

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 (PIIP); 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 \times 0.25 μ
- 进样体积: 1 μ l。

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%)。

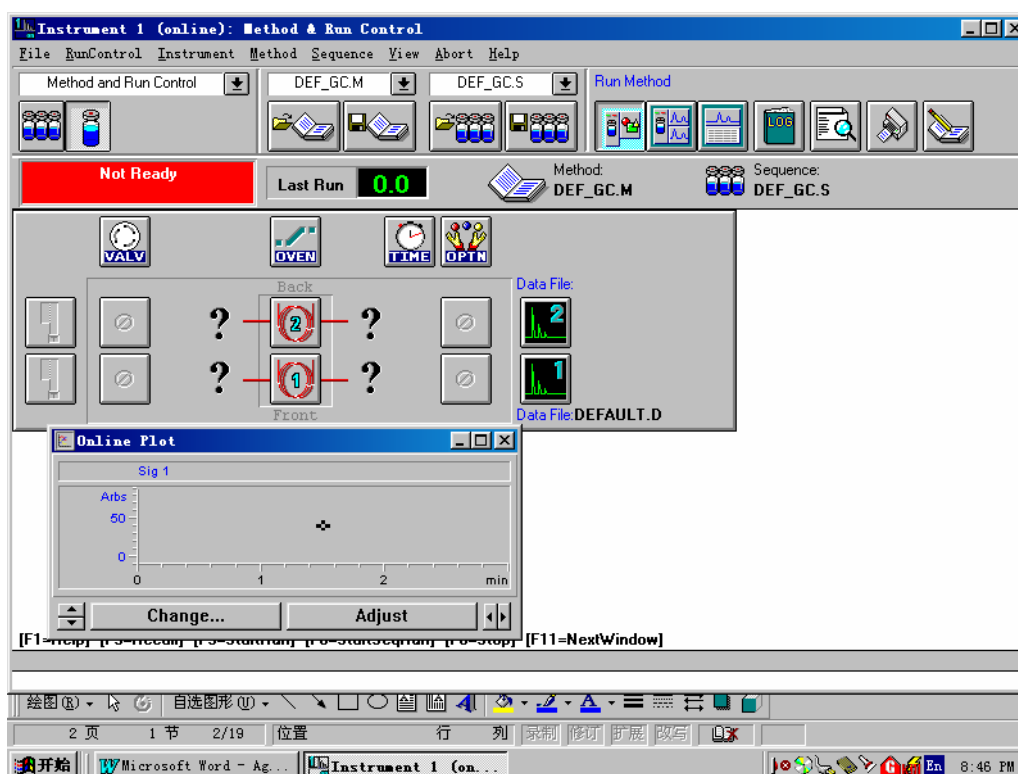


6890N/GC 化学工作站

基本操作步骤:

(一)、开机:

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

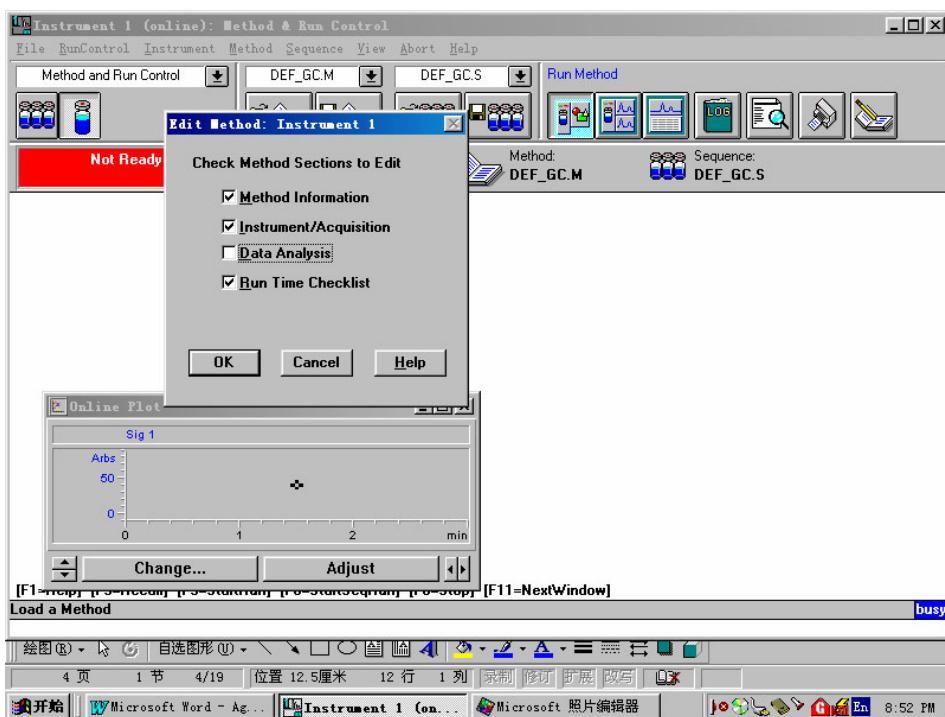


5、从“View”菜单中选择“Method and run control”画面，单击“Show top toolbar”，“Show status toolbar”，“Instrument diagram”，“Sampling Diagram”，使其命令前有“√”标志，来调用所需的界面。

(二) 数据采集方法编辑:

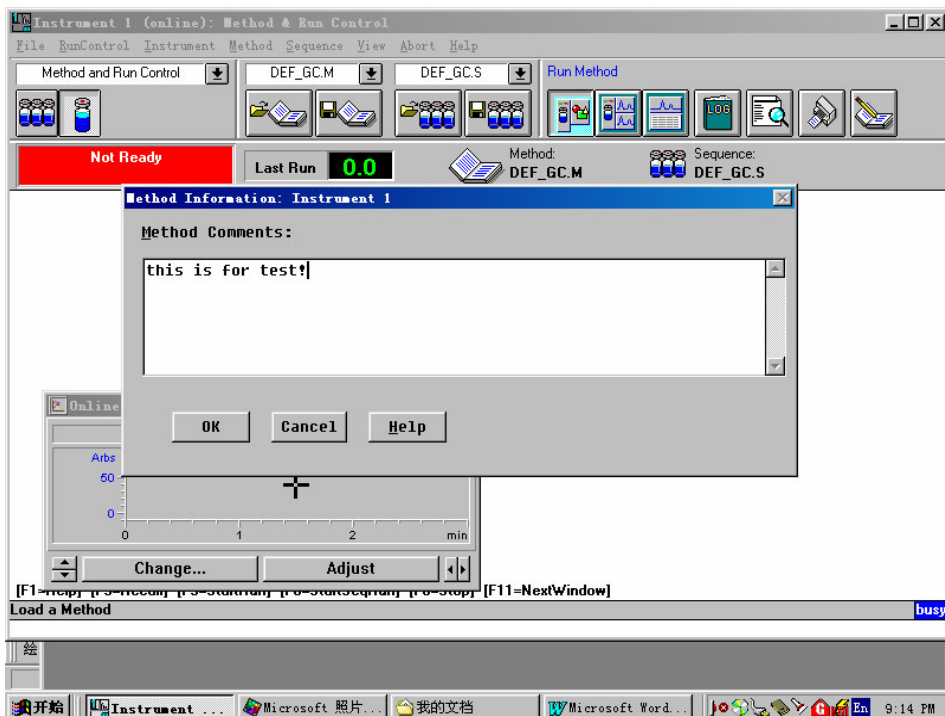
1. 开始编辑完整方法:

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



2. 方法信息:

