

Agilent 7890A GC

(For Chemstation B03.01)

现场培训教材

安捷伦科技有限公司

化学分析与生命科学事业部

一、 培训目的:

- 基本了解 7890A 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 7890A GC

- 进样口: 填充柱进样口 (PP); 毛细柱进样口 (S/SL); 冷柱头进样口 (COC); PTV 进样口。
- 检测器: FID; TCD; uECD; NPD; FPD。
- 色谱柱: P/N 19091J-433, HP-5 毛细柱: $30\text{m} \times 320\mu \times 0.25\mu$
- 注射器: 自动液体进样器 (ALS) 用 10 μ l 注射器或手动进样用 10 μ l 注射器。
- 进样体积: 1 μ l。

2、 气体准备:

- FID, NPD, FPD :
高纯 H₂ (99.999%), 干燥无油压缩空气。
- uECD:
高纯 N₂ (99.999%)
- 载气, 高纯 N₂ (99.999%)或高纯 He (99.999%)。

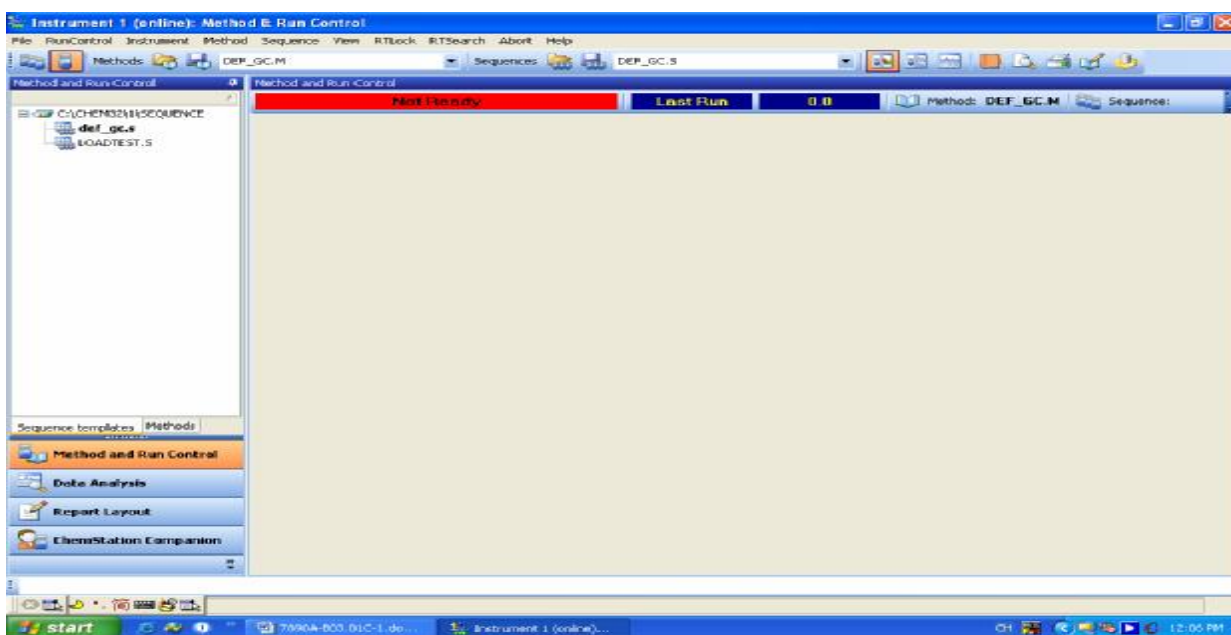


7890A/GC 化学工作站

基本操作步骤:

(一)、开机:

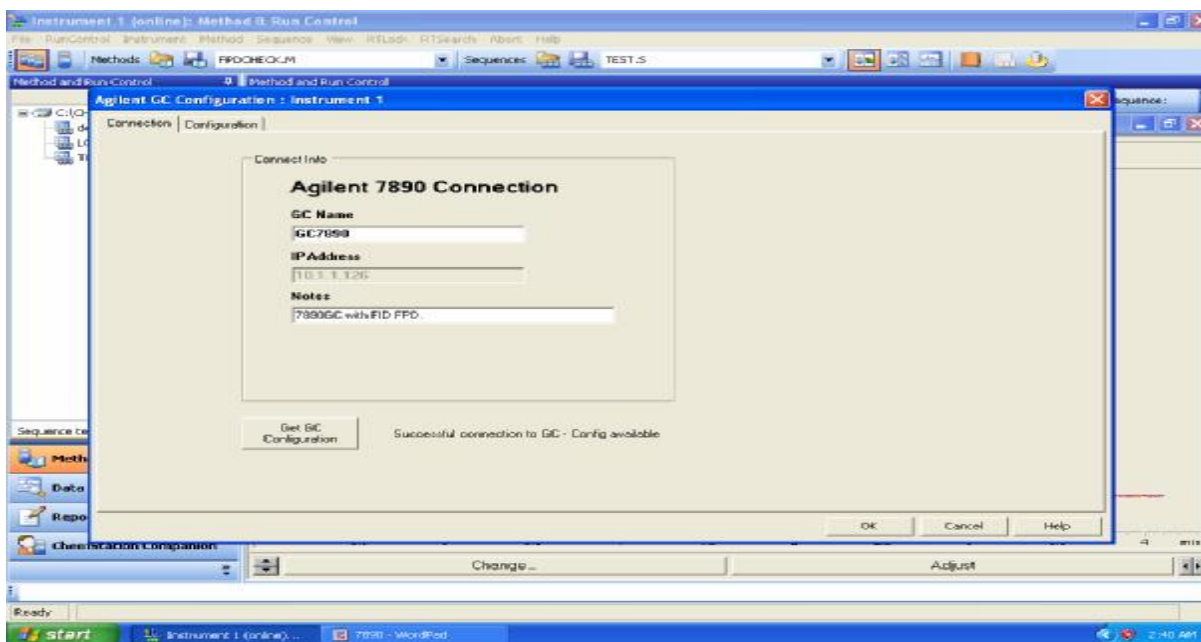
- 1、打开气源（按相应的所需气体）。
- 2、打开计算机，进入英文 Windows XP 画面。
- 3、打开 7890A GC 电源开关。(7890A 的 IP 地址已通过其键盘提前输入进 7890A)
- 4、双击桌面的“**Instrument 1 Online**”图标；（或点击屏幕左下角“**Start**”，选择“**Program**”，选择“**Agilent Chemstation**”，选择“**Instrument 1 Online**”，则化学工作站自动与 7890A 通讯， 进入的工作站界面如下图：（通讯成功后，7890A 的 Remote 灯亮）



- 5、从“**View**”菜单中选择“**Method and run control**”画面，点击“**Chemstation Status**”，使其命令前有“√”标志，点击“**Full menu**”，使之显示为“**Short menu**”来调用所需的界面。

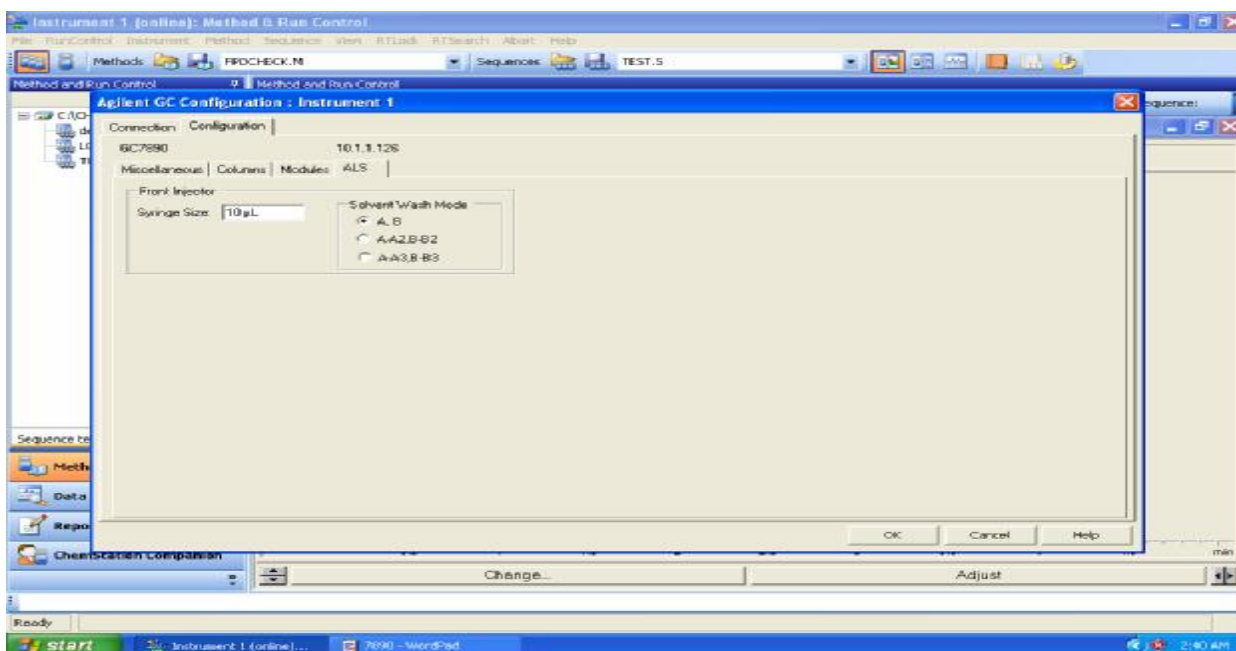
(二) 7890A 配置编辑:

- 1、点击“**Instrument**”菜单,选择“**GC Configuration...**”进入如图所示画面。在“**Connection**”画面下,输入 GC Name: 如“GC 7890”; 可在 Notes 处输入 7890A 的配置, 如“**7890GC with FID FPD**”。点击“**Get GC Configuration**”按钮获取 7890A 的配置。



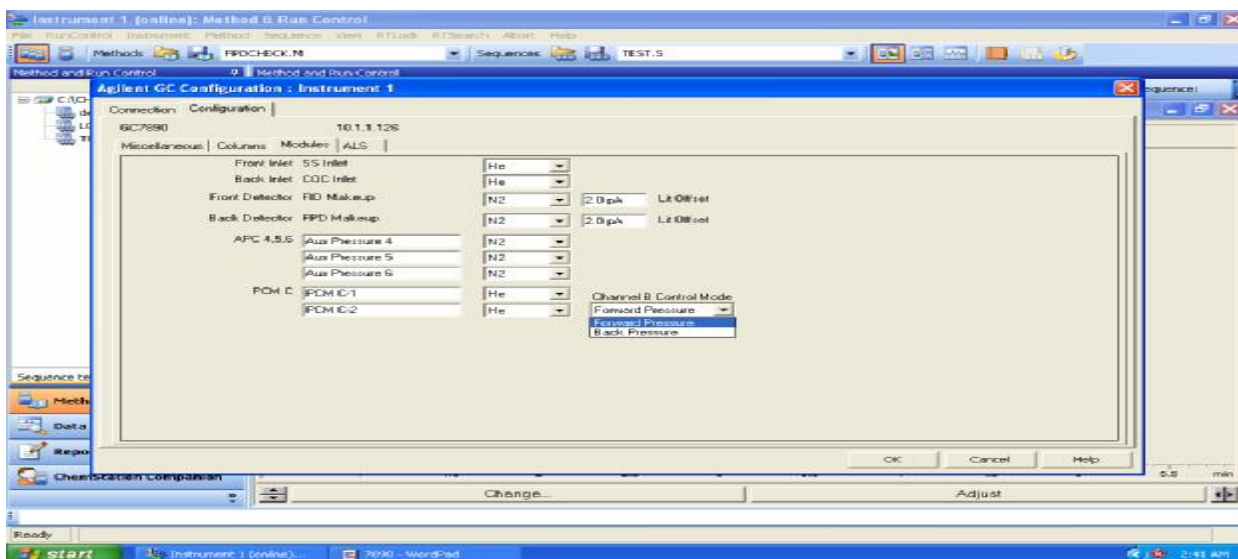
2、ALS 配置设定:

- 点击“**Configuration**”按钮,点击“**ALS**”子按钮进入如下图所示画面, 输入注射器的体积, 如“**10ul**”; 选择溶剂清洗模式: 如 A, B。---若无 ALS,则无此内容。



