

# Agilent 7697A 顶空进样器

## 操作手册

# 声明

© Agilent Technologies, Inc. 2012

按照美国和国际版权法的规定，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式或采取任何手段（包括电子存储和检索或翻译成其他语言）复制本手册中的任何内容。

## 手册部件号

G4556-97015

## 版本

第三版, 2012 年 9 月  
第二版, 2011 年 11 月;  
第一版, 2011 年 1 月

美国印刷

Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville RoadWilmington, DE  
19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司 上海市  
浦东新区外高桥保税区 英伦路 412 号  
联系电话：（800）820 3278

## 担保

本文档中包含的材料按“现状”提供，若在后续版本中有任何更改，恕不另行通知。而且，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 不对本手册及其所包含的信息做出任何明示或暗示的担保，其中包括但不限于对适销性和对具体用途适用性的暗示的担保。

Agilent 不对因提供、使用或执行本文档或其中所包含的信息而造成的任何错误或任何意外或附带的损失承担责任。如果 Agilent 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

## 安全声明

### 小心

“小心”声明表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致产品损坏或重要数据丢失。请您在完全理解注意声明并符合注意声明中指定的条件后，再继续进行操作。

### 警告

“警告”声明表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致人身伤亡。请您在完全理解警告声明并符合警告声明中指定的条件后，再继续进行操作。

# 目录

## 1 简介

简介	8
Agilent 7697A 顶空进样器	9
本手册内容	10
熟悉顶空进样器	11

## 2 操作流程

日常操作流程	16
方法开发流程	17

## 3 面板键盘

常规数据输入键	20
运行键	21
组件键	22
Adv Function（高级功能）键	23
Status（状态）键	24
Info（信息）键	25
支持键	26
方法存储和自动键	27
Service Mode（服务模式）键	28
当 HS 由 Agilent 数据系统控制时的面板键盘功能	29
顶空进样器状态	30
警告音	30
错误条件	31
设定值闪烁	31
状态指示灯	31
日志	32
序列日志	32
维护日志	32
事件日志	32

## 4 消耗品

用于顶空分析的消耗品 34

## 5 样品瓶

样品瓶类型 40

样品瓶隔垫和瓶盖 41

样品瓶标签 42

填充样品瓶 43

盖上样品瓶盖 44

停放或取消停放样品盘（111 样品瓶型号） 46

安装样品瓶架（111 样品瓶型号） 47

将样品装入样品盘（111 样品瓶型号） 48

将样品装入样品盘（12 样品瓶型号） 49

## 6 方法

什么是方法？ 52

    内置方法 52

    数据系统方法 53

方法参数摘要 54

创建方法 56

保存（存储）方法 58

编辑方法 59

调用方法 60

删除方法 61

确定 GC 循环时间 62

    确定 GC 循环时间 62

    验证 GC 循环时间 62

## 7 序列

什么是序列？ 64

    序列、萃取模式和样品瓶盖穿孔 64

    HS 可以存储多少个序列？ 65

优先样品	66
优先样品位置	66
HS 如何处理优先样品	66
使用 Agilent 数据系统时的优先样品功能	67
序列和通过量 (111 样品瓶型号)	68
创建序列	69
保存 (存储) 序列	70
调用序列	71
编辑序列	72
删除序列	73
方法序列操作	74

## 8 运行样品

运行样品系列 (序列)	76
暂停运行的序列	77
停止运行的序列	78
在序列期间运行优先样品	79
查看样品瓶和序列状态	81
就绪状态	81
设定值状态	81
样品瓶状态	81
使用 Agilent 数据系统进行序列控制	82

## 9 配置

什么是配置?	84
配置顶空进样器	85
资源节省	86





# 1 简介

简介	8
Agilent 7697A 顶空进样器	9
本手册内容	10
熟悉顶空进样器	11

本指南介绍 Agilent 7697A 顶空进样器的常规操作。

# 简介

顶空分析是应用于气相色谱仪分析挥发性有机化合物的一种技术。顶空分析对样品基质上方的挥发性环境体积采样，其中的挥发性化合物以气体形式存在于可取样层中。

顶空分析适合下列情况：

- 相关分析物在 285 °C 以下（111 样品瓶型号）或 195 °C 以下（12 样品瓶型号）会挥发。
- 样品基质是固体、膏体或液体，不易直接进样到 GC 进样口中。
- 制备直接进样的液体样品比较困难或环境不允许。

顶空分析与传统进样相比具有以下优点：

- 简化样品准备。样品不需要处理成可进样液体。
- 直接分析各种类型样品基质（液体、固体和膏体）。
- 与传统的液体进样 GC 技术相比，溶剂峰较小或不存在。
- 色谱柱寿命较长，维护工作量小。样品基质上方的顶空体积比基质更干净。进样时的污染物较少，分析柱寿命较长，维护的工作量小（修剪、烘干、保护柱更换等）。
- 精度高。



## Agilent 7697A 顶空进样器

Agilent 7697A 顶空进样器 (HS) 是一个压力回路顶空采样系统，具有 12 样品瓶或 111 样品瓶容量。如果配置用于 12 个样品瓶，HS 将使用单样品瓶柱箱在所需温度平衡样品。如果配置有 111 样品盘，HS 将使用 12 样品瓶柱箱在所需温度平衡样品。由于顶空分析中的最长保留时间通常是平衡时间，因此，使用多样品瓶柱箱可使更高容量的 HS 能够一次平衡多个样品瓶，从而增加通过量。

### 本手册内容

本手册介绍顶空进样器日常操作所需的概念和任务。

要获得执行更高级的任务和方法开发所需的信息，请参见[高级操作指南](#)。

## 熟悉顶空进样器



图 1 111 样品瓶型号 — 前视图

## 1 简介



图 2 12 样品瓶型号 — 前视图

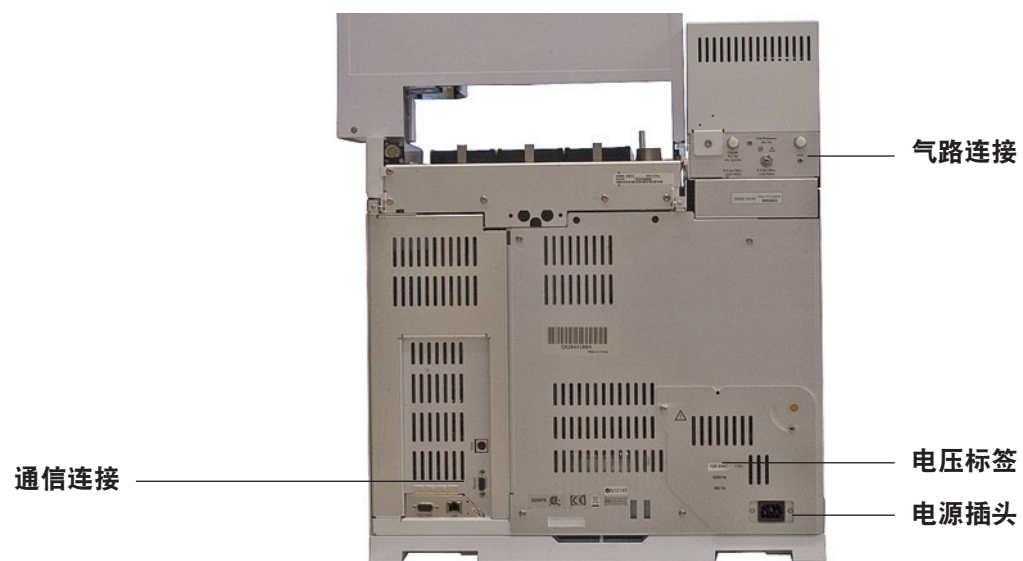
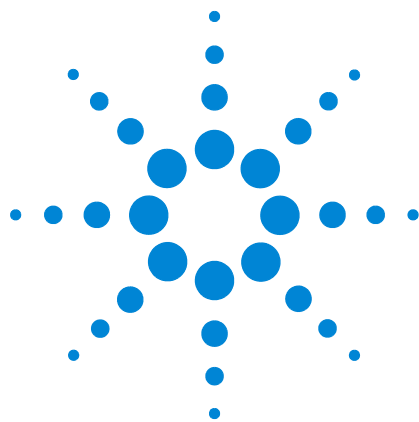


