

顶空进样器标准操作程序

一. 仪器说明

顶空进样器所有参数的设置全部是通过触摸屏完成的,可以通过点击触摸屏,输入顶空的控制参数。

注意: 请不要用尖锐物点击触摸屏。

触摸屏包含三个主要的标签: 运行, 状态及日志, 如下图所示



可以根据这三个标签完成检测方法的设定:

- 在状态栏中可以设定并观察温度, 时间, 选项及电子气路等参数。
- 在运行栏中可设置一种或多种方法来运行分析样品。
- 在日志栏观察仪器状态及小瓶信息。

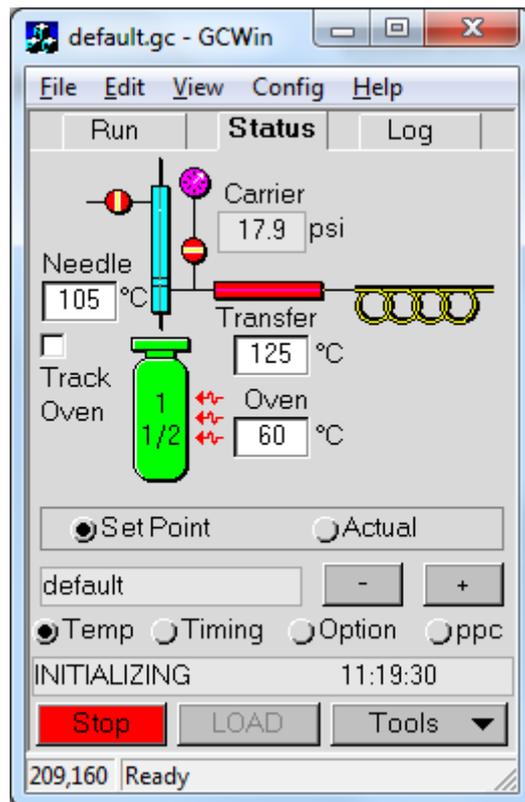
二. 操作程序

1.检测载气压力

首先检测顶空辅助气体的压力是否足够, 达到顶空的压力。

2.开机

打开电源, 等待顶空完成自检后, 进入登陆界面, 如果没有设置密码, 直接点击即可进入如下的界面:



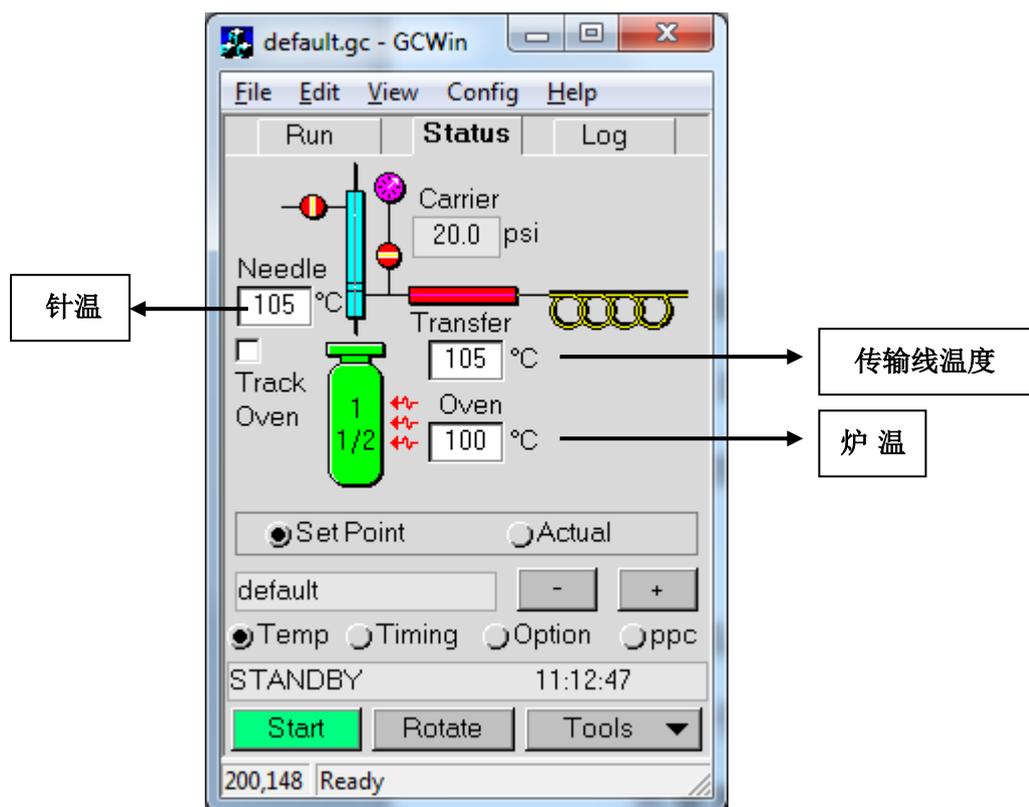
3. 设置状态栏

如上图所示，在状态栏中包含温度，时间，选项和 PPC 等选项卡。



3.1 设置温度

在顶空中有 3 个温度需要设定，分别是炉温，针温，传输线温度。



3.1.1 炉温：这个温度是用于加热顶空瓶的温度。这个温度的目的在于在最短的时间内使大量的分析物转移到液上气体当中。当然也需要考虑样品的热稳定性。

炉温可以在 35 °C到 210 °C范围内以 1 °C增量设定任何值。当输入温度为 0°C时，加热炉会关闭加热。

设置时触摸炉温（oven）白色小框，然后通过右下边的“+”“-”增加和减少到需要设定的温度。

（注意：溶剂不能采用二硫化碳）

3.1.2 针温度：设定针温度的目的在于不让样品在针内冷凝。针温度必须高于炉温。针温也不能太高以免烧坏顶空瓶内隔垫。一般来说针温和传输线温度比瓶温高 5°C—10°C就可以了。