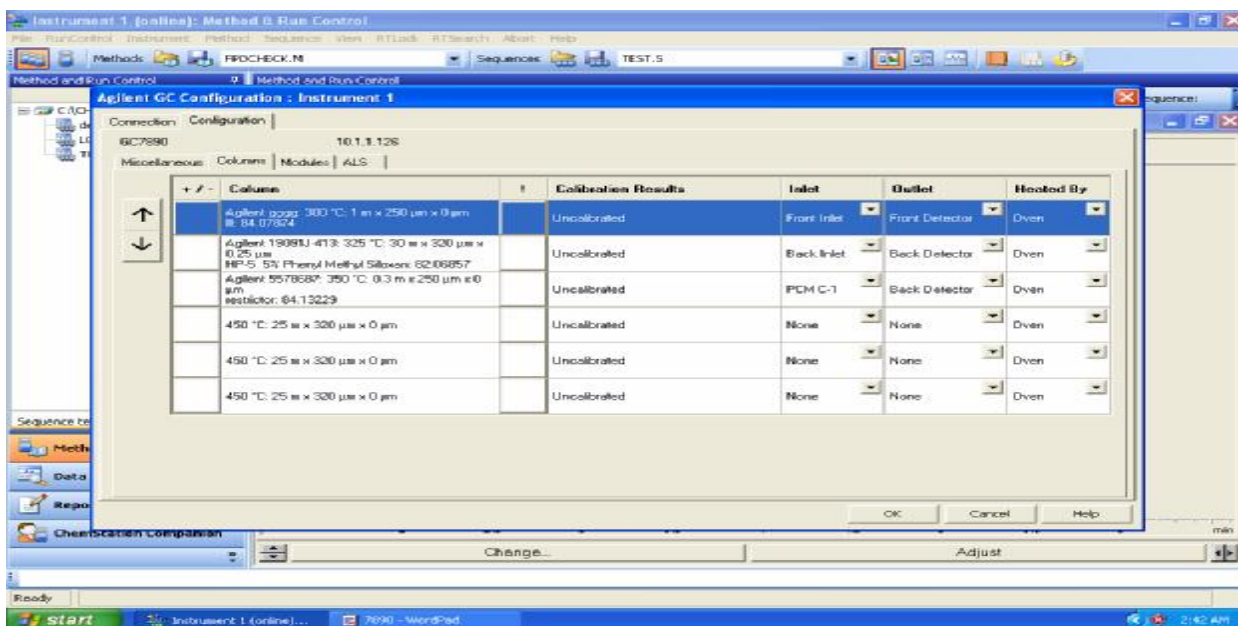
3、模块配置设定:

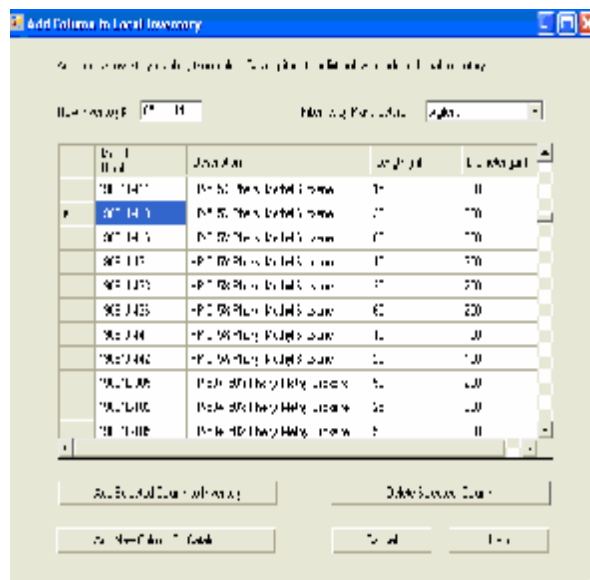
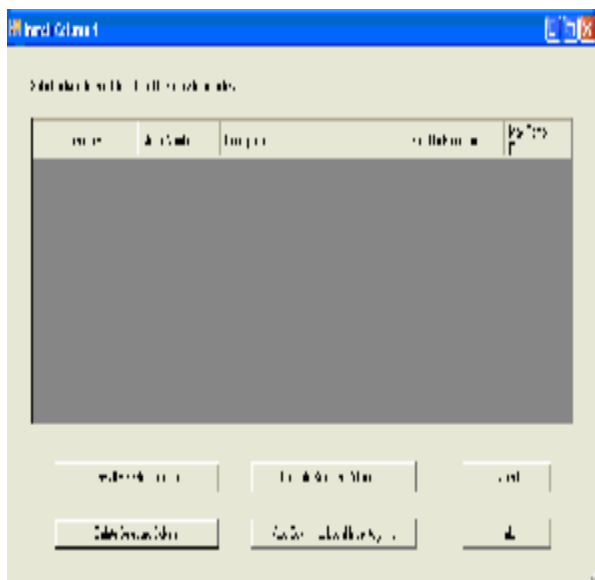
- 点击“**Modules**”按钮进入下图所示画面，点击下拉式箭头，分别选择进样口、检测器、APC、PCM的气体类型。对于FID、FPD要输入点火下限值，如2.0PA；NPD要输入激发电压，如3.8V；PCM要在PCM C-2处选择前压或后压控制，如选择“Forward Pressure”。



4、柱参数设定：

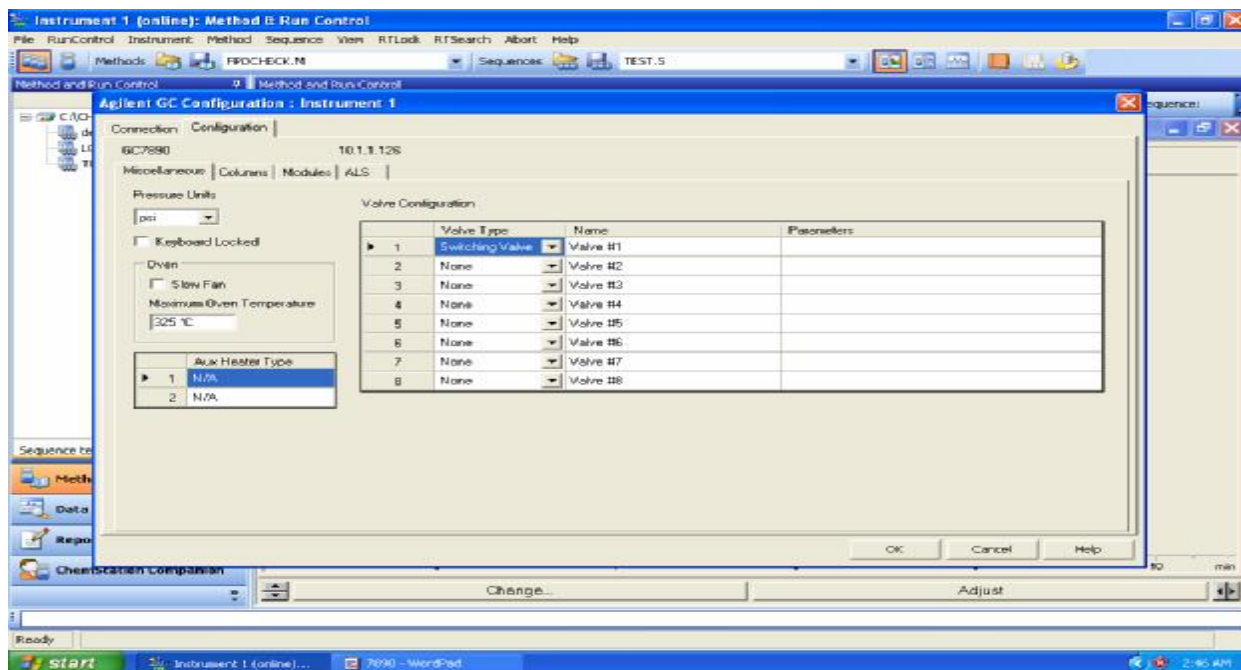
- 点击“**Columns**”按钮，进入柱参数设定画面，在“+/-”下方第一行空白按钮处，双击鼠标，进入“**Install Column 1**”画面，点击“**Add Column to Local Inventory**”按钮进入柱库，从柱子库中选择您安装的柱子，如19091J-413。然后点击“**Add Selected Column to Inventory**”按钮，则该柱被加到Inventory中，并选中它，点击“**Install Selected Column**”。点击该柱对应下拉式箭头选择连接的进样口、检测器及加热类型。如：Front Inlet、Front Detector、Oven。同样方法添加其它柱子。





5、其它项设定

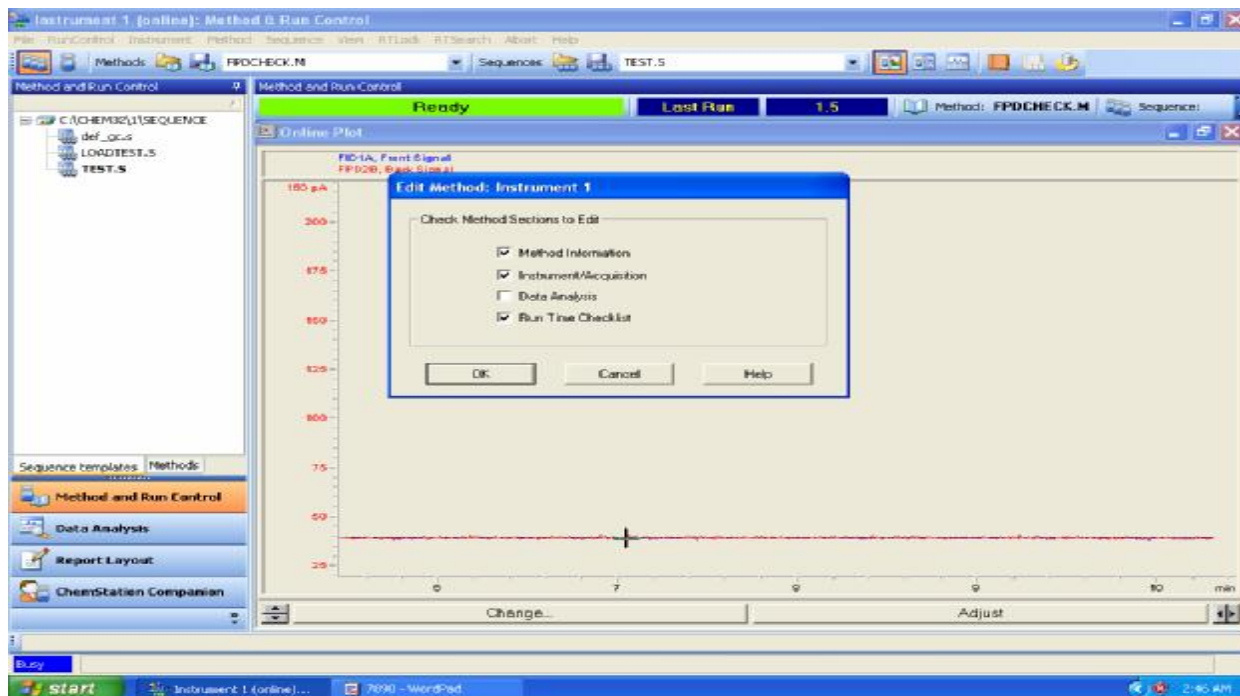
• 点击“Miscellaneous”进入其它项设定，选择压力单位：psi；输入柱子的最大耐高温：如：325℃（19091J-413 柱）。若阀用于进样，在 ValveType 区域选择阀号，并选择类型为“Swiching Valve”，（仪器上有几个阀就选几个，与 Time Table 配合使用进行阀进样）。点击“Ok”退出配置画面。



(三) 数据采集方法编辑:

