

# Agilent 6820 气相色谱仪

## 操作手册

## 注意

安捷伦科技有限公司 ©, 2003, 2004

根据美国和国际版权法, 事先未经安捷伦科技公司书面许可, 本书的任何部分不得以任何形式复制 (包括存储为电子版、修改和翻译成外文)。

### 手册部件号

G1176-97014 (中文)  
G1176-90014 (英文)

### 版本

2004 年 2 月第一版  
取代部件号为 G1176-90004 的版本  
中国印刷

安捷伦科技公司  
上海市外高桥保税区英伦路 412 号  
邮编: 200131

### 致谢

Microsoft® ,Windows® 和 Windows XP® 是微软公司的注册商标。

### 声明

**本书内容, 在将来的版本中如有变动, 恕不另行通知。安捷伦科技公司对本材料, 及由此引出的任何商务和特殊用途不承担责任。安捷伦科技公司对本手册中可能有的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。**

**如果安捷伦科技公司和用户对本书中的警告术语有不同的书面协议, 这些术语与本书中的警告术语冲突, 则以协议中的警告术语为准。**

### 安全注意事项

#### 小心

**小心提示表示危险。提醒您在操作过程中注意, 如果执行不当, 将影响产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示, 直到完全理解和符合所指出的条件。**

#### 警告

**警告提示表示危险。提醒您在操作过程中注意, 如果执行不当, 将导致人身伤害或死亡。不要忽视警告提示, 直到完全理解和符合所指出的条件。**

## 6820 用户的信息材料

**参考资料** 安捷伦科技公司 6820 气相色谱仪 (GC) 的参考资料, 包括四本手册和一份挂图。在安装新仪器时可以用挂图作为指导。在气相色谱仪附带的光盘 (部件号 G1176-90005) 中, 这五本操作手册以可打印的格式提供。

阅读光盘中的手册最简便的方法, 是将光盘插入计算机的光驱中, 浏览 CD-ROM 并执行安装程序 **setup.exe**。该安装程序在计算机**开始**菜单上生成快捷键, 直接链接到手册上 (也可以把它拷贝到计算机的硬盘上, 或是在光盘上)。在 Microsoft® Windows® 2000 和 XP 系统, 这些快捷键安装到下列路径:

|                                        |               |
|----------------------------------------|---------------|
| <b>Start/All Programs/Agilent/6820</b> | <b>(XP)</b>   |
| <b>Start/Programs/Agilent/6820</b>     | <b>(2000)</b> |

也可以浏览 CD-ROM 直接打开文件。

**场地准备和安装** 下列文件可以指导您快速、简便地安装并验证 6820 GC 的全过程。

### 安装挂图

从这里开始, 挂图提供安装步骤概要, 并总结了仪器的重要的安全信息, 在“*入门手册*”中, 对每一个安装步骤都有详细说明。

### 入门手册

在安装和设置过程中阅读此书。该指南逐步说明了场地准备, 您需要:

- 1 准备您的工作场地
- 2 提供适当的 GC 备件
- 3 安装 GC 硬件

4 安装 GC 软件（如果使用 Cerity Chemical）

5 配置 GC

6 检验 GC 工作正常

按照这些步骤您还可以学会一些您经常使用的简单而又重要的操作方法。

## 日常使用与操作 **操作手册（本手册）**

本指南为常规 GC 操作的用户提供所有的补充说明和步骤，阅读操作手册将了解如下内容：

- GC 的重要特点
- 如何使用控制器运行样品
- GC 如何为您提供性能反馈
- 如何设定分析设定值
- 如何设定 6820 自动运行
- 当有 GC 控制器时，它们的作用
- GC 各部件（进样口、检测器、柱箱等）如何影响分析结果
- 在变更和修改硬件时如何配置 GC
- 不使用 GC 时，如何安全关机
- 在使用电子捕获检测器时，如何按照强烈推荐的安全防范措施进行安全工作

## 如需其它信息

当您要了解有关仪器的详细信息，或当仪器需要维修时，请阅读下列所需的手册。其中材料的安排适合于您自己的进度，您只需阅读所需的内容。

## 维护与故障排除

该手册说明了故障排除的方法和步骤，并逐步说明维护步骤，它说明了以下内容：

- 错误提示信息的含义，如何去处理它们
- 色谱仪故障排除技术

- 如何更换消耗性备件，如进样口、衬管和隔垫
- 如何简单地进行性能提高的工作，如检测器热净化
- 如何诊断和解决一些与硬件有关的性能和操作中的故障



# 内容提要

该指南假定，已经安装了 6820 气相色谱仪，并且进行了检验，可正常工作。如果还没有检验，请参考 Agilent 6820 “入门”手册。

## 1 引言

本节概述 6820 GC 的一些主要特点、本手册全书中使用的一些重要术语的定义，并列出了关键的安全措施。

## 2 使用 6820 的策略

本节介绍不使用安捷伦数据处理系统，如何操作 6820 GC。还解释了使用 GC 时所应用的一些基本概念。

## 3 控制器与元件

本节说明仪器的键盘和显示器，如果您对仪器不熟悉，阅读本节可以了解每个按键的功能。也说明了如何进行设定，并解释显示器上的显示的信息。

## 4 设置操作参数

本节全面介绍如何使用 6820 的键盘为您所安装的硬件输入设定值。从设定（配置）仪器所需的各个步骤开始，然后说明如何使用进样口、检测器、柱箱和典型的阀。还为设定信号输出提供所需的步骤。

## 5 设定流量

本节说明在 6820 上如何及在何处设定流量，也介绍了如何使用一般的皂膜流量计和仪器内置的秒表来测定流量。

## 6 分析样品

本节指导您如何使用 6820 分析样品和获取数据。所提供的通用步骤帮助您决定在何时执行不同的任务和在全书中所叙述的功能，在介绍步骤的同时，也标出本手册中有关章节的大量参考内容。

## 7 设定时钟时间事件

本节说明时钟时间事件的使用。时间事件是以 24 小时的时钟时间，由程序控制某些设定值的改变。

## 8 方法开发

本节说明开发分析方法所需的高级专题。如果要为您的样品确定或重新定义分析方法的设定值，请阅读这一节的内容。本节讨论什么是方法，即一种典型的途径，可以用它建立一个新方法，以及如何设计事件程序，在分析过程中（运行时间编程）可以自动地进行。

## 9 关机

本节叙述在不使用 GC 时如何安全地关机。

## 10 为方法开发人员附加的信息

本节说明如何安排仪器完成某些日常的任务。也为一些方法开发者在为分析一种样品要创建或修改分析技术时，提供可能需要的背景知识，讨论对 GC 气体的要求，进样口的操作，重要检测器使用和操作详细说明，信号如何处理，柱箱的容量和阀如何工作。





# 目录

## 1 引言

|                   |    |
|-------------------|----|
| 简介                | 18 |
| 在什么地方装配好仪器？       | 19 |
| 重要的安全警告           | 22 |
| GC 内部的许多部件有危险电压   | 22 |
| 静电放电对 GC 的电子部件有危险 | 22 |
| 许多部件有高温危险         | 23 |
| 氢气                | 24 |
| 电子捕获检测器 (ECD)     | 24 |
| 安全和法规标准           | 29 |
| 信息                | 29 |
| 符号                | 30 |
| 电磁的兼容性            | 31 |
| 联邦德国噪音标准          | 31 |
| 清洗                | 32 |
| 产品回收              | 32 |

## 2 使用 6820 的策略

|                                        |    |
|----------------------------------------|----|
| 概述                                     | 34 |
| 可储存的实验设定值                              | 34 |
| 不可储存的实验设定值                             | 35 |
| 可储存的配置设定值                              | 35 |
| 6820 方法和 6820 Certity Chemical 方法之间的差别 | 35 |
| 操作策略                                   | 36 |

### 3 控制器与元件

|                         |    |
|-------------------------|----|
| GC 控制器与元件的位置            | 38 |
| 键盘与显示器                  | 40 |
| 显示器                     | 41 |
| 显示所有的信息行                | 41 |
| 显示器中所用的符号               | 41 |
| 伴随显示器的声音                | 43 |
| 提示信息                    | 44 |
| 状态指示                    | 46 |
| 键盘                      | 47 |
| 立刻工作键 [开始]、[结束] 和 [预运行] | 48 |
| 功能键                     | 48 |
| 快捷键：[温度] 和 [温阶 #]       | 49 |
| 信息键                     | 51 |
| 其它键                     | 54 |
| 修改键                     | 61 |
| 存储                      | 63 |
| 如何进行设定                  | 68 |
| 输入设定值                   | 68 |
| 启动 / 关闭设备               | 70 |

### 4 设置操作参数

|                |    |
|----------------|----|
| 配置仪器           | 72 |
| 设定时间和日期        | 72 |
| 配置柱箱           | 72 |
| 配置基数类型         | 73 |
| 配置进样口          | 73 |
| 配置辅助加热区        | 74 |
| 配置阀            | 74 |
| 配置设定值状态表       | 75 |
| 配置 RS-232 通讯设置 | 76 |

|                |    |
|----------------|----|
| 配置自动预运行        | 77 |
| 设定柱箱的设定值       | 78 |
| 柱箱的设定值         | 78 |
| 设定恒温分析         | 79 |
| 设定一阶梯度程序       | 79 |
| 设定多阶梯度程序       | 80 |
| 总运行时间          | 80 |
| 设定进样口参数        | 81 |
| 设定检测器参数        | 83 |
| 电子捕获检测器 (ECD)  | 83 |
| 火焰离子化检测器 (FID) | 84 |
| 热导检测器 (TCD)    | 85 |
| 氮磷检测器 (NPD)    | 87 |
| 阀的控制           | 90 |
| 在键盘上控制阀        | 90 |
| 用运行时间表控制阀      | 90 |
| 阀控制的举例         | 91 |
| 气体进样阀          | 92 |
| 设置辅助加热区        | 94 |
| 概要说明           | 94 |
| 选择信号输出         | 95 |
| 设定信号           | 95 |
| 建立色谱柱补偿曲线      | 96 |
| 使用柱补偿进行分析      | 98 |
| 绘制已存储的柱补偿曲线    | 98 |

## 5 设定流量

|               |     |
|---------------|-----|
| 关于 6820 的流量控制 | 100 |
| 提示            | 100 |
| 最大的操作压力       | 100 |

|                         |     |     |
|-------------------------|-----|-----|
| 在何处测定流量                 | 101 |     |
| 检测器和色谱柱的流量              | 101 |     |
| 进样口放空和隔垫吹扫流量            |     | 103 |
| 6820 的流量控制              | 104 |     |
| 流量和压力控制器                | 104 |     |
| 单一检测器的配置                | 107 |     |
| 双检测器配置                  | 110 |     |
| 设定 GC 流量                | 116 |     |
| 设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量 |     | 117 |
| 使用阀进样时设定柱流量             | 120 |     |
| 设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量         |     | 121 |
| 设定 FID 的氢气、空气和辅助气流量     |     | 123 |
| 设定 TCD 的参比气和辅助气流量       |     | 125 |
| 设定 ECD 辅助气和阳极气的流量       |     | 127 |
| 设定 NPD 氢气、空气和辅助气的流量     |     | 128 |
| 测定流量的连接管                | 130 |     |
| ECD、TCD 与 NPD           | 130 |     |
| FID                     | 130 |     |
| 如何用皂膜流量计测定流量            | 131 |     |
| 用皂膜流量计测定气体流量            |     | 131 |

## 6 分析样品

|            |     |
|------------|-----|
| 概述         | 134 |
| 准备 GC 分析样品 | 135 |
| 用手动进样分析样品  | 136 |
| 用进样阀分析样品   | 138 |
| 点燃 FID 火焰  | 140 |

## 7 设定时钟时间事件

|            |     |
|------------|-----|
| 概述         | 142 |
| 时钟表时间和样品分析 | 142 |
| 时钟表事件的类型   | 142 |
| 程序设定时钟表    | 144 |
| 程序设定时钟时间事件 | 144 |
| 在时钟表中添加事件  | 145 |
| 编辑时钟时间事件   | 145 |
| 删去时钟时间事件   | 146 |
| 删除整个时钟表    | 146 |

## 8 方法开发

|                  |     |
|------------------|-----|
| 什么是方法？           | 148 |
| 方法的类型            | 148 |
| GC 如何使用激活的方法     | 148 |
| 用方法能做什么？         | 149 |
| 建立方法             | 150 |
| 建立方法的提示          | 152 |
| 初始流量             | 152 |
| 程序设定运行时间：用运行时间事件 | 153 |
| 程序设定运行时间事件       | 155 |
| 在运行表中添加事件        | 156 |
| 在运行表中编辑事件        | 156 |
| 删除一个时钟时间事件       | 157 |
| 默认方法的参数          | 158 |
| 调用默认参数           | 158 |
| 方法不匹配            | 159 |
| 由用户输入改变的配置       | 159 |
| 硬件配置的改变          | 160 |

## 9 关机

|                         |     |
|-------------------------|-----|
| 关闭 GC                   | 162 |
| 创建 Cerity Chemical 关机方法 | 162 |
| 关机时间在一周之内               | 163 |
| 关机时间至少一周                | 164 |

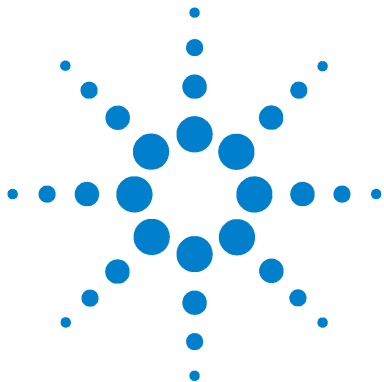
## 10 为方法开发人员附加的信息

|               |     |
|---------------|-----|
| 进样口           | 166 |
| 隔垫吹扫和进样口放空的流量 | 166 |
| 分流 / 不分流进样口   | 167 |
| 吹扫填充柱进样口      | 168 |
| 检测器           | 170 |
| 操作参数          | 171 |
| 火焰离子化检测器      | 172 |
| 热导检测器         | 177 |
| 电子捕获检测器       | 182 |
| 氮磷检测器 (NPD)   | 184 |
| 阀             | 189 |
| 阀的类型          | 189 |
| 阀箱            | 189 |
| 阀的控制          | 191 |
| 柱箱            | 193 |
| 性能            | 193 |
| 安全            | 194 |
| 设定温度控制程序      | 195 |
| 柱箱梯度速率        | 196 |
| 信号处理          | 197 |
| 信号类型          | 197 |
| 信号值           | 198 |
| 数字数据速率        | 199 |
| 柱补偿           | 201 |

|                  |     |
|------------------|-----|
| 模拟信号输出设定 – 零点和范围 | 202 |
| 测试谱图             | 203 |
| 基线漂移的数字信号处理      | 204 |
| 仪器备件             | 206 |
| 气体               | 206 |
| 捕集阱              | 206 |
| 有关消耗品和更换部件的详细信息  | 207 |







# 1 引言

|                   |    |
|-------------------|----|
| 简介                | 18 |
| 在什么地方装配好仪器?       | 19 |
| 重要的安全警告           | 22 |
| GC 内部的许多部件有危险电压   | 22 |
| 静电放电对 GC 的电子部件有危险 | 22 |
| 许多部件有高温危险         | 23 |
| 氢气                | 24 |
| 电子捕获检测器 (ECD)     | 24 |
| 安全和法规标准           | 29 |
| 符号                | 30 |
| 电磁的兼容性            | 31 |
| 联邦德国噪音标准          | 31 |
| 清洗                | 32 |
| 产品回收              | 32 |

本节介绍在整个手册中使用的重要术语，“重要的安全警告”也包括在这一节里，列出所有用户要警惕的关键安全措施。



# 简介

安捷伦科技的 6820 气相色谱仪 (GC) 具有能够进行重复和可靠分析的许多特性。其特点如下:

- 自动控制操作温度
- 可控制各路气体流量
- 可配置信号输出
- 可对柱箱进行程序温度控制
- 控制气体进样阀、切换阀和其他阀
- 24 小时内预行控制仪器
- 可配置通信端口

6820 和 Cerity Chemical 软件使这些特点自动化程度很高, 所以一旦在一项分析中确定了适当的设定值, 无论何时需要, 都可以调用这些设定值。

在以后的几节里, 本手册将说明如何在分析样品时利用这些特点。但首先我们要对一些常用的术语进行定义:

**方法** 一个 6820 方法 是所有存储的仪器设定值的集合。在对 GC 进行程序设定后进行分析, 可以把这些设定值作为方法存储起来, 在需要时调用它们。

**数据系统** 在本手册中所用的 *数据系统* 是指一套计算机程序 (和程序所需的任何硬件, 如电缆), 该程序可以进行 GC 的设定、收集 GC 的信号输出、然后分析输出信号并提供结果的报告。

**运行** 运行是指实验。使用 6820 分离样品, 产生一个检测器信号, 称为 “进行一次运行”。

## 在什么地方装配好仪器？

作为操作人员，您要使用 6820 进行数据采集，以便于对这些数据进行分析。而 GC 只是分析样品所需要的部件之一。其他设备包括样品前处理及制备装置，收集分析样品的专用设备，还包括一台运行安捷伦数据处理系统（例如 Agilent Cerity NDS for Chemical QA/QC）的计算机或一台积分仪。

如果使用积分仪，分析样品的过程与图 1 所示的过程类似。

如果使用 Cerity Chemical，分析样品的过程与图 2 所示过程类似。

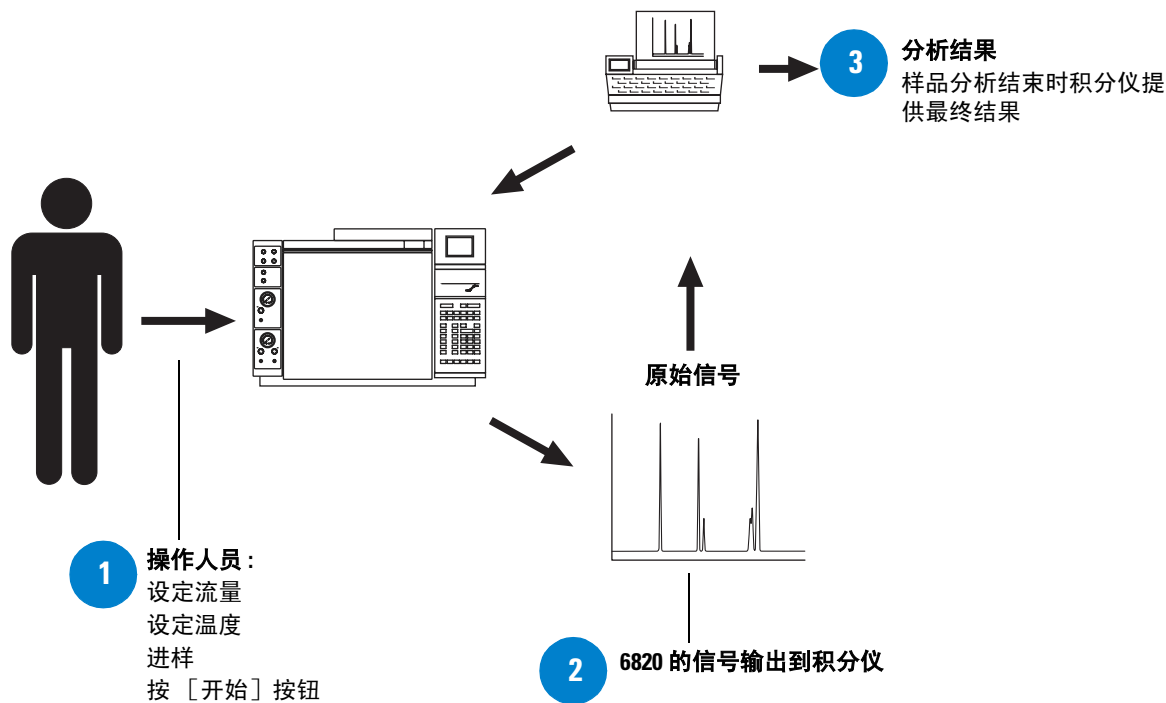


图 1 使用手动进样和积分仪采集数据进行样品分析的过程

从图 1 可以看出，操作人员：

- 设定好所有的仪器参数
- 注入样品
- 按 [开始]

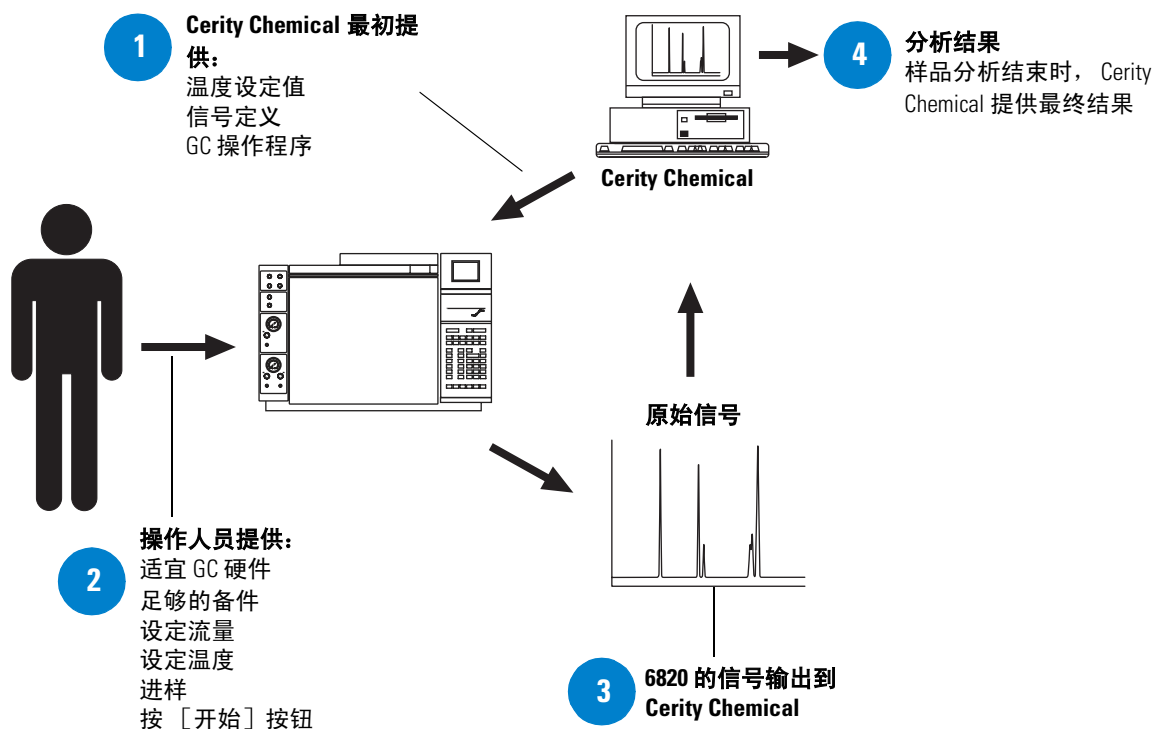


图 2 使用手动进样和 Cerity Chemical 控制仪器进行样品分析的过程

从图 2 可以看出:

- Cerity Chemical 提供大多数的仪器参数。
- 只有在 Cerity Chemical 不能直接控制某些参数和备件时, 才需从控制器控制或确认, 然后进样, 启动开始命令。