图3 12 样品瓶型号 — 后视图（与 111 样品瓶型号类似）

## 1 简介



## 2 操作流程

日常操作流程	16
方法开发流程	17

本部分介绍使用顶空进样器的基本流程。

## 日常操作流程

图 4 汇总了顶空分析的一般操作流程。此 workflow 假定已正确配置顶空进样器，并且已知相关的方法和样品。

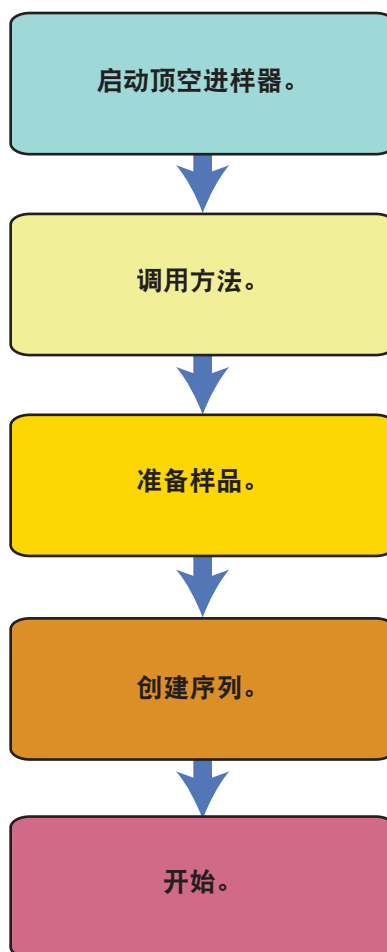


图 4 日常顶空分析流程



## 方法开发流程

图 5 汇总了开发方法的流程。有关方法开发的详细信息，请参考高级操作指南。

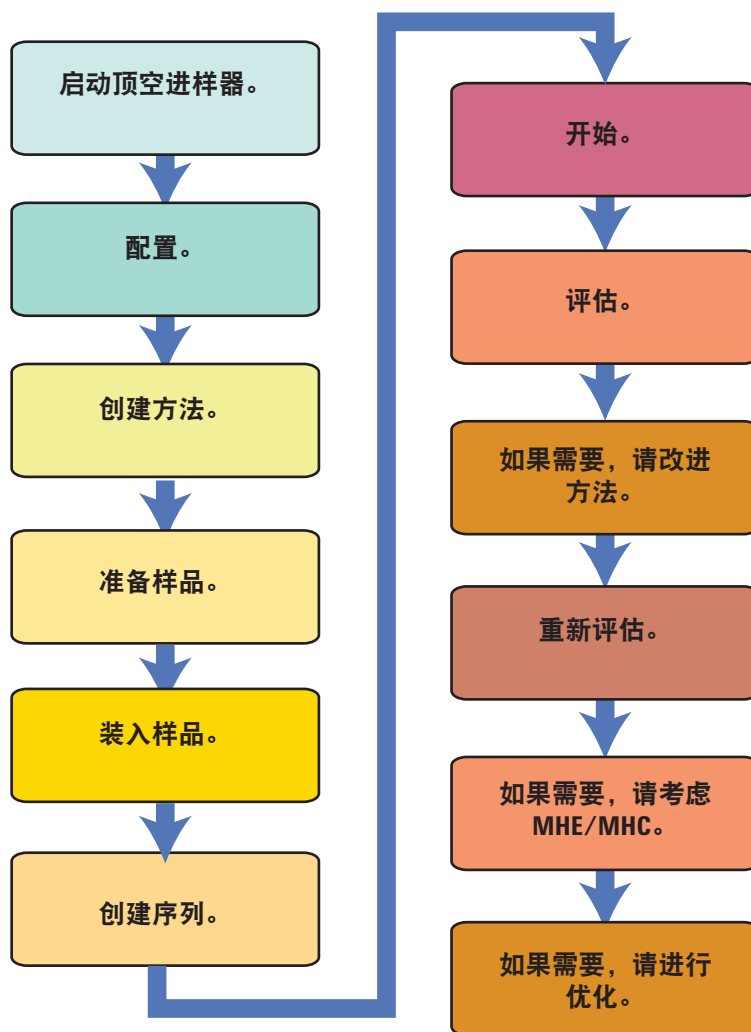


图 5 方法开发流程

## 2 操作流程



## 3 面板键盘

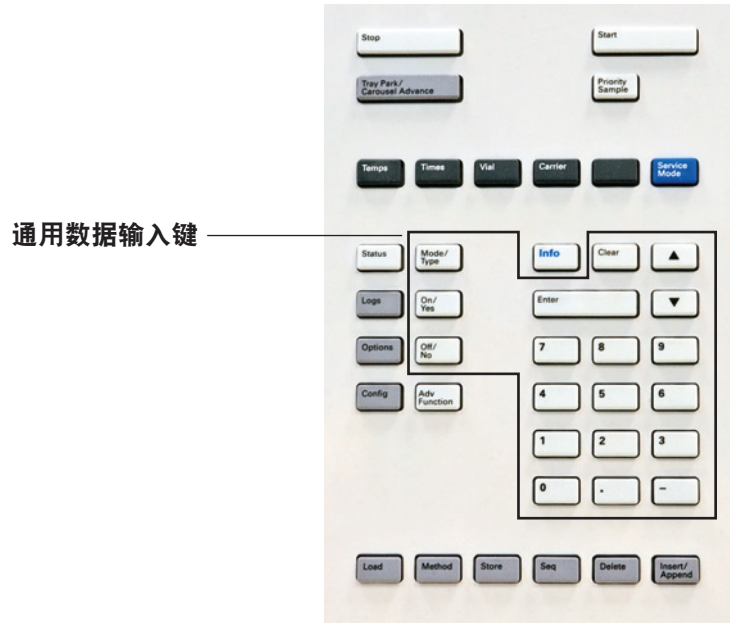
常规数据输入键	20
运行键	21
组件键	22
Adv Function（高级功能）键	23
Status（状态）键	24
Info（信息）键	25
支持键	26
Service Mode（服务模式）键	28
方法存储和自动键	27
当 HS 由 Agilent 数据系统控制时的面板键盘功能	29
顶空进样器状态	30
日志	32

本部分介绍 Agilent 7697A HS 面板键盘的基本操作。通过面板键盘可访问所有仪器功能。有关面板键盘功能的其他信息，请参见 *高级操作指南*。



## 常规数据输入键

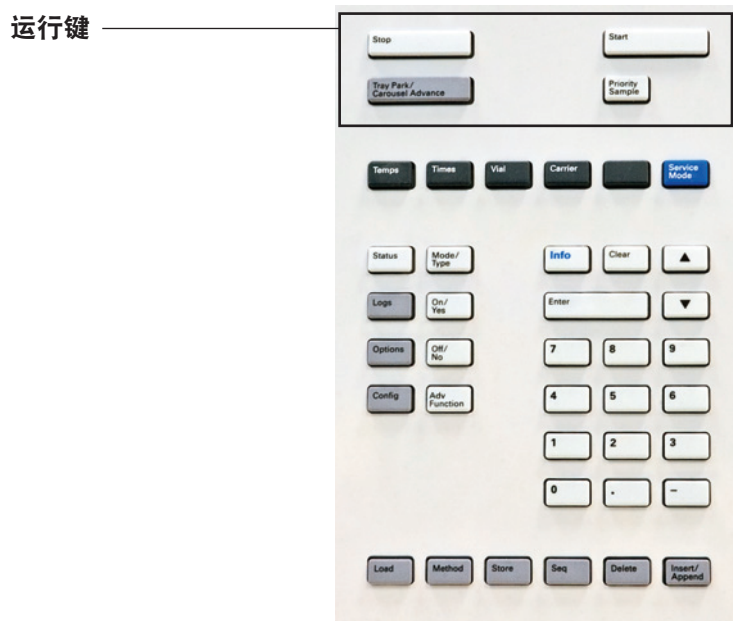
使用这些键输入设定值、进行选择以及打开或关闭 HS 组件。



<b>Mode/Type (模式 / 类型)</b>	访问同样组件非数字设置相关联的可能参数列表。例如，在选择样品瓶填充模式时，按 <b>[Mode/Type]</b> (模式 / 类型) 可列出样品瓶填充模式选项。
<b>Clear (清除)</b>	在按 <b>[Enter]</b> 前删除错误输入的设定值。它还可以用来返回多行显示中的第一行、返回前一页、取消某个序列或方法过程中的一项功能、取消调用或取消存储序列和方法。
<b>Enter</b>	接受所输入的变更值或选择备用模式。
	滚动键。每按一次将向上或向下滚动一行。显示屏中的 < 表示有效行所在位置。
<b>数字键</b>	用于为方法参数输入设置。(按 <b>[Enter]</b> 接受更改)。
<b>On/Yes (开 / 是) Off/No (关 / 否)</b>	用于设置参数，如报警蜂鸣音、方法修改蜂鸣音和按键音，或用于打开或关闭参数或设备，如传输线加热器。

## 运行键

使用这些键开始样品准备、停止准备以及在装载样品瓶之前移动样品盘。



<p><b>Stop (停止)</b></p>	<p>在序列期间：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>按一次可暂停序列。将继续处理当前样品，但不会开始新的样品处理。按 <b>[Start]</b> (开始) 继续序列。</li> <li>按两次 (在 5 秒内) 可终止序列。样品瓶柱箱中的任何样品瓶都将返回到样品盘中。</li> </ul>
<p><b>Start (开始)</b></p>	<p>开始处理下一个样品或样品序列。样品处理完成后，HS 将执行进样到 GC 并发送 Start Run (开始运行) 信号。</p>
<p><b>Tray Park/Carousel Advance</b> (样品盘停放 / 传送装置前进)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>对于 111 样品瓶型号，按该键可停放或取消停放样品盘。(停放样品盘以装载 / 取消装载样品瓶或样品瓶架。) 啊在运行序列过程中按下此按钮，序列会暂停，取消停放样品盘。</li> <li>对于 12 样品瓶型号，按该键可使传送装置前进一个位置。</li> </ul>
<p><b>Priority Sample</b> (优先样品)</p>	<p>仅适用于 111 样品盘型号。只能单独使用。按该键可将样品瓶插入运行序列。使用数据系统控制时将禁用该键。</p>

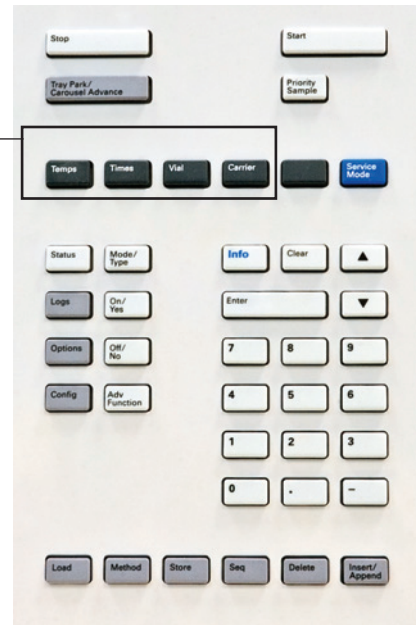
## 组件键

使用这些键可访问方法温度、定时事件、流量和压力、样品瓶填充模式等类似参数。

**要显示当前设置**，请按其中任一键。可以得到三行以上的信息。如需要，可使用滚动键查看其他行。

**要更改设置**，请滚动到所需行，输入变更值，然后按 **[Enter]**。

组件键

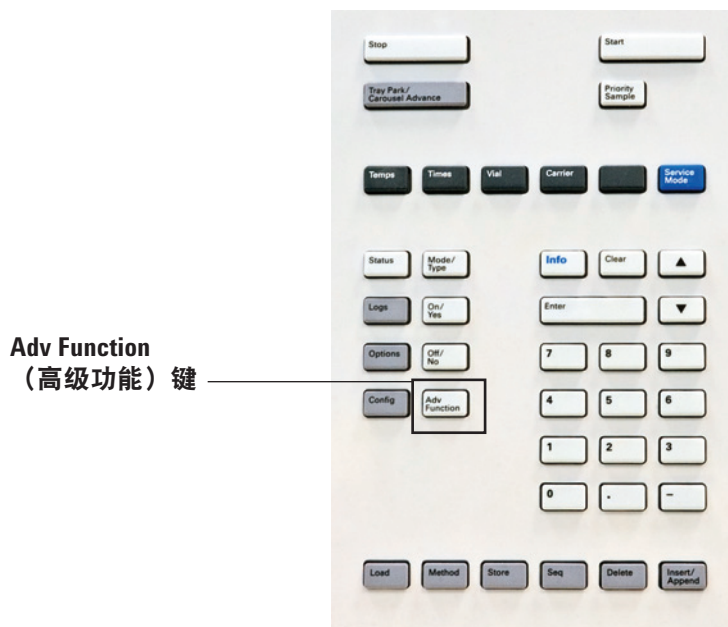


<b>Temps (温度)</b>	按该键可设置样品瓶柱箱、样品定量环和传输线的温度。
<b>Times (时间)</b>	按该键可设置样品瓶平衡时间、进样持续时间、压力平衡时间以及 GC 循环时间。
<b>样品瓶</b>	按该键可设置样品瓶体积、样品瓶填充模式和参数、定量环填充模式和参数以及样品瓶摇动。
<b>载气</b>	如果使用可选的 HS 载气 EPC 模块，按该键可设置载气流量或压力程序的载气控制模式和参数。 如果不使用可选的 HS 载气控制，则 GC 将控制载气流量。