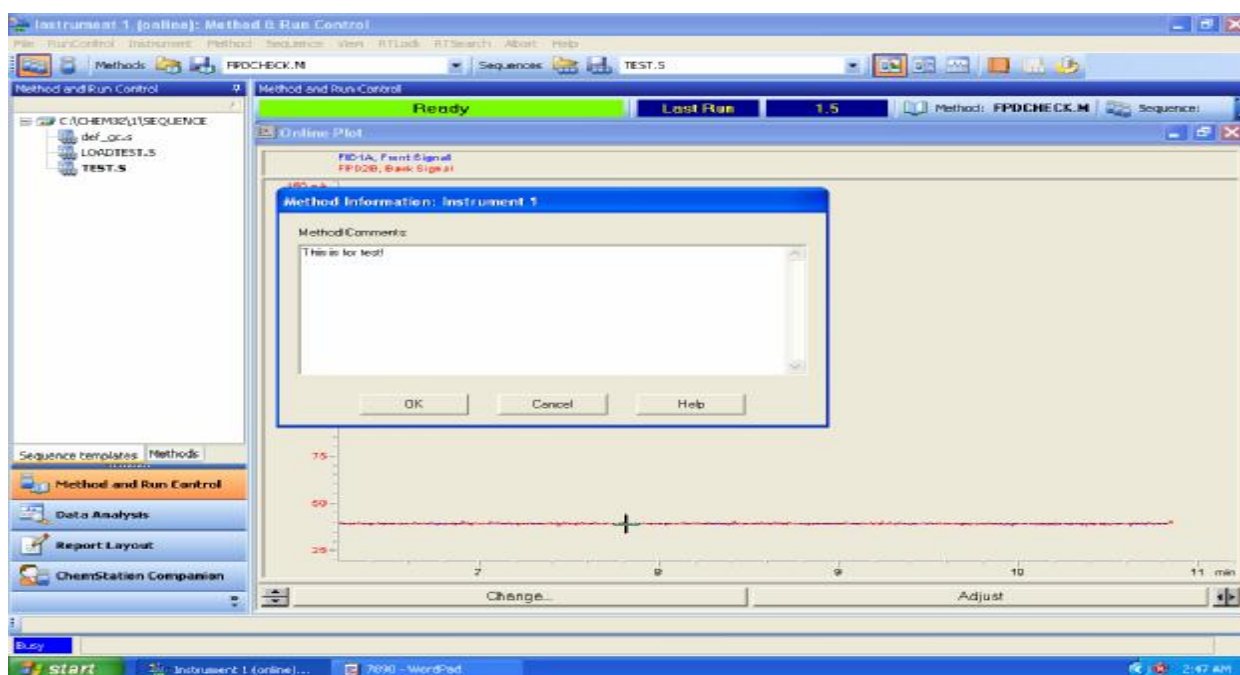
1. 开始编辑完整方法:

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，点击“OK”，进入下一画面。



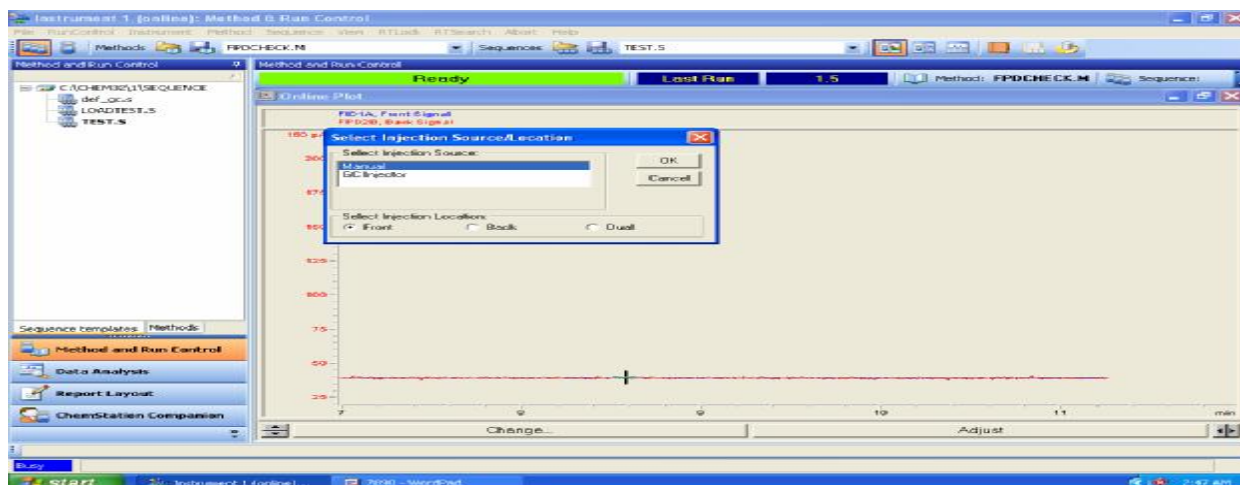
2、方法信息:

在“Method Comments”中输入方法的信息（如，this is for test!），点击“Ok”进入下一画面。



3、进样器设置：

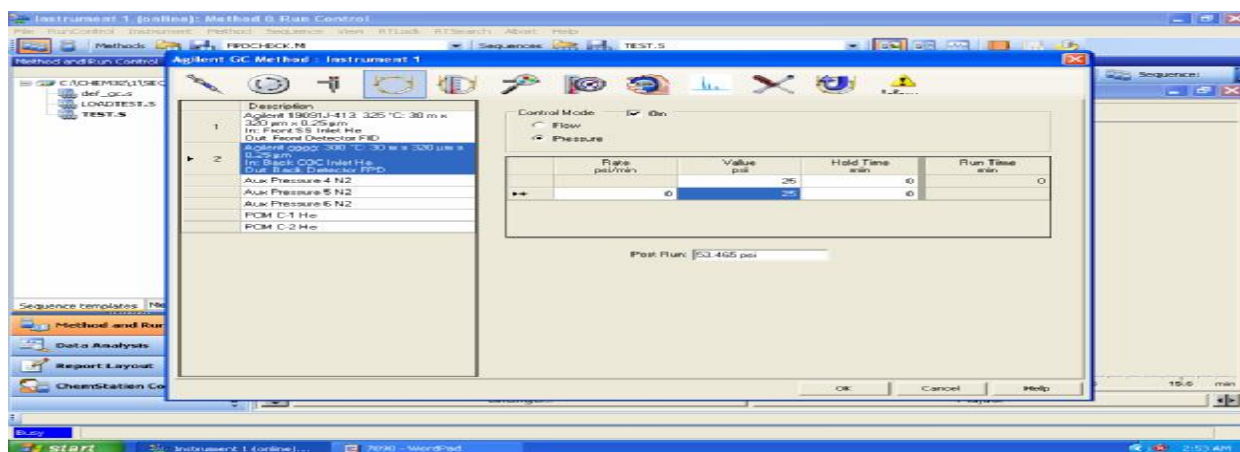
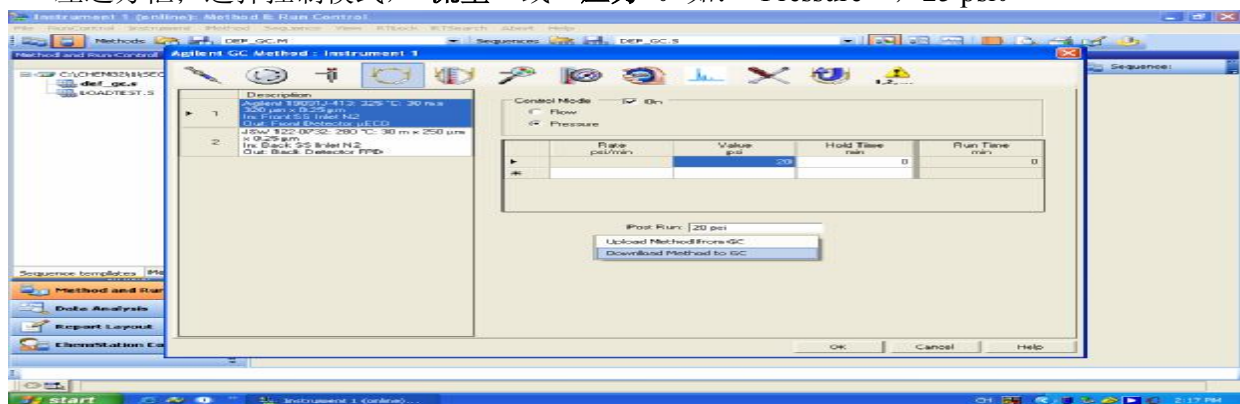
- 如果未使用自动液体进样器 7683B，则在“**Select Injection Source/Location**”画面中选择“**Manual**”，并选择所用的进样口的物理位置(Front 或 Back 或 Dual)。



- 如果使用自动液体进样器，则选择“**GC Injector**”。
- 点击“**Ok**”，进入下一画面。

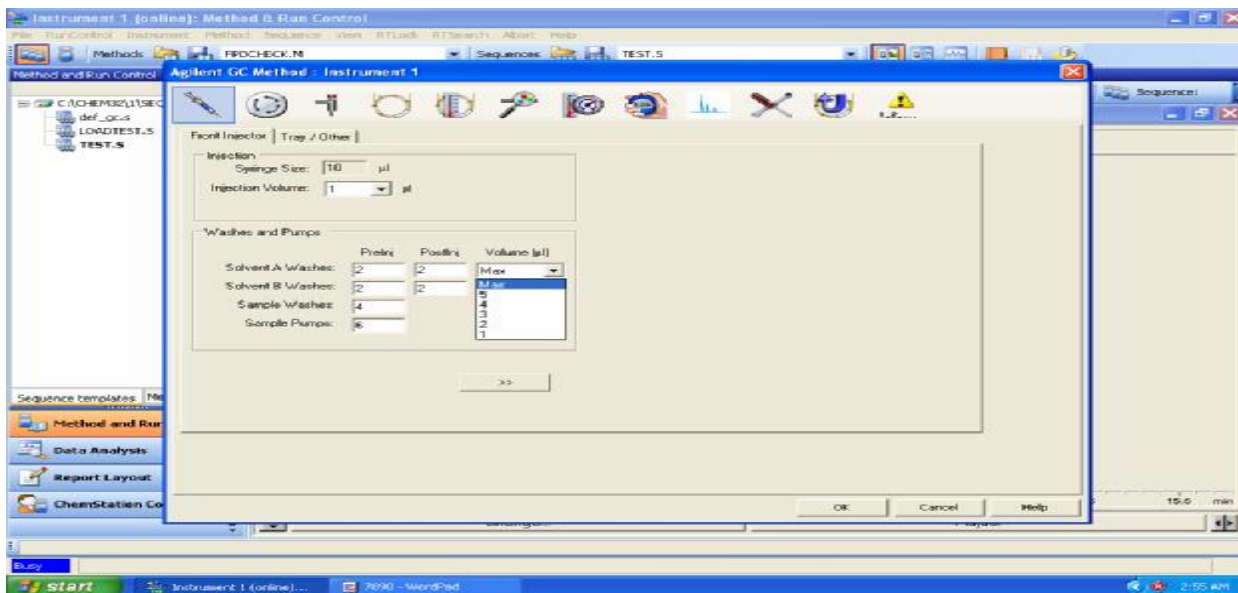
4、柱模式设定：

- 如下图，点击“”图标，进入柱模式设定画面，在画面中，点击鼠标右键，选择“**Download**”，再用同样的方法选择“**Upload**”；点击“**1**”处进行柱1设定，然后选中“**On**”左边方框；选择控制模式，“**流量**”或“**压力**”。如： Pressure ， 25 psi。