## 重要的安全警告

在继续下面的内容之前，一些重要的安全注意事项在使用 6820 时要时刻铭记在心。

### GC 内部的许多部件有危险电压

如果把 GC 连接到电源上，即使电源开关是在关的位置上，在下列地方仍然有潜在的危险电压：

- GC 和交流电源之间的电源线、交流电源本身，以及从交流电源到电源开关之间的电线。

当电源通电时下列地方也有潜在的危险电压：

- 仪器中所有电路板
- 与这些电路板连接的内部电线和电缆
- 任何加热器（柱箱、检测器、进样口、或阀箱）的电线

#### 警告

所有这些部件都有机壳屏蔽。在有机壳护罩时，难以意外接触到危险电压。如果没有专门的操作指导，千万不要取下机壳。除非把检测器、进样口或柱箱的电源关闭。

#### 警告

如果电源线绝缘层磨损或破旧，必须把它更换。请与安捷伦服务代表联系。

### 静电放电对 GC 的电子部件有危险

静电危害 GC 的印刷电路（PC）板。除非绝对必要时，否则不要接触印刷电路板。如果必须处理它们，就要带上接地的防静电腕带，或采取其他防静电措施。如果必须要卸下 GC 右面的侧板，必须带上接地的防静电腕带。

## 许多部件有高温危险

GC 的许多部件是在高温下操作，这种温度足以引起严重烧伤。这些包括下列部件（但还不只这些）：

- 进样口
- 柱箱及其内部的部件
- 检测器
- 将色谱柱连接到进样口或检测器上的柱螺帽
- 阀箱

您在处理这些部件以前一定要把这些部位的温度降低到室温。如果您先把加热区的温度设定到室温，它们的温度会很快降下来。待温度到达设定值时，把加热区的电源关闭。如果必须在热的部件上操作，要用扳手并戴上手套。无论何时，在开始维修这类部件以前要使仪器的这些部件冷却下来。

### 警告

在仪器后面工作要特别小心。在仪器冷却的过程中，GC 排放出来的灼热气体会引起烧伤。

### 警告

在进样口、检测器、阀箱和保温套周围的保温材料是由高温陶瓷纤维制成。为避免吸入纤维颗粒，建议采取下列安全措施：在工作区安装通风装置；带长的套袖、手套、安全防护镜和一次性的防尘 / 防雾面罩；废弃的保温材料要置于密封的塑料袋中；处理完保温材料后，用中性肥皂和凉水洗手。

## 氢气

氢气可以用作载气，以及 FID 燃气，当氢气与空气混合时可以形成爆炸性混合物。

### 警告

当使用氢气 (H<sub>2</sub>) 作为载气或燃气时，要注意氢气可能会流入柱箱引起爆炸危险。所以在把管线连接好以前一定要把气源关闭，并且在把氢气连接到仪器上以前，一定要把进样口和检测器的接头连接到色谱柱上，或全部戴上堵头。

氢气是可燃性气体。泄漏气体如果封闭在一个密闭空间，就会有引起燃烧和爆炸的危险。在任何需要使用氢气的场合，使用仪器以前，要对所有的连接处、管线和阀进行检漏。在使用仪器以前，要使氢气气源一直保持关闭。

### 警告

GC 不能在进样口以及检测器口有泄漏。因此，色谱柱接头应一直保持与色谱柱连接，或加上帽盖或塞上堵头。

根据当地环境健康与安全 (EHS) 的规定，当使用氢气时，要进行检漏，以防可能造成的火险或爆炸的危险。在更换气瓶和维修管线之后一定要进行检漏。一定要确保排气管通入通风橱中。

## 电子捕获检测器 (ECD)

这一节讲述有关电子捕获检测器 (ECD) 的许可证说明、处理预防和安全的要求。



ECD 包括一个装有  $^{63}\text{Ni}$  的池体， $^{63}\text{Ni}$  是放射性同位素。 $^{63}\text{Ni}$  释放出的  $\beta$  射线与载气分子碰撞，产生出低能量的电子 — 每一个  $\beta$  射线粒子产生出大约 100 个电子。这些自由电子形成很小的电流 — 称为参考电流或稳定电流 — 被收集和测定。

### $^{63}\text{Ni}$ 同位素

在池体中所使用的放射性同位素是  $^{63}\text{Ni}$ ，把它镀到池体内壁上，在所用的色谱分析温度下是固体，其他性能见表 1。

**表 1**  $^{63}\text{Ni}$  的性能

|              |                          |
|--------------|--------------------------|
| 半衰期:         | 101.1 年                  |
| 放射性:         | 65.87 keV 最大, $\beta$ 射线 |
| 熔点:          | 1453°C                   |
| ECD 活动部分的尺寸: | 内径: 6 mm, 高: 4.2 mm      |
| 总活性 (ECD 池体) | 最大 555 MBq (15 毫居里)      |

### ECD 许可证

在中国的用户可以用普通许可证或放射性工作许可证来购买 ECD，其它国家的用户应与当地的安捷伦公司分公司联系，得到有关部门的相关信息。

下面关于许可证的详细说明反映的是中国的规定。

**特殊许可证** 需要特殊许可证的 ECD 要求用户要从卫生部门或当地政府的代理机构的材料许可，允许您拥有使用这种检测器需要的放射性同位素种类和数量。您可以把 ECD 运输、出售或转移给其它特殊许可证持有者。如果许可证允许，您也可以打开 ECD 进行清洗。

**普通许可证** ECD 的普通许可证不需要材料许可证。只要您直接从安捷伦公司购买 ECD，您就自动地成为普通许可证的持有者。有些国家可能要求您在政府机构登记使用 ECD。

普通许可证有一定的限制：

- 1 持有者不能打开 ECD 的池体。
- 2 持有者不能以任何方式改造池体。
- 3 持有者不能使用任何溶剂（包括水）清洗池体内部。
- 4 持有者不能干扰或试图破坏 ECD 可能提供的过热电路。
- 5 持有者不能把 ECD 转让给其他人和其他场所，除非是符合有关规定。
- 6 持有者必须至少每六个月进行一次放射性泄漏检查，或按照当地机构的要求进行处理。
- 7 持有者必须按照当地机构（如，卫生部门或某些国家的政府机构）的要求保留记录。
- 8 持有者必须把事故或可能导致危害的故障，通报给管理机构。

其它信息请参考出版物“**Information for General Licenses**”（普通许可证的说明）部件号 5961-5664。

### **ECD 警告**

虽然  $\beta$  射线粒子在该能级的穿透力能量很小——皮肤表层或几层纸就可以挡住大部分  $\beta$  射线粒子——但是如果摄入或吸入这些同位素就可能是有害的。所以要很小心地处理检测器池体：在规定时间内，一定要检测放射性的泄漏；当检测器不使用时，一定要把进口和出口接头堵住；不要把有腐蚀性的化学物质导入检测器；而且从检测器排除的废物一定要排放到实验室环境外面。

**警告**

必须避免使用可以和  $^{63}\text{Ni}$  源反应的物质，无论是生成挥发性产物还是引起镀膜物理性降解的物质，这类物质包括氧化性化合物、酸、卤素的水溶液、硝酸溶液、氨水，硫化氢，多氯联苯和一氧化碳。这些清单并不很详尽，只是说明可能导致  $^{63}\text{Ni}$  检测器损坏的几类化合物。

在极不可能的情况下，如柱箱和检测器两个加热区同时进入加热失控状态（最大值，温度超过  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  时不可控），同时检测器一直处于这一状态下超过 12 小时，就要采取下列措施：

- 戴上一次性塑料手套，关闭总电源使仪器冷却后，把检测器出入口堵住，并观察正常的实验室安全预警。
- 请与当地销售部门联系退换或处理事宜。附上一封说明损坏原因的信。

即使在这样很少见的情况下，放射性物质也不太可能从检测池中泄漏。但是可能永久性损坏  $^{63}\text{Ni}$  镀膜，所以检测池必须返回厂家进行更换。

**警告**

**不要使用溶剂清洗 ECD。**

除非您得到当地卫生部门授权，否则不可以打开检测器池体。不要弄乱四个埋头螺钉。它们把检测器池的两半固定在一起，卸下或弄乱它们将违反普通许可证款项，并会造成安全危害。

### 处理 ECD 的安全措施

无论何时都要遵循下列预防措施：

- 当处理 ECD 时一定要不要饮食或吸烟。
- 处理或接近打开的 ECD 处工作时一定要带上安全防护镜。
- 穿上防护服如实验服、安全防护镜和手套，并遵优良实验室规范。在处理 ECD 后一定要用柔性、无磨擦的清洁剂彻底洗手。
- 当不使用 ECD 时把它的进出口安上堵头。
- 把 ECD 排放出来的气体通到通风橱或排放到室外。

安捷伦科技公司建议排气管的内径等于或大于 6 mm (1/4 英寸)。如果用该内径的管线，长度不限。

## 安全和法规标准

6820 GC 符合下面的安全标准：

- 加拿大标准协会 (CSA): C22.2 No. 1010.1
- CSA / 国家认可测试实验室 (NRTL): UL 61010A-1
- 国际电工委员会 (IEC): 61010-1
- 欧洲标准 (EuroNorm) (EN): 61010-1

6820 GC 符合电磁兼容性 (EMC) 和无线电频率干扰 (RFI) 的规定：

- CISPR 11/EN 55011: Group 1, Class A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ 

这一 ISM 设备符合加拿大 ICES-001 要求。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB—001 du Canada.



6820 GC 按照 ISO 9001 质量认证体系进行设计和生产。

## 信息

安捷伦科技 6820 气相色谱仪符合下列 IEC（国际电子技术委员会）的下列分级：安全等级 I 级，过压级别 II 级，污染级别 2 级。

该设备的设计和测试符合公认的安全标准，是为室内使用而设计。如果仪器的使用方式违反了厂家的规定，可能破坏仪器的保护系统。一旦 6820 气相色谱仪的安全保护系统损坏，应立即断开所有电源，使仪器避免不正常的运行。

维护时，请征询专业维护人员进行维护。替代备件或未经授权对仪器作任何改动，都可能会造成安全事故。

## 符号

在对仪器进行操作、维护、修理的任何阶段，都要遵守手册中或仪器上注明的警告提示。如果不遵守这些注意事项，将违反设计和使用的安全标准。安捷伦科技公司对客户不遵守这些要求造成的故障不予负责。

详细信息参见附加说明。



表示灼热的表面。



表示危险电压。



表示保护接地端。



表示有爆炸危险。



表示有放射性危险。



表示防止静电放电。



## 电磁的兼容性

本仪器符合 CISPR 11 的规定，仪器操作时符合下列两个条件：

- 本仪器不会造成有害的干扰。
- 本仪器可承受任何干扰，包括可能引起不良操作的干扰。

如果本仪器对收音机和电视机的接收造成有害的干扰，可以把仪器通电或断电来进行测试，用户可以用下面的一种或几种方法进行试验：

- 1 重新摆放收音机或天线。
- 2 把仪器从收音机或电视机旁移开。
- 3 把仪器插头插到另外的电源插座上，使仪器和收音机或电视机的电路分开。
- 4 保证周围所有外围设备都合格。
- 5 确保仪器与外围设备连接的电缆正确。
- 6 与经销商、安捷伦科技公司或有经验的技术人员联系寻求帮助。
- 7 未经安捷伦科技公司明确同意，如果对仪器进行更换或改造，用户不得操作此仪器。

## 联邦德国噪音标准

### 声压

根据 DIN-EN 27779 标准，声压  $L_p < 65$  分贝 (A)。

### Schalldruckpegel

Schalldruckpegel  $LP < 65$  dB(A) nach DIN-EN 27779.

## 引言

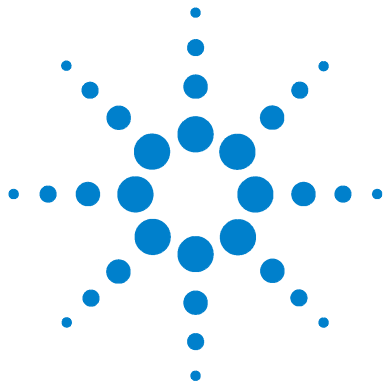
## 清洗

清洗时，断开电源，用湿的软布来擦净。

## 产品回收

如果要回收产品，请与当地的安捷伦科技公司销售分公司联系。





## 2 使用 6820 的策略

|                                       |    |
|---------------------------------------|----|
| 概述                                    | 34 |
| 可储存的实验设定值                             | 34 |
| 不可储存的实验设定值                            | 35 |
| 可储存的配置设定值                             | 35 |
| 6820 方法和 6820 Cerity Chemical 方法之间的差别 | 35 |
| 操作策略                                  | 36 |

**相关主题**   第 6 章的 “分析样品”  
                  第 8 章的 “方法开发”

本节说明单独运行 6820 仪器时（它的信号输出到某种设备上，如 Agilent 3396 C 积分仪）一些有益的策略。本节也说明仪器存储和调用的设定值类型。

## 概述

本概述说明了在使用 6820 过程中，某些特性间是如何相互作用的，并提供了在应用中适合您的简化步骤。

### 可储存的实验设定值

6820 使用电子控制，对仪器的许多控制功能进行自动控制。在每次运行前这些设定值可以用键盘输入，显示在显示器上，或者在需要时存储和调用数据。存储设定值是使准备 GC 分析过程保持一致的简易途径。这个设定值的集合叫做“方法”，6820 可以存储 9 个方法，每个方法包括以下内容：

- 柱箱运行 - 时间温度曲线 ( 包括温度梯度 )
- 前 / 后进样口温度设定值
- 前 / 后检测器温度设定值
- 信号设定值
- 加热的阀箱 ( 和类似的设备 ) 控制设定值和温度的曲线
- 阀运行时间设定值和配置数据 ( 类型、定量管大小等 )
- 运行时间事件

所有这些设定值在本手册的后几节里进行详细的解释。

#### 注意

这里介绍的步骤是假设在准备进行样品分析时使用存储过的方法。

## 不可储存的实验设定值

下列设定值不能存储到方法中：

- 流量 / 压力设定值，气体流量以手动方式控制。
- 时钟表事件。时钟表是不能存储的。时钟表的说明在 144 页上的“程序设定时钟表”。

## 可储存的配置设定值

GC 除存储在方法中的信息外，还存储当前不包括在任何方法中的硬件配置信息。这些信息包括下面的例子：

- 时间和日期
- RS-232 通讯的设定
- 硬件配置的设定，例如：辅助加热区类型、阀的类型、气体进样阀定量管的尺寸、进样口类型、检测器类型等
- 柱箱平衡和最高温度

有关如何设定这些参数的说明在 72 页上的“配置仪器”。

## 6820 方法和 6820 Cerity Chemical 方法之间的差别

安捷伦的数据系统，如 Agilent Cerity NDS for Chemical QA/QC 系统，也能存储方法，Cerity Chemical 的方法不仅包括 6820 方法所能存储的每种设定值，还包括数据分析和报告的全部信息（例如，积分事件和参数，校准数据，信号输出选择和报告的选项）。虽然两种类型的方法都控制仪器和产生信号的输出，但是只有 Cerity Chemical 方法能分析数据，进行积分、鉴定和报告发现的色谱峰。

## 操作策略

使用下列操作策略成功地进行操作。通常，第 1 步由开发分析技术的化学专业人员完成，而第 2 到第 4 步由分析样品的任何工作人员完成。

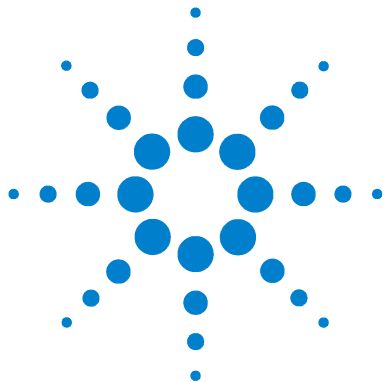
### 操作策略

| 步骤                            | 说明                                                                                                                                                 |
|-------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 建立 6820 分析方法                | 在 150 页上的“ <a href="#">建立方法</a> ”。                                                                                                                 |
| 2 准备 GC 分析样品                  | 在 135 页上的“ <a href="#">准备 GC 分析样品</a> ”。                                                                                                           |
| 3 确定 GC 的操作条件，包括载气和检测器气体流量和温度 | 一般要进行下面的工作：<br><b>a</b> 调用存储的设定值集合和调用名为“method”的指令。<br><b>b</b> 手动设定气体流量<br><br>或者在每次分析前手动输入设定值和指令。<br><br>在 136 页上的“ <a href="#">用手动进样分析样品</a> ”。 |
| 4 进样                          |                                                                                                                                                    |
| 5 采集数据                        | 用积分仪或数据处理系统                                                                                                                                        |

在 150 页上的“[建立方法](#)”概括说明方法建立的过程。

第 6 章的“分析样品”列出操作 GC 的基本步骤。

如需了解有关方法建立和相关专题的详细信息请参见第 8 章的“方法开发”。



## 3 控制器与元件

|                         |    |
|-------------------------|----|
| GC 控制器与元件的位置            | 38 |
| 显示器                     | 41 |
| 状态指示                    | 46 |
| 键盘                      | 47 |
| 立刻工作键 [开始]、[结束] 和 [预运行] | 48 |
| 功能键                     | 48 |
| 快捷键：[温度] 和 [温阶 #]       | 49 |
| 信息键                     | 51 |
| 其它键                     | 54 |
| 修改键                     | 61 |
| 存储                      | 63 |
| 如何进行设定                  | 68 |

本节说明 6820 上的控制器安装在何处，然后说明如何使用电子控制器来完成一些普通任务。第 5 章“设定流量”说明如何设定气体流量。



## GC 控制器与元件的位置

在 6820 上有两种类型的控制：电子控制和气流控制，电子控制的任务如打开仪器电源，程序设定和开始或结束仪器的运行。气流的控制设定气体的流量。

图 3 说明通用 GC 的元件、控制器和开关的位置。它也指出其他常用到 GC 元件的位置。

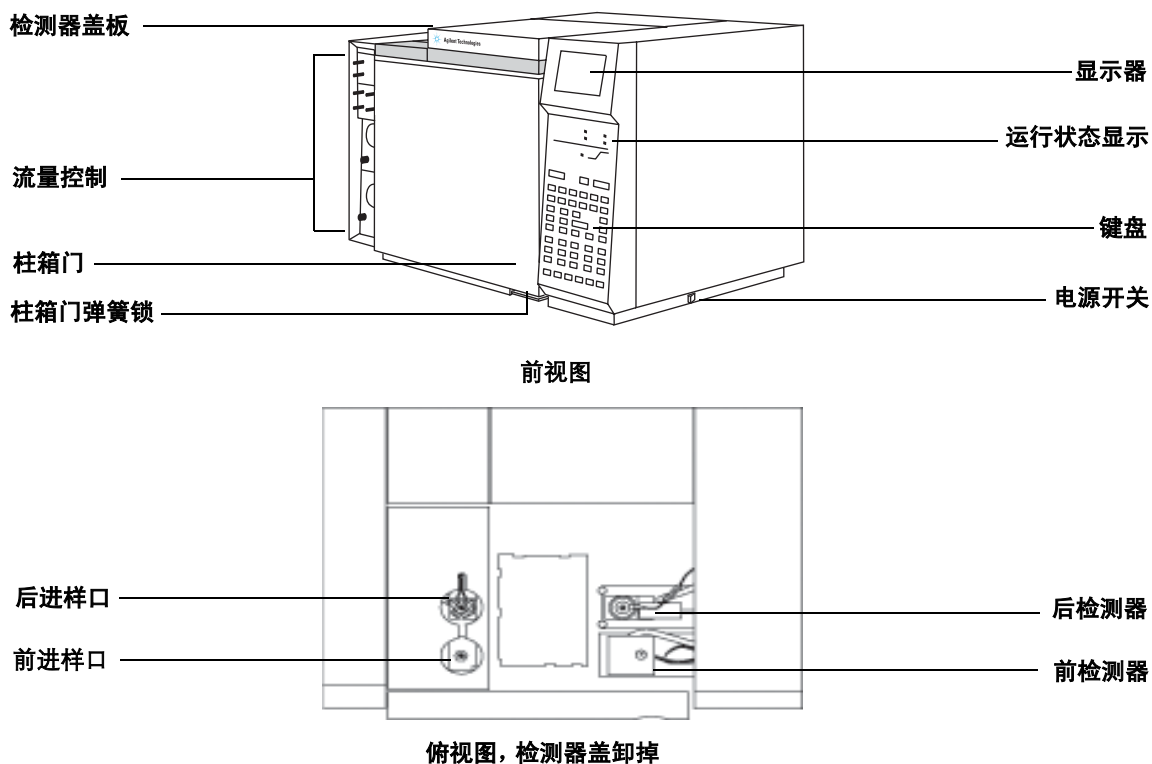


图 3 6820 控制器和各部件的位置

要打开检测器机盖，把它抬起，使之向上倾斜。

要打开柱箱，抬起柱箱门右下角的柱箱门弹簧锁。

## 键盘与显示器

使用键盘和显示器来设定除流量以外的所有实验参数，6820 的显示器和状态面板也提供有关 GC 运行过程中、运行前及运行后的性能反馈，图 4 所示为 6820 键盘和典型的显示。

**显示器**  
可以看到标题和几行信息或参数。

**状态面板**  
指示灯显示仪器当前的状态。

**键盘**  
按键可以：

- 检查 GC 设备的参数
- 输入设定值
- 检查状态信息

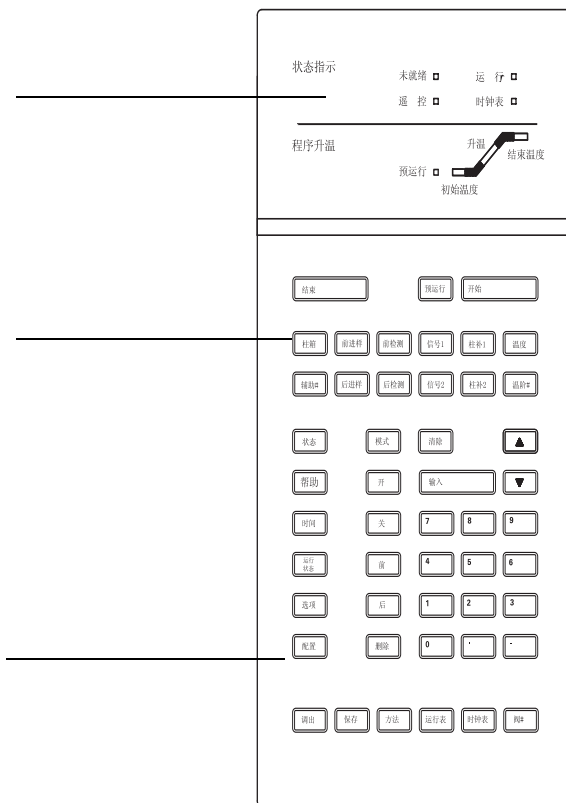


图 4 GC 键盘和显示器

当首次启动时 6820 将运行常规的自检。如果仪器通过这些内部的检查，它会发出两声嘀声并出现提示：**开机正常**。



## 显示器

显示器作为一个窗口，您可以通过它浏览设定值、参数和状态信息。在最上面的一行是标题，其它行表示其内容。要浏览长列表中的项目，可以通过滚动键查看其它行的内容。

### 显示所有的信息行

**滚动键 (▲, ▼)** 在显示窗口上下移动列表的项目。

仪器只显示已经安装的部件的参数。没有安装的进样口、检测器、或其他设备的参数，无法查看其参数列表。

表示许多仪器功能的键，如 **[状态]** 或 **[配置]**，只显示已经安装的项目。所以在本手册显示的例子可能与您的仪器上显示的内容有些不同。

### 显示器中所用的符号

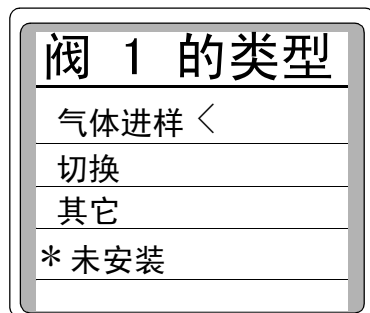
**光标 (<)** 光标所在的行是正在编辑的位置，使用键盘改变“光标指定”的行。

