		I I imeout Detection U	n Cancel	
	Ramp 6	0.00	0	0.00		min		
[F1-rropp p	Post Bun	0.00	50	0.00	14.33	Fault Detection On	Line 1	
Welcome to H	- root main		00	0.00	11.00			
絵图 (1) - 12	⑥ 自选图形($\overline{\mathbf{D}} \cdot \mathbf{A}$			<u>⊘</u> - <u>⊿</u>	· 🗛 · 🚍 🚍 🗮 🖬 🚺		
14 页	1节 14/21	位置 11	.5厘米 1	1行 24	列一录制	修订 訂展 改写 🛛 🕰 🖉		
册开始 公	我的文档		Microsoft W	ord - Ag.	🗳 In:	strument 1 (on	6 ∕~∭	2:58 PM

12、FID 检测器参数设定:

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

nstrument Edit Detecto	rs: (6890)			×
Oven Temp 2 anntesed 1 Plot	00 50- 00 50- 50- 0 1	2 3	4 5	
Injector Valves	Inlets Columns Oven	Detectors	s Aux Runtin	me Options
Back: FID Detector —				
On	Actual Setpoint		Setpoint	
₩ H <u>e</u> ater, *C	250	Lit <u>O</u> ffset:	2.0	Back 💌
☑ H2 Elow, mL/min	40.0			
⊠ A <u>i</u> r Flow, mL/min	450]		Apply
<u>⊠ M</u> akeup Flow:	He 🔽 45.0]		
🗂 <u>C</u> onst Col + Ma	keup, mL/min: 45.0]		
 F <u>l</u> ame	Off			Cancel
Electrometer	Reignite		Instrument 1 (online): Meth	nod & Run Control
Start Microsoft Po	werPoi 🛛 🔕 Exploring - C\HPC 🗍	🔊 Exploring - C:\	Instrument 1 (onl	10.17 AM

13、TCD 检测器参数设定:

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

在 "Set point" 下方的空白框内输入: 检测器温度 (如 300℃); 辅助气为 40m1/min(或辅助气 及柱流量的和为恒定值 (如 40m1/min) 当程序升温时, 柱流量变化, 仪器会相应调整辅助气的流 量, 使到达检测器的总流量不变), 并选择辅助气体的类型 (如 N2), 选中该参数.

Negative Polarity----负极性,由被测物质与载气的热传导性决定;选中 Filament.如图所示。 编辑完,点击 "Apply" 钮。

Front: TCD Detector		
On	Actual	Setpoint
∣× H <u>e</u> ater, *C		250
🗷 <u>R</u> eference Flow, mL/min		20.0
🛛 <u>M</u> akeup Flow: He		2.1
🗵 <u>C</u> onst Col + Makeup, m	/min:	7.0
□ <u>N</u> egative Polarity		
🗵 <u>F</u> ilament	He	-
	N2 He	
	UH2	

14、ECD 检测器参数设定:

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

In	strument Edit Dete	ectors: (689	0)						×
	Oven Temp	250 200 150 100 50						;	
	1100	Ó	5	10	15	20	25	30	Time (min.)
	Injector Valves	اللہ Inlets	Columns	0ven) Signals	J. Aux	C Runtime	Options
Γ	Back: ECD Detecto	r			Adjust Offset			×	
	On		Actua	I Setpoint	This dialog w detector. Thi	vill allow the use s operation will	r to adjust the sen ake 10-30 minute:	sitivity of the to complete.	
	🗵 H <u>e</u> ater, *C			250	Front Detect Adjust Offse	or: ECD t, Hz 60.0	Back Detector		Back 💌
	🔀 A <u>n</u> ode Flow, mL	./min		6.0					
	🔀 <u>M</u> akeup Flow:	N2	•	60.0	<u>S</u> tart	Abort	Start	Abort	Apply
	<u> </u>	Makeup, ml	./min:	60.0			<u>H</u> elp		
	Electrometer			Adjust					
		N2 N2 ArCH4						-	Cancel <u>H</u> elp

15、NPD 检测器参数设定:

- 单击 "Detector"图标,进行检测器参数设定。单击 "Apply" 上方的下拉式箭头,选中进 样口的位置选项(Front 或 Back),
- 在 "Setpoint" 下方的空白框内输入: H2—3ml/min; air—60ml/min; 检测器温度(如 300 C); 辅助气(如 10ml/min, 方式为:辅助气及柱流量的和为恒定值),并选择辅助气体的类型(如 N2),并选中该参数;
- 点击 "Bead" 及 "Electrometer" 左边的空白框; 点击 "Adjust..."钮, 输入 "Adjust Offset"
 及 "Equib Time" (如 30PA, Omin)
- *** 注意: 预处理铷盐 (Bead) 非常重要:
- 1. 检测器加热前,须先通载气、辅助气15分钟。打开H2, Air,通10分钟后关闭。
- 2. 逐渐加热检测器, 例如 100C, 10min; 150C, 10min, 200C, 10min, ... 300-320C.
- 3. 打开H2, Air, 待仪器稳定了才能调整, 点击 Start。如图所示。编辑完, 点击 "Apply"钮。

Instrument Edit D	etectors: (68	90)						×	
■ Oven Temp	250 200 150 100 50								
Plot	0	5	10	15	20	25	30	Time (min.)	
Injector Valves		Columns	Oven		Signals	J.o.	C Buntime		
Front: NPD Dete	ctor								
On		Actual	Setpoint					Freeb T	
🛛 Heater, *C			250					Front 💌	
🗵 H2 <u>F</u> low, mL/	min		2.0						
🗵 A <u>i</u> r Flow, mL/	min		60.0	Adjust	Ulfset				
🔀 <u>M</u> akeup Flow	: N2	•	10.0	Th	is dialog w tector Thi	vill allow the	e user to a will take 1	djust the sen 10-30 minutes	sitivity of the
Const Col	+ Makeup, m	L/min:	10.0	-54	ant Dataat	or: NPD		ack Datastor	to comproto.
🔀 Bead	_			A	djust Offse	t, pA <u>50</u>	_	ack Detector	
Electrometer	N2		Adjust	E)	— quib Time,	min 5.00	- 11		
	He				<u>S</u> tart	Abort		S <u>t</u> art	Abort
						OK		<u>H</u> elp]

16、FPD 检测器参数设定:

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

Instrument Edit Detectors: (68	90)						×
Plot	5	10	15	20	25	30	Time (min.)
Injector Valves Inlets		Oven	Detectors	L). Signals	Jo Aux	Runtime	Options
On Heater and Aux transfer line, *C	Actual	Setpoint	On Lit Of Flame	Ac fset:	tual Setpo 2.0 Off <u>R</u> eig	nite	Back 💌
Image: X H2 Elow, mL/min Image: X Air Flow: Image: X Makeup Flow: Image: X Makeup Flow: Image: X Makeup, ma	L/min:	75.0 100 0.0 0.0	⊠ Elec <u>t</u> r	ometer			Apply OK Cancel
							<u>H</u> elp

*** S, P 滤光片的更换步骤:

A: 关闭检测器及相应的气体。

B: 关 GC 电源。

C: 移去 PMT 管, 小心移去已有的滤光片。换上所需的滤光片(注意: 滤光片上的箭头指向 PMT 管), 装上 PMT 管。

D: 开GC 电源。

17、信号参数设定:

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

Instrument 1 (online): Hethod & Run Control	×
Method and Run Control DEF_GC.M DEF_GC.S Run Method Instrument Zdit Signals: (6890)	
N Oven Temp & 150	
Linjector Valves Inlets Columns Oven Detectors Signals Aux Runtime Options	
Signal 1 <u>Signal 1</u> <u>Signal 1</u> <u>Signal 2</u> <u>Signal </u>	
Source: test plot Au Data Bate Minimum Peak Width Data Bate Minimum Peak Width	
20 Hz 0.01 min Calc Apply Z0 Hz 0.01 min Calc Apply	
Start: 0.00 min Start: 0.00 min Cancel	
If I arrowp: rr Stop: 14.33 min Stop: 14.33 min Welcome to H	

18、AUX 参数设定:

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

Instrument Edit Aux: (689	10)						×
■ Oven Temp () 150 150 100 Plot		5			15	20	Time (min.)
Injector Valves Ini	ets Colu		Ven Det	ectors Si	gnals × 10	Runtime	Coptions
Aux Channel Thermal Aux #1 Thermal Aux #2 Pres Aux #3	Heater X On	Actual:	•C		Type Valve Box MSD AED Unknown		
O Pres Aux #4	Ramps Initial	*C/min	Next *C 50	Hold min 0,00	Run Time 27,67		Apply OK
O Pres Aux #5	Ramp 1 Ramp 2 Ramp 3	0,00 0,00 0,00	0 0 0	0,00 0,00 0,00			Cancel
Valve sampling							<u>H</u> elp