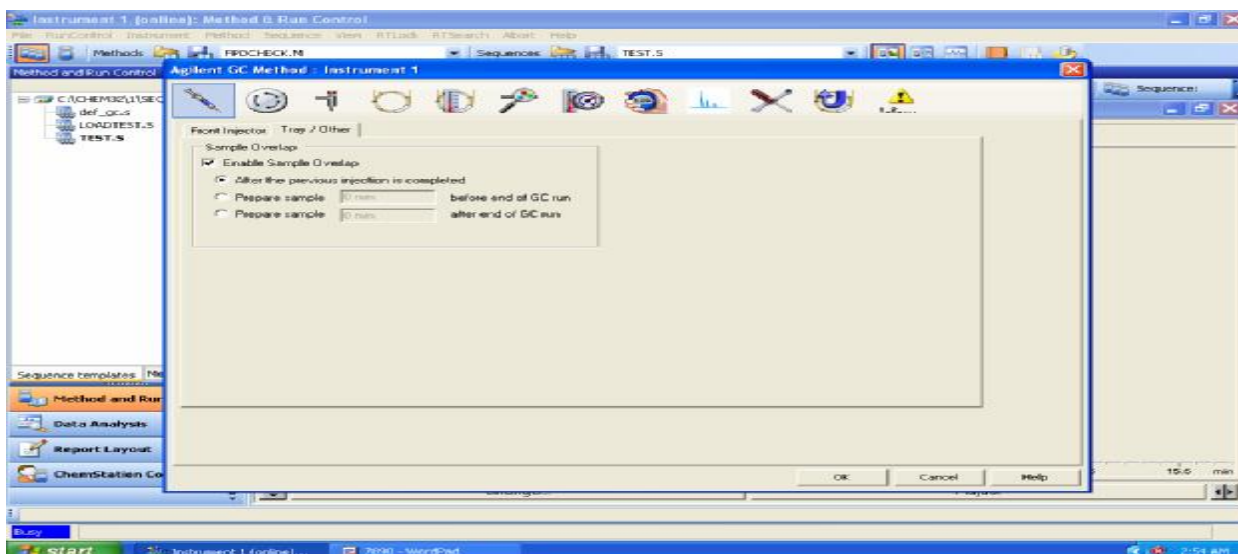


5、进样器参数设定：

- 点击 “” 图标，进入进样器参数设定画面。 点击 “**Front Injector**” 或 “**Back Injector Injector**”按钮，进入参数设定画面。选中进样体积（如 1ul）
- **PreInj**—进样前，**PostInj**-进样后；**Volume (ul)** —清洗的体积 ；**Sample Wash**—用样品洗针次数； **Solvent A Wash**—溶剂 A 洗针的次数；**Solvent B Wash**—溶剂 B 洗针的次数；**Pumps**—赶气泡抽吸的次数，5-6 次左右即可。

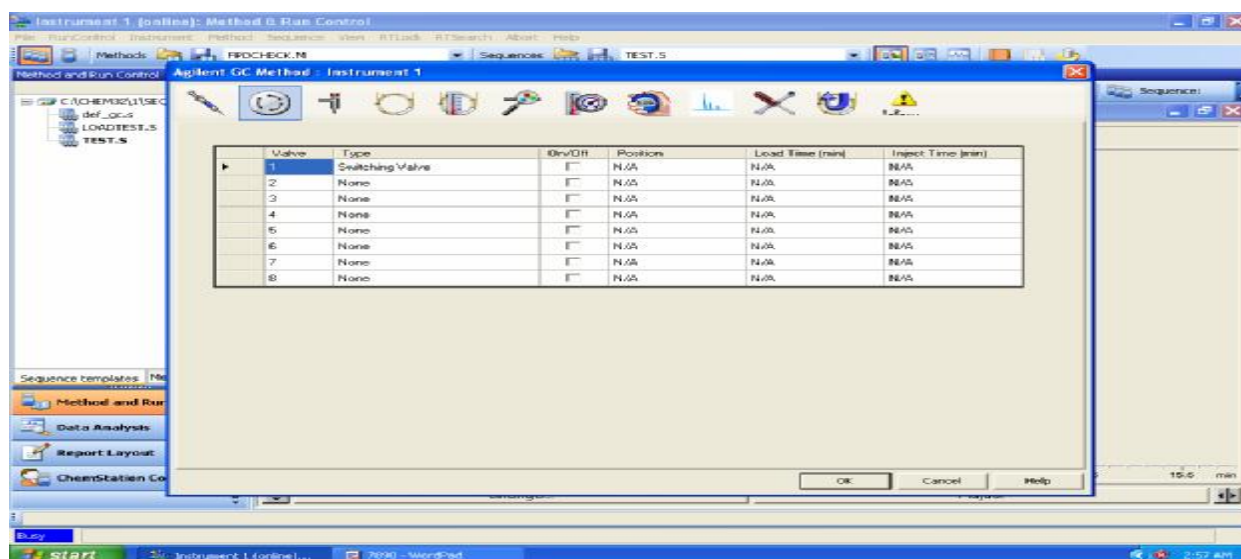


- 点击 “**Tray/Other**” 按钮，进入参数设定画面。可以输入提前抽样的时间，亦可不输。



6、阀参数设定：

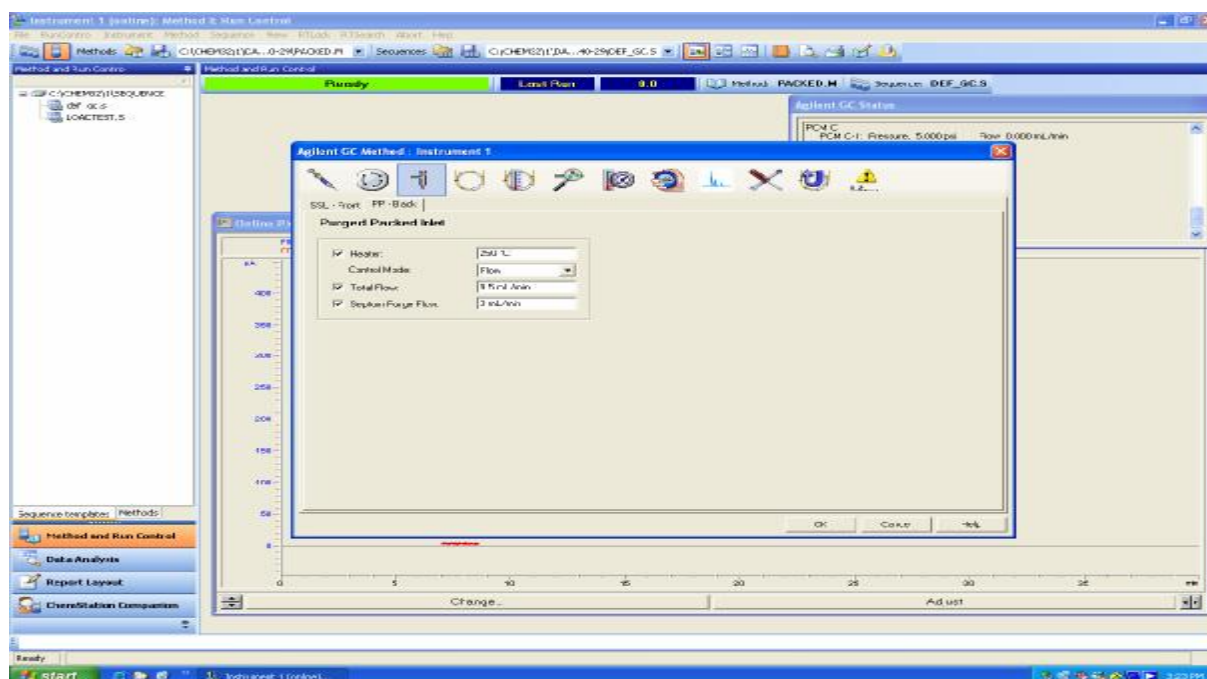
- 点击 “” 图标，进入阀设定画面。



- 若阀用于进样，在 Type 区域选择类型为 “Swiching Valve”， 初始状态： **Off**；。（仪器上有几个阀就选几个，与 Time Table 配合使用进行阀进样）。

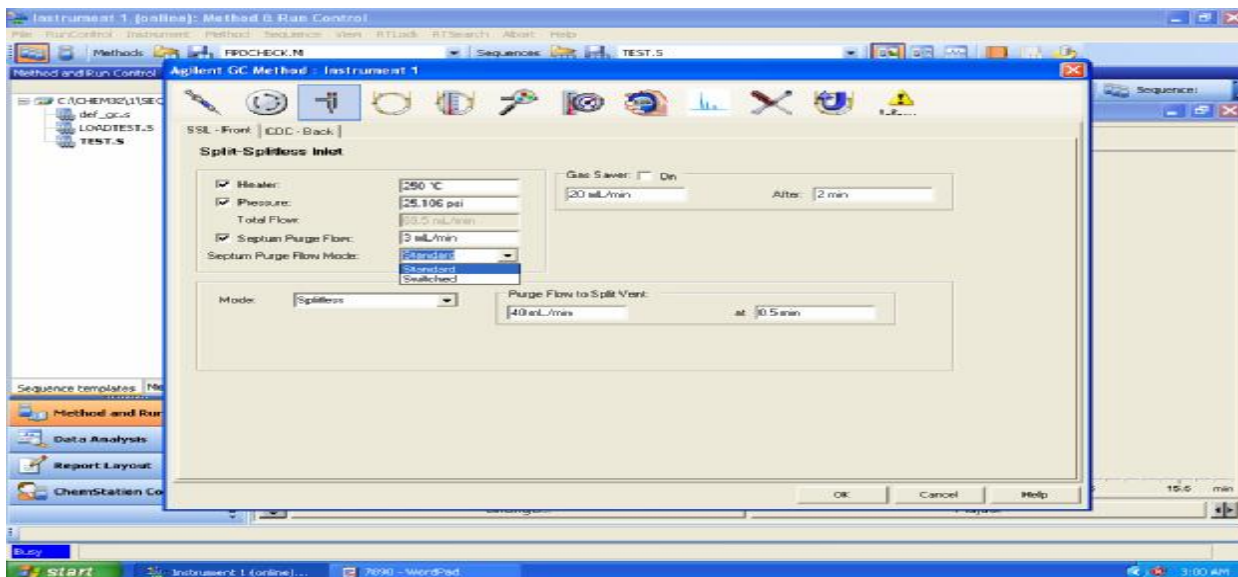
7、填充柱进样口参数设定：

- 点击 “” 图标，进入进样口设定画面。点击 “PP-Front” 或 “PP-Back” 按钮进入填充柱进样口设定画面。
- 在空白框内输入进样口的温度，（如 250℃）；控制模式，如： “Flow”；输入隔垫吹扫流量：如： 3ml/min。然后全部选中左边的方框，如图所示。

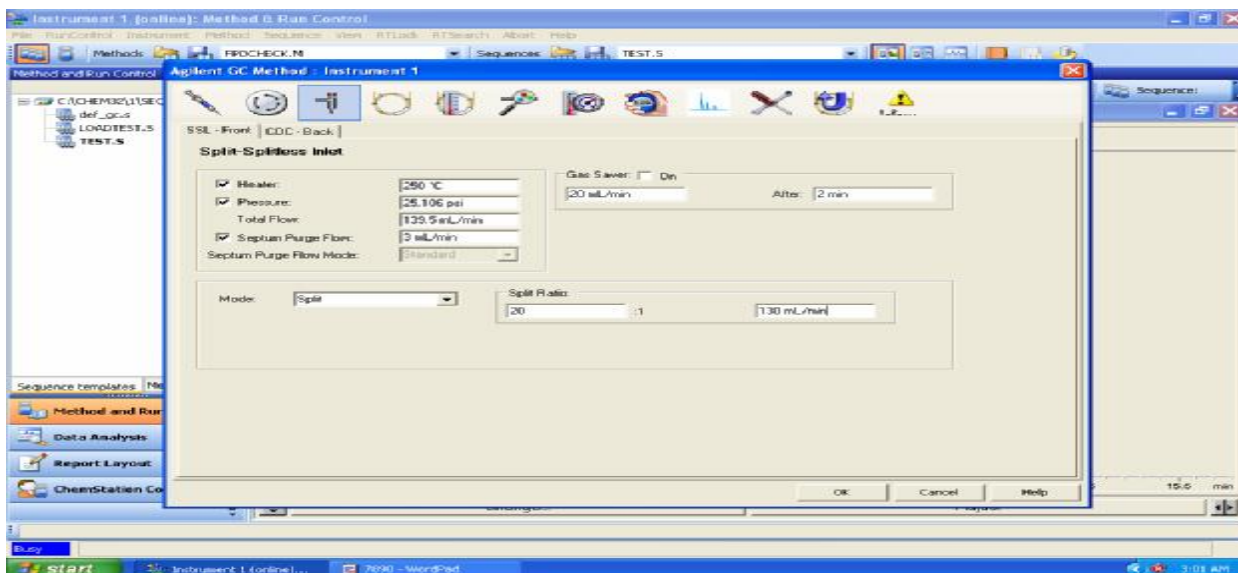


8、分流不分流进样口参数设定：

- 点击“”图标，进入进样口设定画面。点击“SSL-Front”或“SSL-Back”按钮进入毛细柱进样口设定画面。
- 点击“Mode”右方的下拉式箭头,选择进样方式为不分流方式“Splitless”（分流方式 Split）。
- 在空白框内输入进样口的温度，（如 250℃），然后选中左边的所有方框；
- 选择“Septum Purge Flow Mode”为“Standard”，并输入隔垫吹扫流量： 如： 3ml/min。对于特殊应用亦可选择“Switched”，进行关闭。
- 在“Purge Flow to Split Vent”下边的空白框内输入吹扫流量（如 0.5min 后 40ml/min）;如图所示。