**星号 (\*)** 闪烁的星号提示您按回车键 **[输入]** 存储设定值或按 **[清除]** (清除) 键放弃输入值，在没有完成这一步之前不能进行任何其他工作。



如果这个星号闪烁，在没有按 **[输入]** 或 **[清除]** 之前不能进行任何其他工作。

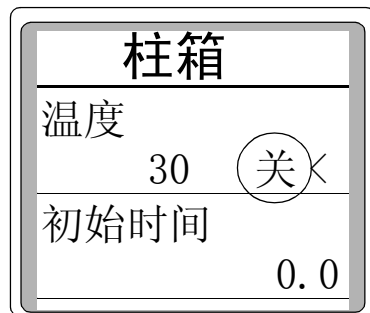
模式表左边的星号是指当前的选择。



当前的选择 未安装  
光标在气体进样处。  
按 [输入] 使光标从阀类型换到气体进样  
按 [清除] 保持原来的设定

### 闪烁设定值

如果柱箱被系统关闭，在显示器上相应行上的 Off 将闪烁。这可帮助您去识别何处出现故障。

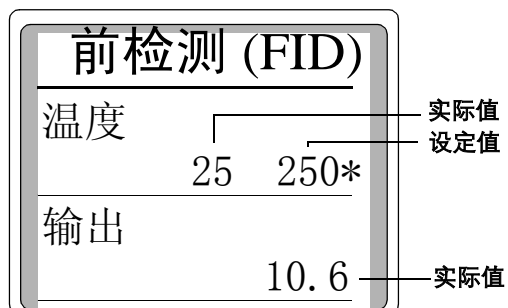


例如，在所标出的地方闪烁，表明柱箱有故障

如果检测器有故障，例如 TCD 热丝烧坏，则在检测器开 / 关一行闪烁。

### 实际值与设定值

如果在一行里显示两个数值，左边的始终是实际值，而右边的始终是设定值，当只显示一个数值时，它可能是实际值，也可能是设定值，这就要取决于参数了。



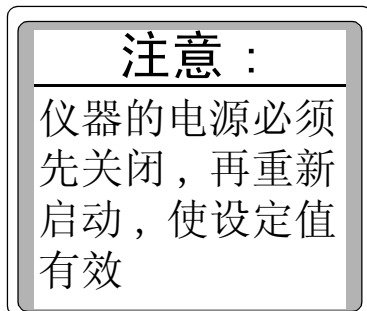
### 伴随显示器的声音

**仪器蜂鸣声** 任何类型的故障、警告或关机都伴随有蜂鸣声出现。

### 提示信息

#### 小心

小心是提醒您仪器的配置可能不正确，或者需要一个设定值，例如：



按 **[清除]** 删除提示信息，然后，如果需要，可重新配置仪器，或以当前的配置继续。

#### 错误提示

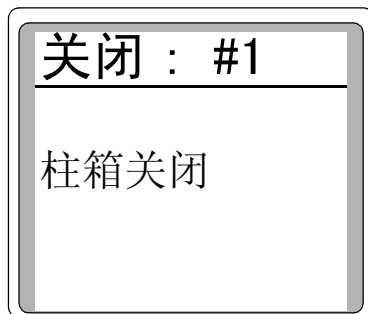
错误的含义

- 输入的设定值超出允许的范围。
- 在仪器上没有安装您要操作的硬件。

按 **[清除]** 删除提示。在继续工作以前，必须输入一个新的设定值，更换硬件或重新配置仪器。

### 弹出提示信息

在关机、出现故障或警告时，就弹出一个提示信息。它们包括故障的类型和故障号，以及简要说明，详细内容参见 6820 用户信息 CD 上的 6820 GC 维护与故障排除手册



按 **[清除]** 删除提示

## 状态指示

表 2 说明状态指示

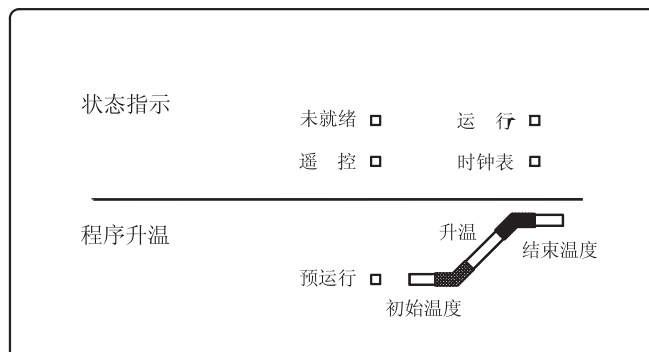


表 2 指示状态的指示灯

| 指示灯       | 说明                                                                           |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------|
| 预运行       | 当 GC 处于“预运行”状态时灯亮（在按 <b>[预运行]</b> 以后）。参见第 48 页的详细说明。                         |
| 程序升温 LEDs | 显示柱箱温度梯度程序变化过程。如果柱箱温度未按程序进行，速率指示灯就闪烁。                                        |
| 未就绪       | 如果 GC 没有达到可以进行分析的状态灯就亮。当仪器有一个或多个未就绪的条件时灯就闪烁，按 <b>[状态]</b> 键查看哪些参数没有就绪或有故障发生。 |
| 运行        | 当仪器正在色谱分析时灯亮                                                                 |
| 遥控        | 表明与遥控设备（通常是指 Cerity Chemical）连接上了                                            |
| 时钟表       | 表明时钟表有条目                                                                     |

# 键盘

6820 的按键按功能分组，如图 5 所示。

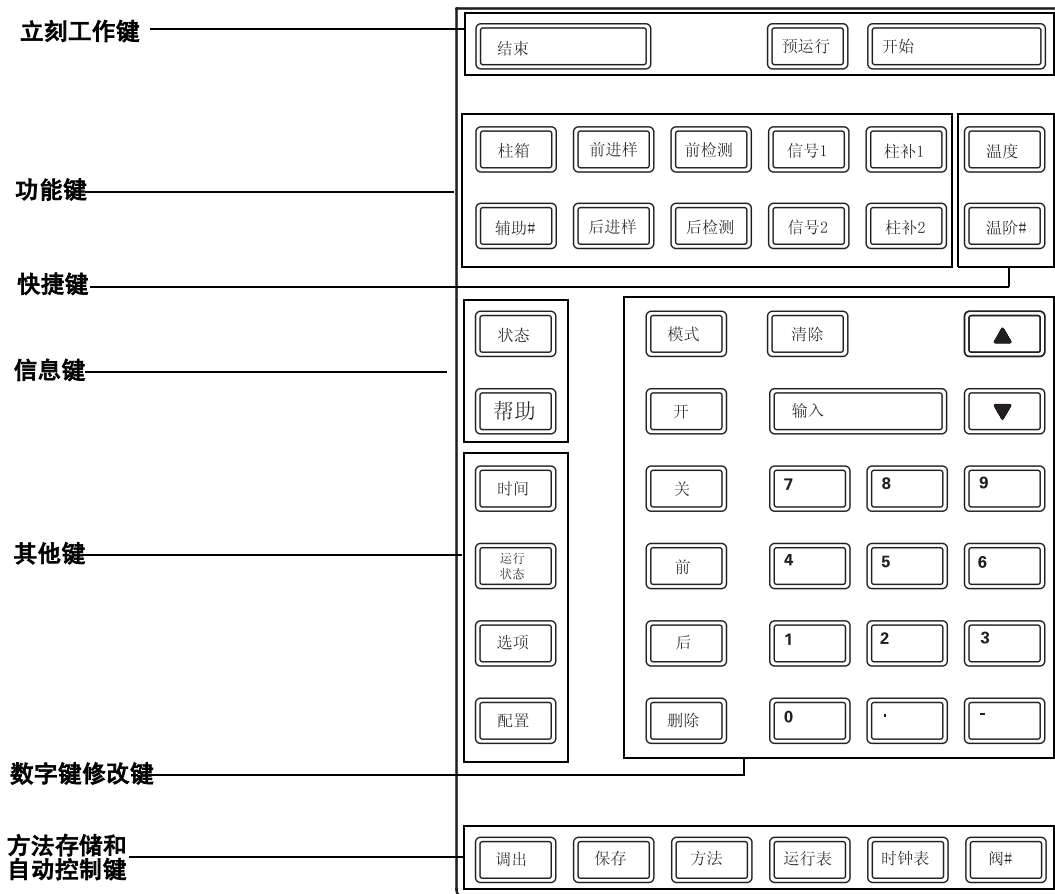


图 5 键盘

### 立刻工作键 [开始]、[结束] 和 [预运行]

这些键触发仪器立刻执行某些工作。

#### [开始] 和 [结束]

开始和结束各种运行活动，[结束] 也可删除预运行或恢复电源故障。

#### [预运行]

使用不分流进样时准备 GC 运行。如果正使用不分流进样，则按 [预运行] 在进样前关闭吹扫阀。

按 [预运行] 打开 *预运行* 指示灯。当仪器准备运行并等待仪器到达设定值（并不是与 **Prep Run** 有关的设定值）的情况下这一指示灯闪烁。一旦这些设定值就绪，指示灯一直保持亮着，并且吹扫阀切换到进样的位置，平衡一段时间 (6-s) 后，仪器就转为分析就绪，*未就绪* 灯熄灭。

如果按 [预运行]，而 *预运行* 指示灯闪烁，在所有其他设定值就绪以后，吹扫阀立刻切换到进样位置。*预运行* 指示灯保持亮着。

### 功能键

**总结** 表 3 列出功能键、简要说明其用途，以及在何处查看详细说明。



表 3 功能键

| 键                | 用途：                                    | 参考信息                                                                                            |
|------------------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
| [柱箱]             | 设定柱温，包括恒温和程序控温                         | 参见第 78 页上的“设定柱箱的设定值”。                                                                           |
| [辅助 #]<br>[辅助 #] | [1] 和 [2] 控制辅助加热区，如加热阀箱或“未知”设备。可进行程序控温 | 参见第 90 页上的“阀的控制”和第 94 页上的“设置辅助加热区”。                                                             |
| [前进样]<br>[后进样]   | 和 控制进样口操作参数                            | 参见第 81 页上的“设定进样口参数”。                                                                            |
| [前检测]<br>[后检测]   | 和 控制检测器操作参数                            | 参见第 84 页上的“火焰离子化检测器 (FID)”，第 83 页上的“电子捕获检测器 (ECD)”或第 85 页上的“热导检测器 (TCD)”或第 87 页上的“氮磷检测器 (NPD)”。 |
| [信号 1]<br>[信号 2] | 和 指定信号，通常是指定前或后检测器                     | 参见第 95 页上的“选择信号输出”。                                                                             |
| [柱补 1]<br>[柱补 2] | 和 建立和存储色谱柱的补偿曲线                        | 参见第 95 页上的“选择信号输出”。                                                                             |

## 快捷键： [温度] 和 [温阶 #]

用这些键可以在表中快速地存取设定值

### [温度]

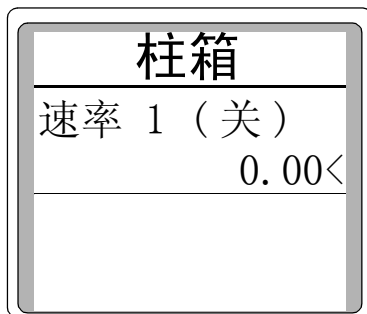
如果未在包括温度设定值（例如，从信号显示屏或状态显示屏）的参数表中进行编辑时，按 [温度] 跳到柱箱曲线的第一个温度设定值。

如果正在编辑包括温度设定值（例如，前检测器）的参数表，则按 [温度] 跳到该设定值。如果参数在打开着的列表中，就将光标跳到该行。

### [温阶 #]

如果未在包括温度梯度（例如，从信号显示屏或状态显示屏）的参数表中进行编辑时，按 [温阶 #] 加一个数字，以显示按输入的梯度变化的柱箱参数列表。如果没有指定的梯度，光标就在**速率 1（关）**一行上。

按 [温阶 # [2]

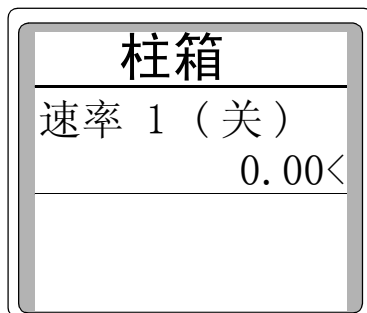


| 柱箱       |
|----------|
| 速率 1 (关) |
| 0.00<    |
|          |

柱箱控制表打开。因为在此表上没有设定温度梯度，所以光标停在**速率 1（关）**。

当编辑柱箱或辅助加热区的参数列表时，按 [温阶 #] [1 - 5] 移动光标到指定梯度序号的第一行。如果不存在这一梯度序号，光标就跳到定义的最高梯度序号。

按 [温阶 #] [2]  
光标移动到 **速率 1** 行。



| 柱箱       |
|----------|
| 速率 1 (关) |
| 0.00<    |
|          |

## 信息键

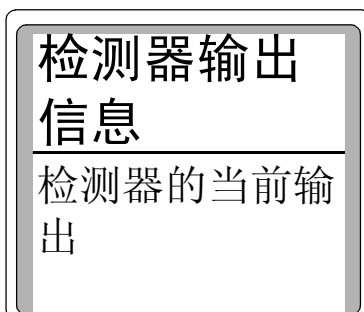
### [帮助]

按 **[帮助]** 查看与上下文有关的帮助信息，提供有关激活参数（光标所在的行）的信息。

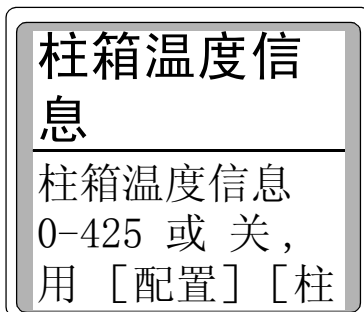
信息可以提示下面的任何数据：

- 定义
- 设定值的范围
- 执行的动作

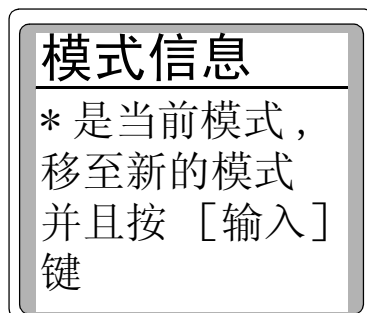
下面是可能产生的例子，这取决于您所在的参数列表，按 **[帮助]**。



定义



设定值范围



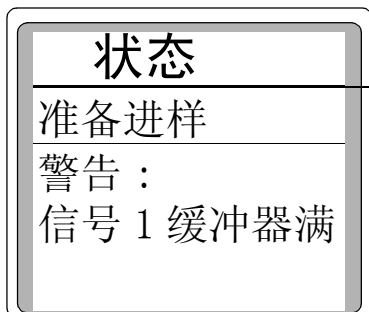
执行的动作

### [状态]

[状态] 键有两个参数表与之有关联：就绪 / 未就绪 状态表和设定值状态表。

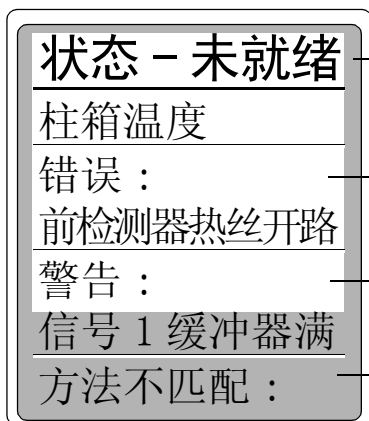
**就绪 / 未就绪状态表** 按 [状态] 键出现状态显示。该列表显示  
的参数可以是**未就绪**，也可以显示已就绪可以进样（**准备进样**）。  
如果存在任何故障、警告或方法不匹配，也在此显示。

显示就绪可以进样



就绪显示 — 检查警告信息

未就绪 显示



未就绪 — 未就绪的项目，如果出现未就绪显示，检查故障和警告。

故障 — 需要用户处理的硬件故障。

警告 — 用户应该意识到的问题，但是不会妨碍仪器正在进行的运行。

方法不匹配 — 如果硬件或用户输入的配置在调用方法或通电后有所改变，就出现这一提示信息。

图 6 就绪 / 未就绪显示

如需有关错误信息的详细说明，参见 Agilent 6820 GC 维护与故障排除手册

**设定值状态列表** 按 [状态] 键从状态显示屏转到设定值状态显示屏。该列表是将在仪器上当前的程序设定值汇编而成的设定值列表。在运行中，这种方法不用按多个按键即可查看设定值，非常快捷。



| 状态   |       |
|------|-------|
| 柱箱温度 | 26 关  |
| 信号 1 | 前 0.0 |

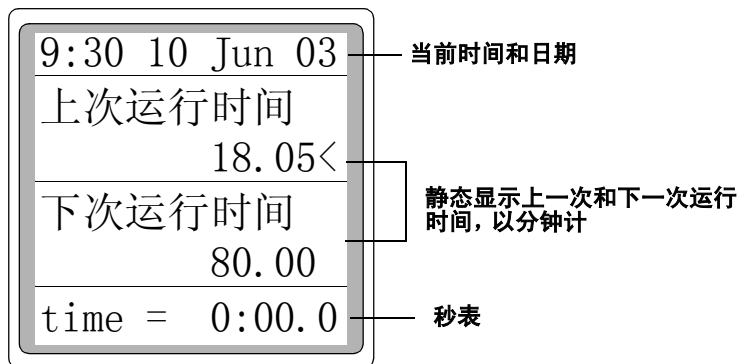
如需自定义设定值列表，参见第 75 页上的“配置设定值状态表”。

## 其它键

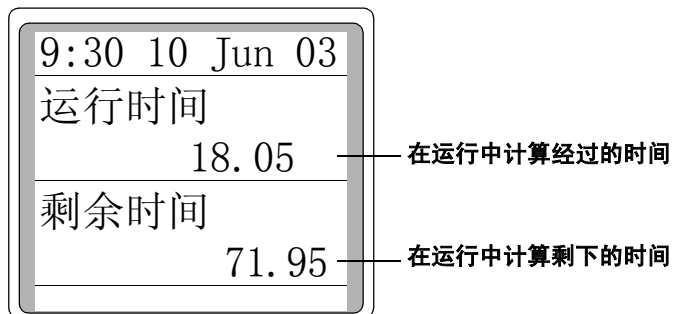
### [时间]

按 [时间] 显示当前的日期和时间、秒表功能和有关运行时间的信息。第一行始终显示当前的日期和时间，最后一行始终显示秒表。中间两行的变化如下图所示。

在分析之间的时间显示

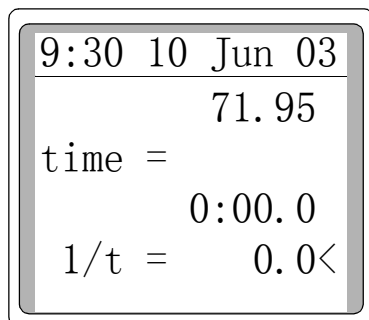


在运行过程中的时间显示



**使用秒表** I 在秒表模式下，时间（以 0.1 s 计）和时间的倒数（以  $0.01 \text{ min}^{-1}$  计）这两种形式都显示，用皂膜流量计测定流量时，秒表非常有用。

1 按 **[时间]**，然后滚动到屏幕底部的秒表处。



2 按 **[输入]** 启动秒表。

3 按 **[输入]** 停止秒表。

4 按 **[清除]** 回零。

在秒表运行过程中可以进入其他的功能模式。

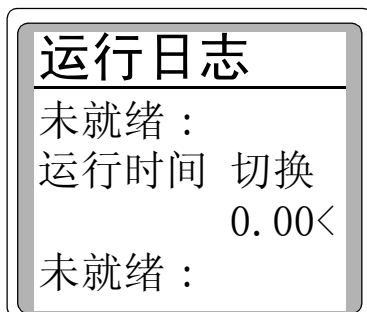
再按 **[时间]** 可以查看秒表的显示。

### **[运行状态]**

按 **[运行状态]** 以显示在当前的运行过程中，计划的方法（包括键盘的干预）有任何差别，可以存储和显示多达 50 条运行记录。运行记录的信息可以用于当地实验室指导标准（如 优良实验室规范）。

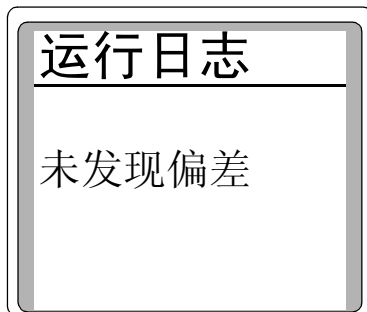


按 [运行状态]



在新的分析开始时，运行记录就被删除。

如果在运行记录上没有运行偏差，就显示以下内容：



[选项]

按 [选项] 进入仪器安装选项，如表 4 所示。

表 4 仪器安装选项

| 显示选项  | 用途                                 |
|-------|------------------------------------|
| 维护次数  | 使用这些计数器追踪消耗部件的使用                   |
| 校准    | 校准柱箱                               |
| 通信    | 对仪器设定通讯参数                          |
| 键盘及显示 | 用户自定义键盘行为和设定用于 GC 的基数类型            |
| 诊断    | 只限维修人员使用。不用于正常运行。并进行测试并为分析故障设定特殊条件 |

**维修计数器** 追踪注射器、隔垫、衬管的使用，对每次注射（以注射前 / 后计数均可）进行计数，对何时进行常规维护提供通用指南。

1 在键盘上按 [选项]。



- 2 滚动到**维护次数**。按 **[输入]**。
- 3 滚动到所需要的计数器，并按 **[清除]**。
- 4 按 **[输入]** 设定计数器为 0 或按 **[清除]** 取消。

**校准** 将可以校准的参数列出表。有关校准的显示在 6820 用户信息 CD 上的 Agilent 6820 维护手册中讨论。

**通信** 可以进入通讯的设定值参数。有关通讯的显示在第 76 页上的“[配置 RS-232 通讯设置](#)”中讨论。

**诊断** 诊断参数供服务代表使用，在 6820 用户信息光盘上的 Agilent 6820 维护手册中对诊断进行讨论。

**键盘及显示** 用这些选项设定键盘的行为：

- **键盘锁定** — 不能用键盘修改设定值。当键盘锁定功能激活时，键盘仍然可以使用，只是不能改变设定值。当键盘锁定功能激活时，**[开始]**、**[结束]**、**[预运行]**、**[调出]** 和 **[方法]** 还可以正常使用。
- **按键声** — 但按动键时，发出嘀声，该可以打开或关闭。
- **警告蜂鸣** — 可以听到警告蜂鸣声。
- **方法更改蜂鸣** — 打开这一功能时，在修改方法设定值时蜂鸣声加强。
- **小数点类型** — 让您选择句号 (.) 或逗号 (,)。

### **[配置]**

按 **[配置]** 对仪器的控制进行配置。多数配置设定值要么不经常改变，要么每次运行都要使用。例如：日期和时间，柱箱最高温度，进样口类型和气体进样阀定量管的体积。