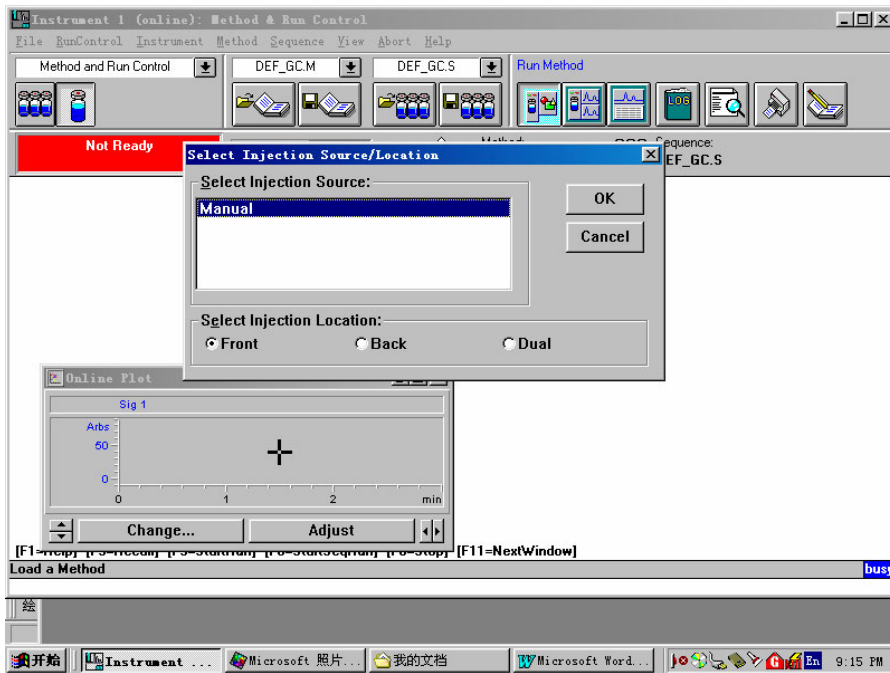
在“Method Comments”中输入方法的信息（如：方法的用途等），单击 Ok 进入下一画面。



3. 进样器设置:

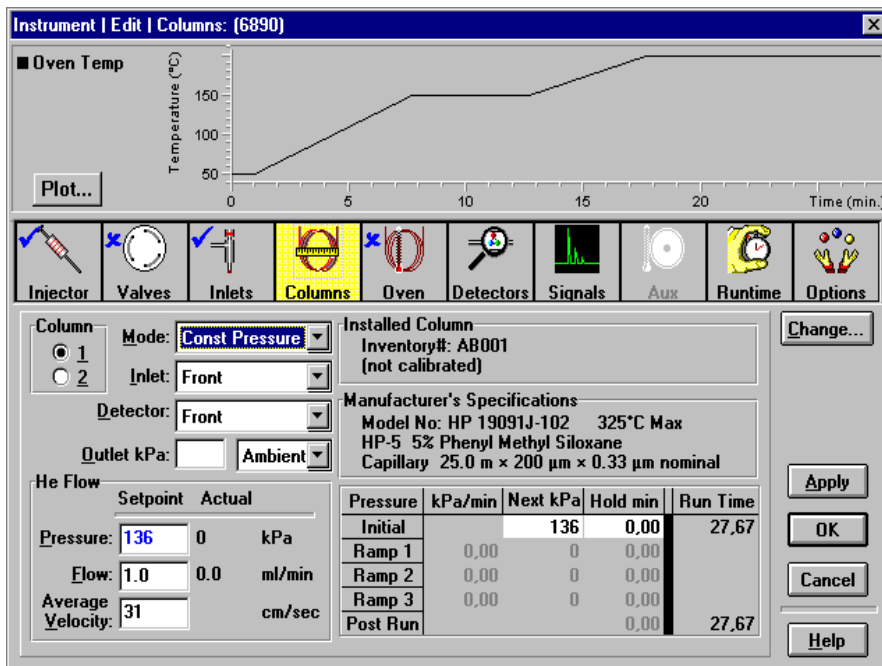
- 如果未使用自动进样器，则在“Select Injection Source/Location”画面中选择 **Manual**，并选择所用的进样口的物理位置(**Front** 或 **Back**)，点击 **Ok**，进入下一画面。

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

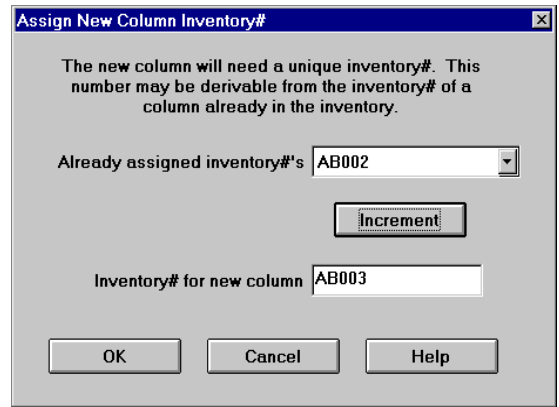
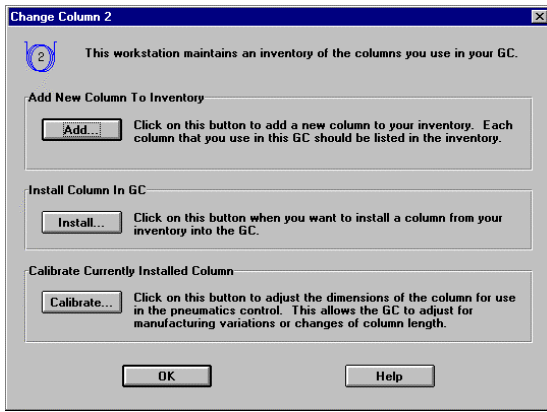


4. 柱参数设定:

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



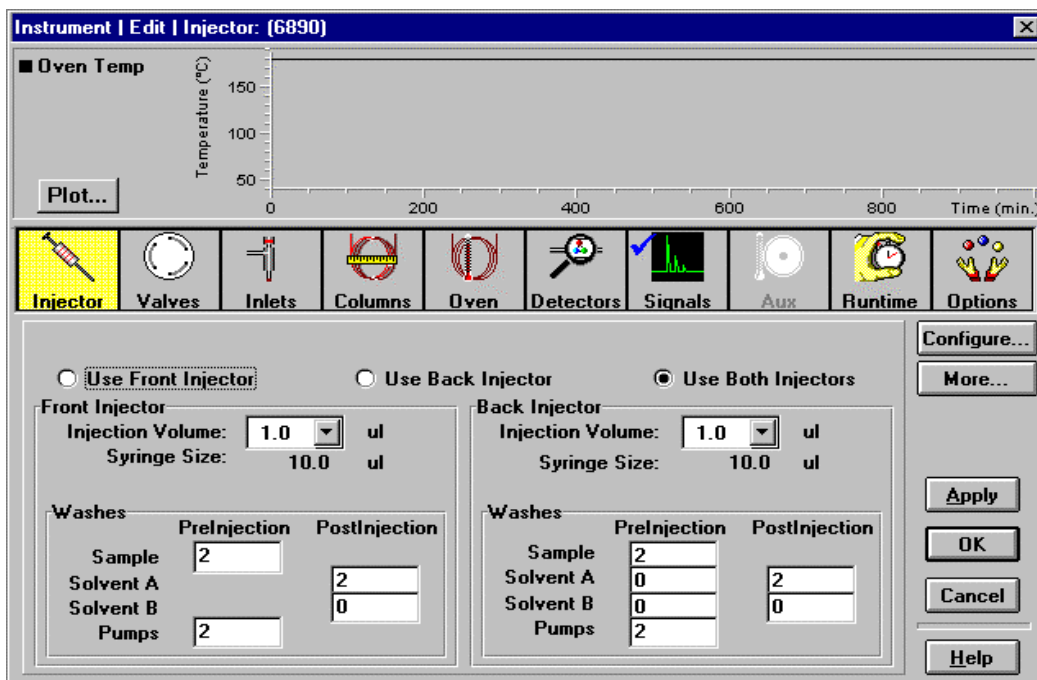
- 单击“**Add**”钮，点击“**Increment**”钮，点击 **Ok**，从柱子库中选择您的柱子，则该柱子的最大耐高温及液膜厚度显示在窗口下方，点击 **Ok**，点击“**Install as column 1**”或“**Install as column 2**”。（填充柱不定义）



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

5. 进样器参数设定:

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

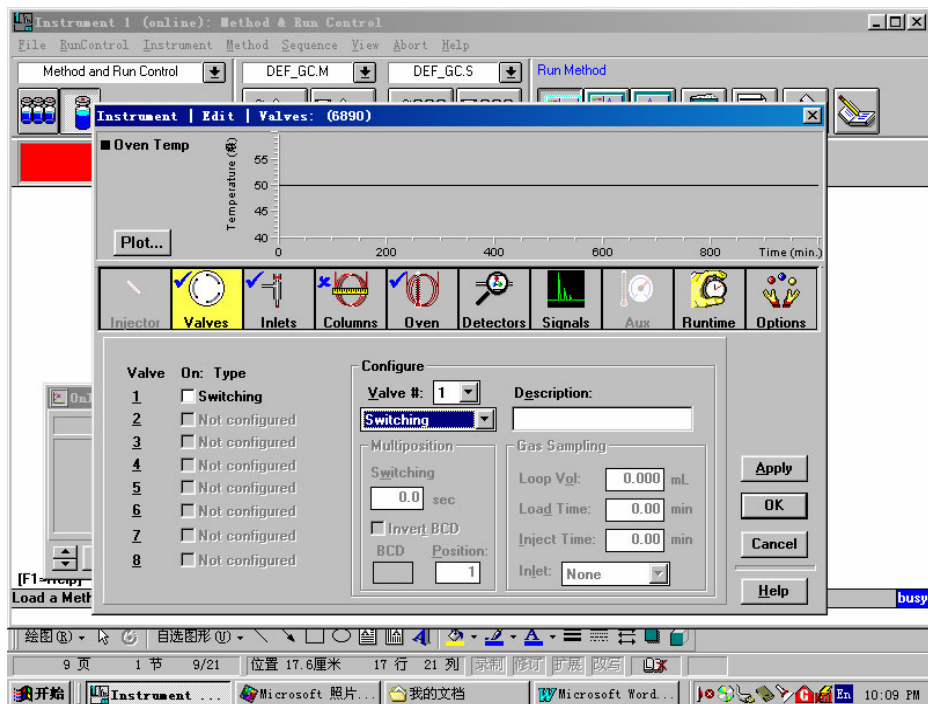


*** 若进样塔由前进样口改为后进样口,操作步骤:

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

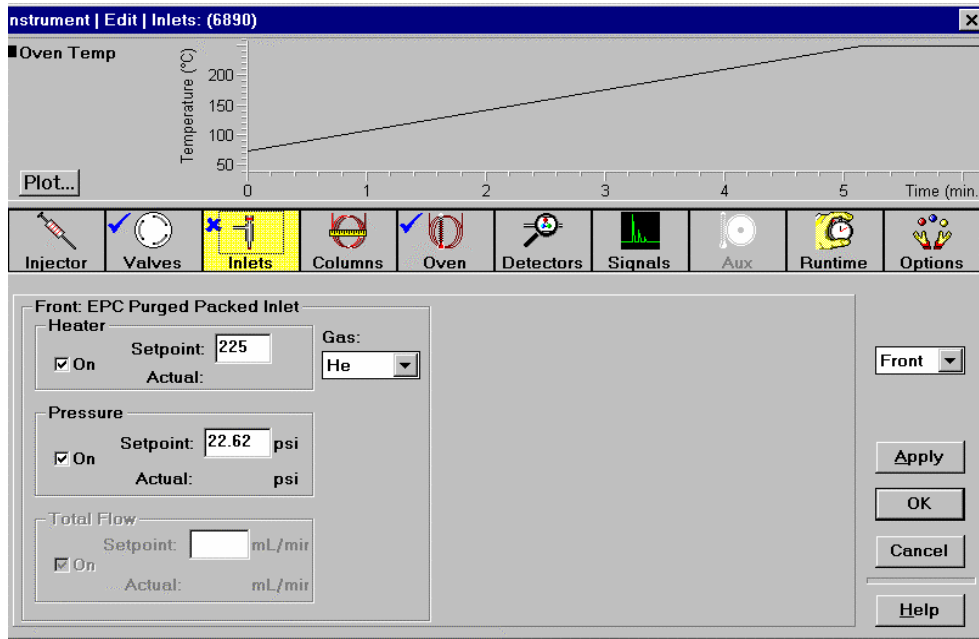
6、阀参数设定:

- 单击“valve”图标，进入阀编辑画面。
- 若阀由于气体进样，在 Configure 下选择“Switching”，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)。



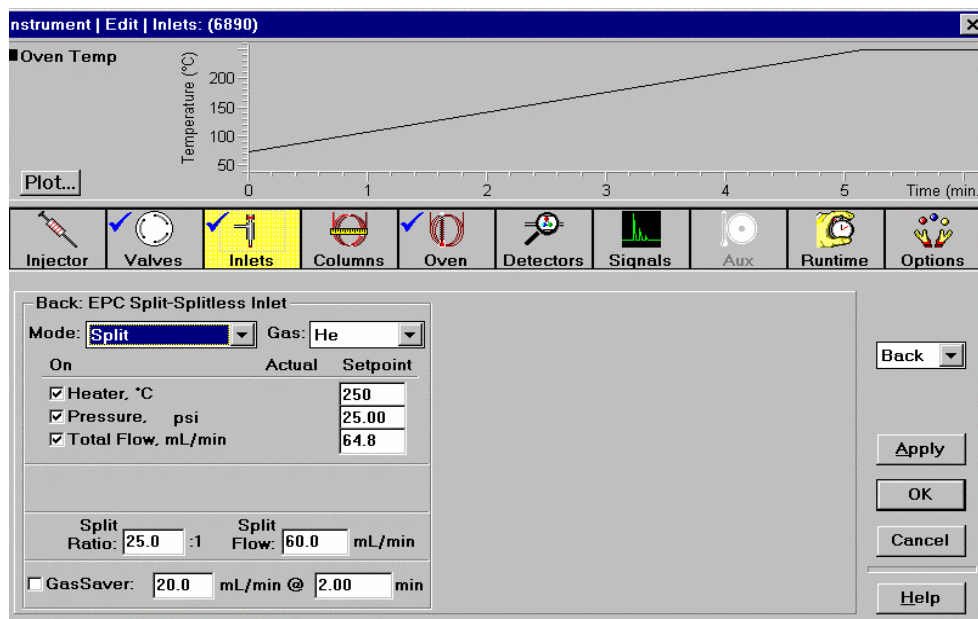
7、填充柱进样口参数设定:

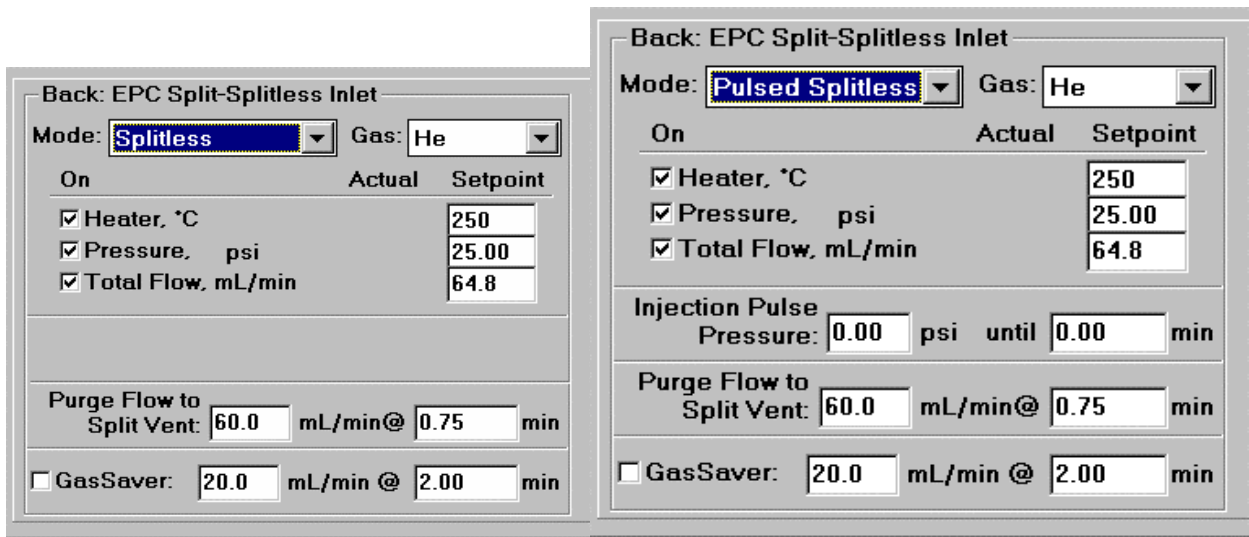
- 单击“**Inlets**”图标，进入进样口设定画面。单击“**Apply**”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项(Front 或 Back);
- 单击“**Gas**”下方的下拉式箭头，选择合适的载气类型 (如 N2);
- 在 **Setpoint** 下方的空白框内输入进样口的温度，进样口的压力 (如 200℃, 10psi)，然后点击 **On** 前面的方框，如图所示，点击“**Apply**”钮。



