

Agilent 6820 GC 的简单维护与维修



李风英 王俊丽 王莉

济南卢堡啤酒有限公司 250031

为了控制好啤酒的风味,我们使用了 Agilent 6820 GC 分析啤酒中 18 种风味物质。在使用 GC6820 的过程中,了解了一些关于它的简单维护与维修的知识。

1 隔垫的更换

隔垫将样品流路与外部隔开,起阻挡作用。进样针插入时,能保持系统内压,防止泄露,避免外部空气渗入污染。隔垫一般由耐高温、气密性好的硅橡胶制成。在柱流量或分流流量下降、柱效下降时需更换隔垫。

1) 关闭载气流量,将柱头压降低至零,松开并取下隔垫的固定螺帽,取下丢弃旧隔垫。细管色谱柱 DB-WAXETR 125-7332 两端约 0.5 米以便与进样口和检测器相连接,要避免把色谱柱弯曲。

2) 用旧针针头反复扎入新的隔垫 5183-4759 (安捷伦货号,下同)几次,把新的隔垫放在进样口座的顶端,确保进样口顶端和固定螺帽里面的密封面是干净的(除去任何颗粒物质)。

3) 把隔垫固定螺帽放回原处,用手拧紧,C 形环应该在螺帽上部约 1mm 处,小心不要把螺帽拧得太紧,用进样针试一下,松紧适度即可。

2 毛细管色谱柱的安装

检查气体钢瓶的压力,保证有足够的载气—高纯氮,载气的最低纯度为 99.995。打开载气,松开色谱柱。把色谱柱放进柱箱,带有不锈钢片的一侧在里面,将柱子挂在挂架上,先装进样口端,将螺帽套入,再套上石墨垫 5080-8773,用切割器整齐地切去一小段柱子,将柱子伸进进样口 4 至 6 毫米,拧上螺帽,拧至手有点用力时,再往下拉柱子 1 毫米,再用扳手 WRIGHT1/4 拧紧 90 度即可。接下来安装检测器端,将螺帽套入,再套上石墨垫 5080-8773,用切割器整齐地切去一小段柱子,将柱子伸进检测端 7 厘米,拧上螺帽,拧至手有点用力时,再往下拉柱子 1 毫米,再用扳手 WRIGHT1/4 拧紧 90 度即可。柱子安装完毕,将柱箱门关闭。

收稿日期: 2008-05-09

3 流量的测试

机器在运行之前,测试柱流量是关键。开启氮气钢瓶,打开机器,显示“开机正常”。先测柱流量,关闭空气、氢气和辅助气,依次按“柱箱”“50”“输入”,待柱箱温度升至 50℃后,将适量检漏液 9300-0311 挤入皂沫流量计 0101-0113 的橡皮头内,反复捏几次,容易造泡。将皂沫流量计上的乳胶管套在“分流不分流”出口上,调“总流量”钮,当气泡行至 0 刻度时,立刻按下机器面板上的“输入”键,计时开始,当气泡行至 10 刻度时,再次立刻按下“输入”键,停止计时。面板上的“1/t = ”2.2 左右,记做流量 1。若想再测一次时,先按“清除”键,“1/t = ”恢复至 0 时,再按上述方法测量。接下来,测检测器流量,有专用的插头与仪器的检测器和橡皮管连接,调“柱头压力”钮,将插头插入检测器口,待气泡行至 0 刻度时,立刻按下机器面板上的“输入”键,计时开始,当气泡行至 1 刻度时,再次立刻按下“输入”键,停止计时。面板上的“1/t = ”4.0 左右,记做流量 2。使得分流比(流量 1 × 10 + 流量 2) / 流量 2 = 6 ~ 8。开启辅助气,从检测器口测出的“1/t = ”33 左右,需要时,可用小螺丝刀调节 FID 辅助气旋钮中心处的调节流器。测量完毕后,可以发现对应的仪器前面的表头压力大约为 2.8psi。

4 衬管的清洗

衬管是进样口系统中的中心部分,样品在此汽化并被带人气相中。对不分流进样的应用或当必须分析稍有极性的化合物时,应当使用去活性的衬管。时间久了,衬管 5062-3587 内会留有脏物,需要清洗。如果不定期更换衬管或未使用正确的衬管,将出现下列问题:峰形变差、溶质歧视、重现性差、样品分解、出现鬼峰等。

1) 取出衬管。将机器上方中间的活动盖掀起,用螺丝刀 720-T20 卸下活动盖左侧的 3 个螺丝,取下左侧盖子,用扳手将黑色螺帽松开,一同取下黑色螺帽上方的部件,露出进样口处的衬管,小心地取出衬管。





康迪日用化工有限公司
Kondy Chemical Co., Ltd.
地址: 广东省广州市天河区
电话: 020-3178860, 3178861
http://www.kondy.cn E-mail: kondy97@163.com



康迪, 消毒专家

总机: 0533-3178860, 3164147 传真: 3178861
http://www.kondy.cn E-mail: kondy97@163.com