如果按 **[配置]**，GC 就显示配置的项目列表。您可以按下列其中一种方式操作：

- 滚动到该项目下按 **[输入]** 来选择它，或
- 按功能键（例如，**[前检测]**）或按 **[时间]** 或 **[状态]** 来配置该项目

例如，配置柱箱。可以：

- 按 **[配置]**，滚动到**柱箱**，再按 **[输入]**，或
- 按 **[配置]** **[柱箱]**。

**为使用或维护而配置检测器** 使用电位计的检测器 (FID 和 ECD) 在维修以前要断电。而在正常情况下要通电。

**使检测器可用或不可用：**

- 1 按 **[配置]** **[前检测]** 或 **[配置]** **[后检测]**。
- 2 滚动到**电位计**再按 **[开]** 或 **[关]**。

按 **[配置]** 键可得到一个配置参数表：

| 配置     |
|--------|
| 柱箱     |
| 前检测器 < |
| 后检测器   |
| 信号 1   |

滚动到仪器的参数，按 **[Enter]** 键进入配置仪器控制表。显示的类型取决于所安装的设备

## 修改键

修改键扩展了一些设定值控制键的功能

### [模式]

按 **[模式]** 可进入用于非数字设定值（如进样口）的可能设定值或类型的列表。

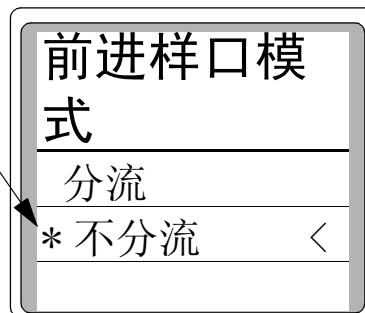
要改变模式或类型，滚动到所需要的一行并按 **[输入]**。星号 (\*) 表示当前的模式和类型。下面是 **[模式]** 功能的举例。

#### 例子：分流 / 不分流进样口的模式选择

1. 按 **[前进样]**

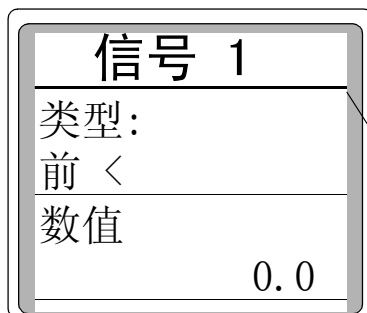


2. 按 **[模式]**

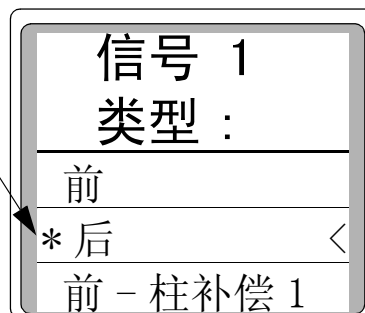


#### 例子：信号 1 的类型选择

1. 按 **[信号 1]**



2. 按 **[模式]**



### [清除]

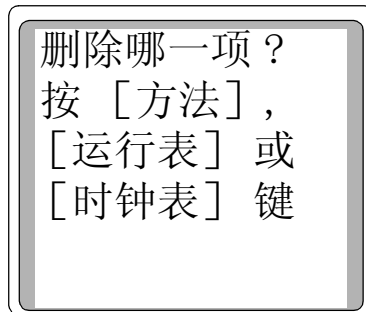
按 [清除] 键可以：

- 清除错误输入的设定值 (只能在按 [输入] 键之前该功能才有效。此时星号 \* 仍在闪烁)。
- 在按 [输入] 以前，返回退出 [Mode/Type] 选择列表。
- 返回到上一级的最近一个参数表 (如配置或选项的列表)。
- 将秒表清回到零。
- 清除帮助 的提示并返回到上一个显示屏幕。
- 清除错误信息提示 (弹出的提示，输入的设定值错误等)。
- 在执行方法、时钟表或运行表及调用或存储方法时，可删除功能。

### [删除]

从状态屏幕上按 [删除] 可删除方法，运行表或时钟表。

按 [删除]



### 注意

在运行表或时钟表时，按 [删除] 会提醒您只去删除当前选择的条目。

## [.]

基数指十进位数的小数点，这一参数可以从小数点转变为逗号（参见第 73 页上的“配置基数类型”）。

## [-]

破折号键用于指定数字范围（包含在内），例如，指定 1 到 3，就输入 [1] [-] [3]。

该键也用于表示负值，例如，要输入 - 5，就按 [-] [5]。

## 存储

表 5 列出存储键，简要说明其用途，以及查看详细说明的地方。

**表 5** 方法存储键

| 键     | 用途                                | 详细信息    |
|-------|-----------------------------------|---------|
| [调出]  | 调用存储的方法                           | 第 65 页  |
| [保存]  | 可以存储多达 9 个方法，存储的方法有标记和日期。         | 第 64 页  |
| [方法]  | 查看存储方法表，您可以调用、存储、删除或设定为默认方法。      | 第 64 页  |
| [运行表] | 查看事件表以及事件发生的运行时间。                 | 第 153 页 |
| [时钟表] | 显示以 24 小时的时钟时间，按顺序表示时间发生的时钟时间表。   | 第 144 页 |
| [阀 #] | 把阀 1 到 4 打开或关闭。对于气体进样阀，该键也可以启动运行。 | 第 90 页  |

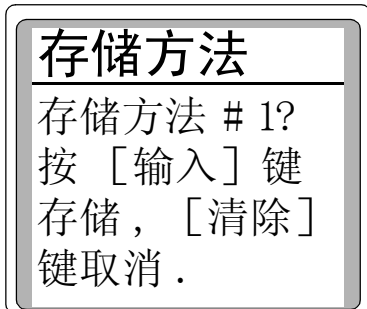
方法键： [调出]、[保存]，和 [方法]

存储方法

1 按 [方法] 并滚动到您要使用的方法编号。



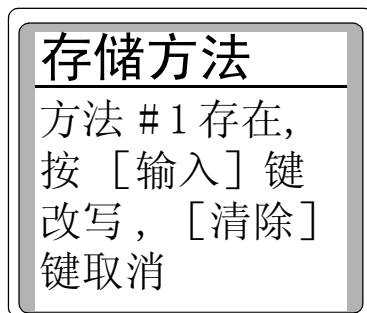
2 按 [保存] 键，并确认是否存储方法。



3 [输入] 键使用选择的号码存储方法，[清除] 返回到存储方法列表，而不保存该方法。



4 如果该编号的方法已经存在，则屏幕显示：



- [输入] 键用新的方法取代已存在的方法，并返回到**存储方法**的列表。
- [清除] 返回到**存储方法**列表，而不保存该方法。

### 注意

如果已经调用了一个方法，那么任何未存储的设定值都会丢失。如果您已经对方法进行了修改，使之成为当前的方法并要保存它们，在调用新方法以前要保存当前方法。

### 调用存储的方法

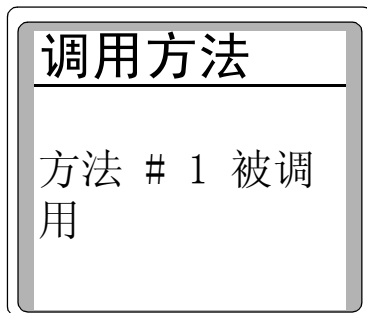
- 1 按 [方法] 进入**存储方法**列表。
- 2 滚动到您要调用的方法论。



- 按 **[调出]** 键。

屏幕会提示：按 **[输入]** 调用该方法，或按 **[清除]** 取消这一功能。

- 按 **[输入]** 调用该方法。所选择的方法就代替当前的方法。



**[清除]** 退出此功能并返回到**存储方法**列表。

#### 调用默认的方法

GC 在任何时候都可以重复调用默认的参数。

- 按 **[方法]**。
- 滚动到**设置缺省方法**。



- 按 **[输入]**。
- 当提示您调用默认方法时按 **[输入]**。

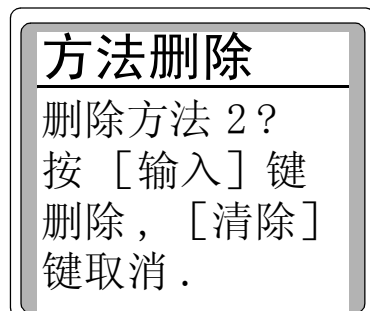
### 修改以前存储的方法

在调用一个方法时，它就取代了当前的方法时，您可以修改以前存储的方法：

- 调用所需要的方法
- 进行适当的修改
- 用相同的方法编码保存这一方法（覆盖原有的方法）或以不同的方法编码存储。

### 删除存储的方法

- 按 **[方法]**，滚动到相关的方法并按 **[删除]**。出现提示，显示以下内容：



- 要删除这一方法，按 **[输入]**。
- 如果您改主意，不想删除这一方法，则按 **[清除]**。

### 注意

也可以按 **[删除]** **[方法]** 并输入要删除的方法编号来删除方法。

## 如何进行设定

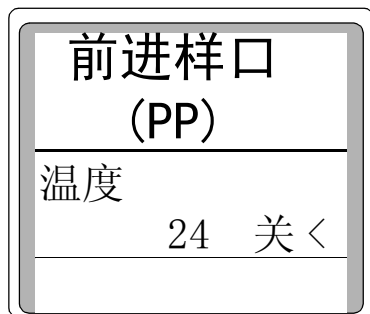
### 输入设定值

有三种简单的方法可在 6820 的键盘上输入设定值。输入的方法取决于设定值的类型，通常需要：

1 按其中一个下列类型键：

- 功能键（例如，[前进样] 或 [后检测]）
- 其他键（例如，[选项] 或 [配置]）
- 快捷键（[温度] 或 [温阶 #]）
- 方法和自动控制键（例如，[调出] 或 [方法]）

对该示例，按 [前进样] 对吹扫填充柱进样口，显示器显示：



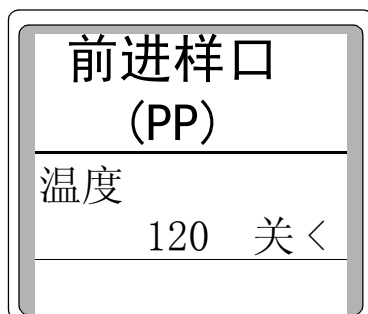
2 用 [▲] [▼] 键滚动到相关的参数。

在此例中，只有一个参数，**温度**

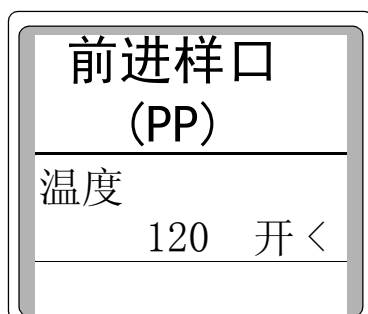
3 输入或选择适当的值。

- 如果选择类型，按 [模式] 显示选择列表。滚动到正确类型选项，按 [输入] 选择它
- 如果选择数值，用键盘输入新值并按 [输入]。
- 如果设定启动 / 关闭，按 [开] 或 [关]。

在此例中，进样口温度设定到 120 °C 并打开加热器电源开关。  
按 [1]，[2]，[0]，[输入]。



然后，按 [开]。



### 注意

如果输入一个无效值，GC 就会显示错误提示。按 [清除]，然后输入正确值（也参见第 72 页上的“配置仪器”）。

## 启动 / 关闭设备

不用改变设定值，就可以很容易地把进样口、检测器、柱箱和阀的加热器启动或关闭。按设备的功能键，滚动到温度设定并按 **[开]** 或 **[关]**。

具体例子：

|                                        |             |
|----------------------------------------|-------------|
| <b>[前进样]</b> ， <b>[关]</b>              | 把前进样口加热器关闭  |
| <b>[辅助#]</b> ， <b>[1]</b> ， <b>[关]</b> | 把辅助加热区 1 关闭 |
| <b>[柱箱]</b> <b>[关]</b>                 | 把柱箱加热器关闭    |

## 4 设置操作参数

|                |    |
|----------------|----|
| 配置仪器           | 72 |
| 配置柱箱           | 72 |
| 配置进样口          | 73 |
| 配置阀            | 74 |
| 配置 RS-232 通讯设置 | 76 |
| 设定柱箱的设定值       | 78 |
| 设定恒温分析         | 79 |
| 设定一阶梯度程序       | 79 |
| 设定多阶梯度程序       | 80 |
| 设定进样口参数        | 81 |
| 设定检测器参数        | 83 |
| 电子捕获检测器 (ECD)  | 83 |
| 火焰离子化检测器 (FID) | 84 |
| 热导检测器 (TCD)    | 85 |
| 氮磷检测器 (NPD)    | 87 |
| 阀的控制           | 90 |
| 设置辅助加热区        | 94 |
| 选择信号输出         | 95 |

本节全面介绍如何使用 6820 键盘为您所安装的硬件输入设定值。从说明配置仪器所需的各个步骤开始，然后说明如何使用进样口、检测器、柱箱和典型的阀，还提供设定信号输出所需要的步骤。



# 配置仪器

仪器在首次使用前或更换或添加新硬件时都需要进行配置。配置仪器要设定通用参数，如日期和时间，以及要告诉仪器所安装的设备，以便 GC 对这些设备进行适当控制。一般情况下，在安装中进行配置，并且只有在更换硬件时修改配置。

注意，配置设置会直接影响方法，未经配置的设备在显示器上不能出现，或者可能没有可设定的数值。而且，这些设定值控制某些任务的执行，例如，在向气体进样阀的样品定量管中填装样品。

## 设定时间和日期

内部有一个时钟，并在任务中使用时间和日期，例如记录方法和错误。要设定时间和日期：

- 1 按 **[配置]**。
- 2 滚动到**时间**参数，然后按 **[输入]**。
- 3 滚动到时间和日期行，用键盘输入当前值。

## 配置柱箱

柱箱配置设定最高温度和平衡时间。

要配置柱箱，按 **[配置]** 然后选择 **[柱箱]** 并按 **[输入]** 滚动到相关项目，按回车键：

- 最高温度
- 平衡时间

**最高温度 (Maximum temp)** 允许的柱箱最高温度设定值。色谱柱和一些附件，如阀和阀箱都有温度限。如果配置**最高温度**，要考虑这些限度，以便色谱柱和一些附件不会被损坏。柱箱的设定值在输入以后要进行验证；当输入的设定值不符合事前定义的最大值时，就会出现一个提示。**最高温度**设定值可以是：70 到 425 °C。



**平衡时间 ( Equib time )** 是在新的温度设定值下, 柱箱温度达到平衡的时间。平衡时间是从现在的柱温上升 1 °C 开始计算。**平衡时间** 设定值可以是 0 到 999.99 分钟。默认值是 3.00 分钟。

## 配置基数类型

配置可以使用两种基数 ( 分隔点 ) 中的一种: 句号 ( . ) 和逗号 ( , )。基数的设定按照当地国家的习惯。

- 1 按 **[选项]**, 滚动到**键盘及显示**。
- 2 要改变基数类型, 滚动到**小数点类型**, 再按 **[模式]**, 滚动到正确的基数类型, 并按 **[输入]**。

## 配置进样口

因为 GC 能检测到加热器 / 传感器的连接, 所以 GC 知道系统是否安装了进样口。然而, 它不知道安装的是何种类型的进样口。按下述程序可提供这一信息:

- 1 按 **[配置]** 键。
- 2 滚动到**仪器**参数并按 **[输入]**。
- 3 滚动到**前进样口类型**参数并按 **[输入]**。
- 4 如果进样口类型列出的是**未知**或者前进样口不正确, 按 **[模式]** 选择正确的类型。
- 5 滚动到正确的进样口类型, 然后 **[输入]**。
- 6 按 **[清除]**。
- 7 如果安装了后进样口, 滚动到**后进样口类型**并重复第4到第6步。

## 配置辅助加热区

辅助加热区控制设备的加热器，如阀箱和镍催化剂。要配置辅助加热区（1 或 2）：

- 1 按 **[配置]**，然后按 **[辅助 #]**。
- 2 按 **[模式]**，然后选择被加热区控制的设备类型并按 **[输入]**。

如果没有辅助加热区，显示器就显示**未安装**。

## 配置阀

如果安装了一个或多个阀，按下述步骤进行配置：

- 1 按 **[配置]**。
- 2 滚动到**阀 #**，然后按 **[输入]**。
- 3 当有提示时，输入要配置的阀号，例如，配置阀 # 1 就按 **[1]**，GC 就显示 1 号阀的型号。
- 4 如果阀型不正确，按 **[模式]**，滚动到正确的阀型，按 **[输入]**。

一旦选择了正确的阀型，就出现阀的其他配置参数。滚动到每一个参数，输入正确的信息，参考下面的表 6。

表 6 阀配置设定值

| 参数   | 注释或输入值                      |
|------|-----------------------------|
| 阀型   |                             |
| 未安装  | 没有安装阀。                      |
| 气体进样 | 阀的连接是要将阀用作气体或液体进样可以安装两个进样阀。 |

表 6 阀配置设定值（续）

| 参数                | 注释或输入值                               |
|-------------------|--------------------------------------|
| 切换                | 此阀是具有 2 通的切换阀，例如，将流路从一个色谱柱转接到另一个色谱柱。 |
| 其它                | 用户自己安装。                              |
| <b>气体进样阀的附加参数</b> |                                      |
| 定量管体积             | 输入样品定量管体积，以 mL 计。                    |
| 调用时间              | 输入向进样阀的样品定量管加样品所需的最短时间，以分钟计。         |
| 进样时间              | 输入把样品冲洗到色谱柱中所需的时间，以分钟计。              |
| 进样口               | 使用 <b>[模式]</b> 键选择阀要注入样的进样口（前、后或没有）。 |

## 配置设定值状态表

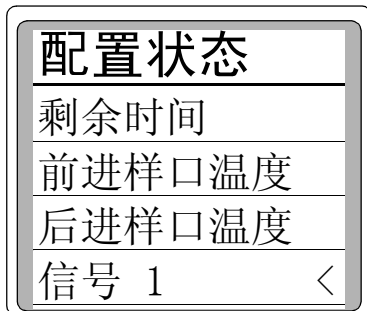
可以改变在设定值状态表中显示的设定值的次序。例如，当您按 **[状态]** 时，您想在显示器中首先出现三个最重要的设定值。

- 1 按 **[配置]** **[状态]** 。或按 **[配置]** ，滚动至 **状态**，然后按 **[输入]**。
- 2 滚动到应该是第一个出现的设定值，按 **[输入]**。这个设定值将出现在表的最上方。
- 3 滚动到应该是第二个出现的设定值，按 **[输入]**。这个设定值将出现在表的第二项。

4 继续编辑，直到列表中的次序符合您的要求。

按 [配置] [状态]

a. 滚动到 [信号 1] 并按 [输入]。



b. 信号 1 现在是列表的第一个项目。



## 配置 RS-232 通讯设置

正常情况下，在工厂对 6820 的 RS-232 作适当的通讯配置。但是，如果需要核对或改变通讯设置，就按下述程序进行：

- 1 按 [选项]，滚动到**通信信息**，并按 [输入]。
- 2 滚动到每个 RS-232 设定值，按 [模式]，并选择需要的新值，[表 7](#) 列出建议的设定值。

表 7 RS-232 通讯参数和默认值

| 参数   | 与 Cerity Chemical 一起使用的默认值 |
|------|----------------------------|
| 波特率  | 19200                      |
| 握手协议 | UART                       |
| 校验位  | 无校验                        |
| 数据位数 | 8                          |
| 停止位  | 1                          |
| 结束标志 | 换行                         |

## 配置自动预运行

6820 可以设定为自动输入预运行状态。为此，需要：

- 1 按 **[配置]** 键查看可配置参数表。
- 2 滚动到**仪器** 参数并按 **[输入]**。
- 3 滚动到**自动预运行**并按 **[开]**。

### 注意

通常最好将**自动预运行**设为关闭。这一功能在不分流模式下，只用于分流 / 不分流进样口，并且等同于按 **[预运行]**。参见用户信息光盘上的 GC *基本原理* 一书中有关进样口模式的说明。

### 注意

如果使用 Cerity Chemical，必须将**自动预运行**设定为关闭。

## 设定柱箱的设定值

按 **【柱箱】** 并按 **【开】** 或 **【关】**，使柱箱通电或断电，并设定柱箱的温度曲线。也可以按 **【柱箱】** 查看当前的柱箱温度和设定值。

### 柱箱的设定值

表 8 说明柱箱的程序设定值。

表 8 柱箱的程序设定值

| 设定值  | 在运行过程中                                                                                                                                                                                |
|------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 温度   | 柱箱当前的温度设定值。 <ul style="list-style-type: none"> <li>当进行程序设定柱箱温度时，<b>温度</b>是起始温度设定值。</li> <li>一旦运行开始，<b>温度</b>值就随柱箱温度程序变化。</li> <li>在运行中修改<b>温度</b>，它就立刻会改变，但是其值不会存储到下一次运行中。</li> </ul> |
| 初始温度 | 只在运行中显示， <b>初始温度</b> 设定为等于在开始运行时的 <b>温度</b> 。当运行结束时，柱箱温度重新设定到 <b>初始温度</b> 值，因此改变 <b>初始温度</b> ，就可改变下一次运行的起始温度。                                                                         |
| 初始时间 | 时间以分钟计算，在程序开始以后柱箱温度保持在起始温度的时间。                                                                                                                                                        |
| 速率   | 速率以 °C / 分钟计算，柱箱以此速率加热或冷却。                                                                                                                                                            |
| 最终温度 | 在加热或冷却速率结束时柱箱的温度。                                                                                                                                                                     |
| 最终时间 | 柱箱温度在程序升温速率结束时的终温所保持的时间。                                                                                                                                                              |

## 设定恒温分析

恒温分析是柱箱温度保持恒定的条件下进行分析，要建立恒温分析，将**速率 1** 设定为零。

- 1 按 **[柱箱]** 进入柱箱参数表。

| 柱箱   |        |
|------|--------|
| 温度   | 30 30< |
| 初始时间 | 0.0    |

- 2 输入的恒温分析所需的柱箱温度。
- 3 输入在此温度下柱箱要持续的时间（**初始时间**）（分钟数）。这是分析的运行时间。
- 4 如果**速率 1** 不是 0，输入零以实现恒温分析。

除可以设定恒温分析外，还可以把程序定为五个梯度。参见第 79 页上的“[设定一阶梯度程序](#)”和第 80 页上的“[设定多阶梯度程序](#)”。

## 设定一阶梯度程序

设定一阶梯度程序：

- 1 按 **[柱箱]** 进入柱箱参数表。
- 2 输入起始温度（**温度**）。
- 3 输入在此**温度**下柱箱要持续的时间（**初始时间**）。
- 4 输入速率（**速率 1**），柱箱以此速率升温。

- 5 输入最终温度（**最终温度 1**）。
- 6 输入柱箱在最终温度（**最终时间 1**）下保持的时间。
- 7 要在**梯度 1**后结束柱箱程序，将**速率 2**设定为零。

### 设定多阶梯度程序

按上页所述方法设定第一阶柱箱梯度。

在柱箱多阶梯度温度程序中，一个梯度的结束时间**最终时间**也就是第二个梯度的起始时间**初始时间**。所以只有一个起始时间**初始时间**（在**梯度 1**之前）。

- 1 输入速率（**速率 2**），柱箱以此速率为第二个梯度来升温。
- 2 输入最终温度（**最终温度 2**）。
- 3 输入您想要在柱箱最终温度下保持的分钟数（**最终时间 2**）。
- 4 要在**梯度 2**后，结束柱箱梯度程序，将**速率 3**设定为零。