针温可以在 35°C到 210°C范围内以 1°C增量设定任何值。如果设

为零度则加热器会关闭。

设置时触摸针温度 (**needle**) 白色小框, 然后通过右下边的“+”“-”增加和减少到需要设定的温度。

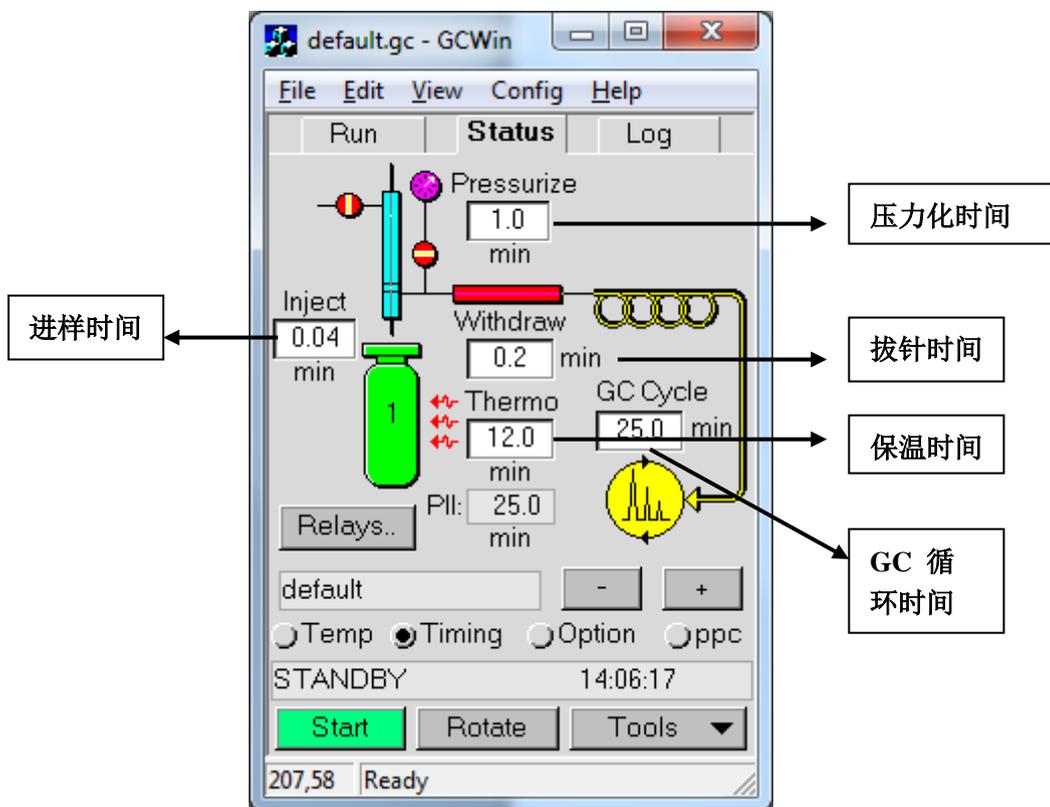
3.1.3 传输线温度: 此温度设定高于针温 5-10°C即可。

由于在加热的传输线中是部分分析物和空气, 因此也要防止太高温度造成的样品氧化。传输线可以在 35 到 210°C范围内设定。

设置时触摸传输线温度 (**transfer**) 白色小框, 然后通过右下边的“+”“-”增加和减少到需要设定的温度。

以上所有设定的温度都可以切换到右下边的实际值 (Actual) 选项卡观察当前的实际温度。设定值以黑颜色字体显示, 实际值则以红字黄底形式显示。

3.2 设置时间栏



如上图所示,在时间栏中需要设置加热时间、压力化时间、进样时间、样品抽取时间、GC 循环时间根据样品分析方法的要求,输入这些时间。当所有数值输入完毕时,系统会自动计算 PII 时间(两次进样的时间间隔)。

3.2.1 保温时间:使顶空瓶内分析物达到热平衡所需的最短加热时间。时间长于此时间时分析结果将不会有太大变化。应避免太长的加热时间,因为有些样品对过长的加热时间敏感。此时间的设定范围在 0.1 到 999 分钟以内。预设值为 12 分钟。

设置时触摸保温时间 (**thermo**) 白色小框,然后通过右下边的“+”“-”增加和减少到需要设定的时间。

3.2.2 压力化时间—在达到热平衡后小瓶会被压力化到设定压力。

设置时触摸压力化时间 (**pressurize**) 白色小框,然后通过右下边的“+”“-”增加和减少到需要设定的时间。

建议时间: 1 min

3.2.3 进样时间:进样时间将决定进样量的大小

设置时触摸进样时间 (**inject**) 白色小框,然后通过右下边的“+”“-”增加和减少到需要设定的时间。

建议时间: 0.04 min

3.2.4 GC 循环时间:是气相色谱的运行时间。这个值由 GC 的运行时间加上气相色谱程序冷却到准备好的时间加和得到。GC 循环时间应大于或等于 GC 运行时间加上气相柱箱平衡时间。顶空将凭借此值计算什么时候开始下一个小瓶的加热。如果为 HS—40 或 HS—110 的

仪器，此值将用来决定什么时候将下一个小瓶加载到加热炉中以保证不浪费时间。

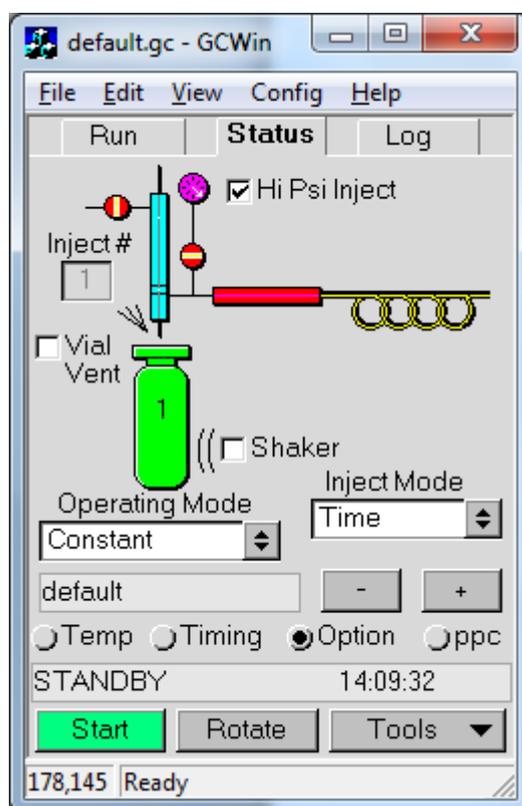
设置时触摸循环时间 (cycle time) 白色小框，然后通过右下边的“+”“-”增加和减少到需要设定的时间。