请注意，使用面板键盘编辑温度和时间将立即更改当前方法中的设置，并且，HS 将开始调用新设置（如果合适）。

## Adv Function（高级功能）键

使用 [Adv Function]（高级功能）键可访问高级 HS 方法参数

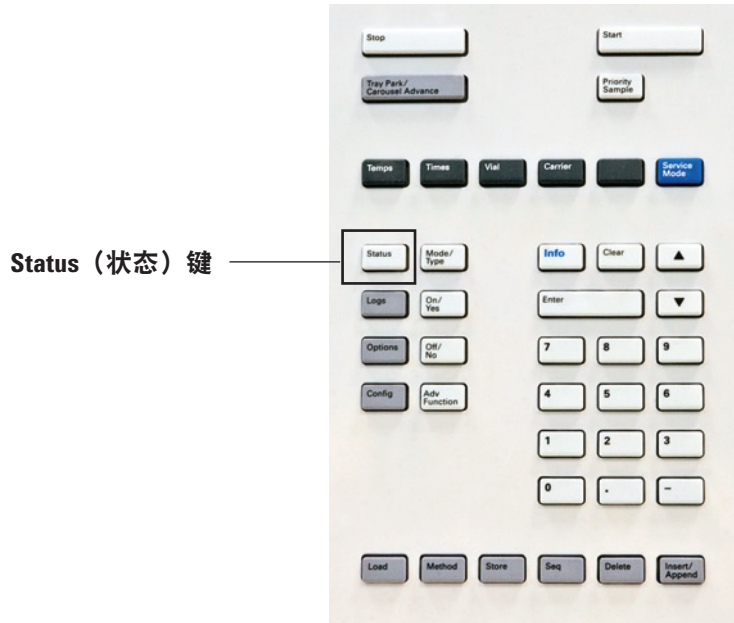


### Adv Function (高级功能)

- 用于访问下列参数：
- 序列间的样品定量环和样品探针吹扫
  - 顶空萃取模式
  - 方法序列操作
  - 条形码读取器设置
  - 方法开发参数

## Status（状态）键

使用 **Status**（状态）键可了解当前 HS 状态。

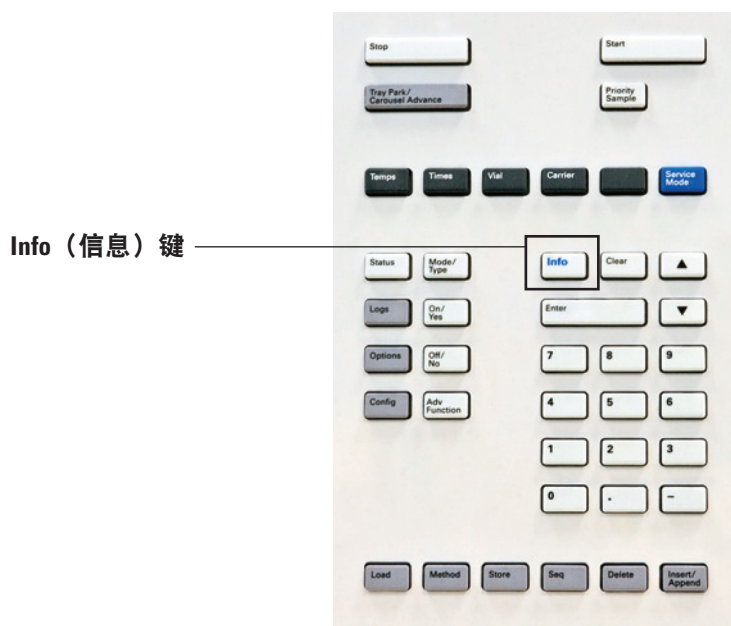


- 
- Status（状态）** 在序列、设定值和样品瓶状态信息和消息之间切换。还会显示“就绪”、“未就绪”和“故障”信息。如果 Not Ready（未就绪）状态灯闪烁，则表明发生故障。
- 在设定值状态的滚动显示窗口中，项的显示顺序可以更改。例如，您可能想在前三行显示最常检查的内容以便不滚动就能查看它们。要更改状态的显示顺序，请按以下步骤操作：
- 1 按 **[Config] [Status]**（配置 > 状态）。
  - 2 滚动到要首先显示的设定值，按 **[Enter]**。该设定值随即出现在列表顶端。
  - 3 滚动到要第二个显示的设定值，按 **[Enter]**。该设定值随即出现在列表的第二个位置。
  - 4 继续上述步骤，直到列表按照您需要的顺序显示。
-



## Info（信息）键

要查看上下文相关帮助，请按 **[Info]**（信息）。例如，如果在设定值输入时按 **[Info]**（信息），则出现的帮助信息将类似于：输入介于 0.00 和 999.990 分钟之间的某个值。

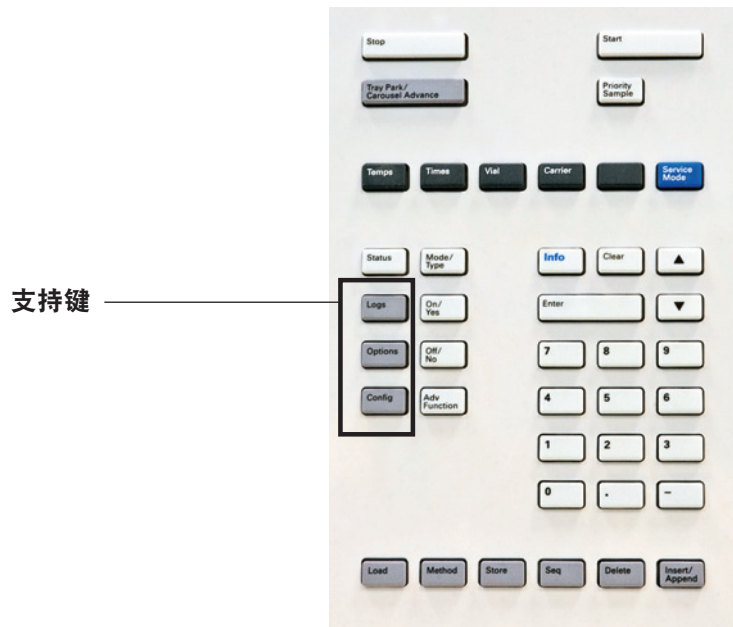


### Info（信息）

通过此键查看有关当前显示参数的帮助。例如，如果 **Vial equip time**（样品瓶平衡时间）在显示屏中为有效行（其旁边有 <），按 **[Info]**（信息）键将显示时间的有效范围。其他情况下，按 **[Info]**（信息）键将显示要执行的定义或操作。

## 支持键

使用这些键查看和设置配置参数、设置选项以及查看仪器历史记录数据。



<b>Logs (日志)</b>	在 <b>Sequence Log</b> (序列日志)、 <b>Event Log</b> (事件日志) 和 <b>Maintenance Log</b> (维护日志) 之间切换。这些日志中的信息可用于支持良好实验室操作规范 (GLP) 标准。
<b>Options (选项)</b>	访问仪器校准、通信和面板键盘及显示屏选项。滚动到所需行，按 <b>[Enter]</b> 访问相关条目。有关详细信息，请参见 <a href="#">高级操作指南</a> 。
<b>Config (配置)</b>	使用 <b>[Config]</b> (配置) 设置 HS 无法自动检测但对于准备样品或运行方法很重要的组件，如气体类型、载气模式、定量环体积和时钟。

## 方法存储和自动键

这些键用来调用和存储位于本地 HS 的方法和序列。它们不能用来访问由 Agilent 数据系统存储的方法和序列。

方法存储和  
自动化键

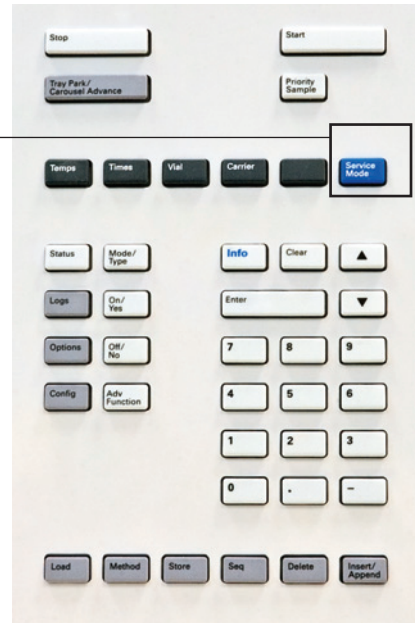


<b>Load</b> (调用)	用来调用和存储 HS 上的方法和序列。
<b>Method</b> (方法)	例如, 要调用方法, 请按 <b>[Load] [Method]</b> (调用 > 方法) 并从存储在 HS 上的方法列表选择一个方法。请参见 “调用方法”、 “保存 (存储) 方法”、 “调用序列” 和 “保存 (存储) 序列”。
<b>Store</b> (存储)	
<b>Seq</b> (序列)	
<b>Delete</b> (删除)	删除方法、序列或序列行。请参见 “删除序列” 和 “删除方法”。
<b>Insert/Append</b> (插入 / 添加)	用于将样品瓶添加到新的或现有的序列。

## Service Mode (服务模式) 键

使用此键可访问服务信息和过程。

Service Mode  
(服务模式) 键



---

**Service Mode**  
(服务模式)

通过此键可以使用 HS 的维护功能和设置、服务计数器、样品瓶泄漏测试以及诊断功能。有关详细信息，请参见 [高级操作指南](#)。

---

## 当 HS 由 Agilent 数据系统控制时的面板键盘功能

在数据系统控制下，可锁定面板键盘以进行常规使用。在数据系统控制仪器时，此锁定功能可防止用户意外更改顶空方法。如果锁定，则意味着：

- 可以查看方法参数，但不能更改。
- 不能调用、编辑或保存方法。
- 不能调用、编辑或保存序列。
- 不能更改仪器配置或执行高级功能。

在处于数据系统控制下时，可以使用面板键盘：

- 要查看序列状态（包括时间数据），请选择 **[Status]**（状态）。
- 查看方法设置。
- 通过选择 **[Stop]**（停止）暂停或终止序列。
- 通过按下 **[Options] > Communication**（选项 > 通信）并进行滚动，查找当前控制 HS 的计算机。当前控制 HS 的计算机的名称列在 **Enable DHCP**（启用 DHCP）设置下，同时显示的信息还有连接到 HS 的主机数量。

## 顶空进样器状态

当 HS 准备开始当前序列时，显示屏将显示“就绪”状态，如下所示：

```
STATUS - READY (状态 - 就绪)
已准备好开始序列
```

或者，如果 HS 的一个组件未准备好开始运行，**Not Ready**（未就绪）指示灯将亮起，状态显示屏将显示“未就绪”，解释 HS 未就绪的原因。

```
STATUS - Not ready
(状态 - 未就绪)
柱箱已关闭
```

可在任何时候按 **[Status]**（状态）查看解释当前 HS 状态的消息，包括 HS 是否准备好开始样品准备或当前是什么条件阻止它继续。

**序列状态：**显示与序列相关的任何状态信息。

**设定值状态：**显示一般状态信息，如就绪消息和故障状态，还列出 HS 设定值的设置和当前值数据。

**样品瓶状态：**在序列执行过程中，显示有关选定的样品瓶的状态详细信息。使用箭头键选择所需的样品瓶。

## 警告音

当存在问题时将发出一声蜂鸣音，但该问题不会阻止 HS 执行序列。HS 将发出一声蜂鸣音并显示一条消息。HS 能够开始序列而且警告将在另一个序列开始后消失。

故障消息表示存在需要用户干预的硬件问题。根据错误类型的不同，HS 将不发出蜂鸣音或只发出一声蜂鸣音。

流量关闭前发出一连串报警蜂鸣音。在故障组件关闭一小段时间后，HS 会发出一声蜂鸣音，然后显示一条简短的消息。例如，如果样品瓶加压气体流量不能保持设定值，将发出一连串蜂鸣音。5 分钟后流量关闭。将短暂显示关闭消息。按 **[Clear]**（清除）可停止任何蜂鸣音。柱箱中的样品瓶将继续平衡，但 HS 不会处理其他样品瓶，并且不会进行萃取或进样。

如果使用 HS 载气控制并且氢气流关闭或发生加热区关闭，则将发出连续音。在氢气关闭期间，所有 HS 加热器和电机都将关闭。

**警告**

在继续进行操作之前，请调查并解决氢气关闭的原因。有关详细信息，请参见 *故障排除手册* 中的 **氢气关闭** 一节。

### 错误条件

如果发生问题，则将显示一条状态消息。如果该消息提示存在硬件损坏，则可以查看更多相关信息。

### 设定值闪烁

如果系统关闭气流或样品瓶柱箱，组件参数列表的相应行上的 **Off**（关闭）将闪烁。

### 状态指示灯

前面板显示屏提供五 (5) 个 LED 指示灯，以显示仪器状态。



<b>Tray Park</b> (样品盘停放)	如果亮起，则表示样品盘已停放。(111 样品瓶型号)
<b>Run (运行)</b>	当 HS 处理样品时将亮起。
<b>休眠</b>	当 HS 处于休眠模式时将亮起。请参见“资源节省”。
<b>Not Ready</b> (未就绪)	当 HS 未准备好处理样品时将亮起。
<b>Service Due</b> (服务到期时间)	当早期维护预警 (EMF) 计数器超过阈值，并且计数器设置为点亮此指示灯时，该指示灯将亮起。

## 日志

使用键盘可访问三个日志：运行日志、维护日志和系统事件日志。要访问日志，请按 **[Logs]**（日志）以切换到所需日志。显示屏将显示日志所包含的条目数量。可滚动浏览日志条目。