要增加其它柱箱梯度，重复以上所述的步骤。

### 总运行时间

总运行时间取决于柱箱温度程序。如果在柱箱程序**结束**以后，一些其它温度程序（例如，镍催化剂温度程序）仍在继续，那么也要结束运行。

允许的最长时间是 999.99 分钟。



## 设定进样口参数

6820 通过键盘控制进样口温度和模式（只对分流 / 不分流进样口）。进样口流量的控制器位于 GC 的左侧。

首次使用进样口以前，确认它已正确配置。参见第 73 页上的“配置进样口”。

### 进样口的使用

| 步骤                                                                                                                                                                                                                                                                              | 注释                                                                           |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|
| <b>1</b> 当需要时安装正确的硬件：<br><b>分流 / 不分流进样口：</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 衬管</li> <li>• 色谱柱连接管</li> <li>• 隔垫</li> <li>• 金属密封垫（如果需要）</li> </ul> <b>吹扫填充柱进样口</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 衬管</li> <li>• 色谱柱连接管</li> <li>• 隔垫</li> <li>• 插管</li> </ul> | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册中的更换和安装的方法。                              |
| <b>2</b> 安装色谱柱并进行检漏。                                                                                                                                                                                                                                                            | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册。                                        |
| <b>3</b> 设定进样口操作温度并通电。                                                                                                                                                                                                                                                          | <b>a</b> 按 <b>[前进样]</b> 或 <b>[后进样]</b> 。<br><b>b</b> 输入温度设定值并按 <b>[输入]</b> 。 |

### 进样口的使用（续）

| 步骤                           | 注释                                                               |
|------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| 4 在进样口、柱箱和检测器达到温度以后，设定进样口流量。 | 参见第 117 页上的“设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量”或第 121 页上的“设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量”。 |
| 5 如果使用分流 / 不分流进样口，要设定进样口模式。  | 参见第 73 页上的“配置进样口”。如需有关进样口模式的详细信息，参见第 167 页上的“分流 / 不分流进样口”。       |

## 设定检测器参数

按 **[前检测]** 和 **[后检测]** 设定检测器的温度，或查看检测器的原始输出信号，每种检测器类型的参数说明如下：

### 电子捕获检测器 (ECD)

#### 电位计

检测器参数表中包含有电位计的**开/关**设定。正常情况下，让电位计处于开的状态。当使用**电位计**时，不需要打开或关闭电位计。只有当清洗检测器时才需要把它关闭。

#### 小心

在运行过程中不要关闭电位计。这会取消检测器的输出。

### ECD 的使用

检查检测器确实连接在气源上、色谱柱已正确安装，而且系统没有漏气的地方。设定柱箱温度和进样口温度及流量。

#### ECD 的使用

| 步骤              | 注释                                    |
|-----------------|---------------------------------------|
| 1 安装正确的色谱柱连接管。  | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册。 |
| 2 安装色谱柱并检漏。     | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册。 |
| 3 设定检测器操作温度并通电。 | 参见第 68 页上的“ <a href="#">如何进行设定</a> ”。 |

ECD 的使用（续）

| 步骤              | 注释                                                               |
|-----------------|------------------------------------------------------------------|
| 4 设定进样口（色谱柱）流量。 | 参见第 117 页上的“设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量”或第 121 页上的“设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量”。 |
| 5 设定检测器尾吹气流量。   | 参见第 127 页上的“设定 ECD 辅助气和阳极气的流量”。                                  |
| 6 打开检测器电位计电源开关。 | 参见第 68 页上的“如何进行设定”。                                              |

## 火焰离子化检测器 (FID)

### 电位计

配置检测器参数表包含有一个电位计的**开 / 关**设定。正常情况下，让电位计处于开的状态。当使用**电位计**时，不需要打开或关闭电位计。只有当清洗检测器时才需要把它关闭。

**小心**

运行过程中不要关闭电位计。这会取消检测器的输出。

FID 的使用

| 步骤             | 注释                                    |
|----------------|---------------------------------------|
| 1 安装正确的色谱柱连接管。 | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册。 |
| 2 安装色谱柱并检漏。    | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册。 |

## FID 的使用（续）

| 步骤              | 注释                                                               |
|-----------------|------------------------------------------------------------------|
| 3 设定检测器操作温度并通电。 | 参见第 68 页上的“如何进行设定”。                                              |
| 4 设定进样口（色谱柱）流量。 | 参见第 117 页上的“设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量”或第 121 页上的“设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量”。 |
| 5 设定检测器尾吹气流量。   | 参见第 123 页上的“设定 FID 的氢气、空气和辅助气流量”。                                |
| 6 打开检测器电位计电源开关。 | 参见第 68 页上的“如何进行设定”。                                              |
| 7 点燃火焰。         | 参见第 140 页上的“点燃 FID 火焰”。                                          |

**警告**

在接通空气或氢气以前，确保已经安装色谱柱，或将 FID 的接头堵住。如果让空气和氢气泄漏到柱箱会引起爆炸。千万不要同时测量空气和氢气，要分别测量它们。

## 热导检测器 (TCD)

## TCD 的使用

| 步骤             | 注释                                    |
|----------------|---------------------------------------|
| 1 安装正确的色谱柱连接管。 | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册。 |
| 2 安装色谱柱并检漏。    | 参见 Agilent 6820GC <i>维护与故障排除</i> 手册。  |

TCD 的使用（续）

| 步骤                                | 注释                                                                                                                                                                              |
|-----------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 3 设定检测器操作温度并通电。                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• 参见第 68 页上的“<a href="#">如何进行设定</a>”。</li> <li>• 设定的温度不要高于色谱柱允许的最高温度，因为色谱柱的一部分要经过 TCD 加热块进入热导池。</li> </ul>                               |
| 4 设定进样口（色谱柱）流量。                   | 参见第 117 页上的“ <a href="#">设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量</a> ”或第 121 页上的“ <a href="#">设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量</a> ”。                                                                            |
| 5 设定检测器尾吹气流量。                     | 参见第 125 页上的“ <a href="#">设定 TCD 的参比气和辅助气流量</a> ”。                                                                                                                               |
| 6 打开载气，给检测器热丝通电。                  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• 参见第 68 页上的“<a href="#">如何进行设定</a>”。</li> <li>• 在使用以前要稳定约 30 分钟。如果需要最高灵敏度还要更长的时间。</li> </ul>                                            |
| 7 如果需要，打开 <b>负极性</b> 开关以便使负峰转为正峰。 | <ul style="list-style-type: none"> <li>• 参见第 68 页上的“<a href="#">如何进行设定</a>”和第 181 页上的“<a href="#">负极性</a>”。</li> <li>• 当样品中含有可以出现正峰和负峰两种物质时，按时间表事件打开或关闭<b>负极性</b>开关。</li> </ul> |

**小心**

当没有正常的柱流量通过检测器时不要给热丝通电。如果把载气关闭，会烧毁热丝。在检测器维护以前一定要关闭热丝电源。

## 氮磷检测器 (NPD)

### 电位计

配置检测器参数列表包含一个电位计的开关设定。当操作 NPD 时，您不需要**开启或关闭**该**电位计**。

### 小心

在运行分析过程中不要关闭该电位计，否则会关闭检测器的输出。

### 平衡时间

配置检测器参数列表包含**平衡时间**设定。当**输出值**接近**调整偏移量**值时，平衡时间开始计时。在平衡过程中，对**输出**进行测量并与**调整偏移量**比较。如果在整个平衡时间内**输出**都接近**调整偏移量**值，检测器就变成准备就绪。但是，如果**输出**在平衡过程中任何时候都过高或过低，调整偏移量过程就会继续进行，而平衡时间也将再次开始计时。

我们推荐设定平衡时间为 0.0 分钟，并设定自动**调整偏移量**过程。某些铷珠对自动调整偏移量过程不能很好响应。对此我们建议开始设定电压值为 2.0 伏特，然后逐步增加铷珠电压，每次增加 10 mV，直到达到所需偏移量。

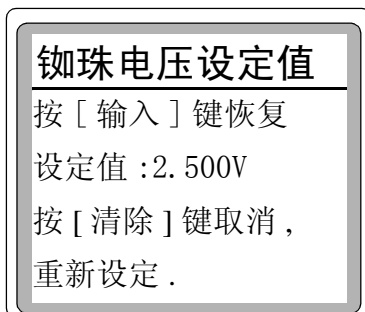
要改变平衡时间：

- 1 按下 [配置] [前检测] 或者 [配置] [后检测] 键。
- 2 滚动到**平衡时间**。
- 3 输入一个数值（以分钟为单位）。较长的平衡时间会缩短铷珠的寿命。

### 铷珠电压

铷珠电压显示用于加热铷珠的电压。根据调整偏移量的设定，它可以是一个实际值，也可以作为设定值输入，也可以打开以恢复设定值。

如果打开铷珠电压，屏幕显示如下信息。



(此处“设定值”应根据实际应用而定)

如果需要恢复设定值，按**输入**键；如果需要设定其它值，按**清除**键，然后输入一个铷珠电压设定值。

### 检测器打开

检测器温度低于 150° C 当输入一个 " 调整偏移量 " 值或按 [ 开 ] 键，检测器温度低于 150° C，闪烁显示如下信息：

| 前检测器 (NPD) |     |
|------------|-----|
| 调整偏移量      | 30  |
| 输出         | 0.3 |
| 铷珠等待电压     | 就绪  |

| 前检测器 (NPD) |       |
|------------|-------|
| 温度未就绪      | 30    |
| 输出         | 0.3   |
| 铷珠检测器温度    | < 150 |

(此处调整偏移量和输出值应根据实际应用而定)

### 使用 NPD

确保该检测器的气体管线连接正确，色谱柱已安装，喷嘴安装正确，且系统无泄漏。设置好色谱柱箱温度，进样口温度和色谱柱载气流速。



## NPD 的使用

| 步骤                             | 说明                                                                                                  |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 安装正确的色谱柱接头。                  | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护和故障排除</i> 手册。                                                               |
| 2 安装色谱柱并检漏。                    | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护和故障排除</i> 手册。                                                               |
| 3 设定检测器操作温度并接通电源。              | 见第 68 页上的“ <a href="#">如何进行设定</a> ”                                                                 |
| 4 设定进样口（色谱柱）流速。                | 见第 117 页上的“ <a href="#">设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量</a> ”或者第 121 页上的“ <a href="#">设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量</a> ” |
| 5 设定检测器尾吹气流速。                  | 见第 128 页上的“ <a href="#">设定 NPD 氢气、空气和辅助气的流量</a> ”                                                   |
| 6 输入调整偏移量数值, 或按 [ 关闭 ] 开始调节过程。 | 您可以手动调节铷珠电压, 以使输出达到所需值。<br><br>见第 68 页上的“ <a href="#">如何进行设定</a> ”和第 87 页上的“ <a href="#">平衡时间</a> ” |

## 阀的控制

使用适当 **[辅助 #]** 的辅助加热区设定阀的温度。在运行期间，按下述方式控制它。

### 阀的使用

| 步骤                                    | 注释                             |
|---------------------------------------|--------------------------------|
| 1 配置阀。                                | 参见第 74 页上的“配置阀”。               |
| 2 如果需要，设置运行表来控制阀。                     | 参见第 153 页上的“程序设定运行时间：用运行时间事件”。 |
| 3 如果需要，设定阀箱温度。                        | 参见第 94 页上的“设置辅助加热区”。           |
| 4 如果不使用运行表控制，待就绪时按 <b>[阀 #]</b> 开始运行。 |                                |

### 在键盘上控制阀

6820 阀有两个位置，用 **[开]** 和 **[关]** 键进行控制。键盘对两个位置的命令为：

**[阀 #]** < 阀号 > **[开]**（把阀旋转到第一个位置）

和

**[阀 #]** < 阀号 > **[关]**（把阀旋转到另一个位置）

### 用运行时间表控制阀

打开或关闭阀的命令可以是程序设定的运行时间事件，参见第 153 页上的“程序设定运行时间：用运行时间事件”和第 144 页上的“程序设定时钟表”。

如果阀的转动是由运行时间程序控制，则不能在运行结束时自动地把阀返回到原来的位置。必须自己重新设定这一操作程序。

## 阀控制的举例

下面用两个例子说明阀的最常使用的情况。这种转动阀有六个端口，转动阀时它就改变气体流入系统的方向。这就可以进行某些操作，例如柱切换和气体（或液体）进样。

如果要配置阀，参见第 74 页上的“配置阀”。

### 柱选择阀

图 7 说明单个六通阀的气路连接图，将该阀连接和配置为一个切换阀。旋转阀来选择两个色谱柱中的一个，以便进行分析。

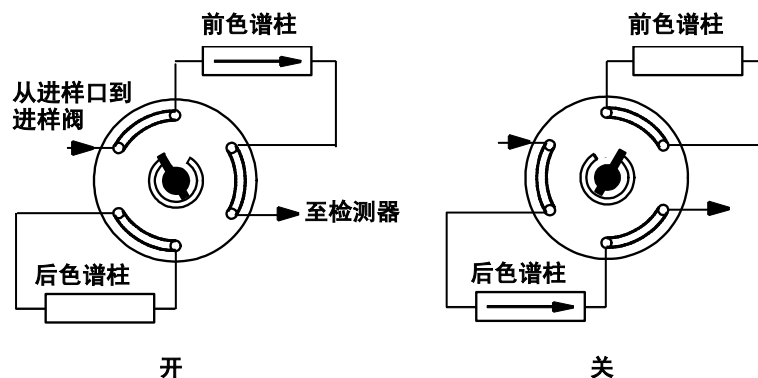


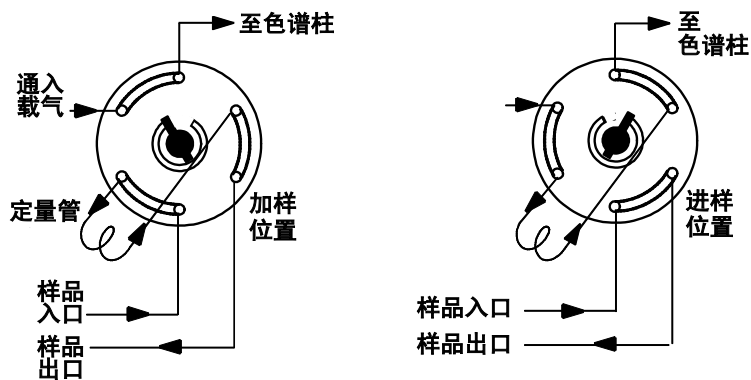
图 7 色谱柱选择阀

按 **[阀 #]** 选择色谱柱，滚动到正确的阀，然后按 **[开]**（对前色谱柱）或 **[关]**（对后色谱柱）。

为了保证在运行结束以后阀转回到正确的位置，要把阀的关闭 / 打开设定为运行结束时发生的运行时间事件。如需了解详细信息参见第 153 页上的“程序设定运行时间：用运行时间事件”。

## 气体进样阀

图 8 说明单个六通阀的气路连接图，将该阀连接和配置为一个进样阀。当被切换到进样位置时，气体（和液体）进样阀可自动开始运行。



**加样位置** — 定量管用样品气流吹扫。色谱柱用载气吹扫。

**进样位置** — 把充满样品的定量管插入载气气流中。样品被载气冲入色谱柱中。分析便自动启动。

图 8 气体进样阀

进样阀的周期为：

- 1 进样阀旋转至加样位置。**加样时间**开始。阀还未就绪。
- 2 **加样时间**结束。阀转为就绪。

- 3 如果其他每项都就绪，GC 也就达到就绪状态。  
如果其他每项都没有就绪：
  - 如果正在使用时钟表，GC 就等待每项都就绪，然后执行阀进样的命令。
  - 如果不使用时钟表，阀进样可以在任何时间由键盘启动。
- 4 进样阀转动（键盘命令）到进样位置，**进样时间（Inject time）**开始。开始分析。
- 5 **进样时间（Inject time）**结束，返回到第 1 步。

参见第 138 页上的“用进样阀分析样品”。

## 设置辅助加热区

### 概要说明

如果安装了辅助加热区，可以用它来控制安装的附件温度。最常用的设备是阀箱。

要设定加热区的温度：

- 1 按 **[辅助 #]**，并输入加热区的编号（1 或 2）。
- 2 输入温度并按 **[输入]**。

## 选择信号输出

使用 **[信号 1]** 和 **[信号 2]** 键来设置和指定 GC 的信号输出。这一设置能包括信号类型、模拟数据速率（如果使用模拟设备）和色谱柱补偿曲线，要注意，如果正在使用的只有数字数据系统，如 Cerity Chemical，就不必设定模拟数据速率。

## 设定信号

### 类型

若要设置信号，首先要选择数据类型以将数据传送到数据接收设备：

- 1 按 **[信号 1]** 或 **[信号 2]**。
- 2 滚动到类型（mode）按 **[模式]**。在显示的列表中滚动到适当的信号输出，并按 **[输入]** 选择它。  
通常，将信号 1 设置为使用前检测器（和前进样口和色谱柱 1）输出的信号。将信号 2 设置为使用后检测器输出的信号。

注意

- 3 如果使用模拟信号，滚动到**零点**然后输入补偿值（从 - 500000 到 +500000）或按 **[开]** 将当前信号（显示）值设为**零点**。
- 4 如果使用模拟信号，滚动到**量程**并输入一个从 0 到 13 的数值。

如需了解详细信息，参见第 197 页上的“信号处理”。

### 模拟数据速率

如果将模拟信号输出到积分仪上，可能还需要配置信号输出数据的速率。检测器的模拟输出可以使用两种速率的任何一种。速度较快时允许的最小峰宽 0.004 min（8 Hz 带宽），而标准速度允许 0.01 min（3 Hz 带宽）的峰宽。较快的速度叫做**快速出峰**。

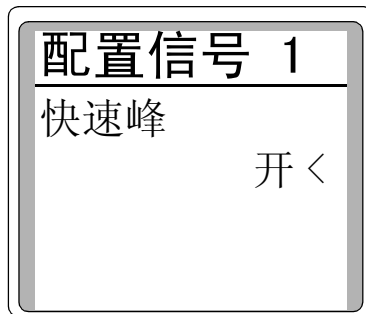
如果使用**快速出峰**功能，积分仪必须能够以足够快的速度处理来自 GC 的数据。建议积分仪的带宽至少要 15 Hz。

### 注意

快速出峰的特点还取决于所安装的检测器类型。

若要使用快速出峰

- 1 按 [配置] [信号 1] 或 [配置] [信号 2]。
- 2 按 [开]。



### 数字数据的速率

用安捷伦数据系统设定数字数据速度。快速出峰的特性不能用于数字的输出。

### 建立色谱柱补偿曲线

GC 能够存储两条柱补偿曲线，要注意：

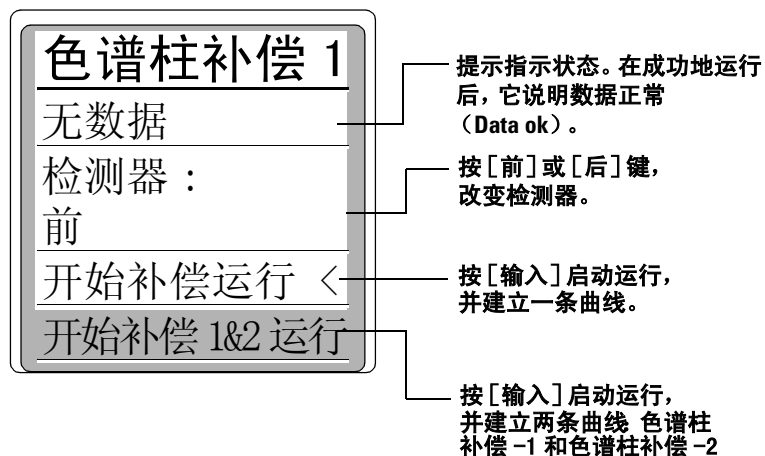
- 曲线对应的是检测器而不是色谱柱。因为 6820 对色谱柱一无所知。



- 如果分别建立，曲线与检测器的位置无关。例如您可以为前检测器建立两条曲线，每条曲线具有不同的操作条件。
- 如果用**开始补偿 1&2 运行**命令同时建立，则曲线 1 对应检测器 1 而曲线 2 对应检测器 2。参见下列步骤。

要建立柱补偿曲线：

- 1 设置仪器以进行分析
- 2 进行空白试验，验证基线是干净的。对新的分析条件或几小时内 GC 都闲置的情况，这一点非常重要。
- 3 按 **[柱补 1]** 或 **[柱补 2]**。



- 4 按 **[前]** 或 **[后]** 取决于所使用的检测器。
- 5 选择**开始补偿运行**或**开始补偿 1&2 运行**。按 **[输入]** 来启动运行。
  - **开始补偿运行** 建立一条曲线。
  - **开始补偿 1&2 运行** 建立两条曲线（使用不同的检测器，但柱箱程序温度是一样的）。
- 6 如果运行成功，参数表中的第一行就指明**数据正常 (Data ok)**，而在下方出现时间和日期。

## 使用柱补偿进行分析

在建立了柱补偿曲线以后，按下述方法使用它：

- 1 设定上面的色谱条件。它们必须和存储的柱补偿分析条件一致，只是最后一阶梯的**最终时间**可或长或短。
- 2 按使用要求，按 **[信号 1]** 或 **[信号 2]**。
- 3 滚动到**类型**：并按 **[模式]**。
- 4 选择**前 - 柱补偿 1** 或表上其他三个柱补偿选项中的一个。对选择的说明参见第 197 页上的表 35。
- 5 如果使用输入设定值为**零点**和**量程**，参见第 95 页上的“**模拟数据速率**”了解详细信息。
- 6 开始分析。

## 绘制已存储的柱补偿曲线

为了要看到已存储的柱补偿曲线，按下述方法把它输出到数据系统：

- 1 按使用要求，按 **[信号 1]** 或 **[信号 2]**。
- 2 滚动到**类型**：并按 **[模式]**。
- 3 选择**柱补偿 1** 或**柱补偿 2**。
- 4 按 **[开始]**。

一旦输出了曲线，就可以用积分仪或数据系统把它打印出来。



## 5 设定流量

|                         |     |
|-------------------------|-----|
| 关于 6820 的流量控制           | 100 |
| 提示                      | 100 |
| 最大的操作压力                 | 100 |
| 在何处测定流量                 | 101 |
| 检测器和色谱柱的流量              | 101 |
| 进样口放空和隔垫吹扫流量            | 103 |
| 6820 的流量控制              | 104 |
| 单一检测器的配置                | 107 |
| 双检测器配置                  | 110 |
| 设定 GC 流量                | 116 |
| 设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量 | 117 |
| 设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量         | 121 |
| 设定 FID 的氢气、空气和辅助气流量     | 123 |
| 设定 TCD 的参比气和辅助气流量       | 125 |
| 设定 ECD 辅助气和阳极气的流量       | 127 |
| 设定 NPD 氢气、空气和辅助气的流量     | 128 |
| 测定流量的连接管                | 130 |
| 如何用皂膜流量计测定流量            | 131 |
| 用皂膜流量计测定气体流量            | 131 |

