安捷伦 7890A 型气相色谱仪标准操作程序

1、目的:建立安捷伦 7890A 型气相色谱仪标准操作程序。

2、范围:适用于 Agilent 7890A, FID 检测器及 Chemstation 软件的气相色谱仪。

3、责任者:操作者。

4、程序:

4.1 操作前准备

4.1.1 色谱柱的检查与安装 首先打开柱温箱门看是否是所需用的色谱柱,若不是则旋下 毛细管柱按进样口和检测器的螺母,卸下毛细管柱。取出所需毛细管柱,放上螺母,并在毛 细管柱两端各放一个石墨环,然后将两侧柱端截去1~2mm,进样口一端石墨环和柱末端之 间长度为4~6mm,检测器一端将柱插到底,轻轻回拉1mm左右,然后用手将螺母旋紧, 不需用板手,新柱老化时,将进样口一端接入进样器接口,另一端放空在柱温箱内,检测器 一端封住,新柱在低于最高使用温度20~30℃以下,通过较高流速载气连续老化24小时以 上。

4.1.2 气体流量的调节

4.1.2.1 载气(N2 or He)开启氮气钢瓶高压阀前,首先检查低压阀的调节杆应处于释放状态,打开高压阀,缓缓旋动低压阀的调节杆,调节至约0.6MPa。

4.1.2.2 氢气 打开氢气钢瓶 or 氢气发生器主阀,调节输出压至 0.4MPa。

4.1.2.3 空气 启动的空气压主机,调节输出压至 0.4MPa。

4.1.3 检漏 用检漏液检查柱及管路是否漏气。

4.2 主机操作

4.2.1 接通电源,打开电脑,进入英文 windows NT 主菜单界面。然后开启主机,主机进行自检,自检通过主机屏幕显示 power on successul,进入 Windows 系统后,双击电脑桌面的(Instrument Online)图标,使仪器和工作联接。

4.2.2 编辑新方法

4.2.2.1 从"Method"菜单中选择"Edit Entire Method",根据需要钩选项目,"Method Information"(方法信息),"Instrument/Acquisition"(仪器参数/数据采集条件),"Data Analysis"(数据分析条件),"Run Time Checklist"(运行时间顺序表),确定后单击"OK"。

4.2.2.2 出现"Method Commons"窗口,如有需要输入方法信息(方法用途等),单击 "OK"。

4.2.2.3 进入"Agilent GC Method: Instrument 1"(方法参数设置)。

4.2.2.4 "Inlet"参数设置。输入"Heater"(进样口温度); "Septum Purge Flow"(隔垫吹扫 速度); 拉下"Mode"菜单,选择分流模式或不分流模式或脉冲分

流模式或脉冲不分流模式;如果选择分流或脉冲分流模式,输入"Split Ratio"(分流比)。完成后单击"OK"。

4.2.2.5 "CFT Setting"参数设置。选择"Control Mode"(恒流或恒压模式),如选择恒流模式,在"Value"输入柱流速。完成后单击"OK"。

4.2.2.6 "Oven"参数设置。选择"Oven Temp On"(使用柱温箱温度);输入恒温分析或者程序升温设置参数;如有需要,输入"Equilibration Time"(平衡时间),"Post Run Time"(后运行时间)和"Post Run"(后运行温度)。完成后单击"OK"。

4.2.2.7 "Detector"参数设置。钩选"Heater"(检测器温度), "H2 Flow"(氢气流速), "Air Flow"(空气流速), "Makeup Flow"(尾吹速度 N2), "Flame"(点火)和"Electrometer"(静电计), 并对前四个参数输入分析所要求的量值。完成后单击"OK"。

4.2.2.8 如果在 4.2.2.1 中钩选了"Data Analysis":

4.2.2.8.1 出现"Signal Detail"窗口。接受默认选项,单击"OK"

4.2.2.8.2 出现"Edit Integration Events"(编辑积分事件),根据需要优化积分参数。 完成后单击"OK"。

4.2.2.8.3 出现"Specify Report"(编辑报告),选择"Report Style"(报告类型); "Quantitative Results"(定量分析结果选项)。完成后单击"OK"。

4.2.2.9 如果在 4.2.2.1 中钩选了"Run Time Checklist",出现"Run Time Checklist",至少 钩选"Data Acquisition"(数据采集)。完成后单击"OK"。