### 序列日志

序列日志将在每次新的序列开始时被清除。在序列过程中，相对计划方法（包括面板键盘干预）的任何偏差都将列入序列日志表。

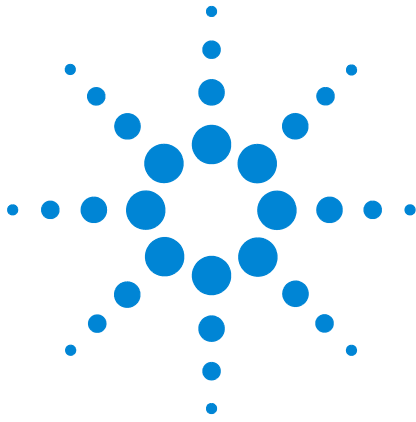
### 维护日志

维护日志包含了当任何用户定义组件计数器达到监测限定值时系统所创建的条目。日志条目包含对计数器的描述、计数器当前值、监测限定值以及所达到的限定值。此外，同计数器相关的每个用户任务都被记录在日志中，包括复位、启用或禁用监测以及更改限定值或单位（周期或持续时间）。

### 事件日志

事件日志记录了 **HS** 操作过程中的重要事件。如果在序列执行过程中发生某些事件，则它们也会显示在序列日志中。





## 4 消耗品

用于顶空分析的消耗品 34

本部分列出对 **Agilent 7697A 顶空进样器** 进行日常操作所需的常用部件，如样品瓶和样品定量环。可在本手册或[维护手册](#)中找到更换这些部件的步骤。

## 用于顶空分析的消耗品

下表列出了用于顶空进样器和顶空分析的常用供应品。要获得最新的可用部件，请访问 Agilent 网站，网址是 [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)。

**表 1 顶空进样器部件和标样**

说明	部件号
泄漏测试工具包。包括：	G4556-67010
• 无孔密封垫圈	5181-7458
• 11 毫米低渗漏隔垫，5 个 / 包	5182-3413
• 顶空（蓝色）泄漏测试样品瓶	G4556-20600
• 1/8 英寸尼龙管接头塞子	0100-2414
• 1/16 英寸不锈钢 ZDV 塞子（六通阀盖）	G6600-80039
样品盘样品瓶架组，7697A（3 个样品瓶架）	G4564A
样品盘样品瓶架	G4556-60019
样品盘样品瓶架标签	G4556-90500
带有 3 个柱芯、1/8 英寸 Swagelok 接头的通用 / 外部分流口捕集阱	RDT-1020
色谱柱切割片，陶瓷	5181-8836
脱活样品探针，SN1030	G4556-60690
脱活样品探针，SN2000	G4556-60125
六通阀、转子更换件、WT 系列、300 psi、350 °C	1535-4952
样品定量环转换接头：	G4556-20177
1 个，与 0.025、0.05 和 0.10 毫升样品定量环结合使用	
2 个，与 0.5 和 1.0 毫升样品定量环结合使用	
样品定量环转换接头：	G4556-20178
1 个，与 0.025、0.05 和 0.10 毫升样品定量环结合使用	
<b>标样</b>	
GC 顶空评估标样，1 x 1 毫升	8500-4328
顶空 OQ/PV 样品	5182-9733

表 2 顶空进样器传输线部件

说明	部件号
<b>传输线部件</b>	
聚酰亚胺密封垫圈, 5 个 / 包	
0.53 毫米, 1/32 英寸, 用于外径为 $0.50 \leq 0.80$ 毫米的 管线	0100-2595
0.25、0.32 毫米, 1/32 英寸, 用于外径为 $0.25 \leq 0.40$ 毫米的管线	5190-1437
传输线隔垫螺母, 用于分流 / 不分流和多模式进样 口	G3452-60835
不锈钢堵死螺母, 1/16 英寸	01080-83202
螺母和异径管接头, 用于六通阀和传输线连接	0100-2594
<b>传输线</b>	
脱活熔融石英管, 250 微米 x 5 米	160-2255-5
脱活熔融石英管, 320 微米 x 5 米	160-2325-5
脱活熔融石英管, 450 微米 x 5 米	160-2455-5
脱活熔融石英管, 530 微米 x 5 米	160-2535-5
ProSteel 脱活不锈钢管, 5 米长	160-4535-5
ProSteel 的 ProSteel 套管, 5 米长	4177-0607

表 3 顶空进样器样品定量环

说明	部件号
<b>样品定量环, SN 2000</b>	
0.025 毫升	G4556-80101
0.05 毫升	G4556-80102
0.1 毫升	G4556-80103
0.5 毫升	G4556-80105
1.0 毫升	G4556-80106
1.0 毫升, 认证	G4556-80126
3.0 毫升	G4556-80108
3.0 毫升, 认证	G4556-80128
5.0 毫升	G4556-80109
<b>样品定量环, SN 1030</b>	
0.025 毫升	G4556-80111
0.05 毫升	G4556-80112
0.1 毫升	G4556-80113
0.5 毫升	G4556-80115
1 毫升	G4556-80116
3 毫升	G4556-80118
5 毫升	G4556-80119
<b>样品定量环转换接头</b>	
样品定量环转换接头: 1 个, 与 0.025、0.05 和 0.10 毫升样品定量环结合使用 2 个, 与 0.5 和 1.0 毫升样品定量环结合使用	G4556-20177
样品定量环转换接头: 1 个, 与 0.025、0.05 和 0.10 毫升样品定量环结合使用	G4556-20178

表 4 顶空样品瓶和瓶盖

说明	部件号
<b>认证的平底样品瓶</b>	
认证的平底顶空样品瓶， 20 毫升， 100 个 / 包	5182-0837
认证的平底顶空样品瓶， 10 毫升， 100 个 / 包	5182-0838
<b>20 毫米顶空盖， 有隔垫</b>	
认证的顶空铝卷边盖， PTFE/Si 隔垫， 20 毫米， 100 个 / 包	5183-4477
<b>顶空样品瓶工具包</b>	
样品瓶工具包	5182-0840
20 毫升顶空卷边盖平底样品瓶， 银色铝质整体式卷边盖（安全型）， PTFE/ 白色硅胶隔垫， 100 个 / 包	
<b>压盖器和启盖器</b>	
电子卷边器， 适用于 20 毫米的样品瓶瓶盖	5062-0208
电子启盖器， 适用于 20 毫米的卷边盖	5062-0210
人体工程学设计的手动卷边器， 适用于 20 毫米的瓶盖	5040-4669
人体工程学设计的手动启盖器， 适用于 20 毫米的瓶盖	5040-4671

## 4 消耗品



## 5 样品瓶

样品瓶类型	40
样品瓶隔垫和瓶盖	41
样品瓶标签	42
填充样品瓶	43
盖上样品瓶盖	44
停放或取消停放样品盘（111 样品瓶型号）	46
安装样品瓶架（111 样品瓶型号）	47
将样品装入样品盘（111 样品瓶型号）	48
将样品装入样品盘（12 样品瓶型号）	49

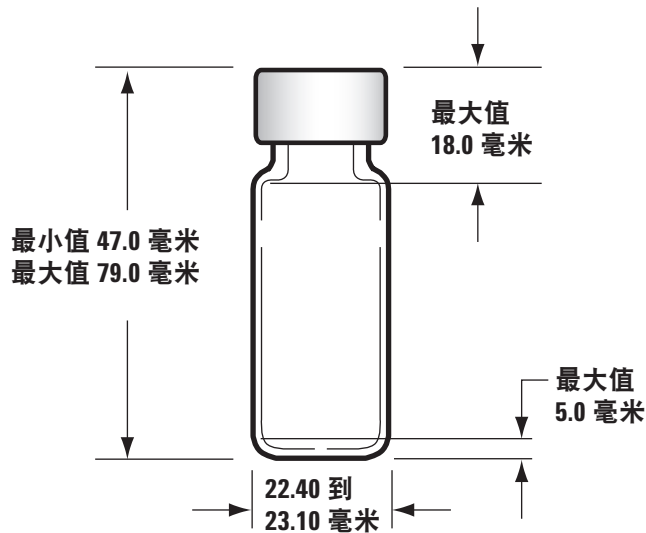
本部分讨论 Agilent 7697A 顶空进样器的样品瓶选择、样品准备和样品瓶处理。

## 样品瓶类型

Agilent 7697 顶空进样器接受 10-mL、20-mL 或 22-mL 样品瓶。在方法中设置样品瓶体积（请参见“创建方法”）。样品瓶体积会随着序列中使用的每个新方法而更改，但不会在方法中更改。如果使用的样品瓶体积不是方法所需的，则会导致运行时异常。

顶空进样器使用带有卷边盖的透明或琥珀色玻璃样品瓶，或螺纹盖样品瓶。对于对光线敏感的物品，请使用琥珀色玻璃样品瓶。这两种样品瓶类型都是平底或圆底样品瓶。有关可接受的样品瓶类型，请参考 Agilent 消耗品和供应品目录，或访问 Agilent 网站，网址是 [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)。不兼容的样品瓶会导致机械臂错误（111 样品瓶型号）。

样品瓶必须符合图 6 中所示的规格。



**图 6** 支持的样品瓶尺寸

避免重复使用样品瓶。多次使用样品瓶会提高样品瓶破裂的几率。



## 样品瓶隔垫和瓶盖

有两种类型的隔垫用于卷边盖和螺纹盖，每种隔垫都具备不同的再密封特性和不同的防溶剂腐蚀性。

隔垫材料	相容的物质	不相容的物质	可再密封性	最高温度 *
PTFE/ 丁基橡胶	PTFE 具有防腐蚀性，直到穿孔为止，随后隔垫或衬管中的橡胶具有相容性（ACN、丙酮、DMF、酒精、二乙胺、DMSO、苯酚）	含氯溶剂、芳香族化合物、碳氢化合物、二硫化碳	良好	< 125 °C
PTFE/ 硅橡胶	PTFE 具有防腐蚀性，直到穿孔为止，随后隔垫中的硅橡胶具有相容性（酒精、丙酮、乙醚、DMF、DMSO）	ACN、THF、苯、氯仿、吡啶、甲苯、己烷、庚烷	一般	< 180 °C

\* 近似值。请参考制造商的建议。

样品瓶盖带有或没有内部安全特性，如果内部样品瓶压力超过约 310 kPa (45 psi)，则样品瓶将放空。

一般情况下，在顶空分析中不要多次使用卷边盖或隔垫。

有关可接受的样品瓶类型，请参考 Agilent 消耗品和供应品目录，或访问 Agilent 网站，网址是 [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)。