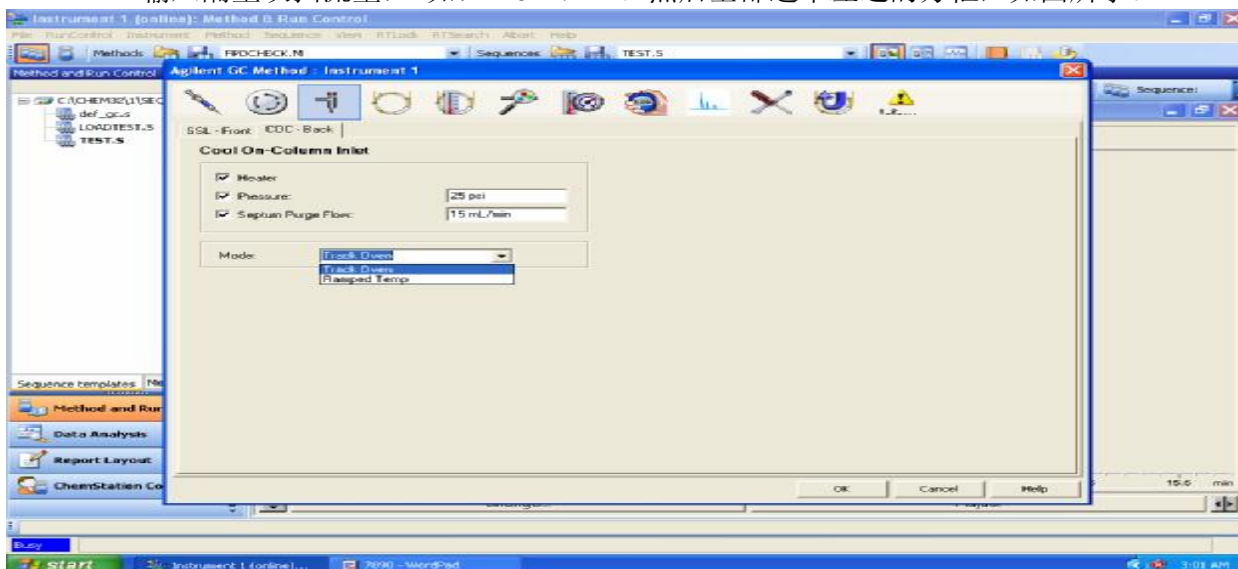


选择分流方式,则要输入分流比或分流流量。



9、冷柱头进样口参数设定：

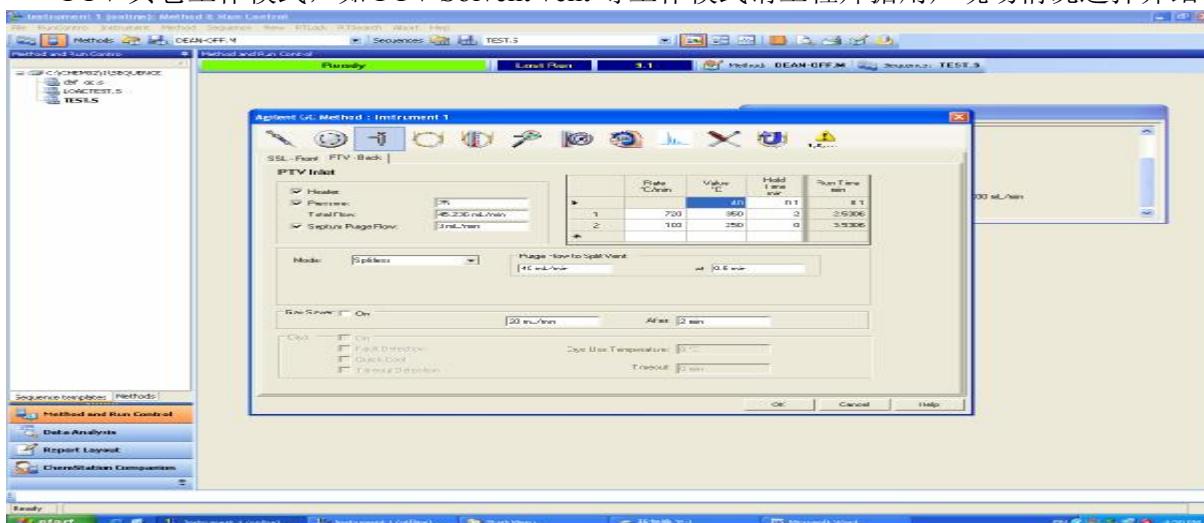
- 点击“”图标，进入进样口设定画面。点击“COC-Front”或“COC-Back”按钮进入冷柱头进样口设定画面。
- 点击“Mode”右方的下拉式箭头,选择合适的升温方式(如炉温跟踪 **Track Oven**,程升 **Ramped Temp**,其设置方式与柱温的设置类似)。
- 输入隔垫吹扫流量： 如： 15ml/min。然后全部选中左边的方框，如图所示。



10、PTV 进样口参数设定：

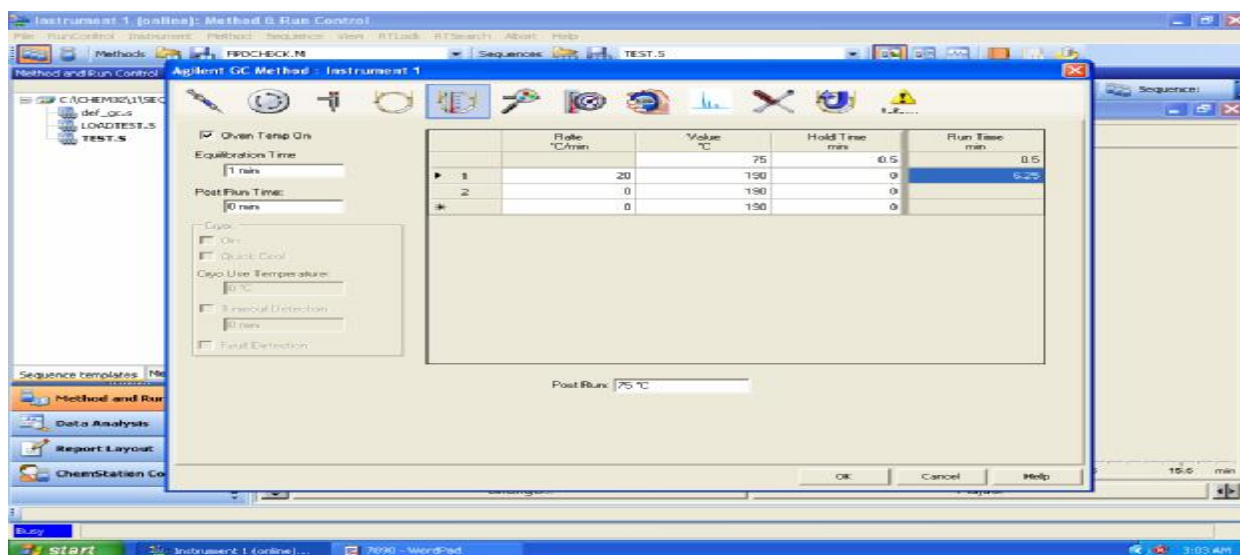
- 点击“”图标，进入进样口设定画面。点击“PTV-Front”或“PTV-Back”按钮进入 PTV 进样口设定画面。
- 点击“Mode”右方的下拉式箭头,选择合适的进样方式(如不分流方式 **Splitless**,分流方式 **Split**)。
- 输入隔垫吹扫流量： 如： 3ml/min。然后全部选中左边的方框。
- 在“Purge Flow to Split Vent”下边的空白框内输入吹扫流量（如 0.5min 后 40ml/min）
- 在空白框内输入 PTV 进样口的温度，（如 40℃ (0.1min) --720℃/min—350℃ (2min)—100℃/min --250℃ (0min)）。程升 **Ramped Temp**,其设置方式与柱温的设置类似。
- 若选择分流方式 **Split**，则输入分流比或分流流量。

***PTV 其它工作模式，如 PTV Solvent vent 等工作模式请工程师据用户现场情况选择介绍。



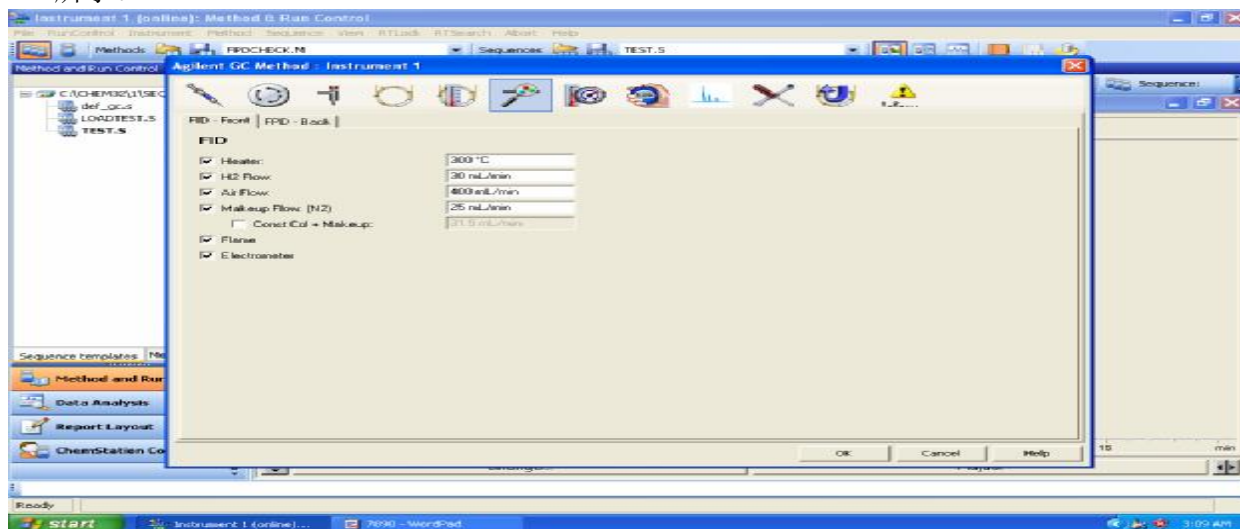
11、柱温箱温度参数设定:

- 点击“”图标，进入柱温参数设定。在空白表框内输入温度，选中“**Oven Temp On**”左边的方框；Ramp---升温阶次；℃ /min—升温速率；Hold min—保持的时间；输入柱子的平衡时间（如 1min）；
- 下图为一程序升温的例子：
75℃(0.5min)---20℃/min---190℃(3min)