19、时间表设定:

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

nstrument Edit Runtime: (6890)	×
Plot	5 Time (min
Injector Valves Inlets Columns Oven Detectors Signals	Aux Runtime Options
Time (min) Specifier Parameter Setpoint 5.00 Front det (-) Polarity Off 0.00 Front det (-) Polarity On 5.00 Front det (-) Polarity Off	
	ОК
	Cancel
	<u>H</u> elp

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

Instrument 1 (online): Wethod & Run Control
ile <u>R</u> unControl <u>I</u> nstrument <u>M</u> ethod <u>S</u> equence <u>V</u> iew <u>A</u> bort <u>H</u> elp
Method and Run Control 💽 DEF GC.M 💽 DEF GC.S 💽 Run Method
899 9 Run Time Checklist: Instrument 1 X 19 Find Film Film Film
📖 🧧 Check Method Sections to Run — 🖗 📴 🖳 📰 🖭 🚝 🖉 🕸
Not Real
DEF_GC.M DEF_GC.S
Data Acquisition
Analysis metriou for Second Signal.
Customized Data Analysis Macro
Save GLP Data
Post-Bun Command / Macro
Sig
Arbs
Save <u>M</u> ethod with Data
0 OK Cancel Help
Change Adjust
1-map r-s-mean r-s-standard r-standard r-standard r-standard r-standard [F11=NextWindow]
ad a Method bus
[17月74] 🔁 我的又相 🚺 🚺 Microsoft Word 🏴 Instrument 🐠 Microsoft 照片 👘 🏷 🏠 🏧 4:30 PM

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

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

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

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

Instrument 1 (on <u>F</u> ile <u>R</u> unControl <u>I</u> ns	line): ∎ethod & trument <u>M</u> ethod §	Run Control equence <u>V</u> iew <u>A</u> b	ort <u>H</u> elp			
Method and Run Ci	ample Info: Ins	trument 1	T		2	
	<u>O</u> perator Name: <u>D</u> ata File	zzz				
	• Prefix/Counte	er C <u>M</u> anual	Signal <u>1</u> :	Prefix SIG1	Counter: DOO1	
	Su <u>b</u> directory: Path: D:\HPCH	EM\1\DATA\	Signal <u>2</u> :	SIG2	0001	
	Sample Paramete	ers	Vial: 1	íblank run if no e	entry)	
	Sample <u>N</u> ame:					
Conline Pla	Sample <u>A</u> mount: <u>I</u> STD Amount:	0	Multi Dil <u>u</u>	p <u>l</u> ier: 1 tion: 1	_	
Arbs 50	Commen <u>t</u> : The sample	is for hhhh!			A	
0-		<u></u>	or 1 .	1 .		
[F1=rcap] transcom	<u>H</u> un	-statscyrianj [этору ¹ [F11=Nex	.ancei <u>H</u> tWindow]		
绘图 ® ▼	1选图形 (世) ▼ \ \					
	24/20 JIZH	osoft Word	Instrument	🎝 Microsoft 照片.		🕜 🏱 🙀 🖪 4:33 PM

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

- (三)、数据分析方法编辑:
 - 1、从"View"菜单中,单击"Data analysis"进入数据分析画面。
 - 2、从"File"菜单中选择"Load Signal"选项,选中您的数据文件名,单击OK。
 - 3、做谱图优化:
 - 从"Graphics"菜单中选择"Signal Options"选项,如下图所示;

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

Instrument 1 (online): D	ata Analycic	-1		- U ×
File Graphics Integration [Signal Options: Instrument 1 🛛 🔀			
Data Analysis 👤	Include		9	ihort
	✓ <u>A</u> xes ☐ <u>C</u> ompound Names ✓ <u>R</u> etention Times			
	✓ Baselines ✓ Tick Marks			<u> </u>
1) DAD1 & Sig=254 4 Rof=550 1	Peak Labels Font			
[1] DAD FA, 3ig=234,4 Hei=330,11	Font Name: Arial			
DAD1 A, Sig=254,4 Ref=:	Font Size: 8			
	Font			
80 -	Ranges			
60-	C Eull Min Value Max Value			
	<u>CU</u> se Ranges Time Range: 0 10			
40 -	Autoscale Response Range:		837	
20 -			22.0	
	Multi-Chromatogram		\sim	
1	Layout: Separated 💌 Scale: Each in full Scale 💌	<u> </u>	6	min
•				•
File Informatio		eight	Width	Symmetry
EU-File 005-0101.D		U4.9	0.045	0.715
Date 4/19/94 7:44:14		26.8	0.0323	0.635
Sample Isocratic Std. 1		16.9	0.223	0.671
Sample Info	OK Cancel Help			•
N				busy
绘				
分开始 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3	[W]Microsoft Word 🌇 Instrument 🏘 Microsoft 照片 🧐	وه واړي (🙆 🏷 🚮 En	4:37 PM