本节说明如何在 6820 上设定流量，也说明如何使用典型的皂膜流量计和仪器内置的秒表测量流量。



# 关于 6820 的流量控制

本节说明如何在仪器上设定不同的流量。

## 提示

在设定流量时，请记住下面的提示：

- 说明书建议的启动压力和流量。根据分析需要，调节气源的压力。
- 可以在室温或在适当的操作温度下对所有的 GC 元件（进样口、柱箱、检测器）设定流量。为了得到重现的结果，应保持使用相同的方法。
- 如果在高温下设定流量，要确保载气始终通过色谱柱。
- 要在高温下设定流量，首先将适当的 Cerity Chemical 方法下载到 GC 上。
- 在设定检测器流量前设定进样口的载气流量。
- 如果不能得到所需的进样口流量，可能需要在气路部件上改变限流器。参见在 6820 用户信息 CD 中的 *操作手册* 中的详细说明。

## 警告

如果在操作温度下设定流量，检测器和排出的气体可能很热足以引起烧伤。当接触和使用流量计和连接管时，要带上防热手套。

## 小心

如果载气气源用完气体，或者已关闭，在没有载气流量的情况下加热色谱柱可能会损坏色谱柱。

## 最大的操作压力

6820 的进样口和检测器对载气源的最大额定压力可达 0.7MP (100Psi)。在更高的压力下操作 GC，会造成泄漏。

## 在何处测定流量

### 检测器和色谱柱的流量

在检测器的出口处测定所有检测器和色谱柱的流量，参见图 9。

如果使用 ECD，金属排气管连接到在柱箱顶上的低压塑料放空管上。从橡胶连接管上把金属排气管卸下来，把它插到流量计上。

如果使用 NPD，则用皂膜流量计和 NPD 连接管（部件号 G1534—60640）测定流量。取下铷珠，将连接管按入收集极，就可以测流量了。测定检测器放空口的流量是比较快的。如果总流量超过 50 ml/mm，则测量准确度约为 95%。

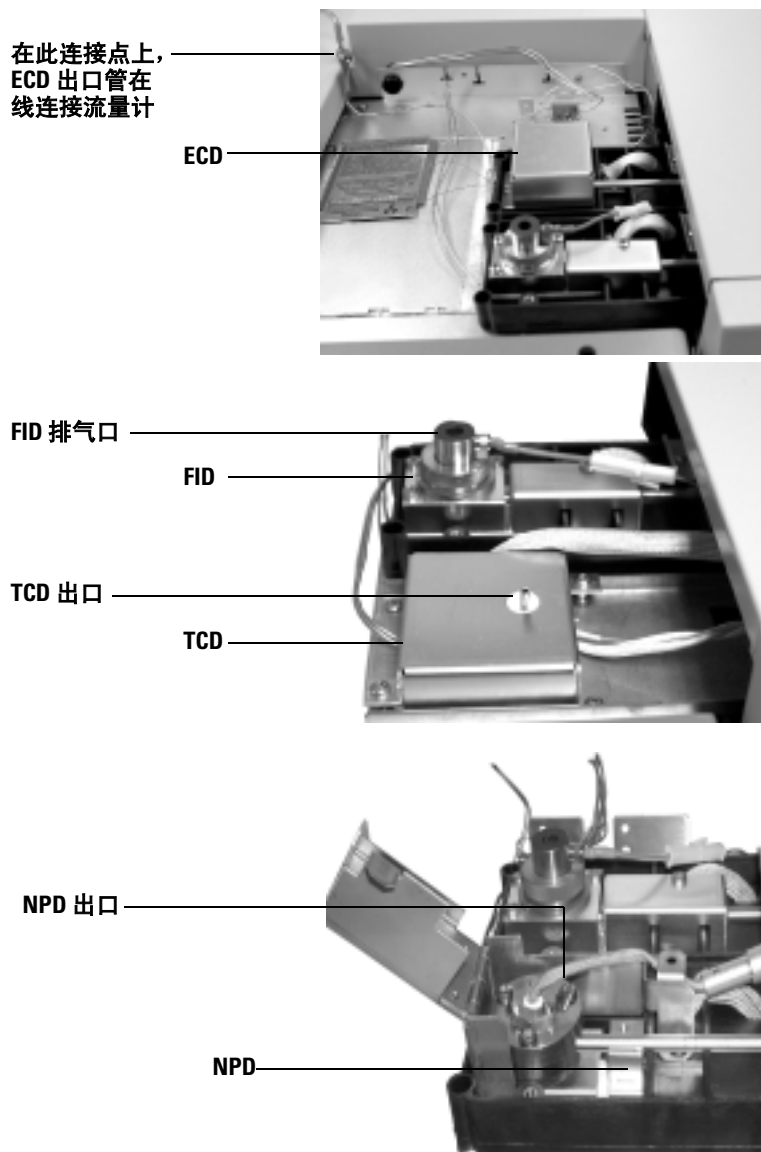
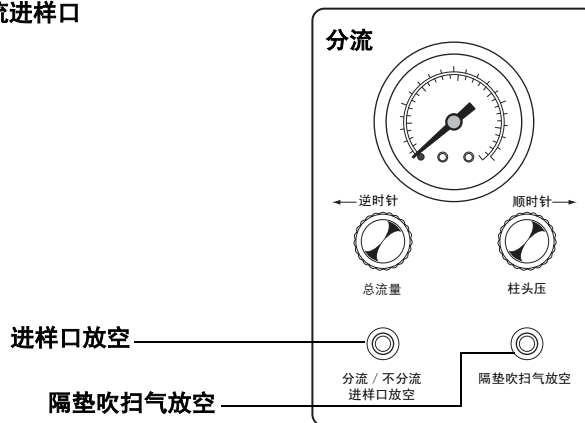


图9 检测器上色谱柱的排气口位置

## 进样口放空和隔垫吹扫流量

进样口放空是通过进样口气路部件前面板上的接口进行排放，见图 10，要测定进样口放空或隔垫吹扫气的流量，可以直接连接到前面板的接口上。

### 分流 / 不分流进样口



### 吹扫填充柱进样口

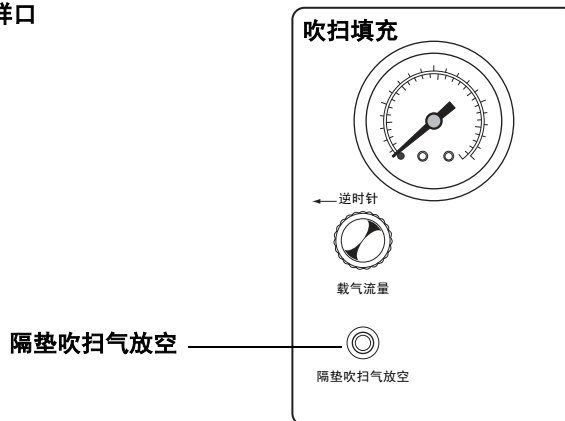


图 10 进样口和吹扫气放空接口的位置

## 6820 的流量控制

### 流量和压力控制器

在仪器上的流量和压力控制器取决于所安装的进样口和检测器。进样口和检测器气路控制部件安装在GC的左边，如图 11和图 12所示。

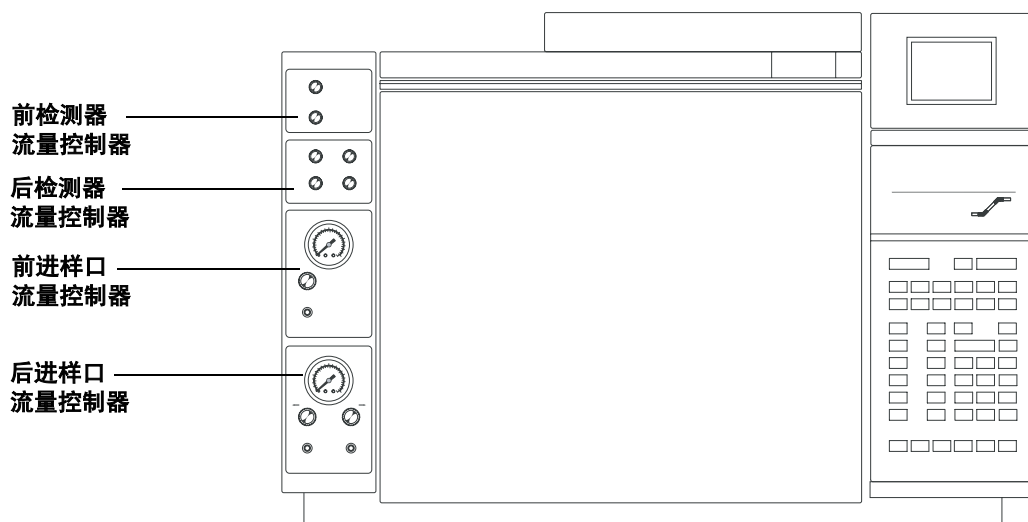


图 11 气路分组控制



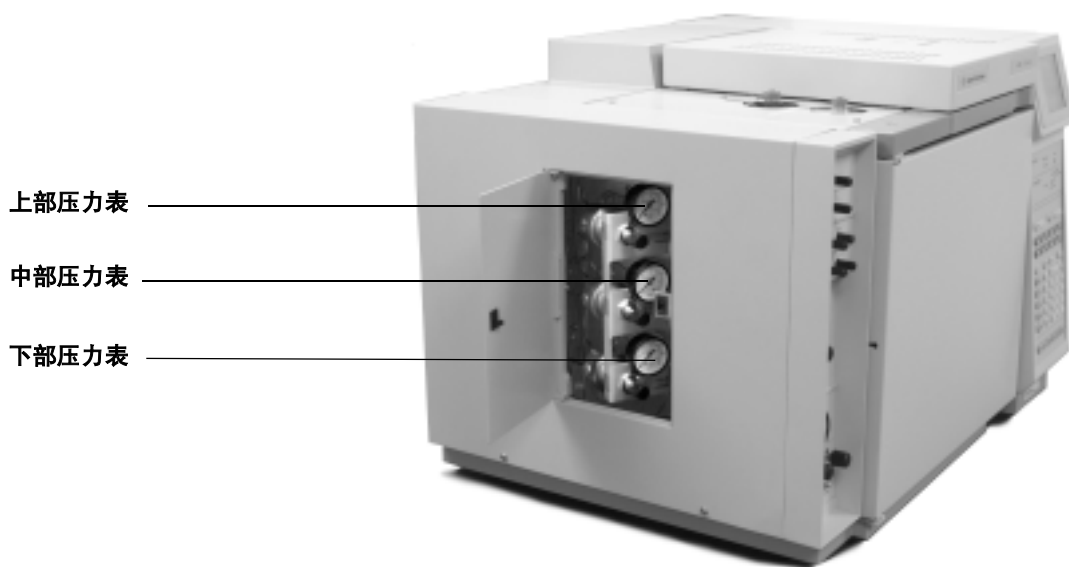


图 12 附加的气体压力表

使用一组压力表和气路部件来控制检测器和载气的流量，通常：

- 压力表在 GC 装置的左边，用以调节最大的检测器气体压力。每一个检测器的气路部件都具有开关和精细调节。
- 进样口气路部件单独控制载气（但是要参考下面讨论中的例外情况）。

因为可以有几种检测器配置，所以每个压力表对气流的控制取决于所安装的检测器，参见第 3 章，“控制器与元件”。参考下面的图表可以了解用何种压力表控制您想要设定的流量。注意有些配置是两个检测器共用压力表。在这种情况下，气源的压力要足够高，以满足两个检测器的需要。

对于大多数操作条件，压力表的配置都具有足够的控制范围。

| 安装的检测器    | 参考此表        |
|-----------|-------------|
| FID       | 107 页上的表 9  |
| TCD       | 107 页上的表 9  |
| ECD       | 107 页上的表 9  |
| NPD       | 107 页上的表 9  |
| FID + FID | 110 页上的表 10 |
| ECD + FID | 110 页上的表 11 |
| NPD+FID   | 111 页上的表 12 |
| TCD + TCD | 111 页上的表 13 |
| NPD+NPD   | 112 页上的表 14 |
| TCD + FID | 112 页上的表 15 |
| TCD + ECD | 113 页上的表 16 |
| TCD+NPD   | 113 页上的表 17 |
| ECD + ECD | 114 页上的表 18 |
| ECD+NPD   | 114 页上的表 19 |

## 单一检测器的配置

表 9 列出对单一检测器的 GC 配置，每一个压力表和进样口或检测器气路部件控制的功能（根据所控制的气体）。

表 9 在单一检测器 GC 配置中对每种气体流量的控制

| 前检测器 | 进样口类型    | 气体流量     | 用此压力表<br>设定流量 | 气路部件控制 |
|------|----------|----------|---------------|--------|
| FID  |          | FID 空气   | 上部            | 空气*    |
|      |          | FID 氢气   | 中部            | 氢气*    |
|      |          | FID 辅助气  | 下部            | 辅助气    |
|      | 分流 / 不分流 | 载气       | 外部            | 总流量和柱压 |
|      | 吹扫填充柱    | 载气       | 外部            | 载气流量   |
| TCD  |          | TCD 辅助气  | 上部            | 辅助气    |
|      |          | 参比气      | 上部            | 参比气    |
|      | 分流 / 不分流 | 载气       | 下部            | 总流量和柱压 |
|      | 吹扫填充柱    | 载气       | 下部            | 载气流量   |
| ECD  |          | ECD 辅助气  | 上部            | 辅助气*   |
|      |          | ECD 阳极吹扫 | 上部            | 阳极吹扫*  |
|      | 分流 / 不分流 | 载气       | 下部            | 总流量和柱压 |
|      | 吹扫填充柱    | 载气       | 下部            | 载气流量   |
| NPD  |          | NPD 空气   | 上部            | 空气     |
|      |          | NPD 氢气   | 中部            | 氢气     |
|      |          | NPD 辅助气  | 下部            | 辅助气    |
|      | 分流 / 不分流 | 载气       | 外部            | 总流量和柱压 |
|      | 吹扫填充柱    | 载气       | 外部            | 载气流量   |

\* 只控制开关

## 设定流量

图 13 和 图 14 是对两种类型 GC 配置的控制位置举例。

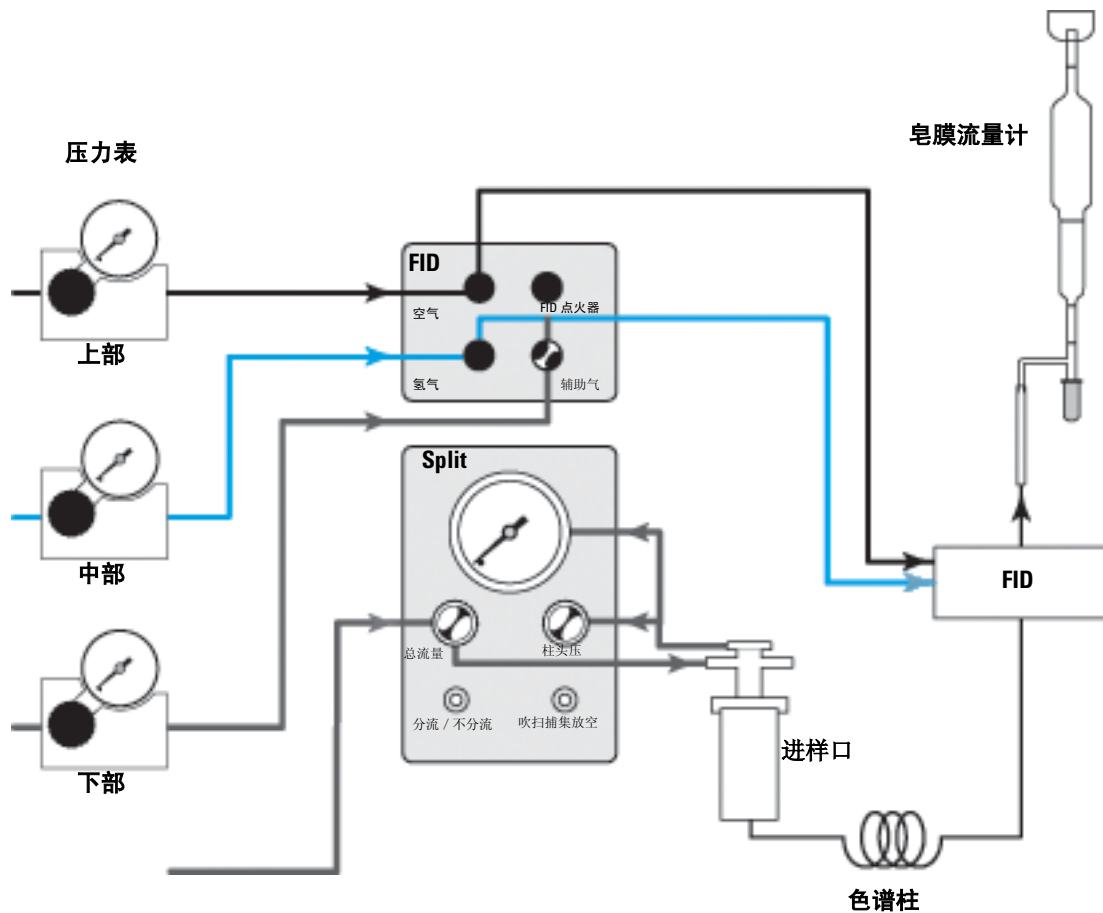


图 13 对单一 FID 的分流 / 不分流进样口气流控制的示例

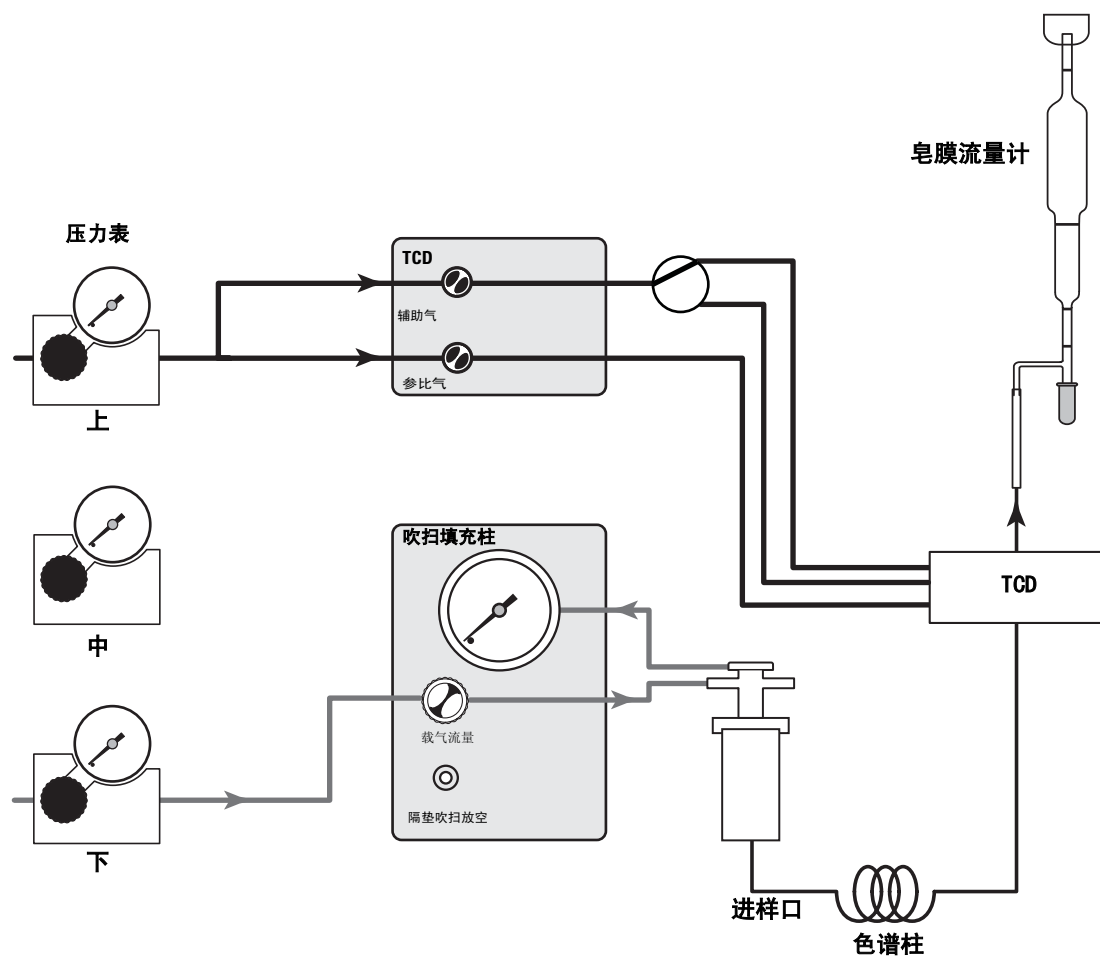


图 14 对 TCD 吹扫填充柱进样口气流控制的示例

## 双检测器配置

表 10 至表 18 列出双检测器的 GC 配置中，每个压力表和进样口或检测器气路部件的控制功能（根据所控制的气体）。

**表 10** 在双 FID 配置中每种气体流量的控制

| 气流        | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|-----------|----------|-----------|--------|
| 前 FID 空气  |          | 上部        | 空气*    |
| 前 FID 氢气  |          | 中部        | 氢气*    |
| 前 FID 辅助气 |          | 下部        | 辅助气    |
| 后 FID 空气  |          | 上部        | 空气*    |
| 后 FID 氢气  |          | 中部        | 氢气*    |
| 后 FID 辅助气 |          | 下部        | 辅助气    |
| 载气        | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气        | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

\* 只控制开关

**表 11** 在前 ECD 和后 FID 配置中每种气体流量的控制

| 气流      | 进样口类型 | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|---------|-------|-----------|--------|
| ECD 辅助气 |       | 下部        | 辅助气*   |
| ECD 阳极气 |       | 下部        | 阳极气*   |
| FID 空气  |       | 上部        | 空气*    |
| FID 氢气  |       | 中部        | 氢气*    |
| FID 辅助气 |       |           | 辅助气    |

**表 11** 在前 ECD 和后 FID 配置中每种气体流量的控制 (续)

| 气流 | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|----|----------|-----------|--------|
| 载气 | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气 | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

\* 只控制开关

**表 12** 在前 NPD 和后 FID 配置中每种气体流量的控制

| 气流        | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|-----------|----------|-----------|--------|
| 前 NPD 空气  |          | 上部        | 空气 *   |
| 前 NPD 空气  |          | 中部        | 氢气 *   |
| 前 NPD 辅助气 |          | 下部        | 辅助气    |
| 后 FID 空气  |          | 上部        | 空气 *   |
| 后 FID 氢气  |          | 中部        | 氢气 *   |
| 后 FID 辅助气 |          | 下部        | 辅助气    |
| 载气        | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气        | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

**表 13** 在双 TCD 配置中每种气体流量的控制

| 气流        | 进样口类型 | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|-----------|-------|-----------|--------|
| 前 TCD 辅助气 |       | 上部        | 辅助气    |
| 前 TCD 参比气 |       | 上部        | 参比气    |
| 后 TCD 辅助气 |       | 下部        | 辅助气    |
| 后 TCD 参比气 |       | 下部        | 参比气    |

## 设定流量

**表 13** 在双 TCD 配置中每种气体流量的控制 (续)

| 气流 | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|----|----------|-----------|--------|
| 载气 | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气 | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

**表 14** 在双 NPD 配置中每种气体流量的控制

| 气流        | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|-----------|----------|-----------|--------|
| 前 NPD 空气  |          | 上部        | 空气 *   |
| 前 NPD 氢气  |          | 中部        | 氢气 *   |
| 前 NPD 辅助气 |          | 下部        | 辅助气    |
| 后 NPD 空气  |          | 上部        | 空气 *   |
| 后 NPD 氢气  |          | 中部        | 氢气 *   |
| 后 NPD 辅助气 |          | 下部        | 辅助气    |
| 载气        | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气        | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