注意：实验室环境影响 GC 的降温时间。因此在计算 GC 循环时间时留些余地。

3.2.5 两次进样之间的间隔时间 (PII)，顶空会根据输入的各种时间及 GC 循环时间计算 PII 时间。

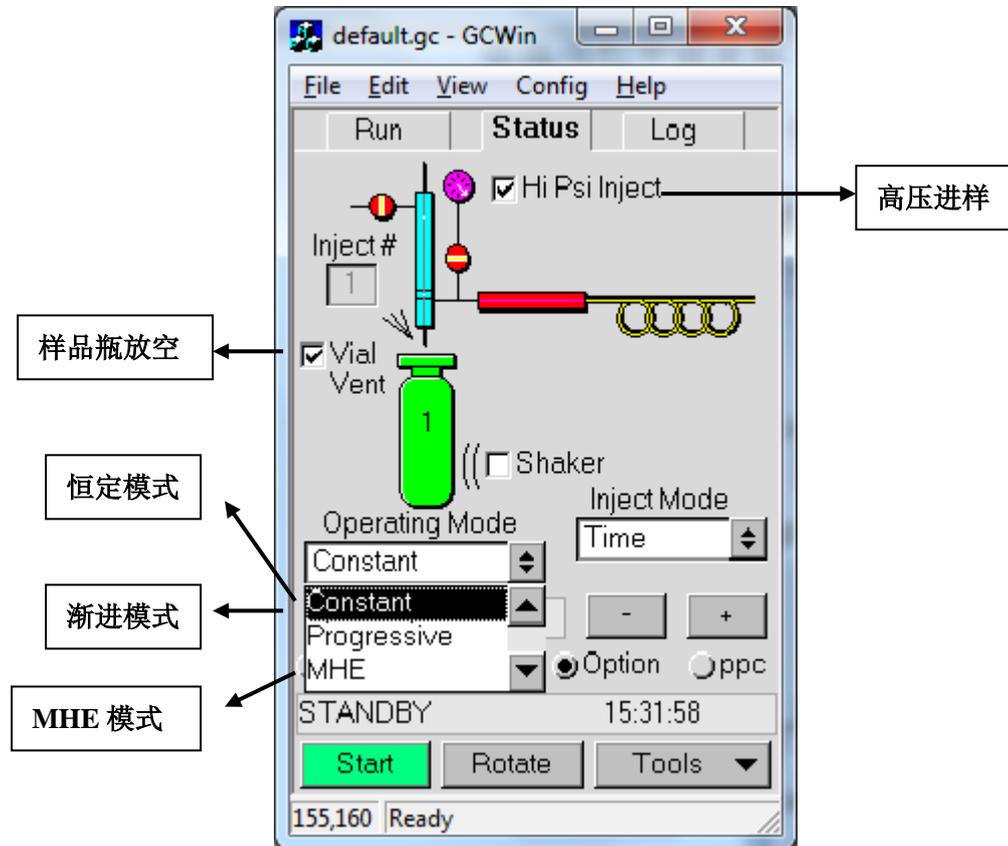
在 15 位的加热炉中可以实现重叠加热功能。此炉中可以最多同时容纳 12 个瓶进行加热。