8、分流不分流进样口参数设定:

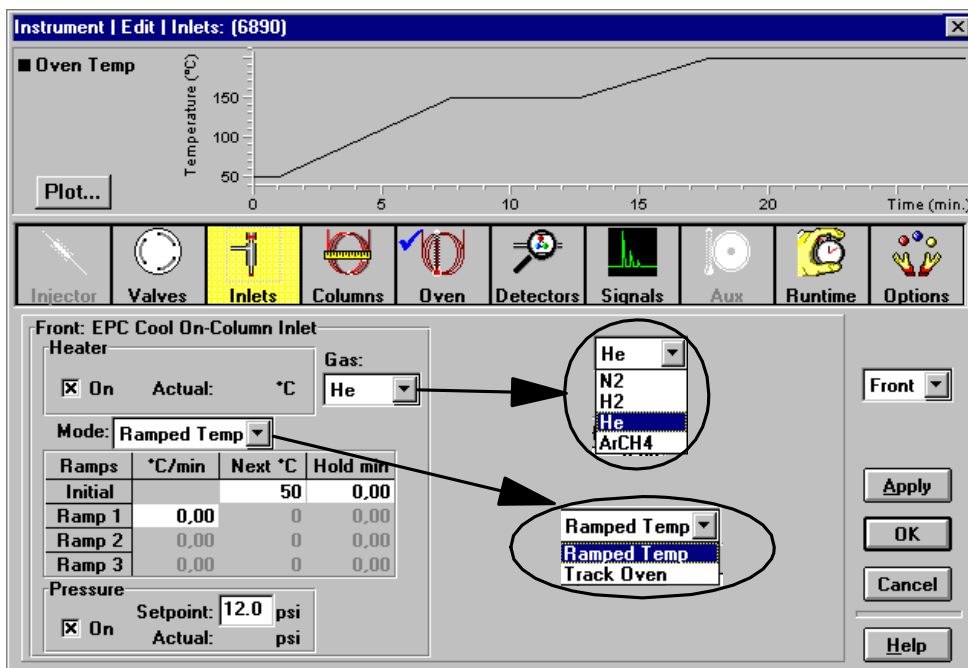
- 单击 “Inlets”图标, 进入进样口设定画面。单击 “Apply” 上方的下拉式箭头, 选中进样口的位置选项(Front 或 Back);
- 单击 “Gas” 下方的下拉式箭头, 选择合适的载气类型 (如 N2);
- 单击 “Mode” 下方的下拉式箭头,选择合适的进样方式(如不分流方式 Splitless,分流方式 Split), 在 “Set point “ 下方的空白框内输入进样口的温度, 进样口的压力 (如 200°C, 15psi), 然后点击 On 下方的所有方框;
- 在 “Split Vent” 右边的空白框内输入吹扫流量 (如 0.75min 后 60ml/min);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





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），然后单击 On 旁边的方框；如图所示，单击 “Apply” 钮。



10、PTV 进样口参数设定:

- 单击 “Inlets” 图标, 进入进样口设定画面。单击 “Apply” 上方的下拉式箭头, 选中进样口的位置选项(Front 或 Back);
- 单击 “Gas” 下方的下拉式箭头, 选择合适的载气类型 (如 N2);
- 单击 “Mode” 下方的下拉式箭头, 选择合适的进样方式(如不分流方式 Splitless, 分流方式 Split);
- 在 “Setpoint” 下方的空白框内输入进样口的温度, 进样口的压力 (如 200°C, 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

Front: EPC HP PTV Inlet

Mode: Split Gas: He

On	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater, °C	45	40
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure, psi	11.0	11.0
<input checked="" type="checkbox"/> Total Flow, mL/min	70.0	70.0

Ramps	°C/min	Next °C	Hold min
Initial		40	0.00
Ramp 1	0.00	0	0.00
Ramp 2	0.00	0	0.00
Ramp 3	0.00	0	0.00

Split Ratio: 50.0 :1 Split Flow: 66.0 mL/min

GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min

Solvent Vent

Front: EPC HP PTV Inlet

Mode: Solvent Vent Gas: He

On	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater, °C	46	40
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure, psi	11.0	11.0
<input checked="" type="checkbox"/> Total Flow, mL/min	70.0	70.0

Ramps	°C/min	Next °C	Hold min
Initial		40	0.00
Ramp 1	0.00	0	0.00
Ramp 2	0.00	0	0.00
Ramp 3	0.00	0	0.00

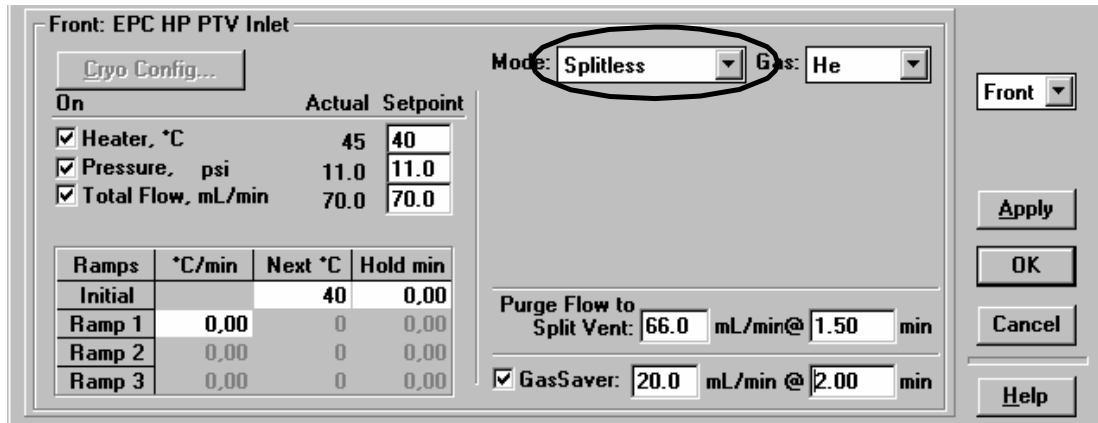
Estimated Total Injection Time: 0.00 min

Vent Flow: 30.0 mL/min
Vent Pressure: 5.0 psi until 1.00 min

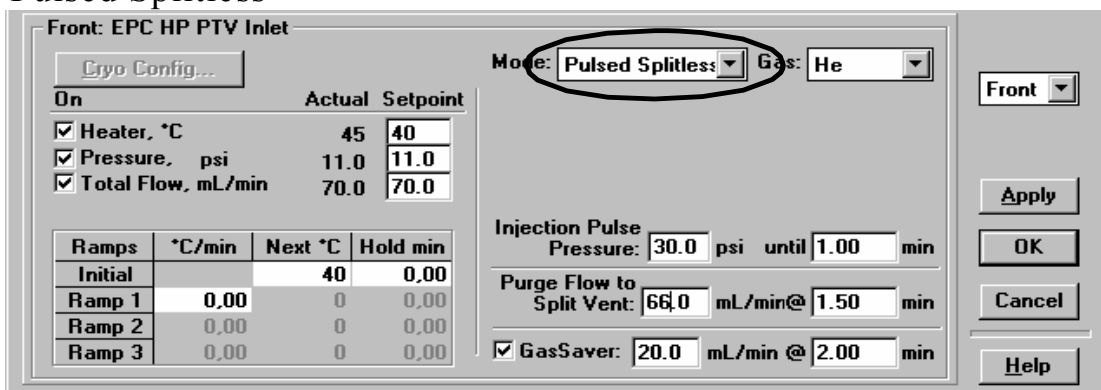
Purge Flow to Split Vent: 66.0 mL/min @ 1.50 min