## 样品瓶标签

**小心**

确保任何标签和墨水能够承受柱箱加热温度而不会退化。

如果对 111 样品瓶型号使用标签，则标签需要符合下面的尺寸。如果还使用可选的条形码读取器，则条形码标签必须符合标签的一般尺寸以及所示的贴放要求。

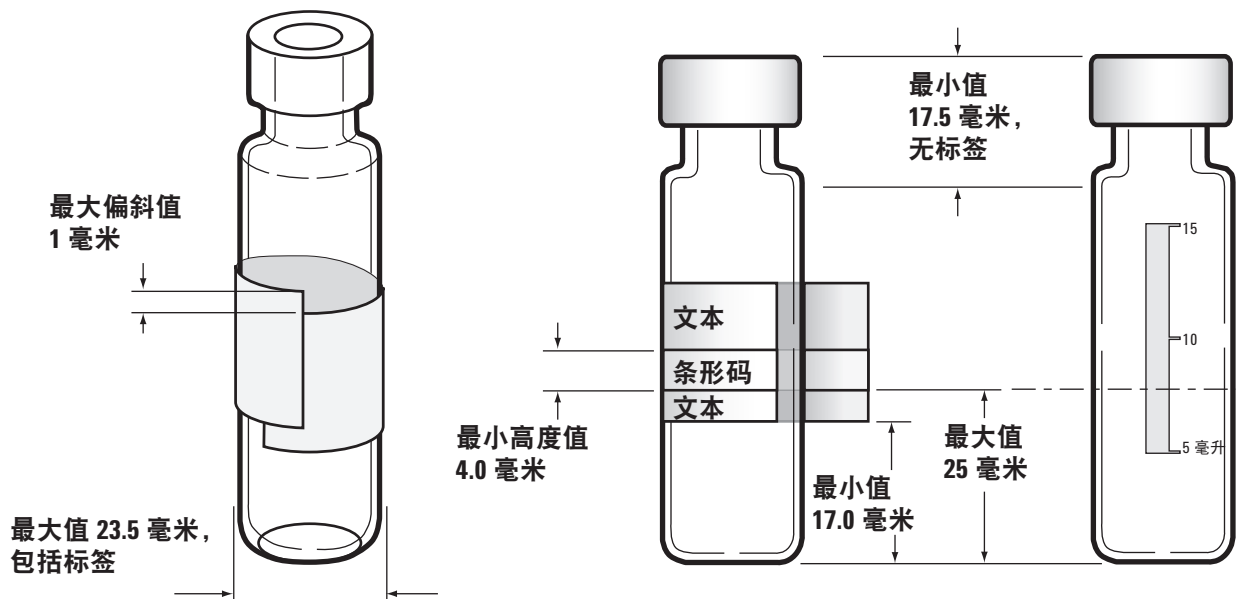


图 7 样品瓶标签和条形码规格（所示的是 20 毫升样品瓶）

**小心**

正确的样品瓶尺寸对于机械臂正确操作非常重要。如果样品瓶和标签不符合这些规格，可能会导致进样器出错。如果因样品瓶和标签不符合这些规格而致电服务部门要求维修，保修或服务合同不涵盖这类服务。

要确认标签的张贴情况，请将贴上标签的样品瓶放入条形码读取器中。按 **[Service Mode]**（服务模式），选择 **Diagnostics > Tray > Diagnostics > BCR**（诊断 > 样品盘 > 诊断 > 条形码读取器），然后按 **[Enter]**。条形码读取器将尝试读取样品瓶的条形码。

## 填充样品瓶

一般情况下，样品瓶填充一半即可。虽然样品量可能因分析的不同而异，但不要将样品瓶填充超过图 8 中所示的样品量。正确填充样品瓶可确保采样探针不会在采样期间接触到基质。如果需要更多样品，可使用较大的样品瓶或优化方法以改进结果。有关建议，请参见 [高级操作指南](#)。

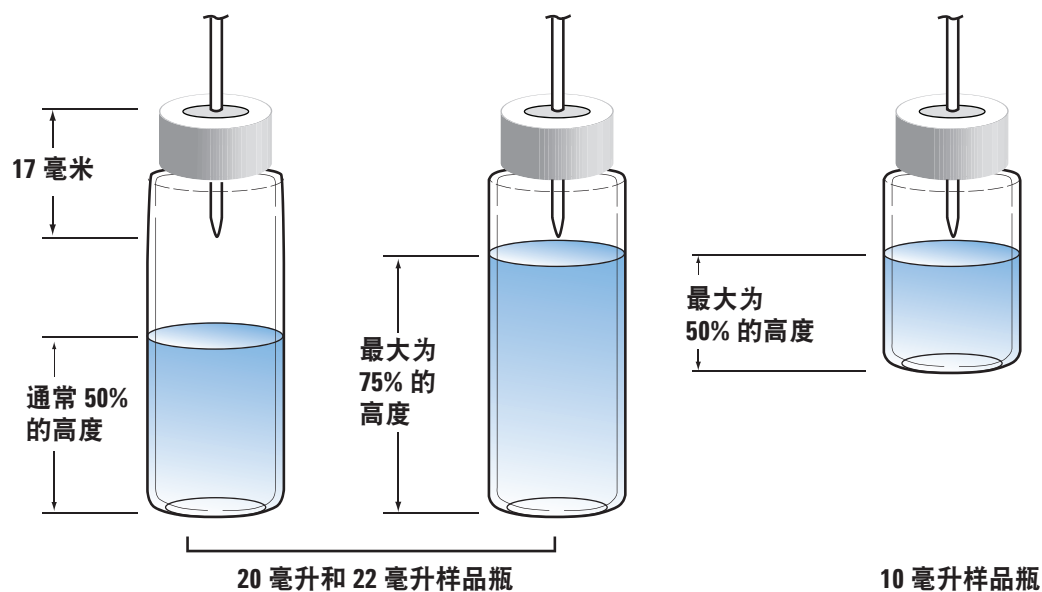


图 8 样品瓶填充限制

## 盖上样品瓶盖

必须正确密封样品瓶，确保顶空气体不会提前逸出。对于卷边盖样品瓶，可使用为 20 毫米瓶盖的顶空样品瓶专门设计的卷边器来密封样品瓶。也可以使用螺纹盖和螺纹口样品瓶。请参见“用于顶空分析的消耗品”。

- 1 在开始之前，擦拭卷边器钳口的内表面。
- 2 如果使用单独的隔垫和瓶盖，可将隔垫放在样品瓶盖中，涂有 PTFE 的一面朝向样品瓶。请小心，不要污染隔垫。
- 3 将瓶盖翻转过来放在桌子上。
- 4 在样品瓶中放置样品。（大多数样品瓶中的样品不能超过 50%，但某些样品瓶中的样品可达到 75%。请参见“填充样品瓶”）。
- 5 将隔垫和瓶盖组件放在样品瓶开口上。
- 6 将样品瓶放在卷边器中。
- 7 缓慢而稳定地用力挤压卷边器手柄以密封样品瓶。（挤压手柄，直到手柄接触到调整螺丝为止。）

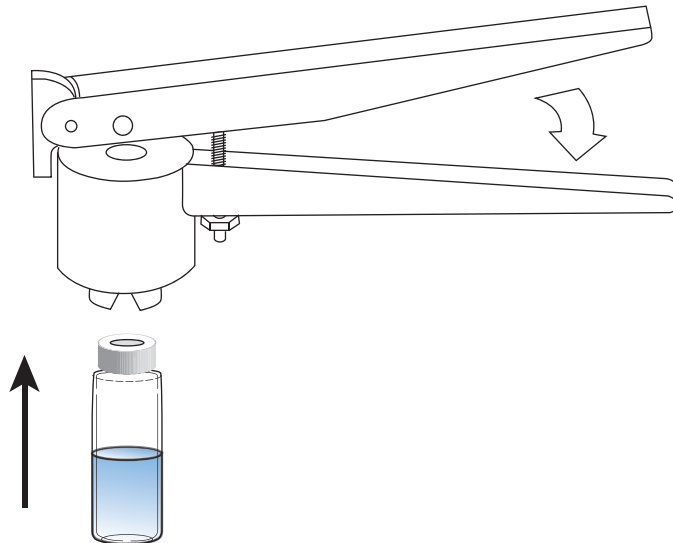


图 9 显示了正确和不正确的样品瓶盖。

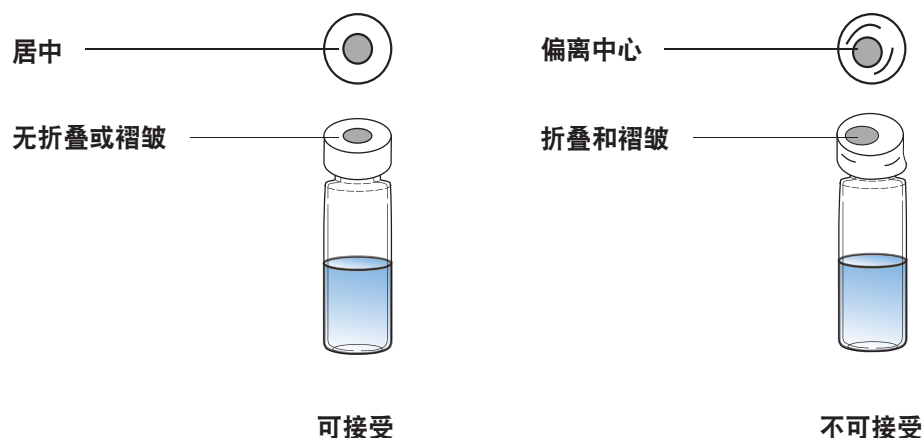


图 9 可接受和不可接受的样品瓶盖

检查每个样品瓶是否正确卷边：

- 确保裹在样品瓶颈下方的瓶盖部分没有折痕或褶皱。要消除折痕或褶皱，请将样品瓶大约转  $10^\circ$ ，然后再次卷边。通过沿顺时针方向旋转调整螺丝，调整卷边器使卷边更松。
- 瓶盖应该可用手拧紧。如果瓶盖松了，请沿逆时针方向旋转调整螺丝以调整卷边器使卷边更紧。再次为瓶盖卷边。如果瓶盖太紧，隔垫将会变形，并且样品瓶可能会泄漏。
- 确保每个瓶盖都有一个平整的隔垫，位于样品瓶顶部的中心位置。
  - 如果隔垫不平整，请取下瓶盖，沿顺时针旋转卷边器调整螺丝，并再次尝试。
  - 如果瓶盖不在中心位置，请取下瓶盖并确保新的瓶盖平整的放在样品瓶的顶部，然后再挤压卷边器。

## 停放或取消停放样品盘（111 样品瓶型号）

停放样品盘可将样品盘台架移至安全位置。停放时，可以将样品瓶装入样品瓶架中，或从 HS 安装和卸下样品瓶架。

按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）以停放样品盘。显示屏显示：

TRAY PARKED (样品盘已停放)  
样品盘停放 - 取消样品盘停放  
开始 - 开始序列

按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）取消停放样品盘，以准备使用。显示屏显示：

SEQUENCE IDLE (序列空闲)  
开始 - 开始序列  
样品盘停放 - 停放样品盘

如果样品盘已停放，则不能开始序列。

在某个序列暂停此序列期间停放样品盘。当前样品瓶继续处理，但不会开始任何新的样品瓶。

## 安装样品瓶架（111 样品瓶型号）

- 1 按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）以“停放”样品盘（将台架移至静止位置，以便容易地处理样品瓶架区域）。

### 小心

在装入包含样品瓶的样品盘架时，避免过多地移动样品盘。如果样品涂在隔垫或样品瓶上超过一般的量，则会使结果发生改变。

- 2 向上提起样品瓶架的前端时，将样品瓶架向后滑动，滑到 HS 顶部的安装夹下方。然后，放下样品瓶架前端，使其固定到位。

如果安装正确，样品盘架上的绿色 LED 将亮起。



**图 10** 样品盘中的样品瓶位置

- 3 按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）以准备使用样品盘。

## 将样品装入样品盘（111 样品瓶型号）

- 1 按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）以“停放”样品盘（将台架移至静止位置，以便容易地处理样品瓶架）。
- 2 根据需要将盖好瓶盖的样品瓶放入样品盘中。请参见图 11。