**表 15** 在前 TCD 和后 FID 配置中每种气体流量的控制

| 气流      | 进样口类型 | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|---------|-------|-----------|--------|
| TCD 辅助气 |       | 下部        | 辅助气    |
| TCD 参比气 |       | 下部        | 参比气    |
| FID 空气  |       | 上部        | 空气 *   |
| FID 氢气  |       | 中部        | 氢气 *   |
| FID 辅助气 |       | 外部        | 辅助气    |



**表 15** 在前 TCD 和后 FID 配置中每种气体流量的控制 (续)

| 气流 | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|----|----------|-----------|--------|
| 载气 | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气 | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

\* 只控制开关

**表 16** 在前 TCD 和后 ECD 配置中每种气体流量的控制

| 气流      | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|---------|----------|-----------|--------|
| TCD 辅助气 |          | 上部        | 辅助气    |
| TCD 参比气 |          | 上部        | 参比气    |
| ECD 辅助气 |          | 下部        | 辅助气*   |
| ECD 阳极气 |          | 下部        | 阳极气*   |
| 载气      | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气      | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

\* 只控制开关

**表 17** 在前 TCD 和后 NPD 配置中每种气体流量的控制

| 气流      | 进样口类型 | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|---------|-------|-----------|--------|
| TCD 辅助气 |       | 下部        | 辅助气    |
| TCD 参比气 |       | 下部        | 参比气    |
| NPD 空气  |       | 上部        | 空气*    |
| NPD 氢气  |       | 中部        | 氢气*    |
| NPD 辅助气 |       | 外部        | 辅助气    |

## 设定流量

**表 17** 在前 TCD 和后 NPD 配置中每种气体流量的控制（续）

| 气流 | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|----|----------|-----------|--------|
| 载气 | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气 | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

\* 只控制开关

**表 18** 在双 ECD 配置中每种气体流量的控制

| 气流        | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|-----------|----------|-----------|--------|
| 前 ECD 辅助气 |          | 上部        | 辅助气*   |
| 前 ECD 阳极气 |          | 上部        | 阳极气*   |
| 后 ECD 辅助气 |          | 下部        | 辅助气*   |
| 后 ECD 阳极气 |          | 下部        | 阳极气*   |
| 载气        | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气        | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

\* 只控制开关

**表 19** 在前 ECD 和后 NPD 配置中每种气体流量的控制

| 气流      | 进样口类型 | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|---------|-------|-----------|--------|
| ECD 辅助气 |       | 下部        | 辅助气*   |
| ECD 阳极气 |       | 下部        | 阳极气*   |
| NPD 空气  |       | 上部        | 空气*    |
| NPD 氢气  |       | 中部        | 氢气*    |
| NPD 辅助气 |       | 下部        | 辅助气    |

表 19 在前 ECD 和后 NPD 配置中每种气体流量的控制 (续)

| 气流 | 进样口类型    | 用此压力表设定流量 | 气路部件控制 |
|----|----------|-----------|--------|
| 载气 | 分流 / 不分流 | 外部        | 总流量和柱压 |
| 载气 | 吹扫填充柱    | 外部        | 载气流量   |

# 设定 GC 流量

按照下列步骤 设定分析用流量。

## 设定 GC 流量

| 步骤                                      | 注释                                                                                                                                                                                                                                     |
|-----------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 验证安装了所有适宜的进样口和衬管硬件（衬管、隔垫、插管和 / 或连接管）。 |                                                                                                                                                                                                                                        |
| 2 验证安装了适宜的色谱柱。                          |                                                                                                                                                                                                                                        |
| 3 验证系统没有泄漏。                             |                                                                                                                                                                                                                                        |
| 4 验证气源有足够分析的压力。                         |                                                                                                                                                                                                                                        |
| 5 设定进样口流量。                              | 参见： <ul style="list-style-type: none"><li>第 104 页上的 “6820 的流量控制”</li><li>第 117 页上的 “设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量”</li><li>第 121 页上的 “设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量”</li></ul>                                                                             |
| 6 设定检测器流量。                              | 参见： <ul style="list-style-type: none"><li>第 104 页上的 “6820 的流量控制”</li><li>第 123 页上的 “设定 FID 的氢气、空气和辅助气流量”</li><li>第 125 页上的 “设定 TCD 的参比气和辅助气流量”</li><li>第 127 页上的 “设定 ECD 辅助气和阳极气的流量”</li><li>第 128 页上的 “设定 NPD 氢气、空气和辅助气的流量”</li></ul> |

## 设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量

如果使用分流 / 不分流进样口（任一种模式），必须设定色谱柱流量和进样口放空流量。在分流模式下，进样口放空流量是分流比的一部分。隔垫吹扫放空不可直接调节。

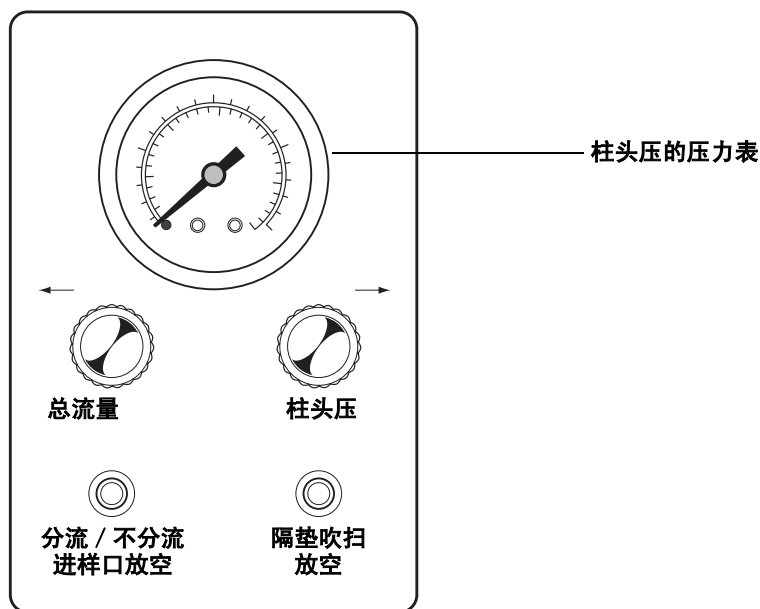


图 15 分流 / 不分流进样口控制器

### 警告

当进行不分流进样和使用危险性化学品以及  $H_2$  作载气时，从分流放空和隔垫吹扫放空排放出来的流出物，要排放到通风橱或适当的化学捕集阱中。

为了保证正常地操作，确保载气气源的压力至少比选定的柱头压力大 0.1 MPa (15 psi)。

### 小心

如果仪器装有 TCD，在设定流量以前，要把 TCD 的热丝关闭。在没有载气流量的情况下操作 TCD 会烧坏热丝。

- 1 如果使用 TCD，从 Cerity Chemical 的 **仪器 / 状态 / 编辑参数** (Instrument/Status/Edit Parameters) 详细面板上把检测器的热丝关闭。
- 2 调节标有 **总流量** ( **TOTAL FLOW** ) 的旋钮。*逆时针* 转动流量增加，关闭时，**不要用力过大**，这时候会有旋不动的手感。
- 3 调节外部气源压力使之比 GC 内部压力表所需压力高 0.07 - 0.14 MPa (10 - 20 psi)。例如：

| 压力      | 进样口是否使用内部压力表?     |                   |
|---------|-------------------|-------------------|
|         | 是                 | 否                 |
| 外部压力表压力 | 0.55 MPa (80 psi) | 0.41 MPa (60 psi) |

参见第 104 页上的“[6820 的流量控制](#)”对使用压力表的详细说明。

- 4 如使用内部压力表，则设定内部 6820 载气压力表的压力。一般的起始压力 0.41 MPa (60 psi)。

载气源的压力比最大柱头压必须至少高 0.1 Mpa (15 psi)。

- 5 将柱箱温度设定到指定的初始值，等待温度稳定。

- 6 在检测器出口处接一个流量计。参见第 101 页上的“在何处测定流量”。这时应该没有流量。如果有流量就把检测器的气流关闭。
- 7 以**逆时针**（← **INCR**）方向转动**总流量**（**TOTAL FLOW**）旋钮，打开载气气流。
- 8 以**顺时针**（**INCR**→）方向转动**柱头压**（**COLUMN HEAD PRESSURE**）旋钮，压力将慢慢升高。调节和测定所需要的柱流量。如果达不到就增加总流量，直至达到所需流量。使用**总流量**（**TOTAL FLOW**）进行粗调，使用**柱头压**（**COLUMN HEAD PRESSURE**）进行微调。
- 9 把流量计放到**分流 / 不分流进样口放空**（**SPLIT/SPLITLESS INLET VENT**）处。测定并调节**总流量**以达到所需的进样口放空流量。（注意当您调节总流量时柱头压力读数可能没有变化）。如果需要，可增加气源的压力。

对分流模式，按下式计算分流比：

$$\text{进样口放空流量} / \text{柱流量}$$

- 10 重复第 8 和 9 步，直到流量达到要求。

多余的载气通过**隔垫吹扫放空**（**SEPTUM PURGE VENT**）排放掉，虽然隔垫吹扫放空口不可调节，但检查流量可以确保其工作正常。**不要**堵住吹扫放空气流。

### 使用阀进样时设定柱流量

气体或液体阀进样有两种连接方式：

- 直接进样到色谱柱上
- 进样到分流 / 不分流进样口

对阀直接进样到色谱柱上，使用把载气气源送到阀里的调节器来设定柱流量。

对阀连接到分流 / 不分流进样口设定流量，在第 117 页上的“[设定分流 / 不分流进样口色谱柱和分流放空流量](#)”上有说明。



## 设定吹扫填充柱进样口色谱柱流量

如果使用吹扫填充柱进样口，则只能设定柱流量。不能调节隔垫吹扫气的流量，参见图 16。

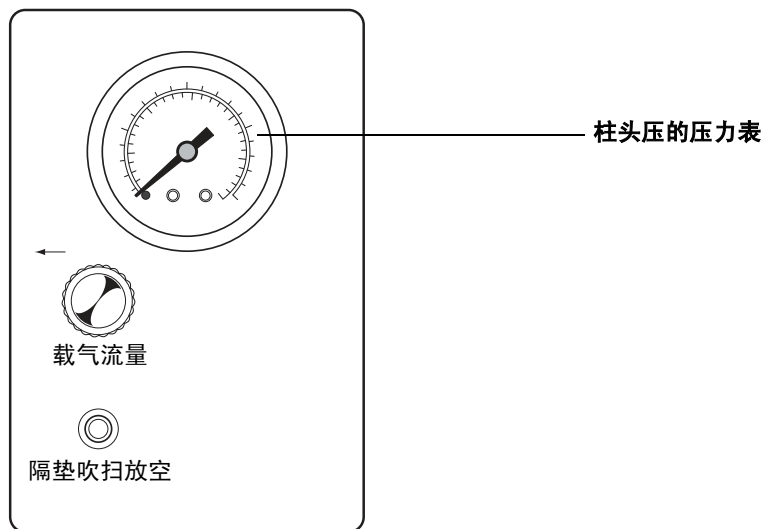


图 16 吹扫填充柱进样口流量控制器

为了保证正常的操作，确保气源压力比选定的柱头压力至少高 0.1 MPa (15 psi)。

### 小心

如果仪器装有 TCD，在设定流量以前要把 TCD 的热丝关闭，在没有载气流量的情况下，操作 TCD 会烧坏热丝。

- 1 如果使用 TCD，请关闭检测器热丝。具体操作请参照 Cerity chemical 的 **仪器 / 状态 / 编辑参数 (Instrument/Status/Edit Parameters)**。
- 2 调节标有**载气流量 ( CARRIER FLOW )**的旋钮。*逆时针*转动流量增加，关闭时，**不要用力过大**，这时候会有旋不动的手感。
- 3 调节外部气源压力使之比 GC 内部压力表所需压力高 0.07 - 0.14 MPa (10 - 20 psi)。例如：

| 进样口是否使用内部压力表? |                   |                   |
|---------------|-------------------|-------------------|
| 压力            | 是                 | 否                 |
| 外部压力表压力       | 0.55 MPa (80 psi) | 0.41 MPa (60 psi) |
| 内部压力表压力       | 0.41 MPa (60 psi) | —                 |
| 所需最大柱压        | 0.28 MPa (40 psi) | 0.28 MPa (40 psi) |

参见第 104 页上的“[6820 的流量控制](#)”。

- 4 如使用内部压力表，则设定内部 6820 载气压力表的压力。一般的起始压力 0.41 MPa (60 psi)。

载气源的压力比最大柱头压必须至少高 0.1 Mpa(15 psi)。

- 5 将柱箱温度设定到指定的初始值，等待温度稳定。
- 6 在检测器出口处接一个流量计。参见第 101 页上的“[在何处测定流量](#)”，这时应该没有流量。如果有流量，就把检测器的气流关闭。
- 7 以**逆时针 (← INCR)**方向转动**载气流量 ( CARRIER FLOW )**旋钮，以打开载气气流。当您打开阀时，压力读数会升高，调节和测定达到所需要的流量。如有必要，可提高气源的压力。

## 设定 FID 的氢气、空气和辅助气流量

**警告**

氢气和空气会形成可燃性气体混合物。在空气流量打开时，不要设置氢气流量。在氢气流量打开时，不要设置空气流量。

如果使用 FID，按下述方法设定氢气（燃烧气）、空气和辅助气（尾吹气）的流量，也请参考图 17。

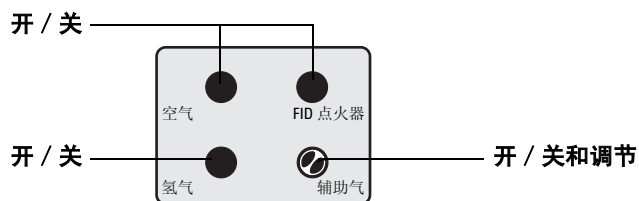


图 17 FID 流量控制

- 1 在检测器出口处连接一个流量计。详细说明参见第 101 页上的“在何处测定流量”。
- 2 调节氢气流量。
  - a 关闭空气和辅助气。
  - b 打开氢气的开关阀。
  - c 设定气源压力，等待其稳定，并测定其流量。
  - d 重复 2c 步骤等待氢气流量达到正确值。如果有载气通过色谱柱，一定要从总流量中减去柱流量。
  - e 在测定空气流量时关闭氢气开关阀。

- 3 调节空气流量。
  - a 确保**氢气**和**辅助气**已关闭。
  - b 打开**空气**开关阀。
  - c 设定气源压力，等待其稳定，并测定其流量。
  - d 重复 3c 步骤待**空气**流量达到正确值。如果有载气通过色谱柱，一定要从总流量中减去柱流量。
  - e 关闭**空气**开关阀。
- 4 如果正使用**填充柱**，关闭**辅助气**。
- 5 如果正使用**毛细管柱**，设定**辅助气**流量。
  - a 确保**空气**和**氢气**已关闭。
  - b 打开**辅助气**（尾吹气）的开关阀。
  - c **辅助气**气源压力设定为大约 0.28 MPa (40 psi)。
  - d 如果需要，使用小的螺丝刀转动 FID **辅助气**旋钮中心处的调节限流器，以便获得正确的总流量（柱流量 + 尾吹气流量）。

如果调节限流器达不到所需要的流量，重新调节气源的压力。

## 设定 TCD 的参比气和辅助气流量

如果使用 TCD，设定**参比气**和**辅助气**（尾吹气）的流量，也请参考图 18。

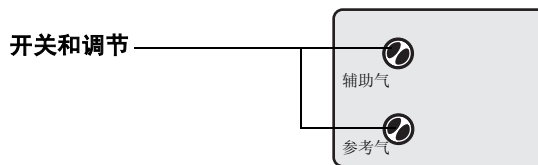


图 18 TCD 流量控制器

### 小心

在设定流量以前要把 TCD 的热丝关闭。在没有载气流量的情况下操作 TCD 热丝会烧坏。

- 1 如果使用 TCD，从 Cerity Chemical 的**仪器 / 状态 / 编辑参数 (Instrument/Status/Edit Parameters)** 详细面板上把检测器的热丝关闭。
- 2 在检测器出口处连接一个流量计。详细说明参见第 101 页上的“[在何处测定流量](#)”。
- 3 如果您使用**填充柱**，并且不使用尾吹气，则关闭**辅助气**，继续[步骤 5](#)。
- 4 按下述方法设定尾吹气流量：
  - a 打开**辅助气**（尾吹气）的开关阀。
  - b TCD 气源压力设定为大约 0.28 MPa (40 psi)。
  - c 如果需要，使用小的螺丝刀转动 TCD **辅助气**旋钮中心处的调节限流器，以便获得正确的总流量（柱流量 + 尾吹气流量）。

## 设定流量

- 5 设定**参比气**流量，使其最少为总流量（柱流量和尾吹气流量）的三倍。所以如果柱流量和尾吹气流量是 5 mL/min，**参比气**流量等于 15 mL/min。
  - a 打开**参比气**开关阀。
  - b 如果需要，使用小的螺丝刀转动参比气开关阀中心处的调节限流器，以便获得正确的气流流量。

如果调节限流器达不到所需要的流量，则重新调节气源的压力。

## 设定 ECD 辅助气和阳极气的流量

如果使用 ECD，设定辅助气（尾吹气）和阳极吹扫气的流量，也可参考图 19。

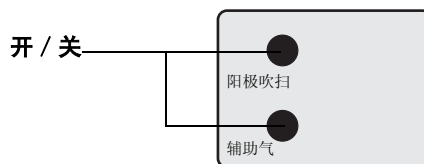


图 19 ECD 流量控制器

在检测器出口处连接一个流量计。详细说明参见第 101 页上的“在何处测定流量”。

- 1 如果正使用**填充柱**，关闭**辅助气**。
- 2 如果正使用**毛细管柱**，打开**辅助气**。
  - a 打开**辅助气**（尾吹气）和**阳极气**的开关阀，并调节气体压力，以得到正确的总流量。
  - b 将 ECD 气源压力设定到大约 0.28 MPa (40 psi)。等待稳定，并检测流量。
- 3 打开**阳极气**的开关阀，并调节气体压力，以得到正确的总流量。

## 设定 NPD 氢气、空气和辅助气的流量

### 警告

氢气和空气可形成可燃性混合物。在空气流量打开时，不要设定氢气流量。在氢气流量打开时，不要设定空气流量。

如果使用 NPD，就按照图 20 所示设定氢气（燃烧气），空气和辅助气（尾吹气）流速。

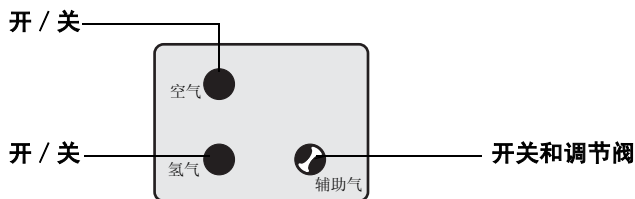


图 20 NPD 流量控制

- 1 将流量计接到检测器出口。详细说明参见第 101 页上的“[在何处测定流量](#)”。
- 2 调节氢气流量。
  - a 关闭**空气**和**辅助气**。
  - b 打开**氢气**的开 / 关阀。
  - c 设定气源压力，等到压力稳定后测定流量。
  - d 重复 2c 步骤直到获得正确的**氢气**流量。如果有气流通通过色谱柱，一定要从总流量中减去柱流量。
  - e 测定**空气**流量时关闭**氢气**流量。



- 3 调节**空气**流量。
  - a 确保**氢气**和**辅助气**流量已关闭。
  - b 打开**空气**的开 / 关阀。
  - c 设定气源压力, 等到压力稳定后测定流量。
  - d 重复 3c 步骤直到获得正确的**空气**流量。如果有气流通过色谱柱, 一定要从总流量中减去柱流量。
  - e 关闭**空气**开 / 关阀。
- 4 如果正使用**填充柱**, 请关闭**辅助气**流量。
- 5 如果正使用**毛细管柱**, 请设定**辅助气**流量。
  - a 确保**空气**和**氢气**流量已关闭。
  - b 打开**辅助气** (尾吹气) 的开 / 关阀。
  - c 设定**辅助气**的气源压力约为 0.28 Mpa (40 psi)。
  - d 如果需要, 使用一个小的螺丝刀旋转**辅助气**旋钮中心的调节限流器, 以便获得正确的总流量 (柱流量 + 尾吹气流量)。  
  
如果调节限流器仍不能达到所需的流量, 就重新调节气源的压力。

## 测定流量的连接管

安捷伦提供连接流量计（电子或皂膜）和检测器排气口的连接管。

### ECD、TCD 与 NPD

把橡胶连接管（部件号 5020-8231）直接接到 ECD 或 TCD 处，参见图 21。



图 21 测定 TCD、ECD 和 NPD 排气口流量的连接管

### FID

FID（部件号 19301-60660）单独使用连接管，参见图 22。此连接管尽可能深地插入检测器的排气口。当把连接管 O 形圈用力插到检测器排气口中时感到有一定的阻力。插入时把连接管旋转着推进去，以保证密封良好。

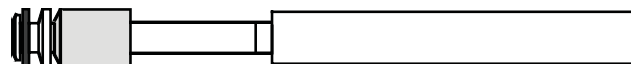


图 22 测定 FID 排气口流量的连接管

## 如何用皂膜流量计测定流量

本节说明如何使用安捷伦提供的皂膜流量计测定 GC 流量。

皂膜流量计是非常基本、可靠的测定气体流量的工具。形成的气泡以半月形通过气体正在流经的管。半月面作为一个界线通过测量管，其移动速度反映气体通过管的流量。很多皂膜流量计都分成直径不同的段，以便适应测定不同范围的流量。

皂膜流量计具有 1, 10 和 100 mL 的刻度，适于测定低流量（例如载气）和高流量（如 FID 用空气）。参见图 23。

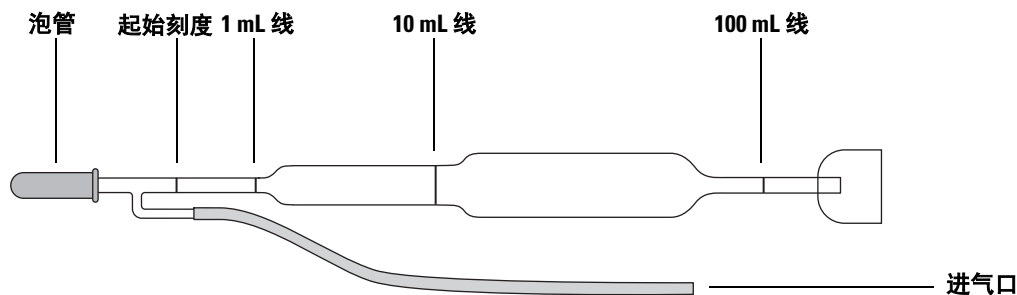


图 23 三个量程的皂膜流量计

### 用皂膜流量计测定气体流量

#### 工具

- 具有 1, 10 和 100 mL 刻度的皂膜流量计。泡管中半充满肥皂水。
- 连接检测器或排放管（如果需要）的连接管。参见第 130 页上的“测定流量的连接管”。
- GC 内部的秒表。