GasSaver: 20.0 mL/min @ 2.00 min

Splitless

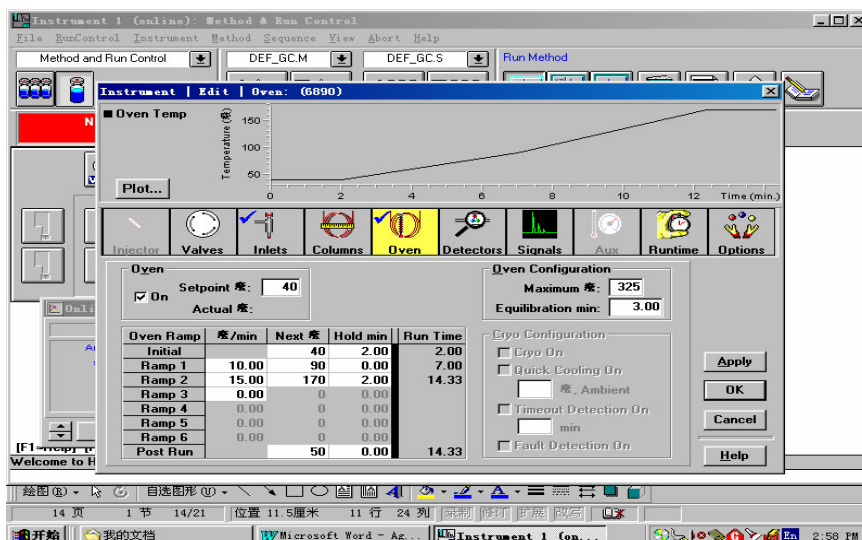


Pulsed Splitless



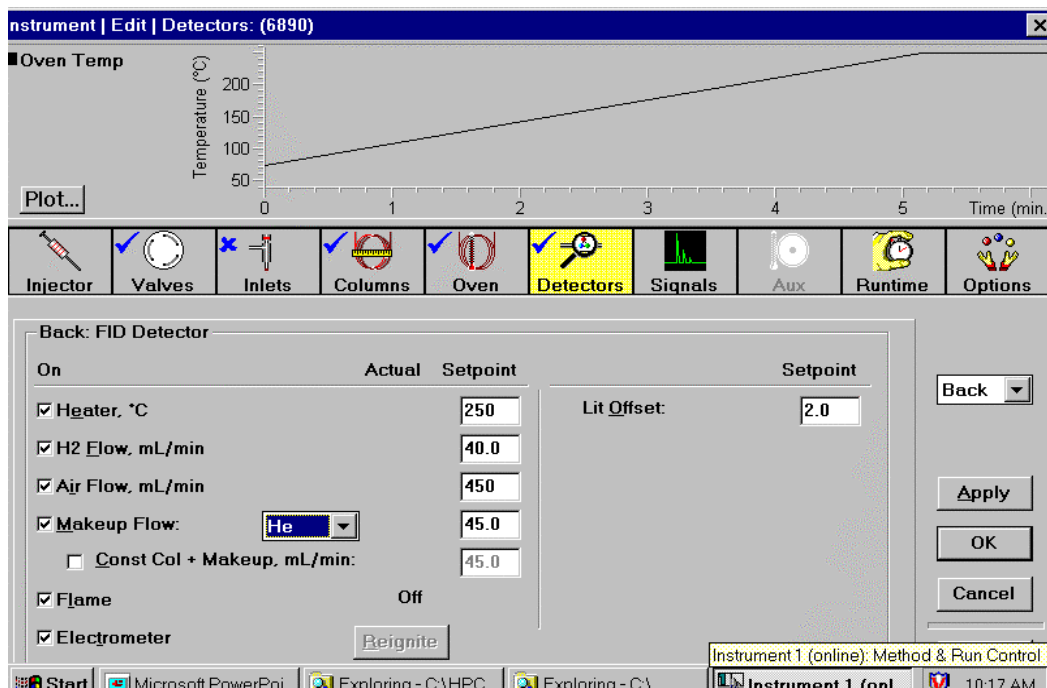
11、柱温箱温度参数设定:

- 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°C），点击“On”左边的方框；Ramp---升温阶次；°C /min—升温速率；Hold min—在 Next °C保持的时间；也可输入柱子的最大耐高温、平衡时间（如 325°C，3min）；
- 下图为一程序升温的例子，点击“Apply”钮。
40°C(2min)----10°C/min----90°C(0min)----15°C/min---170°C(2min)



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 °C); 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。

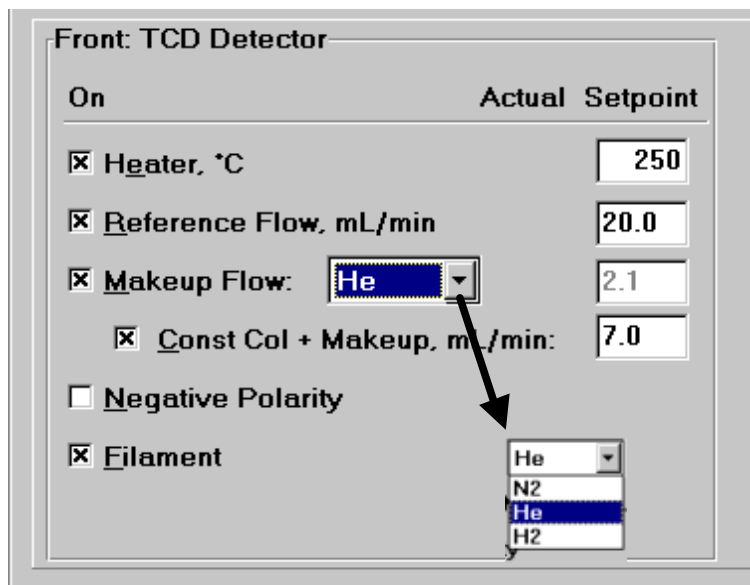


13、TCD 检测器参数设定:

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),

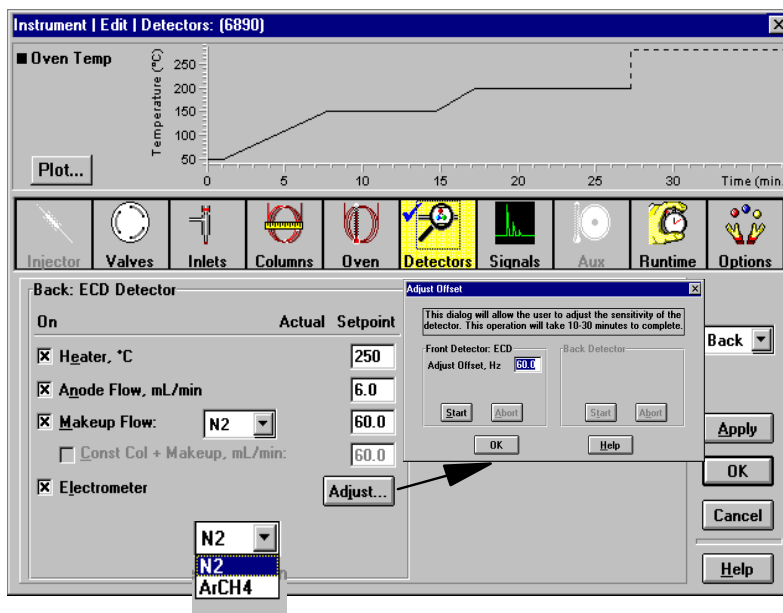
在“Set point”下方的空白框内输入: 检测器温度(如 300°C); 辅助气为 40ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值(如 40ml/min)当程序升温时, 柱流量变化, 仪器会相应调整辅助气的流量, 使到达检测器的总流量不变), 并选择辅助气体的类型(如 N2), 选中该参数。