3.3 设置选项栏



在选项栏中设定如下参数：

操作模式的选择：恒定模式，渐进模式，MHE 模式。



高压进样：可以避免二次进样

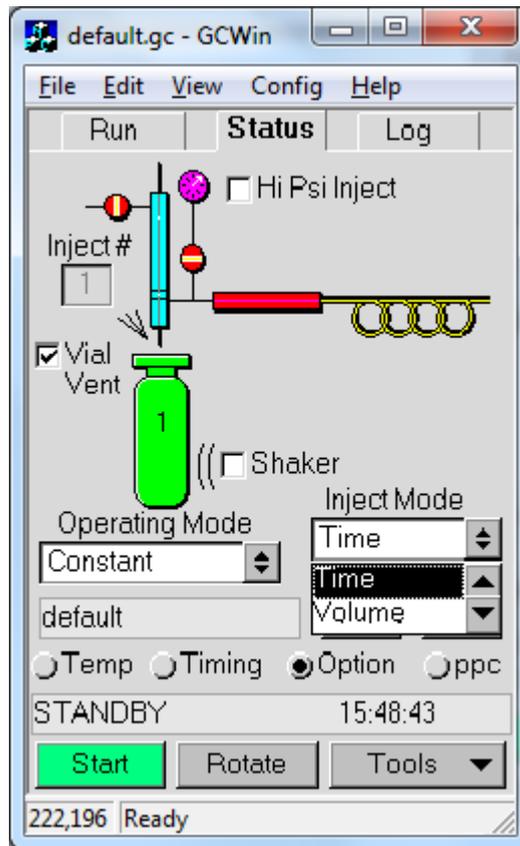
样品瓶放空：使瓶子在放空时间内向大气放空，以便安全处理用过的瓶子

操作模式：恒定模式：常规分析选用该模式

渐进模式：用于方法开发

MHE 模式：多次顶空萃取模式

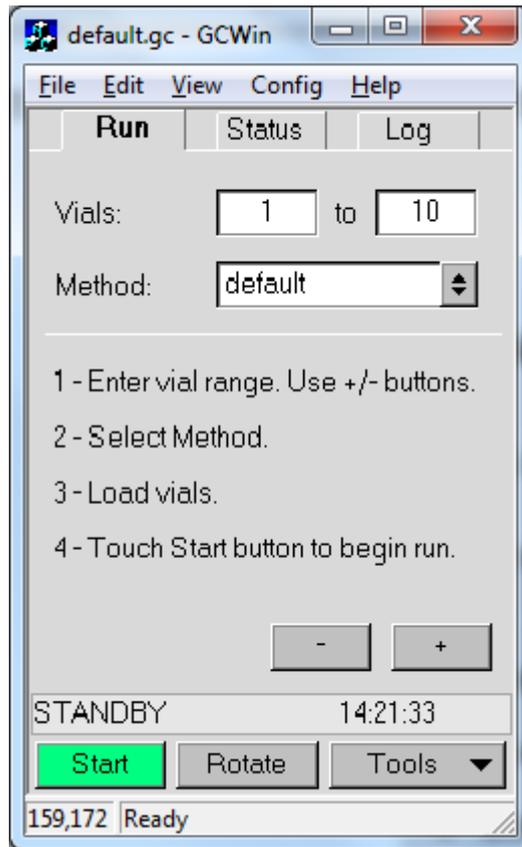
进样模式的选择：时间或体积。



4 运行设置

在 Run 栏中会显示当前法的名称，在对各项参数进行修改后可以保存到方法中。通常在状态栏中可以观察仪器的状态。也可以在状态栏中对方法进行修改（可以不在方法编辑器中修改），一直测试样品到满意时再将方法完整保存下来。