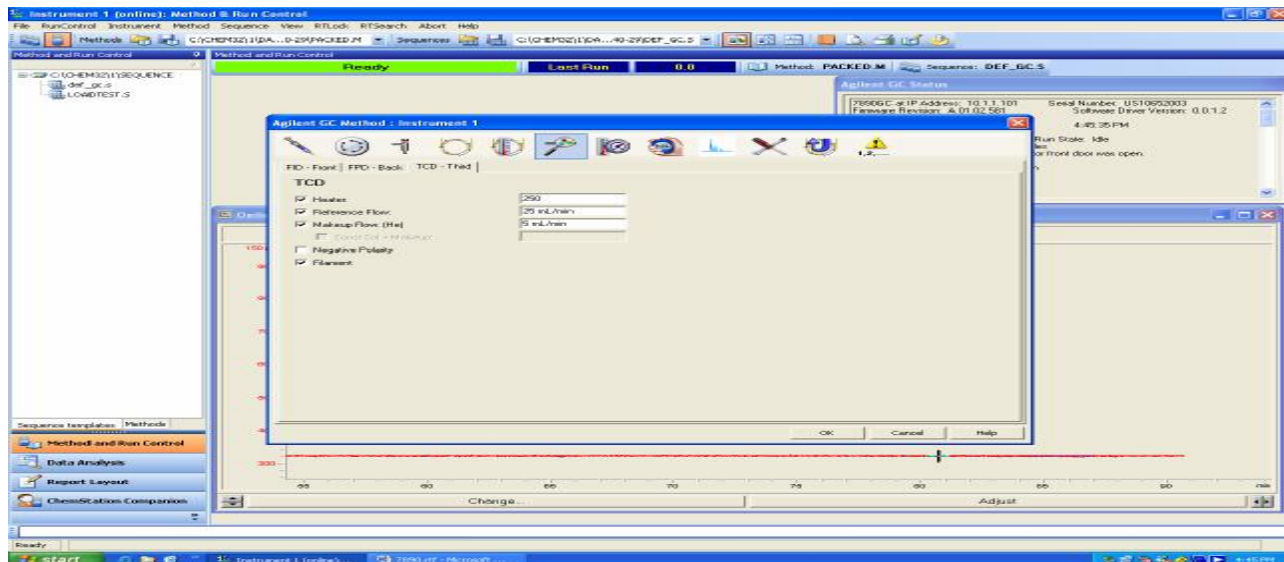
12、FID 检测器参数设定:

- 点击“”图标，进入检测器参数设定。击“**FID-Front**”或“**FID-Back**”按钮进入 FID 检测器设定画面。
- 在空白框内输入：H2—30ml/min；air—400ml/min；检测器温度（如 300℃）；辅助气（如 25ml/min）或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 25ml/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；并选中左边的所有方框，如图所示。



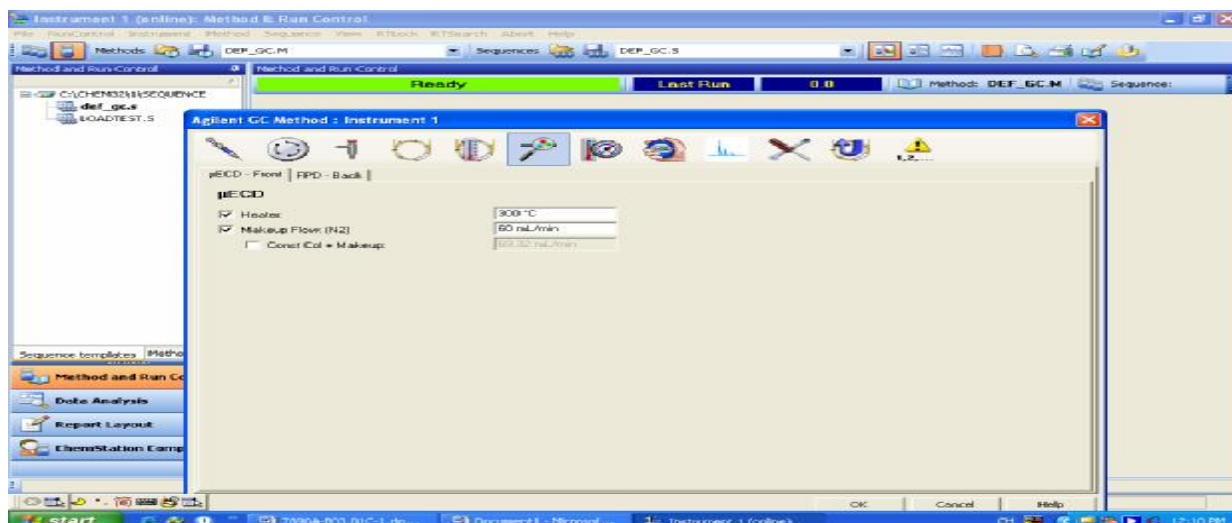
13、TCD 检测器参数设定:

- 点击“”图标，进入检测器参数设定。击“TCD-Front”或“TCD-Back”按钮进入TCD检测器设定画面。
- 在空白框内输入：检测器温度（如 250℃）；辅助气为 5ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 5ml/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； 参比气：25ml/min。选中左边的参数。
- Negative Polarity——负极性,由被测物质与载气的热传导性决定；
- 气流流量输入值,请参见检测器手册。



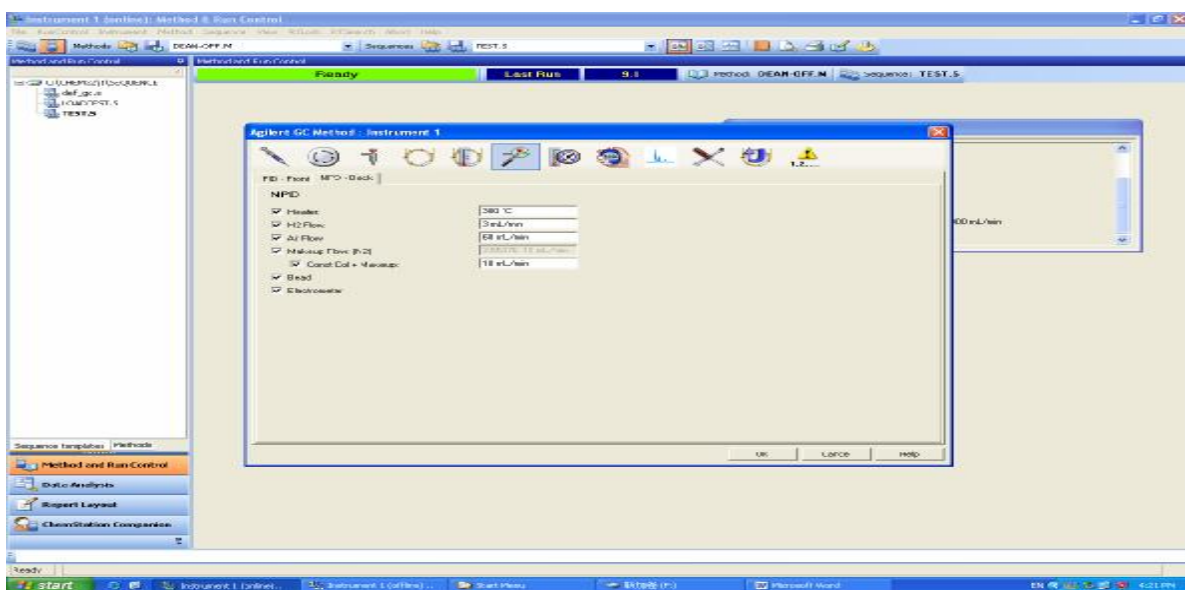
14、u-ECD 检测器参数设定:

- 点击“”图标，进入检测器参数设定。击“uECD-Front”或“uECD-Back”按钮进入u-ECD检测器设定画面。
- 在空白框内输入：检测器温度（如 300℃）；辅助气为 60ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 60ml/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； 选中左边的参数。



15、NPD 检测器参数设定:

- 点击“”图标，进入检测器参数设定。击“NPD-Front”或“NPD-Back”按钮进入NPD 检测器设定画面。
- 在空白框内输入：检测器温度（如 300℃）；辅助气为 4ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 10ml/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）；H2—3ml/min；air—60ml/min；
- 选中“Bead”及“Electrometer”等左边的所有空白框。
- *** 注意：预处理铷盐（Bead）非常重要，见附页。



氮磷检测器新铷珠安装注意事项:

- 1、将新铷珠安装固定在氮磷检测器上，注意蓝色电源线的插孔和铷珠的插孔匹配；
- 2、打开检测器的气体流量，H2 流量3mL/min，空气流量60mL/min，尾吹气+载气流量12mL/min（建议尾吹气为氮气）；
- 3、关闭auto adjust-----Adjust off；
- 4、缓慢提高检测器的温度，先升至150℃，保持20 分钟，再将温度提至200℃，保持15 分钟，再将温度提至250℃，保持10 分钟，300℃（10 分钟），340℃（20 分钟）；
- 5、将铷珠电压设置为2.0V，此时检测器的输出信号应该为0.9pA 以下；
- 6、缓慢提高铷珠电压，2.5V----, 2.7V----, 2.8V----, 2.85V----, 观察输出信号（接近激发时，请以低于0.02V 的速度增加铷珠电压），如果发现输出信号瞬间提高至50pA 以上，停止增加铷珠电压（一般而言，新铷珠的激发电压在2.8V ~ 3.1V 之间）；
- 7、保持铷珠的激发电压，老化铷珠10 小时以上（老化过夜）
- 8、铷珠老化后，少许增加铷珠电压（小于0.05V）使得信号输出值在30pA 左右，这时可以进样分析。一般情况下，铷珠在运行72 小时后可以保持稳定的基流信号输出。

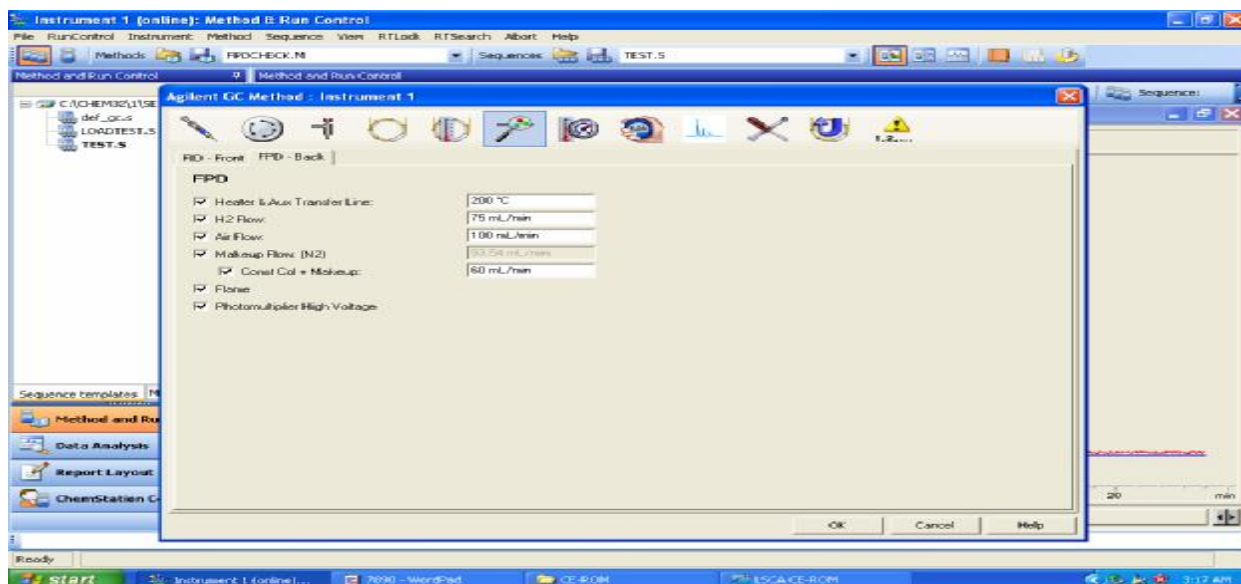
氮磷检测器平时维护注意事项:

- 1、氮磷检测器要求所用的氮气、氢气、空气等气源的纯度在99.998%以上，以保证检测器的正常使用；
- 2、氮磷检测器的使用温度保持在330°C~340°C，可以有效防止及减轻检测器的污染程度，还有利于铷珠在较低的电压下激发；
- 3、如果发现氮磷检测器的灵敏度异常降低，不要轻易增加铷珠的电压，可以将检测器的收集极拆下用砂纸打磨后，用棉签蘸丙酮等有机溶剂清洗。另外，查看绝缘陶瓷及金属密封环是否需要清洗或更换（备件号：5182-9722）；
- 4、定期（约2~3个月）清洗或更换进样器中的内衬管（推荐内衬管部件号：5181-3316），避免农药组分在内衬管内的吸附；
- 5、定期检查和清洗检测器的喷嘴，避免污染物堵塞喷嘴导致灵敏度的降低；
- 6、清洗或更换氮磷检测器的组件后，按照说明书要求正确安装各组件，避免有漏气或绝缘不好的情况发生；
- 7、建议进样垫使用Agilent 绿色高温垫（备件号：5183-4759），避免进样垫流失和碎屑污染色谱系统；
- 8、在使用氮磷检测器（或电子捕获检测器）等敏感型检测器时，一定要用低流失、高惰性的Agilent 进口柱来获得满意的分析结果。