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



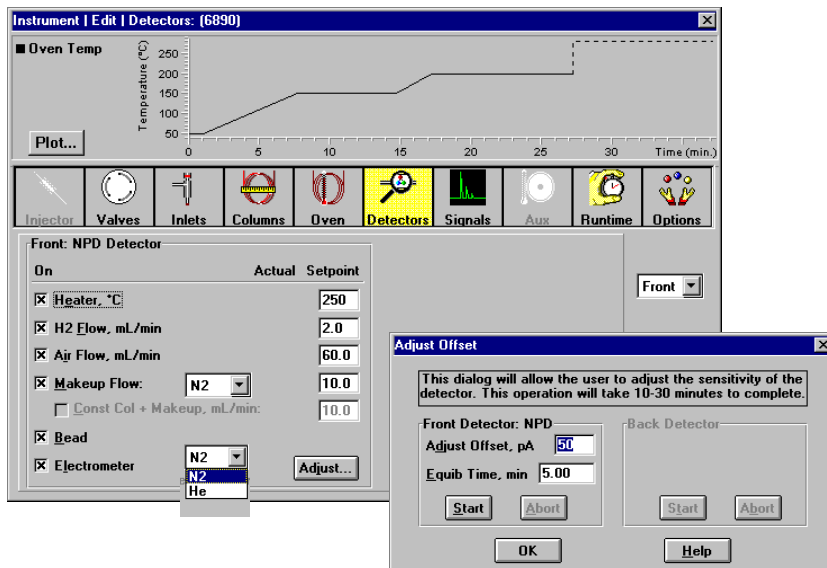
14、ECD 检测器参数设定:

- 单击“Detector”图标，进行检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项(Front 或 Back),
- 在“Set point”下方的空白框内输入：检测器温度（如 300℃）；辅助气为 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。



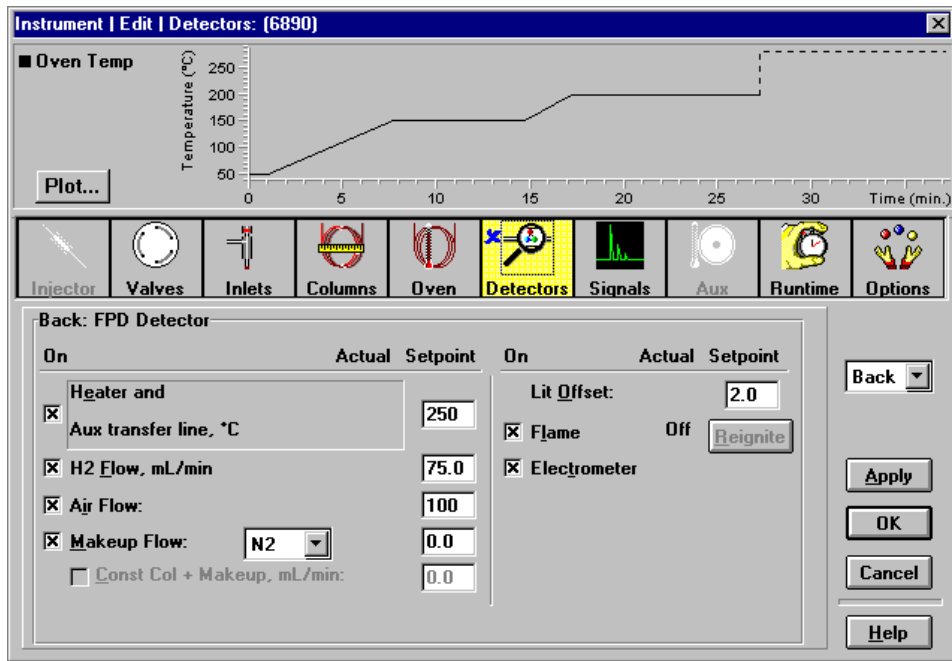
15、NPD 检测器参数设定:

- 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;
- 单击“Bead”及“Electrometer”左边的空白框; 单击“Adjust...”按钮, 输入“Adjust Offset”及“Equip Time”(如 30PA, 0min)
- *** 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, 单击 Start。如图所示。编辑完, 单击“Apply”按钮。



16、FPD 检测器参数设定:

- 单击“Detector”图标，进行检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中进样口的位置选项(Front 或 Back),
- 在“Setpoint”下方的空白框内输入: H2—75ml/min; air—100ml/min; 检测器温度(如 250 °C); 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, 单击 Reignite 按钮, 则仪器自动点火, 如图所示。Lit Offset—点火下限值(2.0PA 为缺省值), 若显示信号小于输入值, 仪器将自动点火, 两次点不着, 仪器将发生报警信息, 并关闭 FPD 气体,
- ***注意: 此时必须在主机键盘上开启各气体及检测器;; 编辑完, 单击“Apply”按钮。