4.1 单方法操作

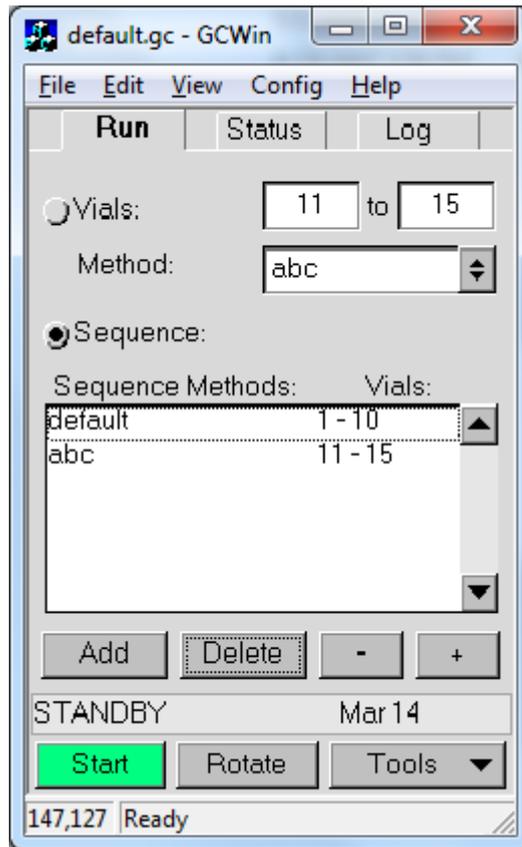


分析样品时，选择单方法，在输入顶空瓶范围就可以了。

在 GC 准备好后仪器会，只需点击 start，仪器便自动进样分析了，在样品较多时，可以夜里继续分析，节省了时间，提高了工作效率。

说明：如果仪器哪一部分未准备好时，可以在状态栏中看到提示信息。

4.2 采用序列列表来分析



在序列表中可以选择不同的小瓶并可以对相应的选择相应的方法。在序列表中最多可以选择 8 个方法。其他的操作和单方法进样是一样的。

5. 记录设置

说明此栏不需要设置任何参数，只是记录了仪器的状态

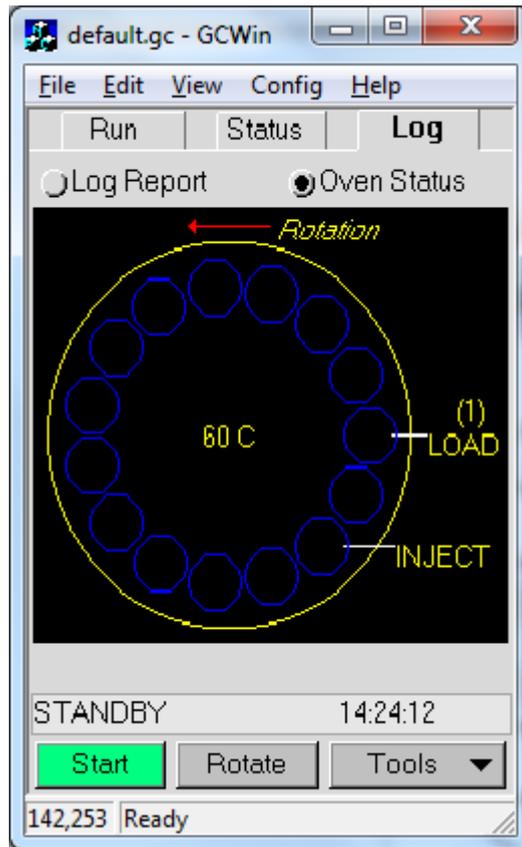
记录报告：记录栏允许你观察 HS 的分析历史。在每个瓶分析完成后均会产生一个记录。在发生错误时也会产生记录。