16、FPD 检测器参数设定:

- 点击“”图标，进入检测器参数设定。击“**FPD-Front**”或“**FPD-Back**”按钮进入 FPD 检测器设定画面。
- 在空白框内输入：H₂—50ml/min；air—60ml/min；检测器温度（如 200℃）；辅助气（如 60ml/min），或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 60ml/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；并选中左边所有参数。

*** P Mode: H₂—75ml/min; air—100ml/min。



*** S, P 滤光片的更换步骤:

A: 关闭检测器及相应的气体。

B: 按关机步骤, 关闭 7890A 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。

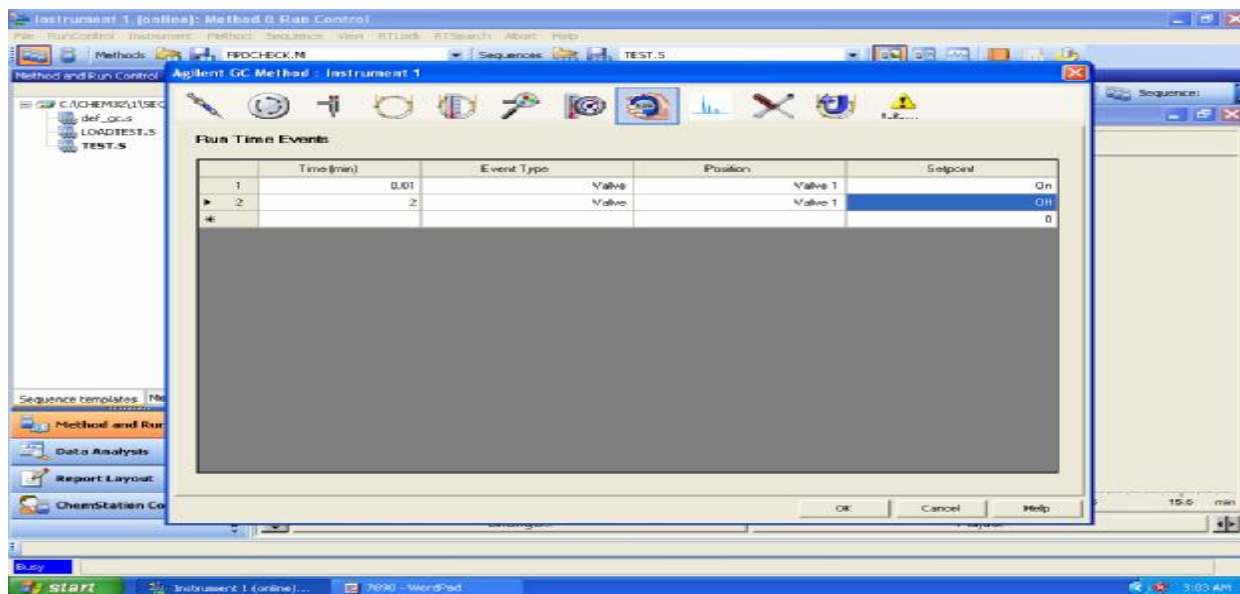
D: 开 7890A 电源。

17、AUX 参数设定:

- 点击 “” 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 Box”, 并选择 “Aux Channel ” 号, 并输入设定值 (如 100℃), 选中该参数。

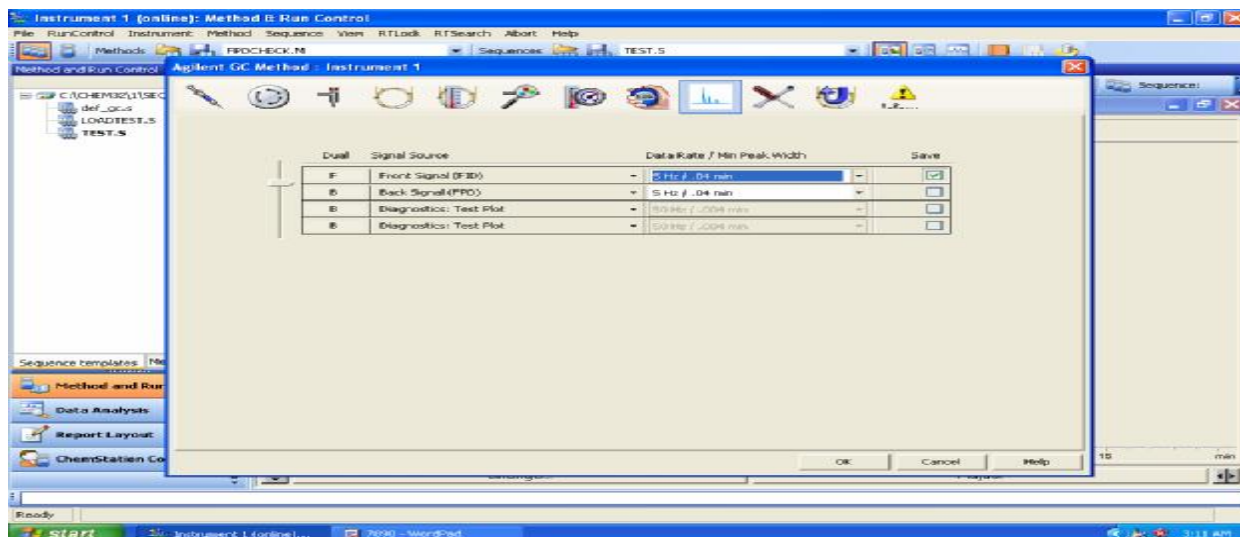
18、时间表设定:

- 点击 “” 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 “Events Type” 下方的下拉式箭头, 选中事件 (如 valve);
- 点击 “Position” 下方的下拉式箭头, 选中事件的位号 (如 Valve1); 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, 依此输入多行。

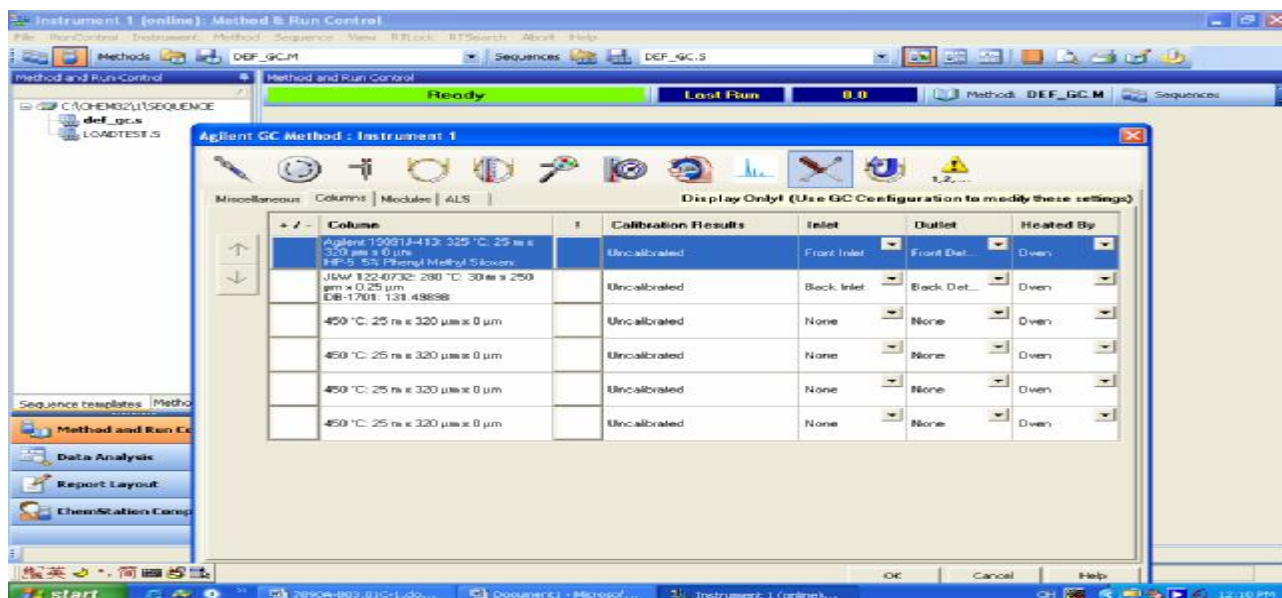


19、信号参数设定：

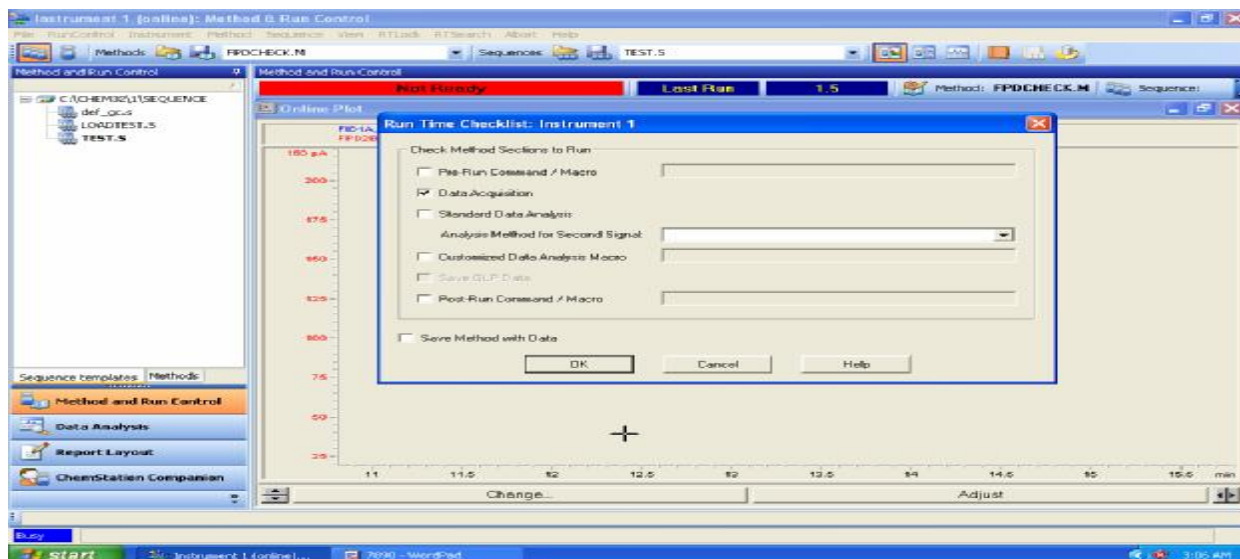
- 点击  图标，进入信号参数设定画面；点击“Signal Source”下方下拉式箭头，选择“Front Signal”，本例中为 FID；
- 点击“Data Rate/Min Peak Width”下方的下拉式箭头，选择数据采集数率（如 5HZ），
- 选择“Save Data”， 存储所有的数据。