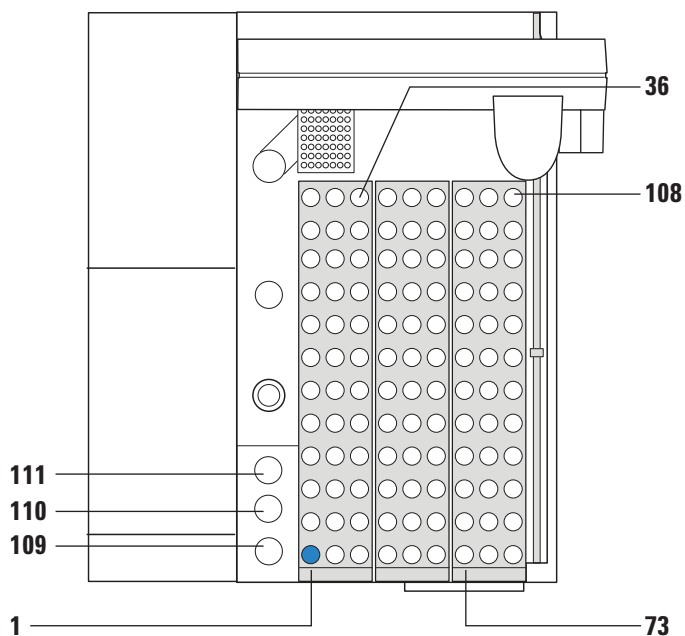


图 11 样品盘中的样品瓶位置

- 3 按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）以准备使用样品盘。



## 将样品装入样品盘 (12 样品瓶型号)

- 1 打开样品盘盖板。请参见图 12。



图 12 打开样品盘盖板

- 2 每个样品瓶位置左侧的标签标有该位置的编号。请参见图 13。

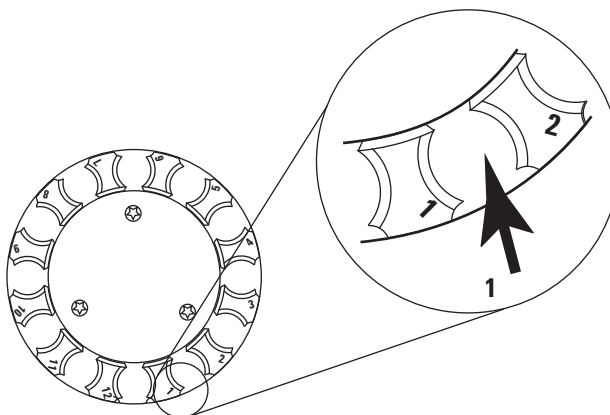


图 13 12 样品盘位置

## 5 样品瓶

- 3 如果所需的样品瓶位置不可用，可按 **[Tray Park/Carousel Advance]**（样品盘停放 / 传送装置前进）来旋转样品盘。
- 4 根据需要将盖好瓶盖的样品瓶放入样品盘中。



## 6 方法

什么是方法?	52
方法参数摘要	54
创建方法	56
保存（存储）方法	58
编辑方法	59
调用方法	60
删除方法	61
确定 GC 循环时间	62

本章定义了顶空进样器方法，并介绍如何使用 HS 前面板键盘调用、保存、创建和编辑方法。如果使用 Agilent 数据系统，您很可能会使用数据系统来创建方法。有关详细信息，请参考数据系统帮助和文档以及[入门指南](#)。

## 什么是方法？

方法是顶空进样器准备样品并将其进样到气相色谱仪时所需的设定值的集合。Agilent 7697A 顶空进样器可在内部存储最多 32 个方法以及若干内置方法。方法的主要部分控制以下参数：

- **温度**，即样品瓶、样品定量环和传输线的温度
- **时间**，即平衡和进样时间以及 GC 循环时间（用于样品重叠和通过量计算）
- **样品瓶**设置，即样品瓶体积、填充、摇动和进样后放空等设置
- **载气**设置，用于在进样和 GC 运行（如果使用可选的 EPC 模块）期间控制载气流

可用参数取决于仪器型号和当前配置。有关所有可能的方法参数的完整详细信息，请参见 [高级操作指南](#)。

## 内置方法

除了 32 个用户可定义的方法外，HS 还存储了 6 个特殊方法：

方法	注释
缺省值	基本方法，可用作新方法的基础。不可编辑。
校验	进行初始性能验证所需的参数。不可编辑。
认证	进行 Agilent 的性能验证和认证服务所需的参数。不可编辑。
H2O 中的 MeOH	用于分析水中的甲醇的基本起始参数。不可编辑。
休眠	使用 <b>休眠</b> 方法调用不活动期间的设置。休眠方法可编辑。要计划仪器在一天中给定的时间内调用休眠方法，请参见 <a href="#">高级操作指南</a> 。
唤醒	使用 <b>唤醒</b> 方法调用休眠期结束之后的设置，例如，用于加热样品瓶柱箱或增大气体流量。如果需要，唤醒方法可以就是上次的分析 HS 方法运行。唤醒方法可编辑。要计划仪器在一天中给定的时间内调用唤醒方法，请参见 <a href="#">高级操作指南</a> 。

## 数据系统方法

如果使用 Agilent 数据系统，则首先使用数据系统方法，而不是在 HS 本地存储的方法。数据系统方法可保存所有相关仪器和设备的参数，如 GC 和 HS，以及所有数据分析和报告设置。

在运行序列时，数据系统将根据需要将设定值下载到 HS。HS 数据系统方法参数会在 HS 显示屏上显示为主机方法。HS 不会永久性存储“主机”方法。“主机”方法仅保留到方法被覆盖或 HS 关闭之前。

## 方法参数摘要

本部分列出方法参数以及每个参数的简短说明。有关详细信息，请参见 *高级操作指南*。

**表 5** 常用方法参数

参数	在模式中启用	说明
<b>[Temp] (温度) 键</b>		
柱箱		样品瓶平衡的柱箱温度。
定量环 / 阀		样品定量环和阀的温度。
传输线		传输线的温度 (恒温)。
<b>[Time] (时间) 键</b>		
GC 循环时间		GC 在进样后变为就绪状态的时间。
样品瓶平衡时间		样品瓶在柱箱中平衡的时间。
压力平衡时间		允许样品瓶中的压力在初始样品瓶加压后稳定的时间。
进样时间		将样品定量环蒸汽吹扫到 GC 进样口的时间。
<b>[Vial] (样品瓶) 键</b>		
填充模式		选择如何对样品瓶加压。
填充压力	填充模式: 流量压力和填充压力	目标样品瓶最终压力。
填充流量	填充模式: 流量压力	用于对样品瓶加压的流速。
填充体积, mL	填充模式: 恒定体积	用于对样品瓶加压的气体的特定体积。
定量环填充模式		选择在对样品瓶加压和穿孔后 HS 如何使用气体来填充样品定量环。
定量环阶升填充速率	定量环填充模式: 高级	如何快速填充样品定量环。
定量环最终压力	定量环填充模式: 高级	已填充的样品定量环的最终目标压力。
定量环平衡	定量环填充模式: 高级	在加压之后为样品定量环设置的稳定的时间。
萃取后放空		上次萃取后, 在将样品传送到 GC 时, 将样品瓶残留压力放空到大气。(可使用 <b>[Adv Function]</b> (高级功能) 键设置在浓缩萃取期间进行其他放空。)
样品瓶体积		使用此方法选择所有样品瓶的样品瓶体积。
摇动		选择样品在柱箱中平衡期间的摇动级别。(仅适用于 111 样品瓶型号)
<b>[Carrier] (载气) 键</b>		

表 5 常用方法参数 (续)

参数	在模式中启用	说明
压力 (只读显示)	载气控制: GC 控制	有关其他载气参数, 请参见 <a href="#">高级操作指南</a> 。
<b>[Adv Function] (高级功能) 键</b>		请参见 <a href="#">高级操作指南</a> 。
萃取模式		设置方法的萃取类型: 单次、多次或浓缩。
萃取次数	浓缩萃取	输入浓缩萃取次数。
在萃取间放空	浓缩萃取	打开或关闭。在浓缩萃取之间放空样品瓶。
吹扫流量		在从探针取下样品瓶后, 使用样品瓶加压气体吹扫样品探针和定量环。
吹扫时间		
条形码读取器		需要 111 样品瓶样品盘和可选的条形码读取器。选择该参数可以设置条形码读取器参数。
序列操作		设置 HS 如何处理意外的序列问题, 如缺少样品瓶或样品瓶体积不匹配。
方法开发		访问在开发方法时要使用的参数。
<b>[Adv Function] (高级功能) &gt; Barcode reader (条形码读取器)</b>		需要 111 样品瓶样品盘和可选的条形码读取器。
BCR 操作		设置如果发生条形码错误时是否继续操作以及如何继续操作。
BCR 符号表示法		设置用于此方法的条形码的所需符号表示法。
启用 BCR 校验和		使条形码使用校验和功能 (可用性还取决于条形码符号表示法)。

## 创建方法

要创建基本方法，可以按以下顺序使用 4 个组件键来访问方法参数：**[Temps]**（温度）、**[Times]**（时间）、**[Vial]**（样品瓶）（载气）。要获得常用参数的列表，请参见“方法参数摘要”。

- 1 如果 HS 不处理样品，请按 **[Temps]**（温度）。显示屏将显示当前柱箱、定量环 / 阀和传输线温度设定值及实际温度。
  - a 滚动至 **Oven**（柱箱）。
  - b 使用面板键盘输入新的柱箱设定值，然后按 **[Enter]**。
  - c 输入所需的**定量环 / 阀**温度然后按 **[Enter]**。
  - d 输入所需的**传输线**温度，然后按 **[Enter]**。

温度设置即完成。

- 2 按 **[Time]**（时间）。
  - a 滚动至 **GC cycle time**（GC 循环时间）。
  - b 使用面板键盘输入新的 **GC 循环时间**然后按 **[Enter]**。要确定输入的值正确，请参见“确定 GC 循环时间”。
  - c 输入所需的**样品瓶平衡时间**，然后按 **[Enter]**。
  - d 输入所需的**压力瓶平衡时间**，然后按 **[Enter]**。
  - e 输入所需的**进样时间**，然后按 **[Enter]**。

时间设置即完成。

- 3 按 **[Vial]**（样品瓶）。
  - a 滚动至 **Fill mode**（填充模式）。
  - b 按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）以显示样品瓶填充模式选项。滚动至所需的填充模式，然后按 **[Enter]**。
  - c 输入任何样品瓶填充模式参数，每输入一个后按 **[Enter]**。

### 注意

如果使用**恒定体积**定量环填充，HS 可确定定量环填充。跳过步骤 d 和 e。



- d 滚动至 **Loop fill mode**（定量环填充模式），然后按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）以显示样品定量环填充模式选项。选择所需的定量环填充模式。
- e 输入任何样品定量环填充模式参数，每输入一个后按 **[Enter]**。
- f 滚动至 **Vent after extraction**（萃取后放空）。按 **[On/Yes]**（开 / 是）在每次萃取后放空样品定量环，或按 **[Off/No]**（关 / 否）保留定量环的原有状态。
- g 滚动至 **Vial size**（样品瓶体积）。按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）从列表中选择样品瓶体积，然后按 **[Enter]**。
- h 滚动至 **Shaking**（摇动）。按 **[On/Yes]**（开 / 是）启用，然后按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）以选择所需的摇动级别。按 **[Off/No]**（关 / 否）对此方法禁用摇动。

样品瓶设置已完成。

- 4 按 **[Carrier]**（载气）。如果未使用可选的 EPC 载气模块，则将禁用这些设置，HS 将使用 GC 载气控制。如果使用可选的 EPC 载气模块，则可以像已配置的载气控制模式定义的那样设置参数。

使用与其他方法参数相同的过程设置载气参数。

载气设置在 *高级操作指南* 中进行了介绍。

- 5 基本方法参数已设置完成。保存此方法。（请参见“保存（存储）方法”）。

此外，使用 **Adv Function**（高级功能）键还可以访问其他方法参数，包括可在方法开发过程中使用的多个顶空萃取模式和功能。

详细信息，请参见 *高级操作指南*。

## 保存（存储）方法

保存方法：

- 1 按 [**Method**]（方法）。
- 2 滚动至要保存的方法编号。
- 3 按 [**Store**]（存储）。系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）保存，或按 [**Off/No**]（关 / 否）返回选择列表。

或者：

- 1 按 [**Store**]（存储）。
- 2 系统提示时，按 [**Method**]（方法）。
- 3 系统提示时，滚动到需要保存的方法编号。
- 4 按 [**Enter**]。
- 5 系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）保存，或按 [**Off/No**]（关 / 否）返回选择列表。

## 编辑方法

编辑方法：

- 1 调用所需的方法。请参见“调用方法”。
- 2 根据需要编辑方法参数。请参见“创建方法”。
- 3 完成后保存方法。请参见“保存（存储）方法”。

## 调用方法

调用方法：

- 1 按 [**Load**]（调用）。
- 2 系统提示时，按 [**Method**]（方法）。
- 3 系统提示时，从列表中选择要调用的方法，然后按 [**Enter**]。
- 4 系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）调用所选方法，或按 [**Off/No**]（关 / 否）返回选择列表。