康迪日用化工有限公司



2008.08
技术交流

· 52 ·

2) 清洗衬管。在清洗之前,先记好衬管内脱活玻璃毛的位置与量的多少。用带钩子的竹针,将脱活玻璃毛掏出,用 10 毫升量筒倒入衬管内洗液,过一段时间,依次用自来水蒸馏水冲洗干净,再用丙酮冲一遍,吹干或晾干即可。

3) 装入衬管。将适量的脱活玻璃毛放入衬管的固定位置,在衬管的外上方套上 O 行圈 5180-4182 小心地放入进样口,衬管的上方管口与进样口处的外部件齐平。将黑色螺帽拧上,不要用力过大,以防压碎衬管。

5 色谱柱的老化

新的色谱柱需经老化后才能使用。开机后,注册样品,打开左面的“样品”窗口,打开“编辑”菜单,进入“样品注册”,填写“样品名”,选择方法“新老化程序 04-11-1”填写相应的内标量,点击下面的“样品注册”,样品注册完毕。待仪器面板上方显示窗口出现“准备进样”后,立刻按下面板上“开始”键,样品运行。运行过程中,看有没有峰出现。一个样品运行完毕,重新注册后,再运行下一个样品,直到没有杂峰出现。一根新的色谱柱一般老化 5 次左右。

6 萃取头的老化

新买的萃取头 SUPELCO57304(此处不是安捷伦货号)需老化后才能使用。开机后,注册样品,打开左面的“样品”窗口,打开“编辑”菜单,进入“样品注册”,填写“样品名”,选择方法“萃取头老化程序”填写相应的内标量,点击下面的“样品注册”,样品注册完毕。待仪器面板上方显示窗口出现“准备进样”后,便可将萃取头插入 GC 进样口,立刻按下面板上“开始”键,样品运行。运行完毕,将萃取头取下。运行过程中,看有没有峰出现。一个样品运行完毕,重新注册后,再运行下一个样品,直到没有杂峰出现。一个新的萃取头一般老化 3 至 5 次。

7 注意氮气钢瓶、空气钢瓶的用量,还剩一个小格(0.2MPa)时,及时更换

注意氢气发生器中 10% 氢氧化钾的量,当低于下限时,及时补充。氢气发生器中,一级过滤和二级过滤管中的密封圈要及时更换,否则漏气。

以上是我们在日常工作中总结出的几点浅显的认识。希望在以后工作中,对气相色谱方面有更加深刻的了解。总之,在使用 Agilent 6820 GC 的过程中,要时刻注意机器的运行状况,发现问题,及早解决。

(上接第 50 页)

4 分光光度计波长误差的调整

一般的光分光光度计都存在着一一定的波长误差,误差较小时,只需调整波长刻度盘的位置,即可让误差缩小到合格的范围内。当波长误差较大时,可用以下方法调整:首先检查仪器波长误差的情况,选两块干燥滤光片,一块波长在 360 ~ 500nm 以内;一块波长在 600 ~ 700nm 以内。例如:选 438.0nm 和 680.0nm 各一块,先将 438nm 滤光片放入仪器,将仪器波长从 430nm 向高端慢慢调整,记下透射比大时的波长值 $\lambda_{低}$,再将 680nm 滤光片放入仪器,将仪器波长从 680nm 向高端慢慢调整,记下透射比大时的波长值 $\lambda_{高}$,然后根据误差情况按以下方法进行调整:

1) 波长低端是负误差,高端是正误差的调整:

经过以上粗查,仪器在低端波长值 $\lambda_{低}$ 为 432.0nm,即:

$$\Delta\lambda_{低} = 432.0nm - 438.0nm = -6nm$$

仪器在低端波长值 $\lambda_{低}$ 为 690.0nm,即:

$$\Delta\lambda_{高} = 690.0nm - 680.0nm = 10nm$$

将波长调到 680.0nm 处,打开仪器商埠盖板,

松开波长盘上的三个固定螺丝,再将刻度盘由 680.0nm 轻轻向高波长移动 $|\Delta\lambda_{高}|/2 = 5nm$,即移动到 685.0nm 处。注意波长盘不能动,只是移动波长刻度盘的位置。然后上紧三个螺丝,再将波长调到 680.0nm 处,放 680.0nm 滤光片于仪器内,找合适的盖板将仪器暗室盖好,调仪器左边的波长校准螺丝,使仪器透射比最大,再换上 438.0nm 滤光片,检查仪器波长的误差情况,若仪器此时在低端还是负误差,再用上述方法继续调整,若仪器此时是正误差,就按下述方法调整。

2) 波长低端是正误差,高端是负误差的调整:

调整方法与方法 1 基本相同,只是将方法 1 中刻度盘由 680.0nm 轻轻向高波长移动 $|\Delta\lambda_{高}|/2$ 改为由 680.0nm 轻轻向低波长移动 $|\Delta\lambda_{高}|/2$,即移动到 675.0nm 处。

用方法 1 或方法 2 将仪器高低端波长误差减小到 1.0nm 左右后,仪器 500 ~ 600nm 间的波长误差将不会很大,然后再按检定方法用三块滤光片检定一遍仪器波长误差。此时,波长误差的调整只需根据三块滤光片检定的误差情况,适当调整波长刻度盘的位置即可。

康迪科技 2008 年第 8 期第 12 期