*** S, P 滤光片的更换步骤:

A: 关闭检测器及相应的气体。

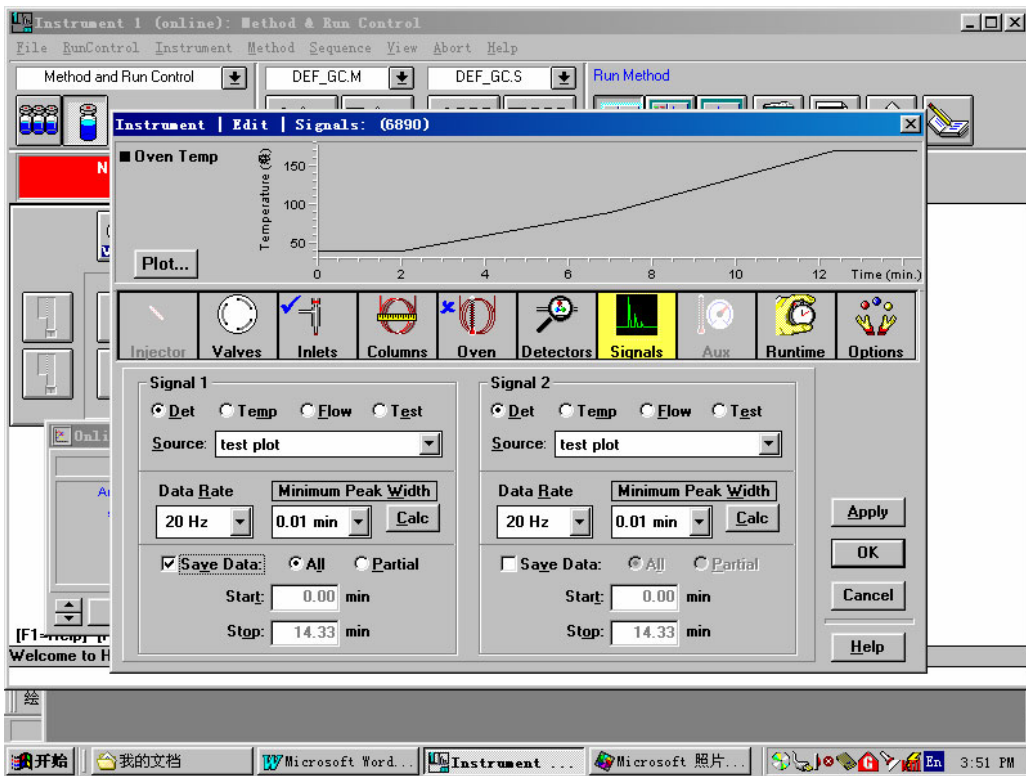
B: 关 GC 电源。

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

D: 开 GC 电源。

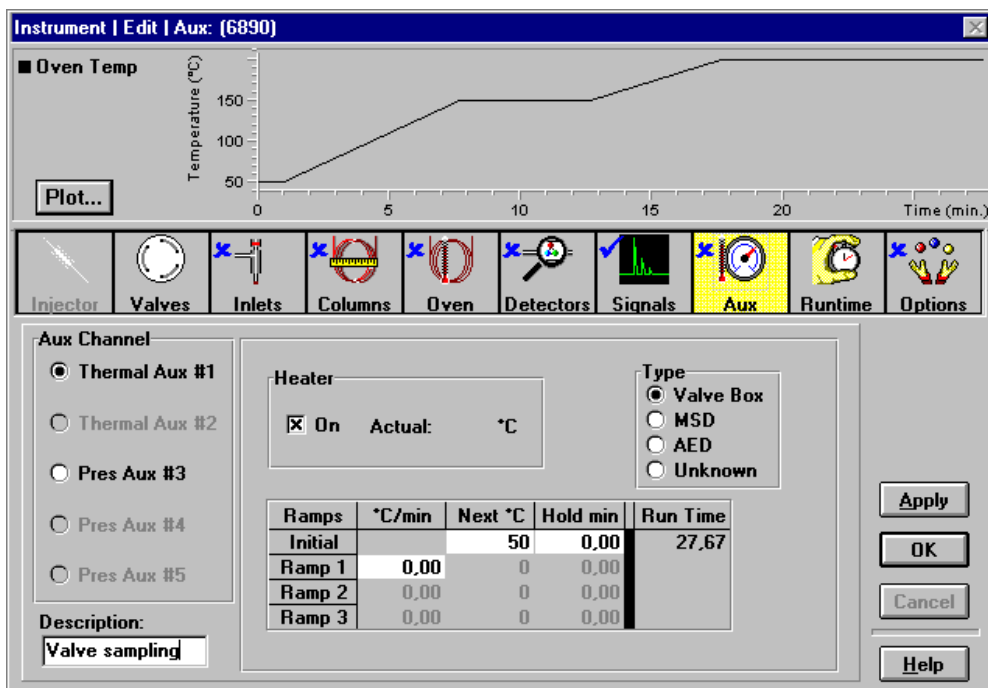
17、信号参数设定:

- 点击 “**Signals**” 图标, 进入信号参数设定画面。
- 在 Signal 1 或 Signal 2 处选择 Det, 在 “Source” 处选 Front Detector (如果 Front Detector 是所用检测器);
- 选择 **Save Data**, 并选择 **All---**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。



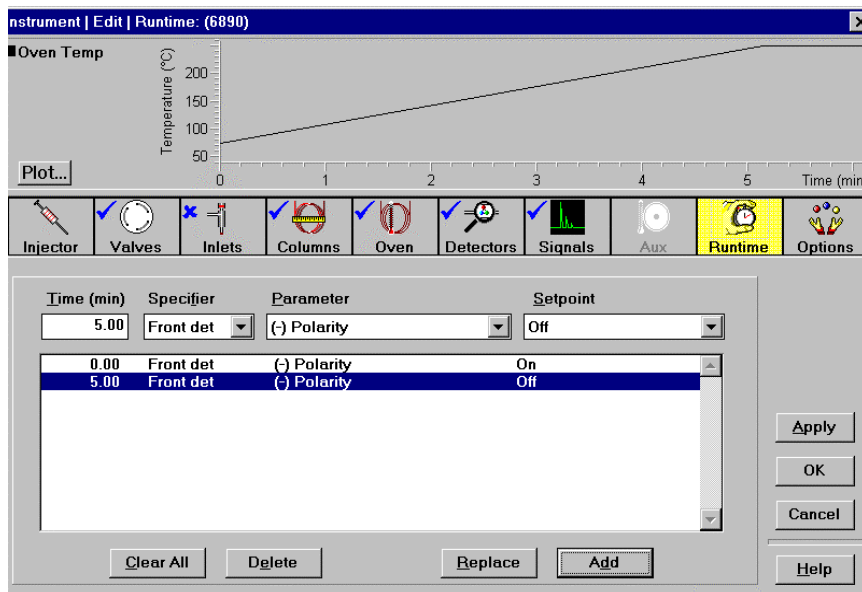
18、AUX 参数设定:

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

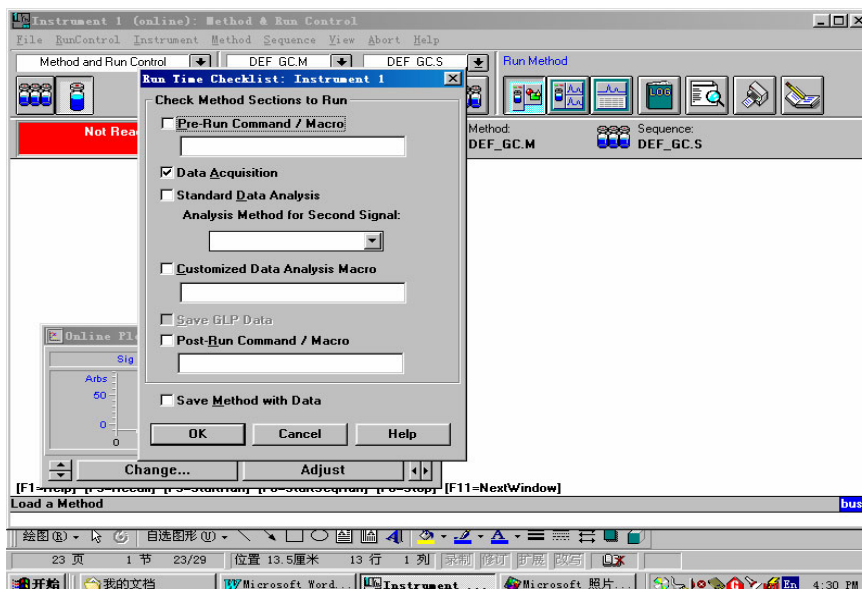


19、时间表设定:

- 点击 “Time Table” 图标，进入时间表参数设定。
- 在 “Time” 下方的空白处输入时间（如 0.01min），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。