瓶号、分析方法、加热时间、进样时间以及瓶状态等都会被记录。

如果运行的是序列也会显示序列结束的时间。

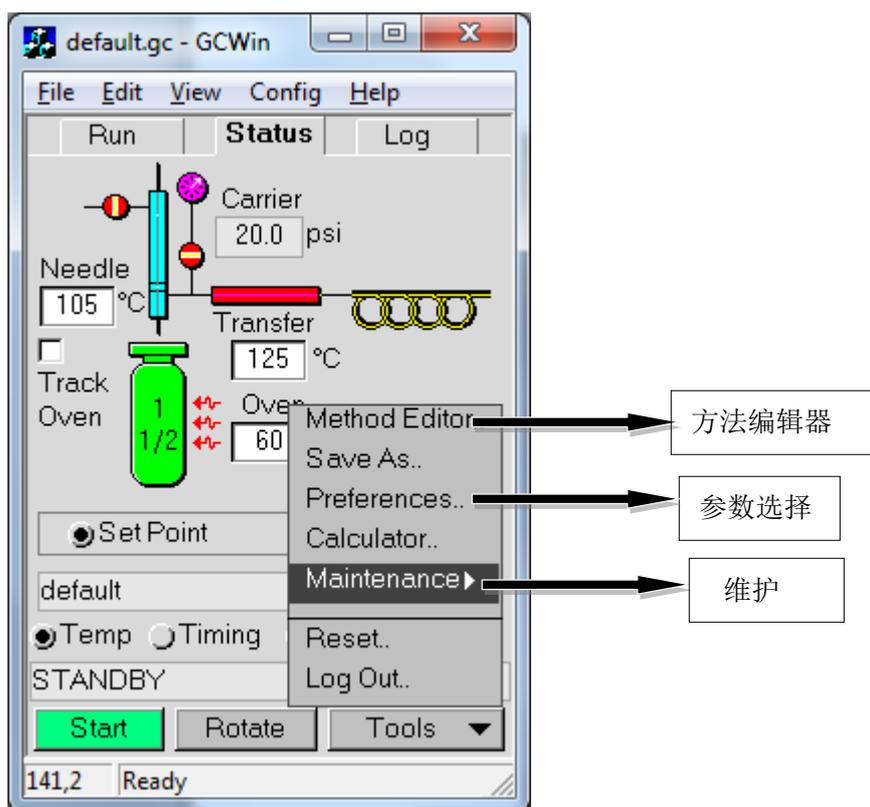
注意：一个新的序列开始的时候以前的记录将被覆盖。



加热炉状态—如果为HS-40或HS-110会显示当前加热炉的温度及转动方向。

6. 工具应用

点击工具按钮会跳出一个上延框，



通过打开方法编辑器可以建立及编辑方法。最多可以存储 9 种方法。方法存储后可以在任何时候打开并使用。

方法编辑器外观与状态栏相似。

其中有建立新方法，打开方法和另存方法的几个选项。

建立一个新方法。

- 1、 打开方法编辑器输入相关的参数。
- 2、 如果仅对以前的方法做了修改则选择保存就可以了。如果想重新建立一个方法则选择“另存为”按钮。名字中可以包括字母及数字。
- 3、 方法建完后退出方法编辑器。

激活命令—此命令可以将当前编辑的方法激活（炉温会按方法中

设定值变动)。

删除命令—从内存中删除已经存在的方法。

Rotate 按钮时用来旋转转盘的，需要时可以按此按钮。

Start 开始测试

说明：22ml 瓶中最多可以装 15ml 液体。可以根据分析装适量的样品，当样品装好后，密封好瓶盖。仪器准备就绪后，点击此按钮即可进行样品的分析测定了

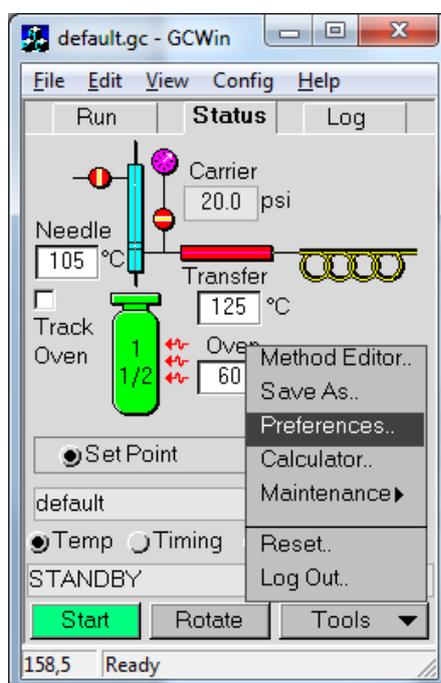
注意做完样后瓶内有压力并且很热。应该在冷却后开盖。

7. 关机

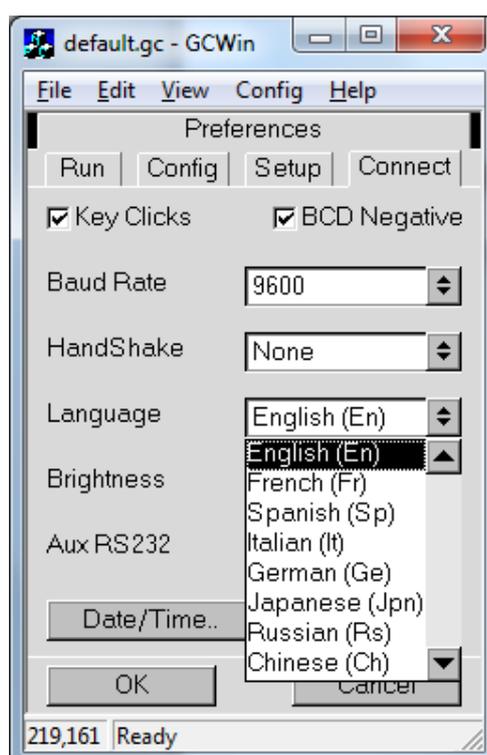
在关闭顶空时，确保与顶空连接的气源及加热模块都关闭降温后再关机。

附录：如何将英文显示界面更换为中文显示界面

开机登陆后，点击 Tools，出现如下界面，



选择 Preference，弹出如下界面，然后点击 Connect，在 Language 中有 8 种语言可以选择。



选择 Chinese, 点击 OK 后, 界面均呈现中文显示, 见下图