或者：

- 1 按 [**Method**]（方法）。
- 2 滚动至所需的方法。
- 3 按 [**Load**]（调用）。系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）调用所选方法，或按 [**Off/No**]（关 / 否）返回选择列表。

## 删除方法

只能删除用户定义的内部方法。删除方法：

- 1 按 [**Method**]（方法）。
- 2 滚动至要删除的用户定义的方法。
- 3 按 [**Delete**]（删除）。系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）确认。

或者：

- 1 按 [**Delete**]（删除）。
- 2 系统提示时，按 [**Method**]（方法）。
- 3 系统提示时，滚动至要删除的方法编号，然后按 [**Enter**]。
- 4 系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）删除所选方法，或按 [**Off/No**]（关 / 否）返回选择列表。

## 确定 GC 循环时间

HS 使用 **GC 循环时间**。准确的 **GC 循环时间**。

如果 **GC 循环时间**，则会导致：

- 通过量降低。样品瓶在处理之前等待的时间比所需时间长。

如果 **GC 循环时间**，则会导致：

- 序列发生故障。系统可能会过早处理样品瓶，样品瓶在等待 GC 变为就绪状态时等待时间太长。

最好输入比所需时间更长的时间，如果输入的时间太短，可能会降低样品的纯度。

**GC 循环时间** GC 运行时间加上 GC 后运行程序，再加上 GC 返回就绪状态所需的时间。

### 确定 GC 循环时间

要确定 **GC 循环时间**可对 GC 进行编程，使其执行两个或三个空白（不进样）运行序列。

- 如果使用数据系统，则可以从数据系统序列日志确定循环时间。比较运行的开始时间。理想的 **GC 循环时间**，加上 0.2 到 0.5 分钟。
- 如果不使用数据系统，则监控 GC。计算第一次运行开始和 GC 变为就绪状态以进行第二次运行之间的时间。然后，加上 1 到 2 分钟。

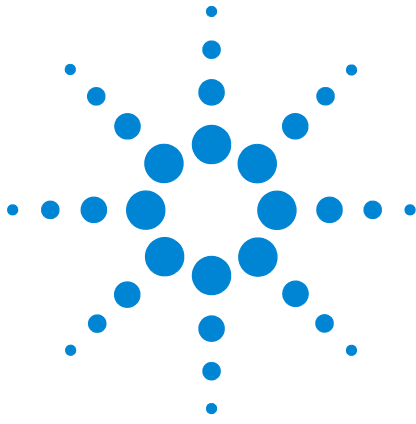
还可以 *估计* **GC 循环时间**。加上 GC 柱箱程序持续时间和任何后运行程序的持续时间后，所得到的时间接近于实际循环时间。但是，程序升温和降温操作会使估计变得更加困难。增加额外的时间。

还要考虑数据处理的时间。虽然在大多数情况下数据处理不是问题，但如果数据系统非常忙，则在样品之间需要额外的时间。

### 验证 GC 循环时间

查看 GC 运行时间。 **GC 循环时间**。

查看 GC 后运行程序持续时间。 **GC 循环时间**不能少于总运行时间加上后运行程序时间。



## 7 序列

什么是序列?	64
优先样品	66
序列和通过量 (111 样品瓶型号)	68
创建序列	69
保存 (存储) 序列	70
调用序列	71
编辑序列	72
删除序列	73
方法序列操作	74

本章定义了顶空进样器序列，并介绍如何调用、保存、创建和编辑序列。

## 什么是序列？

7697A 顶空进样器的序列是要准备和进样的按顺序排列的一系列产品瓶，包括准备每个样品瓶所需的方法。对于 7697A HS：

- 在序列中处理所有样品。要运行某个样品，必须定义一个序列。
- 序列可跳过样品瓶。
- 序列可多次运行一个样品瓶。
- 序列不需要任何特定的样品瓶顺序。例如运行样品瓶 1、49、5、2、3 和 101 是有效的。

序列由一系列行组成。每行包含一系列样品瓶、用于这些样品瓶的方法编号以及使用每个样品瓶进行的进样次数。

要查看序列，可按 [Seq]（序列）。

SEQUENCE (序列)		当前线路
(线路 1 / 共 6 条线路)		
方法:	存储的方法 #1 <	
样品瓶	1-1	
每个样品瓶的进样次数	1	

使用滚动键可查看序列中的所有行。

## 序列、萃取模式和样品瓶盖穿孔

在序列中，可以根据需要在任意数量的输入行中指定相同的样品瓶。HS 进样器处理样品瓶的方式取决于方法萃取模式和序列：

- **萃取模式是单次。**

如果在一个序列中样品瓶出现多次，或者如果进样次数大于一次，则每次输入或进样，都会完全重新处理样品瓶。

- **萃取模式是多次。**

如果每个样品瓶的进样次数大于 1，HS 将执行一次样品瓶盖穿孔，然后进行萃取和进样。HS 不会执行多次样品瓶盖穿孔。

如果对样品瓶进行多次连续输入，并且这些输入使用相同的方法，HS 将执行一次样品瓶盖穿孔，然后进行萃取和进样。HS 不会执行多次样品瓶盖穿孔。

- **萃取模式是浓缩。**

如果在一个序列中样品瓶出现多次，或者如果进样次数大于一次，则每次输入或进样，都会完全重新处理样品瓶。

另请参见“创建序列”和“序列和通过量（111 样品瓶型号）”。



## HS 可以存储多少个序列？

HS 可在内部最多存储 9 个序列。此外，HS 可临时存储从数据系统下载的序列。

## 优先样品

*优先样品* 是要在当前运行的序列中的其他样品瓶之前立即运行的样品瓶。使用优先样品功能可将一个或多个特殊样品瓶插入当前序列，无需停止序列、编辑或重新开始序列。

此功能仅适用于 111 样品瓶型号，并且只能在以独立模式操作时可用。（在使用 Agilent 数据系统时不需要此功能。请参见“使用 Agilent 数据系统时的优先样品功能”）。

### 优先样品位置

优先样品位置是样品瓶位置 109、110 和 111。请参见下面的图 14。

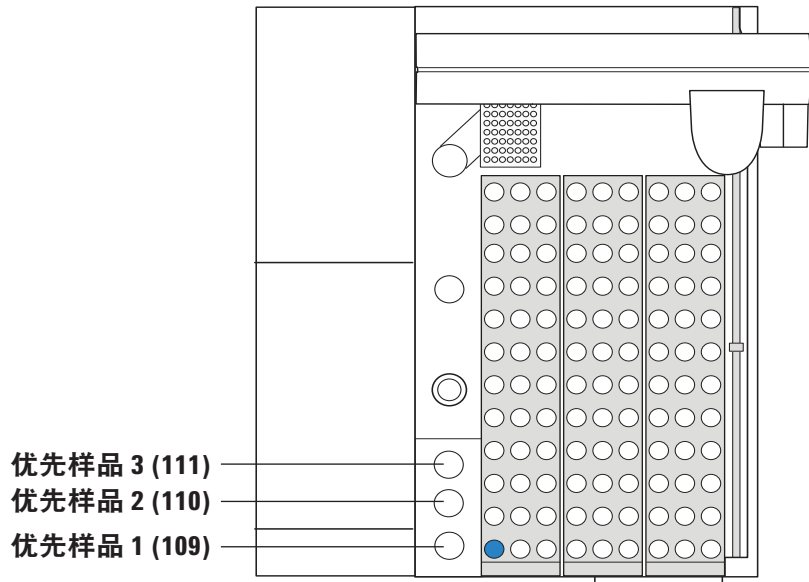


图 14 优先样品位置

### HS 如何处理优先样品

在运行序列期间首次按 [**Priority Sample**]（优先样品）时，HS 将检查第一个优先样品位置（图 14）。它从该位置取出样品瓶，在下一个合适的时间将其插入当前序列。（HS 不会中断任何正在执行的样品瓶移动或处理。）

- 如果样品瓶不存在，则会发生找不到样品瓶错误。（有关如何设置 HS 处理缺少样品瓶的错误的信息，请参见 *高级操作指南*）。
- HS 继续处理任何样品瓶，然后再查找新的优先样品瓶。

- **HS** 使用上次放在柱箱中的样品瓶的方法处理优先样品瓶。如果您要使用其他方法，则必须中断当前序列。
- 每个序列中只能插入三个优先样品。
- 如果要使用优先样品，则应避免使用样品瓶位置 109–111。如果在正常序列中使用位置 109–111，则需要将正常序列样品瓶替换为优先样品瓶，运行优先样品瓶，然后将正常序列样品瓶放回去。

连续按 [**Priority Sample**]（优先样品）可在优先位置中循环。

- 1 第一次按 [**Priority Sample**]（优先样品）时，HS 将检查并运行位置 1 中的样品瓶。
  - **样品瓶状态**将此样品瓶命名为 **P 1**。
- 2 第二次按 [**Priority Sample**]（优先样品）时，HS 将检查并运行位置 2 中的样品瓶。
  - **样品瓶状态**将此样品瓶命名为 **P 2**。
- 3 第三次按 [**Priority Sample**]（优先样品）时，HS 将检查并运行位置 3 中的样品瓶。
  - **样品瓶状态**将此样品瓶命名为 **P 3**。

如果第四次按 [**Priority Sample**]（优先样品），则会显示错误消息。使用此功能只能将 3 个样品插入序列。如果要进行第四次更改，则应停止序列，编辑该序列以添加所需的样品。

## 使用 Agilent 数据系统时的优先样品功能

Agilent 数据系统可提供编辑正在运行的序列的灵活性。在使用 Agilent 数据系统时，将禁用优先样品功能。要将新样品插入正在运行的序列，只需编辑该序列以插入新样品。详细信息，请参考数据系统联机帮助。

## 序列和通过量（111 样品瓶型号）

HS 可通过检查在当前序列中指定的样品瓶的温度和摇动参数来优化通过量。如果连续样品瓶具有相同的温度和摇动设置，HS 将检查样品的时间参数，然后计算将每个样品瓶放在柱箱中的最佳时间。此方法将使一次平衡的样品瓶的数量最大化。

温度和摇动参数不同的样品瓶只能在前面的样品离开柱箱后才会被处理。

有关详细信息，请参见 [高级操作指南](#)。

## 创建序列

创建新序列：

- 1 按 **[Seq]**（序列）。
- 2 选择第一个样品瓶范围的方法。
  - a 按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）。
  - b 滚动至所需的方法。
  - c 按 **[Enter]** 选择此方法。
- 3 输入要使用此方法准备的样品瓶的范围。
  - 对于简单范围，例如样品瓶 1 至 5，可按 **[1][–][5][Enter]**。
  - 对于单个样品瓶，输入两次样品瓶，例如 **[6][–][6][Enter]**。
- 4 输入每个样品瓶的进样次数，然后按 **[Enter]**。

序列已创建。您现在可以存储序列（请参见“保存（存储）序列”），运行序列（请参见“运行样品系列（序列）”）或按下面所述继续添加附加行。

- 5 要输入其他样品瓶范围，可按 **[Insert/Append]**（插入 / 附加）。系统提示时，选择要添加新序列行的位置，然后按 **[Enter]**：
  - **追加到序列后面**：将新行添加到序列末尾
  - **插入到序列中**：将新行添加到当前序列行之前
- 6 在新行中输入方法、样品瓶范围和每个样品瓶的进样次数。
- 7 根据需要重复步骤 5 和步骤 6。