4.2.3 方法编辑完成。储存方法:单击"Method"菜单,选中"Save Method As",输入新键方法名称,单击"OK"完成。

4.2.4 单个样品的方法信息编辑及样品运行

4.2.4.1 从"Run Control"菜单中选择"Sample Info"选项,输入操作者名称,在"Data File"-"Subdirectory"(子目录)输入保存文件夹名称,并选择"Manual"或者"Prefix/Counter",并输入相应信息;在"Sample Parameters"中输入样品瓶位置,样品名称等信息。完成后单击"OK"。

注: 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(自动计数)。一般 已保存的方法,只要在工作站中调出即可,不用每次重新设定。

4.2.5 待工作站提示"Ready",且仪器基线平衡稳定后,从"Run Control"菜单中选择"Run Method"选项,开始做样采集数据

4.3 数据处理

双击电脑桌面的(Instrument 1 Offline)图标,进入工作站。

4.3.1 查看数据

4.3.1.1 选择数据。单击"File"-"Load Signal",选择要处理的数据的"File Name",单击 "OK"。

4.3.1.2 选择方法。单击打开图标,选择需要的方法的"File Name",单击"OK"。 4.3.2 积分

4.3.2.1 单击菜单"Integration"-"Auto Integrate"。积分结果不理想,再从菜单中选择 "Integration"-"Integration events"选项,选择合适的"Slope sensitivity","Peak Width, Area Reject", "Height Reject"。

4.3.2.2 从"Integration"菜单中选择"Integrate"选项,则按照要求,数据被重新积分。 4.3.2.3 如积分结果不理想,则重复 4.3.2.1 和 4.3.2.2,直到满意为止。

4.3.3 建立新校正标准曲线

4.3.3.1 调出第一个标样谱图。单击菜单"File"-"Load Signal",选择标样的"File Name",单击"OK"。

4.3.3.2 单击菜单"Calibration"-"New Calibration Table"。

4.3.3.3 弹出"Calibrate"窗口,根据需要输入"Level"(校正级),和"Amount"(含量),或者接受默认选项,单击"OK"。

4.3.3.4 如果 4.3.3.3 中没有输入"Amount"(含量),则在此时(Amt)中输入,并输入 "Compound"(化合物名称)。

4.3.3.5 增加一级校正。单击菜单"File"-"Load Signal",选择另一标样的"File Name",单击"OK"。然后单击菜单"Calibration"-"Add Level"。并重复 4.3.3.4 步骤。

4.3.3.6 若使用多级(点)校正表,重复4.3.3.5步骤。

4.3.3.7 方法储存。单击"Method"菜单,选中"Save Method As",输入新键方法名称,单击"OK"完成。

注: Agilent Chemstation 软件的功能庞大、灵活,这里仅是简单介绍,如有需要垂询仪器负责人。

4.4 关机

4.4.1 仪器在测定完毕后,将检测器熄火,关闭空气、氢气,将炉温降至50℃以下,检测器温度降至100℃以下,关闭进样口、炉温、检测器加热开关,关闭载气。将工作站退出,然后关闭主机,最后将载气钢瓶阀门关闭,切断电源。

4.4.2 做好使用登记。

4.5 系统日常维护保养程序

4.5.1 气相在使用时应当严格按要求操作,注意保养维护。

4.5.2 样品处理:用 0.45um 的滤膜过滤样品,确保样品中不含固体颗粒;进样量尽量小。

4.5.3 色谱柱的维护 在使用新柱前或放置比较久的色谱柱需预先老化以除去柱中残留 的溶剂,选择老化温度时应考虑以下几点:(1)足够高以除去不挥发物质(2)足够低以延 长柱寿命和减小柱流失(3)老化温度越低老化时间应越长(4)按实际工作时的柱温程序重 复升温,以使柱得以较好老化。色谱柱在使用过程中,一般检测完毕柱温应升至比检测温度 高20~30℃以除去柱中残留的溶剂,使用结束或柱子长时间不使用时,应堵上柱子两端以保 护柱子中的固定液不被氧气和其它污染物所污染。

4.5.4 每次使用、维护完毕后,应当详细填写使用记录,包括柱子类型,遇到的问题、维护方法等。对实验中仪器的出错,应当详细填写具体的发生情况以及处理方法。未能处理的,应向他人求征,并对下位使用者提出问题所在。每次使用仪器之前,应当查看使用记录,确定有没有尚未解决的仪器故障。

4.5.5 仪器的移动,安装,更新或升级应当由仪器负责人或供应商完成,操作者不得随 意移动,拆装仪器。

4.5.6 仪器出现故障,请立即告知仪器负责人,由负责人集中处理,解决问题。

4.6 自校及法定校正周期的规定

4.6.1 每年自校一次,如更换或维修相应的配件则应校正相关的项目。

4.6.2 法定校正为每两年进行一次。

5、以下空白。