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

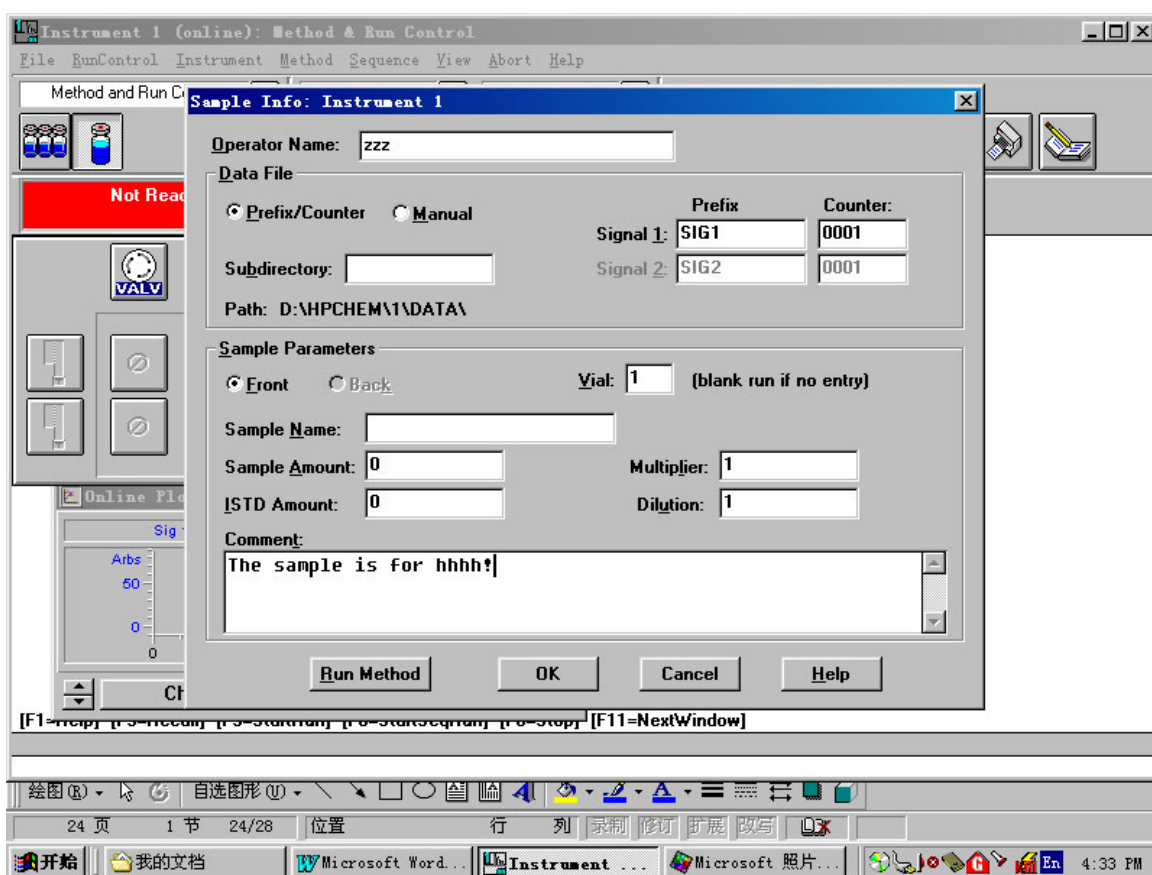


21、单击“**Method**”菜单，选中“**Save Method As...**”，输入一方法名，如“test”，单击OK。

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

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

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



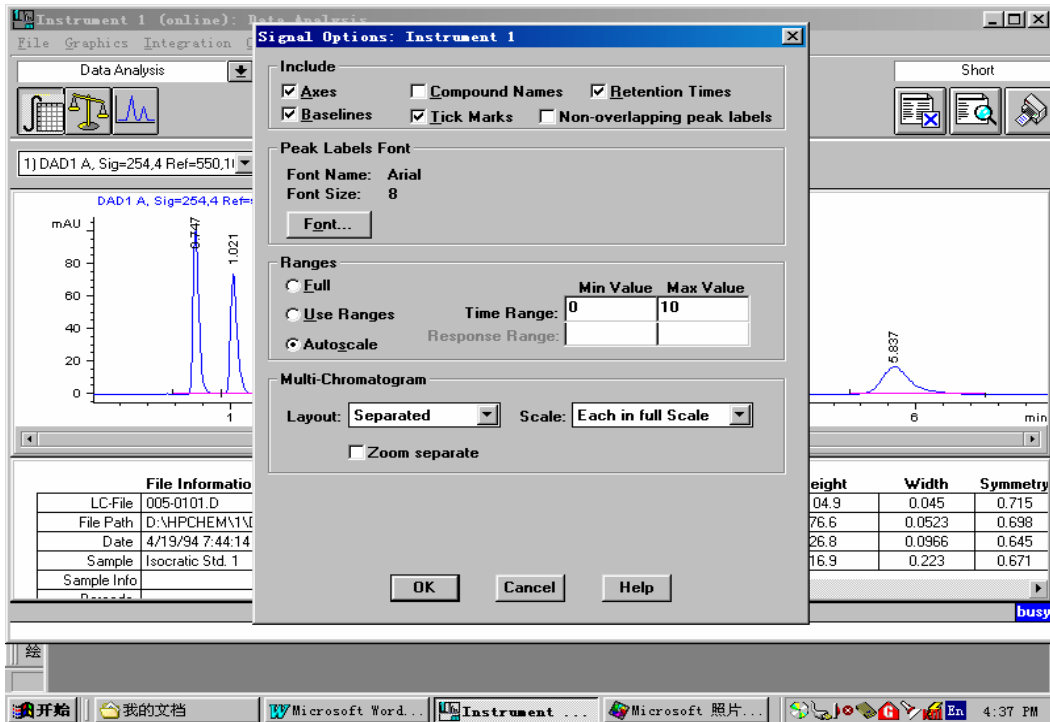
24、单击 Ok，等仪器 Ready，基线平稳，从 **Method** 菜单中选择“**Run Method**”，进样。

(三)、数据分析方法编辑:

- 1、从“View”菜单中，单击“Data analysis”进入数据分析画面。
- 2、从“File”菜单中选择“Load Signal”选项，选中您的数据文件名，单击OK。
- 3、做谱图优化:

从“Graphics”菜单中选择“Signal Options”选项，如下图所示;

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

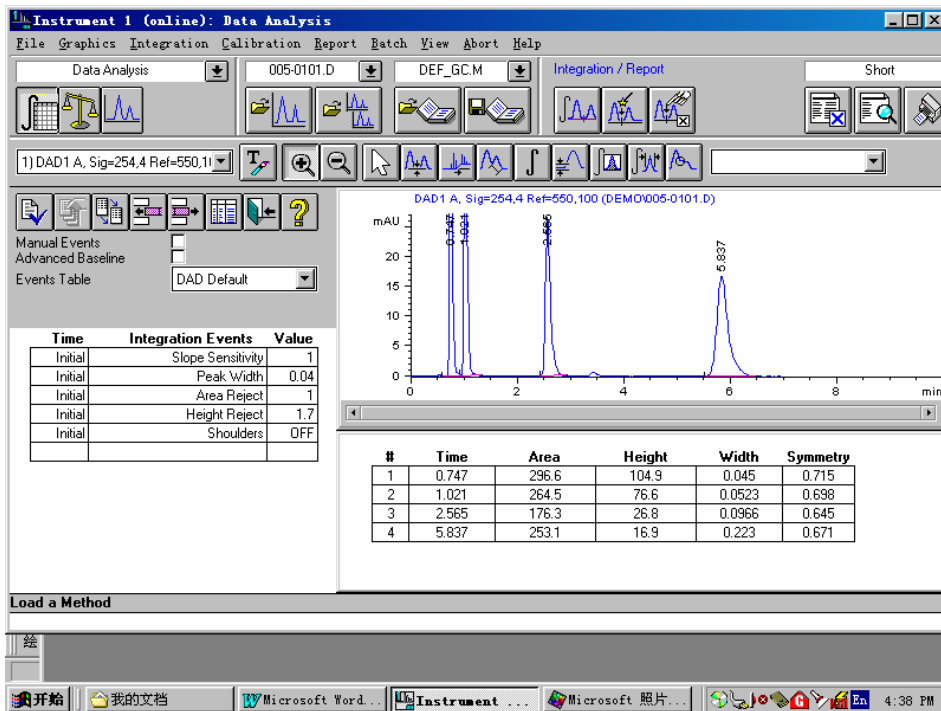


4、积分:

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

(3)、如积分结果不理想，则重复上两步动作，直到满意为止。

(4)、单击左边“√”图标，将积分参数存入方法。

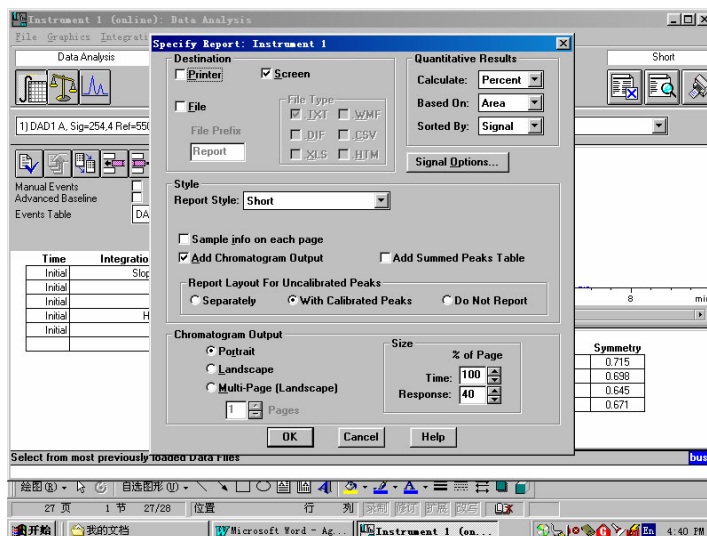


5、打印报告:

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

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

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



(四)、关机:

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

(五)、注意事项:

- 1、柱老化时, 勿将柱端接到检测器上, 防止污染检测器;
- 2、柱老化时, 请在室温下通载气 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。