您现在可以存储序列（请参见“保存（存储）序列”），运行序列（请参见“运行样品系列（序列）”）。

### 保存（存储）序列

存储序列会将当前序列保存到非易失性存储器。不必查看当前序列即可保存它。

如果编辑序列，则按以下步骤保存它：

- 1 按 **[Store]**（存储）。
- 2 系统提示时，按 **[Sequence]**（序列）。
- 3 系统提示时，滚动到要保存的所需的序列编号。
- 4 按 **[Enter]**。
- 5 系统提示时，按 **[On/Yes]**（开 / 是）保存，或按 **[Off/No]**（关 / 否）返回选择列表。

或者：

- 1 按 **[Seq]**（序列）。
- 2 滚动到要保存的序列编号。
- 3 按 **[Store]**（存储）。系统提示时，按 **[On/Yes]**（开 / 是）保存，或按 **[Off/No]**（关 / 否）返回选择列表。

## 调用序列

调用序列：

- 1 按 [**Load**]（调用）。
- 2 系统提示时，按 [**Seq**]（序列）。
- 3 系统提示时，从列表中选择要调用的序列，然后按 [**Enter**]。
- 4 系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）调用所选序列，或按 [**Off/No**]（关 / 否）返回选择列表。

或者：

- 1 按 [**Seq**]（序列）。
- 2 滚动到所需的序列。
- 3 按 [**Load**]（调用）。系统提示时，按 [**On/Yes**]（开 / 是）调用所选序列，或按 [**Off/No**]（关 / 否）返回选择列表。

## 编辑序列

编辑序列：

- 1 如果需要，可调用要编辑的序列。
- 2 滚动浏览序列的每一行。
  - 根据需要更改每行的方法、样品瓶范围和每个样品瓶的进样次数。
  - 通过按 [**Delete**]（删除）删除整个当前行。按 [**On/Yes**]（开 / 是）确认，或按 [**Off/No**]（关 / 否）取消。



## 删除序列

删除序列：

- 1 按 **[Delete]**（删除）。
- 2 系统提示时，按 **[Seq]**（序列）。
- 3 系统提示时，滚动浏览序列列表以找到所需的序列。按 **[Enter]** 选择此序列。
- 4 系统提示时，按 **[On/Yes]**（开 / 是）确认并删除序列，或按 **[Off/No]**（关 / 否）取消。

或者：

- 1 按 **[Seq]**（序列）。
- 2 滚动到要删除的用户定义的序列。
- 3 按 **[Delete]**（删除）。系统提示时，按 **[On/Yes]**（开 / 是）确认，或按 **[Off/No]**（关 / 否）取消。

### 方法序列操作

当 HS 在序列期间遇到某些问题时，它可以跳过样品瓶，继续运行，或暂停序列。在序列执行期间控制 HS 行为的设置称为*序列操作*。序列操作是 HS 方法的组成部分，因此，在执行序列操作期间，序列操作会因样品的不同而不同。使用*序列操作*可指定在遇到问题（如样品瓶体积不匹配、缺少样品瓶、条形码错误等类似问题）时 HS 应采取的操作。有关详细信息，请参见*高级操作指南*。



## 8 运行样品

运行样品系列（序列）	76
暂停运行的序列	77
停止运行的序列	78
在序列期间运行优先样品	79
查看样品瓶和序列状态	81
使用 Agilent 数据系统进行序列控制	82

要在 Agilent 7697A 顶空进样器上运行样品，请创建和运行序列。

## 运行样品系列（序列）

- 1 创建或调用第一个方法。（这将为第一个样品准备 HS 温度和流量。）
  - 如果需要，可创建方法。请参见“创建方法”。
  - 如果已创建，则调用现有方法。请参见“调用方法”。
- 2 准备样品瓶。
- 3 将样品瓶装入样品盘中。请参见“将样品装入样品盘（111 样品瓶型号）”或“将样品装入样品盘（12 样品瓶型号）”。
- 4 创建或调用要运行的序列。
  - 如果需要，可创建序列。请参见“创建序列”。
  - 如果已创建，则调用现有序列。请参见“调用序列”。
- 5 按 [**Star**]（开始）。

HS 变为就绪后（所有温度和流量都符合方法设定值），HS 将开始处理样品。

要查看样品瓶的进度，可按 [**Status**]（状态）。另请参见“查看样品瓶和序列状态”。

## 暂停运行的序列

按 **[Stop]**（停止）一次。

- 当前正在处理中的所有样品瓶将继续处理进样（然后返回到样品盘）。
- 不会开始处理任何其他样品瓶。

### 停止运行的序列

要停止正在运行的序列，请在 5 秒钟内按 **[Stop]**（停止）两次。当前样品将立即终止。所有处理也将停止。所有样品瓶将返回到样品盘（111 样品瓶型号）。不会继续处理任何样品瓶。

## 在序列期间运行优先样品

### 注意

此功能仅适用于 111 样品瓶型号，并且只能在以独立模式操作时可用。如果使用 Agilent 数据系统，则可编辑运行序列。

在序列期间只能运行 3 个优先样品。如果使用优先样品，则应避免使用样品瓶位置 109–111。

在序列期间运行优先样品：

- 1 检查序列的状态。找到上次放在柱箱中的样品瓶。（按 **[Status]**（状态）。请参见“查看样品瓶和序列状态”）。HS 将使用此样品瓶的方法处理新样品。
- 2 将新样品瓶放在下一个优先样品位置上。从优先样品位置 1 开始。请参见图 15。

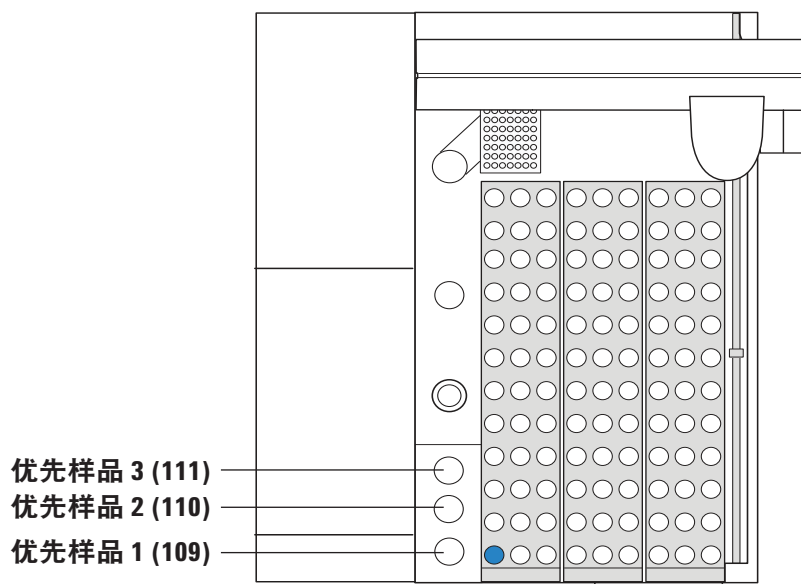


图 15 优先样品位置

- 3 按 **[Priority Sample]**（优先样品）。将使用上次放到柱箱中的样品瓶的方法处理新样品瓶。
  - 样品盘会在准备将另一个样品装入柱箱时检查第一个优先样品位置上的样品瓶。

## 8 运行样品

- 要跟踪样品瓶状态，可按 [**Status**]（状态），直到显示屏显示 **VIAL STATUS**（样品瓶状态）。样品瓶号将显示为 **P n** 其中  $n$  是 1、2 或 3。

VIAL STATUS (样品瓶状态)			
	1:		已完成
	2:	平衡	15:18
优先样品	P 1:	平衡	18:35



## 查看样品瓶和序列状态

在序列运行时，按 **[Status]**（状态）可查看序列和单个样品瓶的状态。使用 **[Status]**（状态）键可循环显示就绪状态、温度和设定值以及样品瓶状态。

### 就绪状态

此显示屏显示顶空进样器的整体状态以及有关系统就绪状态的消息。这些消息包括警告、故障或阻止 HS 变为就绪的其他情况。

STATUS - READY (状态 - 就绪) 已准备好开始序列
--------------------------------------

### 设定值状态

此显示屏列出 HS 温度、流量和压力的设定值和当前值。要更改此列表中显示的信息，请参见“**Status**（状态）键”。

STATUS (状态)		
柱箱温度	100.0	100.0
定量环温度	110.0	110.0
传输线	115.0	115.0

### 样品瓶状态

此显示屏显示序列中列出的下面几个样品瓶的状态信息。HS 将显示：

- 在样品瓶的计划操作发生之前的时间。
- 当前或下一个样品瓶操作（例如：平衡、进样、调用等）。
- 已完成。

VIAL STATUS (样品瓶状态)		
1:		已完成
2:	平衡	15:18
P 1:	平衡	18:35

## 使用 Agilent 数据系统进行序列控制

一般情况下，在使用 Agilent 数据系统时，可使用数据系统开始、停止和暂停序列。但是，Agilent 数据系统可禁用 **[Start]**（开始）键。

但在处于独立控制或数据系统控制下时，按 HS 上的 **[Start]**（开始）和 **[Stop]**（停止）键将可提供相同的功能。请注意



## 9 配置

什么是配置?	84
配置顶空进样器	85
资源节省	86

本部分介绍在使用之前如何配置 Agilent 7697A 顶空进样器。

## 什么是配置？

在顶空进样器 (HS) 中使用的大多数硬件都可由控制它的程序识别。例如，HS 可检测是否安装了传输线，并知道安装的是 12 样品瓶还是 111 样品瓶盘。但是，不会检测某些设置，如气体类型、休眠和唤醒模式、样品定量环体积等类似设置。HS 将这些项目的输入存储为设置。*配置* 是进行这些设置的过程。*当前配置* 是在任何给定时间这些设置的集合。

作为安装的一部分，您已对 HS 进行了配置。但是，只要执行下列任意操作，都需要重新配置 HS：

- 更改气体类型
- 添加附件，如可选的 EPC 模块或条码读取器
- 更换样品定量环
- 更改载气控制模式
- 启用、禁用或更改资源保留设置
- 更改待机流量（用于使系统在序列之间保持清洁的吹扫流量）

## 配置顶空进样器

按 **[Config]**（配置）以访问配置参数。表 6 列出了最常用的参数以及简要说明。详细信息，请参考 [高级操作指南](#)。

**表 6** 最常用的配置参数

设置	注释
样品瓶气体类型	使用 <b>[Mode/Type]</b> （模式 / 类型）键选择正确的气体类型。
定量环体积（毫升）	输入样品定量环体积（以 mL 为单位），然后按 <b>[Enter]</b> 。
载气类型	如果可用。使用 <b>[Mode/Type]</b> （模式 / 类型）键选择正确的气体类型。
载气	使用 <b>[Mode/Type]</b> （模式 / 类型）键选择所需的载气控制模式。如果没有安装可选的 EPC 模块，则此模式将自动设置为 <b>GC 控制</b> 。
待机流量	输入用于在序列之间吹扫采样探针的所需流量，然后按 <b>[Enter]</b> 。要完全关闭流量（不建议），请按 <b>[Off/No]</b> （关 / 否）。
Status（状态）	滚动到要显示的每个设定值，然后按 <b>[Enter]</b> 。按照所需的显示顺序选择参数。例如，首先选择要显示在列表顶部的参数。
时钟	选择 <b>[Clock]</b> （时钟）以访问可以设置当前时间、当前日期、时区和所需日期格式的参数列表。请参见 <a href="#">高级操作指南</a> 。
APG 极性	请参见 <a href="#">安装和首次启动</a> 。
仪器计划	请参见 <a href="#">资源节省</a> 和 <a href="#">高级操作指南</a> 。

## 资源节省

Agilent 7697A 顶空进样器 提供下列功能以节省资源：

- 仪器计划（休眠和唤醒方法）：在一天当中指定的时间调用方法，以降低流量和温度，然后调用其他方法以在操作之前恢复它们。
- 控制待机吹扫流量。
- 如果使用 Agilent 数据系统，则可以使用更多高级资源节省功能。请参见数据系统帮助。

详细信息，请参考 [高级操作指南](#)。