4、积分:

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

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

(3)、如积分结果不理想,则重复上两步动作,直到满意为止。(4)、单击左边"√"图标,将积分参数存入方法。

l m							
Linstrument 1 (online): Data Analysis	unt Betch		4 W-1-				
File Graphics Integration Lalibration Kep	ort <u>B</u> atch	<u>Y</u> lew <u>A</u> bor	t <u>H</u> eip	ing (Decent		_	<u></u>
		JEF_GL.M		ion / Report			Short
							<u>s</u>
1) DAD1 A, Sig=254,4 Ref=550,11	3 6 4	λ <mark>μμ</mark> ιλ	¢ ∫ ≢∕	∫ ™ / ∿]		-
₽₽₽₽₽₽₽	mAU]	AD1 A, Sig=:	254,4 Ref=550,100	(DEMO\005-010	1.D)		
Manual Events	20 -	ĕ₽	ŧ.		837		
Events Table DAD Default			1		6 1		
	10 1				- //		
	10 -				- 11		
Integration Events Value	5-	- 11	- 11				
Initial Peak Width 0.04	01		<u>_</u>	· · · · ·	┵╱┯╸		
Initial Area Reject 1	0		2	4	6	8	min
Initial Height Reject 1.7							
	#	Time	Area	Height	Width	Symmetry	
	1	0.747	296.6	104.9	0.045	0.715	
	2	1.021	264.5	76.6	0.0523	0.698	
	3	2.565	176.3	26.8	0.0966	0.645	
	4	3.037	233.1	16.5	0.223	0.071	
Load a Method							
● 新开始 合我的文档 100 Microsoft	Word	nstrumen	t 🍇 Micr	osoft 照片	5) Los	> <u>C</u> > <u>6</u> =	4:38 PM

5、打印报告:

(1)、从"Report"菜单中选择"Specify Report"选项,进入如上画面。

(2)、单击 "Quantitative Results" 框中 Calculate 右侧的黑三角,选中 Percent (面积百分比),其它选项不变。单击 Ok.

(3)、从 "Report" 菜单中选择 "Print Report",则报告结果将打印到屏幕上, 如想输出到打印机上,则单击 Report 底部的 "Print" 钮。

Instrument 1 (online):	Data Analysis		
File Graphics Integrati	ecify Report: Instrument 1	×	1
Data Analysis	Destination	Quantitative Results	Short
	□ Printer	Calculate: Percent	
	Eile File WAR	Based On: Area 💌	
1) DAD1 A, Sig=254,4 Ref=55(File Prefix E.DJF E.CSV	Sorted By: Signal 💌	<u> </u>
	Report	Signal Options	
Manual Events	Style		
Advanced Baseline	Report Style: Short		
	Sample info on each page		
Time Integratio	☑ Add Chromatogram Output	Add Summed Peaks Table	
Initial Slop	- Report Layout For Uncalibrated Peaks		
Initial	C Separately With Calibrated Per	aks C Do Not Report	8 min
Initial H			
Initial	Chromatogram Output		
	Po <u>r</u> trait	% of Page	Symmetry
	C Landscape		0.715
	C Multi-Page (Landscape)		0.636
	1 🖉 Pages	nesponse: 40	0.671
	0K Cancel	Help	
Select from most previously toa	ded Data Files		busy
(A)			
建固切 ▼ は ⑤ 目進图形	⋓∙∖ヽ⊔⊖≝∭4∥थ⁺∠		
27页 1节 27/2	8 位置 行列 家制	修订」扩展。政写 🛄 🔭	
●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●	Microsoft Word - Ag	trument 1 (on 🔊 😓	🗢 🏷 🙆 📴 🕹 4:40 PM

(四)、关机:

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

(五)、注意事项:

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