- 20、点击 ，进行配置浏览，点击 OK，进入下一画面。



21、在 “ **Run Time Checklist** ” 中选中 “**Data Acquisition**”，点击 ok。

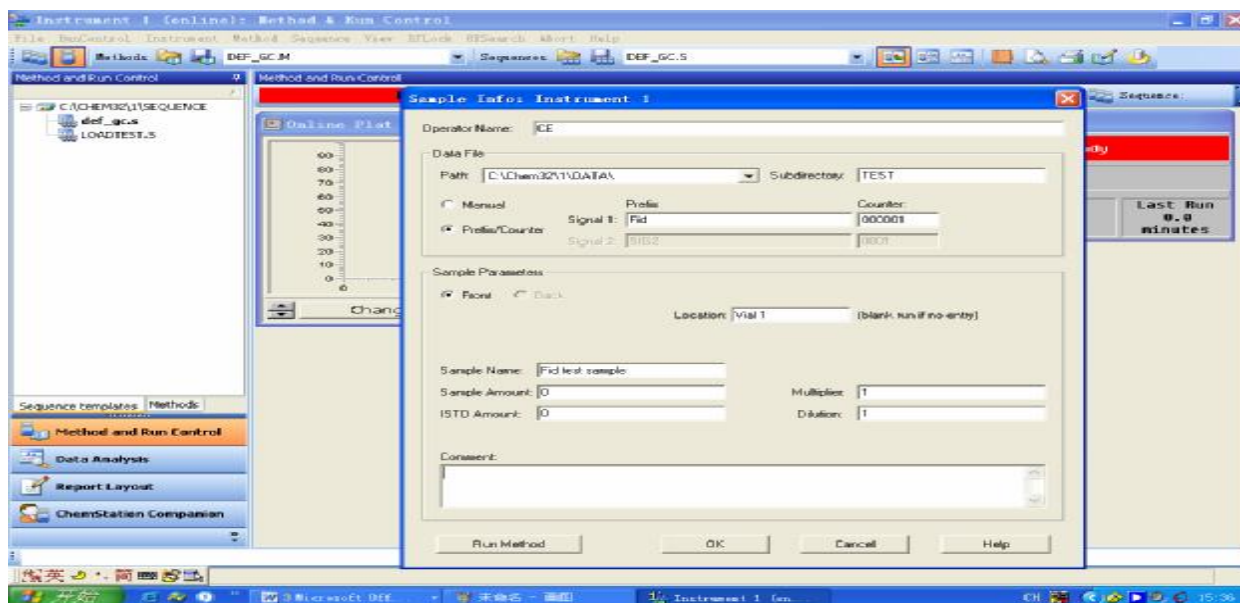


22、点击 “**Method**” 菜单，选中 “**Save Method As...**”，输入一方法名，如 “**testfid**”，点击 “**OK**”。

23、从菜单 “**View**”中选中”**Online signal**”，选中 “**Windows 1**”，然后点击 “**Change**” 钮,将所要的绘图信号移到右边的框中, 点击 “**OK**”。

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

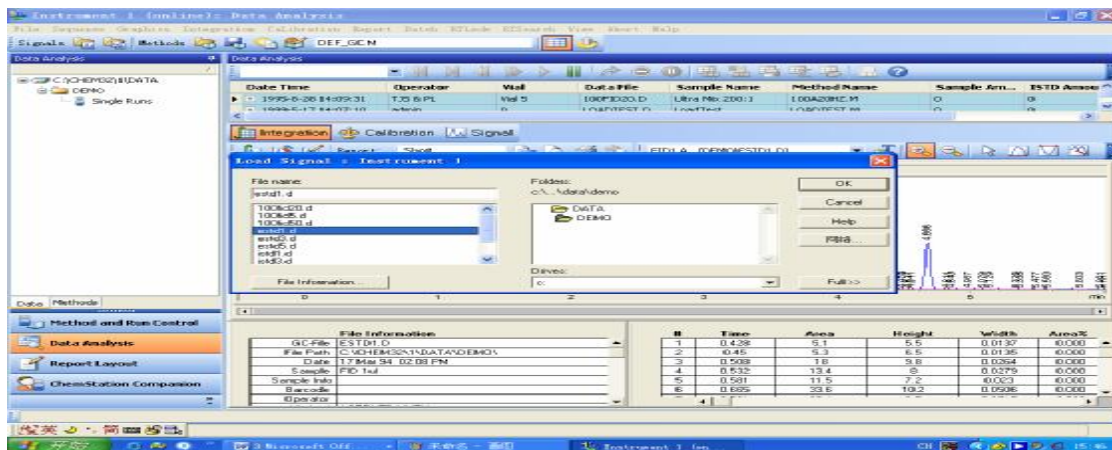
区别：**Manual**--每次做样之前必须给出新名字,否则仪器会将上次的数据覆盖掉。**Prefix**—在 **Prefix** 框中输入前缀，在 **Counter** 框中输入计数器的起始位，以期会自动命名，如 fid001,fid002.....。



25、点击 “**Ok**”，等仪器 Ready，基线平稳，从 “**Run Control**” 菜单中选择 “**Run Method**”，进样。（若无自动液体进样器，则基线平稳后，进样并手动按 7890A 键盘上的 **Start** 键，启动运行。

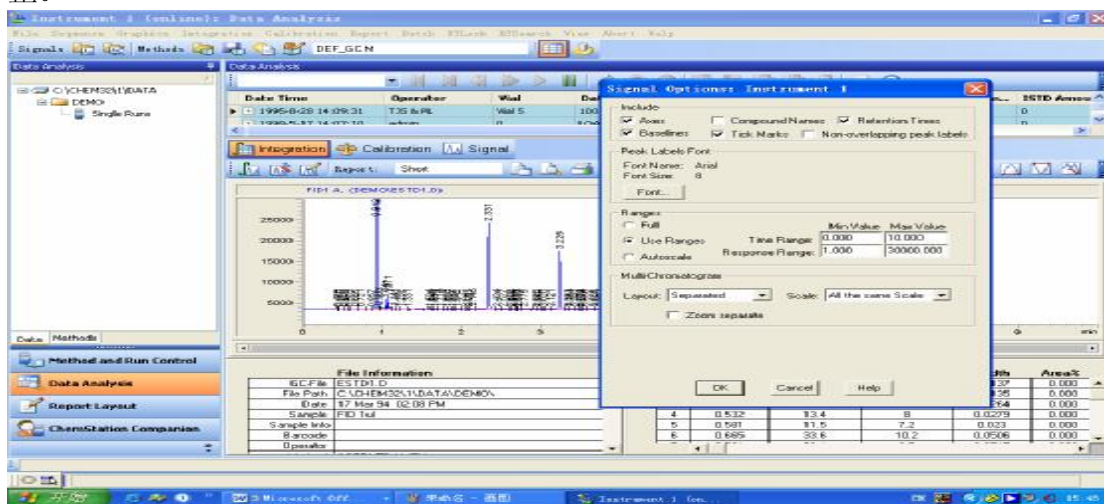
(四)、数据分析方法编辑:

- 1、 从“**View**”菜单中, 点击“**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, 点击 OK, 则数据被调出。



3、 做谱图优化:

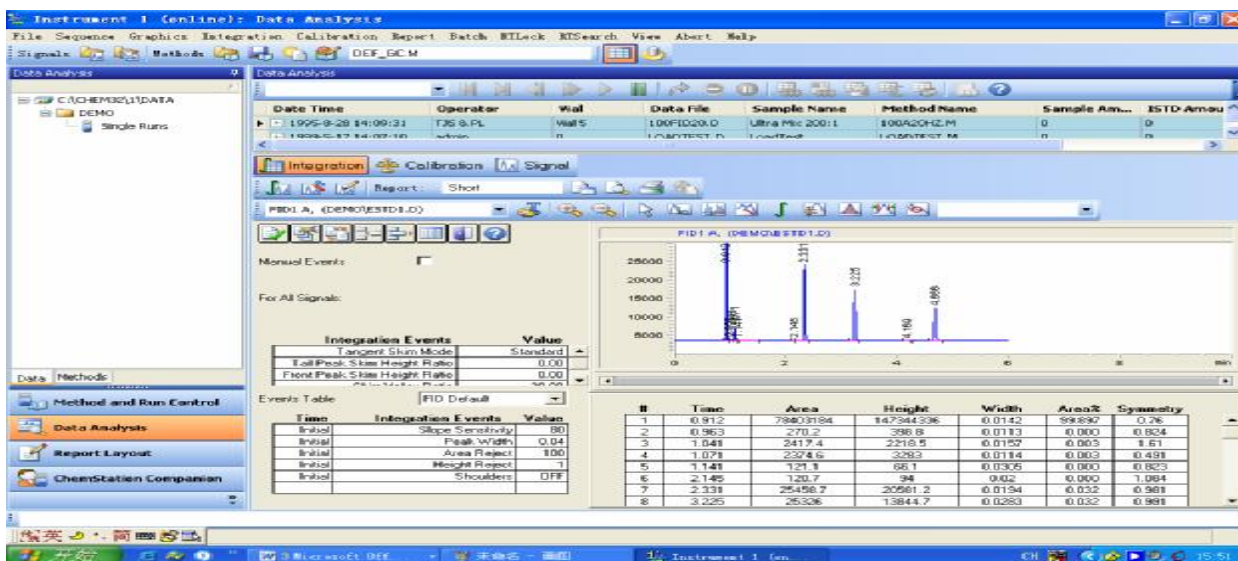
- 从“**Graphics**”菜单中选择“**Signal Options...**”选项, 如下图所示;
- 从“**Ranges**”中选择“**Full**”或“**Auto scale**”及合适的显示时间或选择“**Use Range**”手动输入 X、Y 坐标范围进行调整, 点击“**ok**”。反复进行, 直到图的显示比例合适为止。



4、 积分参数优化:

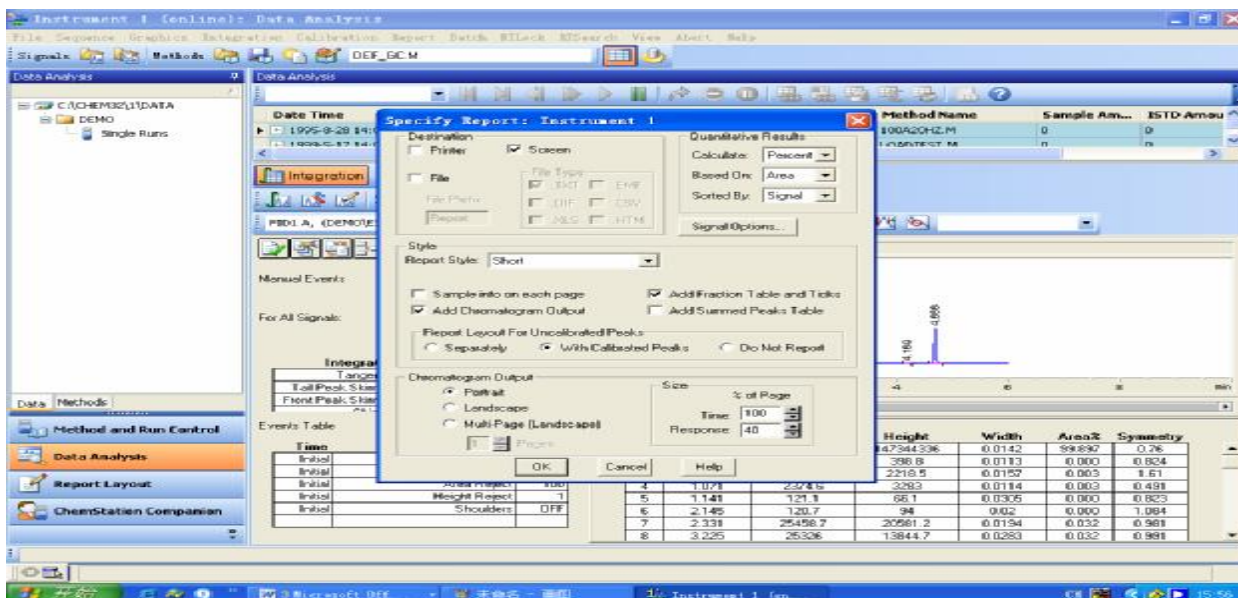
- 从“**Integration**”菜单中选择“**Integration events...**”选项, 选择合适的“**Slope sensitivity**”, “**Peak Width**”, “**Area Reject**”, “**Height Reject**”。
- 从“**Integration**”菜单中选择“**Integrate**”选项, 则数据被积分。

- 如积分结果不理想，则修改相应的积分参数，直到满意为止。
- 点击左边 “” 图标，将积分参数存入方法。



5、打印报告:

- 从 “Report” 菜单中选择 “Specify Report...” 选项，进入如下画面。
- 点击 “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。点击 “Ok”。
- 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，则点击 “Report” 底部的 “Print” 钮。



(五)、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/ 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); 将此方法下传至 7890A。
- 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 7890A 电源, 最后关载气。

(六)、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, 请在室温下通适量载气后, 再老化, 以防损坏柱子。
- 3、其它注意事项及本手册未包括的仪器见说明书, 或由现场工程师介绍。

****注意:

- 1、 本教材仅适用于现场工程师培训讲解参考之用, 所设定参数非用户的方法! 内容为工作站现场培训的一般要求, 请根据用户的仪器配置及现场用户的需求进行相应的培训内容增删。
- 2、 安捷伦公司对本教材可能存在的错误及其后果不承担任何法律责任, 我们适时推出新版本的培训教材, 恕不另行通知。