### 警告

空气或氧气的流量不能与氢气的流量同时测定。因为这样会形成爆炸性混合物，可能被意外地点燃。一定要分别测定这些气体的流量。

把皂膜流量计进气管连接到要测定流量的接口上，如果需要，使用适当的连接管。

### 注意

在连接皂膜流量计之前，打开流路。

- 1 垂直方向手持皂膜流量计，挤压并释放泡管，在皂膜流量计中形成一个半月形皂膜气泡。重复进行数次以便在测定流量之前，把皂膜流量计管壁湿润。
- 2 按 **[时间]** 看到秒表的屏幕。挤压泡管。
- 3 当气泡半月面通过皂膜流量计下面的起始刻度线时，按 **[输入]**，启动秒表。
- 4 当气泡半月面通过皂膜流量计上面的 1 mL、10 mL 或 100 mL 刻度线时按 **[输入]**，停止秒表。
- 5 用在 GC 的显示器上显示的  $1/t$  值计算流量，以 mL/min 为单位：
  - 如果使用 1 mL 线，流量为  $\text{mL}/\text{min} = 1/t$ 。
  - 如果使用 10 mL 线，流量为  $\text{mL}/\text{min} = 10 \times 1/t$ 。
  - 如果使用 100 mL 线，流量为  $\text{mL}/\text{min} = 100 \times 1/t$ 。
- 6 按 **[清除]** 重设秒表。至少重复测定一次以便验证流量。



## 6 分析样品

|            |     |
|------------|-----|
| 概述         | 134 |
| 准备 GC 分析样品 | 135 |
| 用手动进样分析样品  | 136 |
| 用进样阀分析样品   | 138 |
| 点燃 FID 火焰  | 140 |

**相关课题** [方法开发](#)  
[为方法开发人员附加的信息](#)

本节概述在不用 Cerity Chemical 或其他安捷伦数据系统运行 6820 气相色谱仪 (GC) 时, 采集实验数据的基本步骤, 说明如何充分利用 6820 的一些特性, 同时提供能适合每位用户需求的操作框架。



### 概述

单独运行 6820 的三种基本操作步骤：

135 页上的 “准备 GC 分析样品”

136 页上的 “用手动进样分析样品”

138 页上的 “用进样阀分析样品”

如果您的 GC 既不用手动注射进样，也不用进样阀进样，请参考随硬件附带的操作说明，了解如何适应上述步骤的信息。

## 准备 GC 分析样品

不管使用何种数据采集工具（例如，Cerity 软件或积分仪）或何种进样技术，都要进行下列步骤。

### 注意

在分析样品之前一定要进行下列步骤。

#### 准备 GC 分析样品

| 步骤                                          | 注释                                                                                                                    |
|---------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 检查气源及其压力                                  | 保证气源压力足够分析所有样品                                                                                                        |
| 2 检查电源                                      | 如果中断，就要恢复电源供电                                                                                                         |
| 3 打开 GC 电源开关，如果安装了计算机或通讯系统，也要开启系统，并启动所需要的软件 | 参阅 Cerity Chemical 软件的在线帮助或积分仪的说明手册                                                                                   |
| 4 如有必要，安装新的进样口和检测器硬件                        | <ul style="list-style-type: none"> <li>• 衬管</li> <li>• 隔垫</li> <li>• 连接管</li> <li>• 其他硬件（参考每一个进样口 / 检测器部分）</li> </ul> |
| 5 检查安装的色谱柱                                  | 如有必要，则更换色谱柱。参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册                                                                      |
| 6 检漏                                        | 参见 Agilent 6820 GC <i>维护与故障排除</i> 手册                                                                                  |
| 7 检查被测样品是否已备好                               |                                                                                                                       |
| 8 确认所需要的方法                                  |                                                                                                                       |

## 用手动进样分析样品

使用手动进样技术时按这一步骤进行。

### 用手动进样分析样品

| 步骤                   | 分步骤                                                                                                                                                                                                                                                                                        | 注释                                                                          |
|----------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|
| 1 准备 GC              |                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 参见 第 135 页。                                                                 |
| 2 准备样品               | 准备样品和注射器                                                                                                                                                                                                                                                                                   |                                                                             |
| 3 设定所需要的流量           | <p>根据进样口类型，设定进样口流量，可能包括：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 色谱柱（载气）流量</li> <li>• 隔垫吹扫流量</li> <li>• 分流放空流量</li> </ul> <p>根据检测器类型，设定检测器流量，可能包括：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 尾吹气流量</li> <li>• 氢燃气流量</li> <li>• 空气流量</li> <li>• 参比气流量</li> <li>• 阳极吹扫气流量</li> </ul> | 参见 第 5 章 “设定流量”。                                                            |
| 4 如果使用 FID，点燃火焰      |                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 参见 140 页上的 “点燃 FID 火焰”。                                                     |
| 5 调用所需方法             | <p>a 按 [调出]</p> <p>b 输入所需方法的编号</p> <p>c 按 [输入]</p>                                                                                                                                                                                                                                         | 未就绪灯亮，并保持到所有的 GC 温度都达到设定值为止。                                                |
| 6 如果要进行不分流进样，按 [预运行] |                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 按 [预运行] 后，当 GC 达到设定值时，预运行指示灯闪烁。当 GC 温度达到设定值时，分流 / 不分流进样口吹扫阀关闭，且未就绪指示灯稍后就熄灭。 |
| 7 等待未就绪灯熄灭           |                                                                                                                                                                                                                                                                                            |                                                                             |



## 用手动进样分析样品（续）

| 步骤         | 分步骤                  | 注释                                             |
|------------|----------------------|------------------------------------------------|
| 8 向注射器中加样品 |                      |                                                |
| 9 进样       | 注射样品的同时按 <b>[开始]</b> | 运行灯点亮, 并保持到分析结束为止。<br>分析时间从按 <b>[开始]</b> 开始计算。 |

## 用进样阀分析样品

用气体或液体进样阀进样时，进行下列步骤。

### 使用进样阀分析样品

| 步骤              | 分步骤                                                                                                                                                                              | 注释                           |
|-----------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|
| 1 准备 GC         |                                                                                                                                                                                  | 参见 第 135 页                   |
| 2 准备样品          | 确认样品通到阀的流路打开                                                                                                                                                                     |                              |
| 3 设定所需要的流量      | <p>根据进样口类型，设定进样口流量，可能包括：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 色谱柱（载气）流量</li> <li>• 隔垫吹扫流量</li> <li>• 分流放空流量</li> </ul>                                                   | 参见 第 5 章 “设定流量”              |
|                 | <p>根据检测器类型，设定检测器流量，可能包括：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 色谱柱（载气）流量</li> <li>• 尾吹气流量</li> <li>• 氢燃气流量</li> <li>• 空气流量</li> <li>• 参比气流量</li> <li>• 阳极吹扫气流量</li> </ul> | 参见 第 5 章 “设定流量”              |
| 4 如果使用 FID，点燃火焰 |                                                                                                                                                                                  | 参见 140 页上的 “点燃 FID 火焰”       |
| 5 调用所需的方法       | <p>a 按 [调出]</p> <p>b 输入所需要方法的编号</p> <p>c 按 [输入]</p>                                                                                                                              | 未就绪灯亮，并保持到所有的 GC 温度都达到设定值为止。 |

## 使用进样阀分析样品（续）

| 步骤         | 分步骤                                                                                                                                                   | 注释                                                                                                                                            |
|------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 6 等待未就绪灯熄灭 |                                                                                                                                                       |                                                                                                                                               |
| 7 进样       | <p><b>如果使用 GC 控制，且方法不包括对阀控制的运行表事件：</b></p> <p><b>a</b> 按 [阀#]。</p> <p><b>b</b> 选择正确的进样阀，然后按 [开]。</p><br><p>如果使用 GC 控制，且方法包括对阀控制的运行表事件：<br/>按 [开始]</p> | <p>如需了解详细信息参见：</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 153 页上的“程序设定运行时间用运行时间事件”</li> <li>• 90 页上的“阀的控制”</li> <li>• 189 页上的“阀”</li> </ul> |

## 点燃 FID 火焰

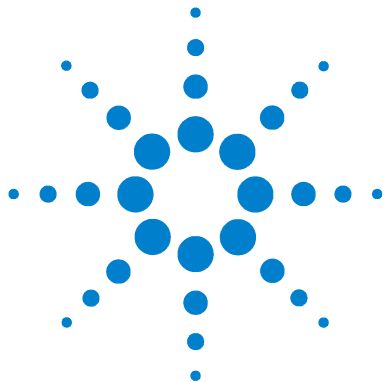
要点燃 FID 火焰：

- 1 设定氢气和空气流量，参见 123 页上的“[设定 FID 的氢气、空气和辅助气流量](#)”。
- 2 打开氢气和空气气体。
- 3 按 **[前检测]** 或 **[后检测]** 查看检测器输出。
- 4 在 FID 部件上按 FID 点火器按钮。

点火以后信号一般增加 5 至 20 pA。

要确定火焰是否点燃，用凉的表面光亮的物体（如镜子或镀铬扳手）放在收集器排气口处。如有凝结的水雾出现，表示火焰已经点燃。

如果试验了几次以后火焰仍未点燃，请参见在 6820 用户信息 CD 上的 Agilent 6820 GC *维护与故障排除* 手册。



## 7 设定时钟时间事件

|            |     |
|------------|-----|
| 概述         | 142 |
| 时钟表事件的类型   | 142 |
| 程序设定时钟时间事件 | 144 |
| 在时钟表中添加事件  | 145 |
| 编辑时钟时间事件   | 145 |
| 删去时钟时间事件   | 146 |
| 删除整个时钟表    | 146 |

时间事件是以 24 小时的时钟时间，由程序控制某些设定值的改变。可以安排 25 个时钟时间事件。这些事件的集合称为 *时钟表*，并且 GC 每天要执行它。6820 只有一个时钟表。



# 概述

时钟表对阀的控制、调用方法可开始空白分析等操作非常有用。时钟表的一些应用举例如下：

- 在早晨上班前就调用方法，当您到达单位时，GC 就绪。
- 在工作日结束时调用并运行方法，在您回家以后，GC 清洗色谱柱。
- 在工作日结束后调用方法以降低柱温，然后在早晨上班以前调用操作方法。
- 运行柱补偿。

时钟时间事件的设定是按 24 小时的时钟时间。因此设定为 14:35 发生的事件将在下午 2:35 发生。

## 时钟表时间和样品分析

正在进行分析优先于任何排定的时钟表事件。如果时钟表事件与正在进行的样品分析有冲突，当天就会跳过该事件。

## 时钟表事件的类型

表 20 列出所有可能的时钟时间事件。根据仪器所安装的不同硬件，该表有所不同。

**表 20** 可使用的时钟时间事件

| 事件   | 注释      |
|------|---------|
| 阀    | 设定阀的参数  |
| 调用方法 | 调用适当的方法 |
| 空运行  | 开始空白分析  |

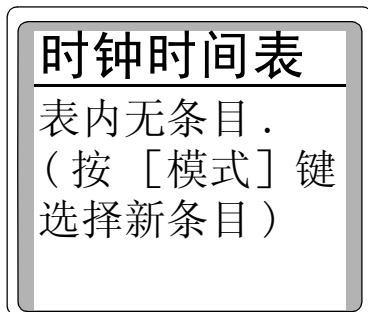
**表 20** 可使用的时钟时间事件（续）

| 事件      | 注释                |
|---------|-------------------|
| 预运行     | 在开始时间事件时与按准备分析键一样 |
| 柱补偿 1   | 运行柱补偿             |
| 柱补偿 2   | 运行第二个柱补偿          |
| 柱补偿 1&2 | 运行两个柱补偿           |

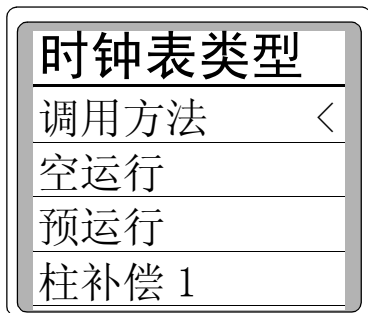
## 程序设定时钟表

### 程序设定时钟时间事件

- 1 按 **[时钟表]**。如果未设定事件，就会显示下面的提示。

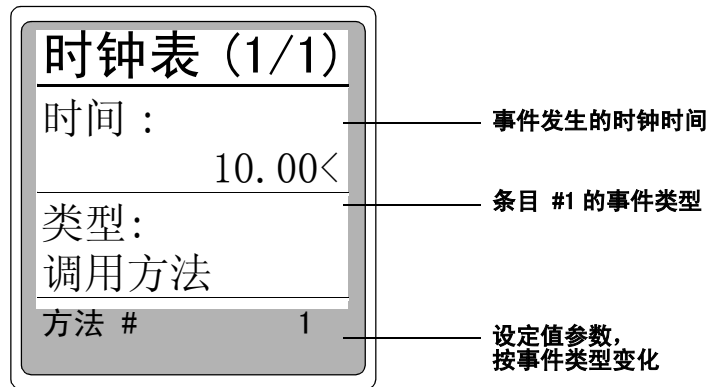


- 2 按 **[模式]**，查看时钟时间程序类型。



- 3 滚动选择所需的参数，并按 **[输入]**。





- 4 编辑**时间**：及对该事件的其它设定值。此项操作是为 GC 调用预先确定的方法设定具体时间。

## 在时钟表中添加事件

- 1 按 [**时钟表**]。
- 2 如在时钟表中添加新的事件，按 [**模式**]。当增加新事件时，表中的条目自动按时间顺序排列。
- 3 选择下一个事件类型。
- 4 设定适当的参数。

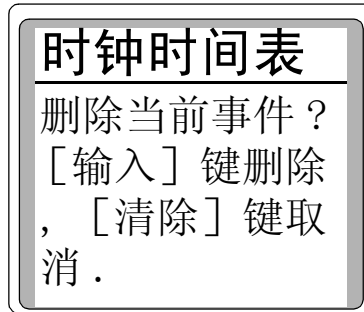
重复上述步骤，直到加进所有其它新项目。

## 编辑时钟时间事件

- 1 按 [**时钟表**] 查看设定的所有的事件。
- 2 将光标滚动至所要改变的事件。
- 3 编辑事件的时间，将光标移动至标有**时间**：的一行，并键入所需时间。
- 4 将光标滚动至项目按 [**开**] 或 [**关**] 键来编辑数值，或为设定值输入一个数值。

## 删去时钟时间事件

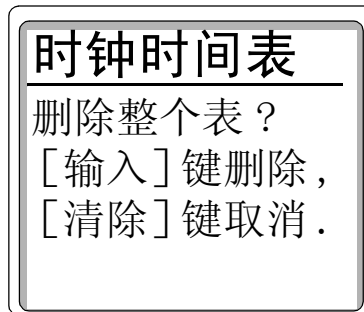
- 1 按 **[时钟表]**。
- 2 按 **[删除]** 从时钟时间表中删除一个事件。在当前的时间表中按 **[删除]** 键，会出现下面的显示：



- 3 按 **[输入]**，删除当前的时间事件；按 **[清除]** 取消此项操作。

## 删除整个时钟表

要删除整个时钟表，按 **[删除]** **[时钟表]**。





## 8 方法开发

|                  |     |
|------------------|-----|
| 什么是方法？           | 148 |
| 方法的类型            | 148 |
| GC 如何使用激活的方法     | 148 |
| 用方法能做什么？         | 149 |
| 建立方法             | 150 |
| 建立方法的提示          | 152 |
| 初始流量             | 152 |
| 程序设定运行时间：用运行时间事件 | 153 |
| 程序设定运行时间事件       | 155 |
| 在运行表中添加事件        | 156 |
| 在运行表中编辑事件        | 156 |
| 删除一个时钟时间事件       | 157 |
| 默认方法的参数          | 158 |
| 调用默认参数           | 158 |
| 方法不匹配            | 159 |
| 由用户输入改变的配置       | 159 |
| 硬件配置的改变          | 160 |

**相关专题**   第 2 章, “使用 6820 的策略”

本节说明 6820 的方法是什么, 6820 如何使用方法, 以及如何建立方法。同时阐述与运行时间表有关的高级方法特性, 如何调用方法的默认参数, 以及如何解释方法不匹配的错误。



# 什么是方法？

方法是在 6820 GC 上分析单个样品所需的参数集合。方法可以存储仪器所需的设置，因而不需要每次输入所有参数。

## 方法的类型

有三种类型的方法：

- **激活的方法** — 现在正在使用的设定值。
- **存储的方法** — 可以存储在 GC 中的九个方法之一。
- **默认方法** — GC 的一组默认的参数。这些参数可以随时重复调用。GC 将默认方法与存储的方法分开保存。

## GC 如何使用激活的方法

GC 将激活的方法与储存的方法分开保存。这可以使用户改变、测试、或使用方法的设定值而不会丢失存储的信息。

当仪器关闭时，GC 保存激活的方法，当再一次启动时会自动调用该方法。然而，当关闭仪器后更换了硬件，则不能恢复该方法的所有参数保存，导致出现错误的条件。

当您调用存储的方法时，这个存储的方法就成为激活的方法，它就取代正在使用的任何设定值。

## 用方法能做什么？

可以建立、调用、存储、修改和删除方法。GC 能够存储多达九个用户定义的方法。

- 如需调用、存储或删除方法，参见第 64 页上的“[方法键：\[调出\]、\[保存\]，和 \[方法\]](#)”。
- 如需建立方法，可用新的参数修改激活的方法，然后存储该方法，使之成为九个方法中的一个，参见第 150 页上的“[建立方法](#)”。
- 若要修改方法：
  - 1 调用方法。
  - 2 对设定值进行必要的修改。
  - 3 以同样的方法编号保存方法。

除控制温度和运行时间的基本仪器参数外，方法还可以执行 **runtime events**（**运行时间事件**）。运行时间事件是运行过程中在指定时间执行的预先设定的功能或设定值。它们包括：

- 把修改的信号传送到数据采集设备或计算机中。
- 确定或改变信号类型。
- 在运行中切换（转动）阀。

首先我们讨论如何建立方法。接着我们将讨论如何使用运行时间事件，以及如何把方法转化为默认方法。然后我们说明当调用的方法与当前的 GC 配置不匹配时会发生什么情况。

## 建立方法

为建立可存储的 6820 方法，首先确定需要输入何种设定值，以及为分析样品需要何种硬件（进样口类型、衬管类型、色谱柱、载气等）。一旦知道了这些信息就可以建立一个 6820 方法，以存储这些条件和配置，因而无论任何需要都可调用它。

下列步骤中列出在建立方法时所需考虑到的所有可能的设定值。仪器的参数表与所安装的硬件有关。如果需要了解设定参数值方面的说明，参见第 10 章，“为方法开发人员附加的信息”。

在多数情况下，第 2 到第 9 步可按任何次序执行。无论何时，首先要配置仪器，这样才能使用您需要的设定值。

### 建立方法的概述

| 步骤             | 操作                                                                                                          | 注释                                                                       |
|----------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|
| 1 检查仪器的配置。     | <ul style="list-style-type: none"> <li>a 如需要，安装硬件。</li> <li>b 如需要，配置仪器。</li> </ul>                          | 验证硬件部件安装正确。参见 Agilent 6820 GC <i>维修与故障排除</i> 手册和第 72 页上的“配置仪器”。          |
| 2 如果使用阀，就需配置它。 | <ul style="list-style-type: none"> <li>a 按 <b>[配置]</b>，选择<b>阀 #</b>，并输入配置的阀号。</li> <li>b 配置阀的参数。</li> </ul> | 进样阀包括最短进样时间和注射停留时间。<br>切换阀包括 on/off 设定。<br>参见第 74 页上的“配置阀”和第 189 页上的“阀”。 |
| 3 如需要，调用类似的方法。 | <ul style="list-style-type: none"> <li>a 按 <b>[调出]</b>。</li> <li>b 输入方法号，然后按 <b>[输入]</b>。</li> </ul>        | 如果其他方法含有类似的设定值，如需要就可以调用它。                                                |

## 建立方法的概述（续）

| 步骤                  | 操作                                                                                                                               | 注释                                                                                                                                                                                       |
|---------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 4 设定柱箱参数。           | 按 <b>[柱箱]</b> 并输入所需的参数值。                                                                                                         | 设定温度和分析时间。如有必要，也可以程序设定柱箱的温度梯度。参见第 72 页上的“ <a href="#">配置柱箱</a> ”。                                                                                                                        |
| 5 如果使用进样口，则设定进样口参数。 | 按 <b>[前进样]</b> 或 <b>[后进样]</b> 并输入所需的参数值。                                                                                         | 这包括温度和其他参数，如进样口模式。根据分析和进样口类型来选择。参见第 81 页上的“ <a href="#">设定进样口参数</a> ”。                                                                                                                   |
| 6 设定检测器参数。          | 按 <b>[前检测]</b> 或 <b>[后检测]</b> 并输入所需的参数值。                                                                                         | <ul style="list-style-type: none"> <li>• 设定温度</li> <li>• 使检测器可用（打开电位计或热丝电源）</li> <li>• 设定检测器数据速率（如果使用）</li> <li>• 如果使用 FID，在分析时必须点燃火焰。</li> </ul> 参见第 83 页上的“ <a href="#">设定检测器参数</a> ”。 |
| 7 如果需要，设定辅助区温度。     | a 按 <b>[辅助#]</b> ，并输入辅助区号（1 或 2）。<br>b 输温度，按 <b>[输入]</b> 。                                                                       | 例如，设定加热阀箱温度，参见第 74 页上的“ <a href="#">配置辅助加热区</a> ”。                                                                                                                                       |
| 8 根据需要设定信号参数。       | a 按 <b>[信号 1]</b> 或 <b>[信号 2]</b> 。<br>b 将光标滚动到 <b>类型</b> 并按 <b>[模式]</b> 。<br>c 将光标滚动到适当的信号输出并按 <b>[输入]</b> 选择。                  | 信号参数包括放大倍数和信号类型。参见第 197 页上的“ <a href="#">信号处理</a> ”。                                                                                                                                     |
| 9 如果需要，设定运行表事件。     | a 按 <b>[运行表]</b> ， <b>[模式]</b> 。<br>b 将光标滚动到要进行程序设定的事件类型并按 <b>[输入]</b> 。<br>c 出现提示时选择适当的信号。<br>d 输入 <b>时间</b> 和 <b>设定值</b> 的参数值。 | 如果使用进样阀或切换阀，则可以使用运行表来控制它。关于运行表事件的详细说明，请参见第 153 页上的“ <a href="#">程序设定运行时间：用运行时间事件</a> ”。                                                                                                  |
| 10 将这些参数作为一个方法存储。   | 按 <b>[保存]</b> 并输入方法编号。                                                                                                           |                                                                                                                                                                                          |

## 建立方法的提示

当建立或修改方法时，要记住下列提示：

- 可以使用的设定值与拥有的设备有关。虽然 GC 可以识别它的许多元件，但有些信息（如安装了何种进样口）必须由用户输入。在要使用这些元件前，必须配置（定义）仪器的元件。
- 经常用 **【配置】** 键验证仪器的配置是正如您所需要的情况。
- 用 **【帮助】** 键帮助了解设定值的范围、下一步操作及其它建议。
- 许多设定值需要从表中选择。**【模式】** 键可以打开这些列表。如果设定值似乎是要选择一个条目，而不是输入一个数值或按 **【开】** 或 **【关】**，就要尝试用 **【模式】** 查看是否存在一个下级菜单。

## 初始流量

参考安捷伦气相色谱基本原理一书（部件号 G1176-90000 英文版，G1176-97000 中文版）中有关于启动柱流量的说明。

关于启动检测器流量的信息参见：

第 174 页上的“选择 FID 的流量和温度”

第 179 页上的“选择 TCD 的流量和温度”

第 183 页上的“选择 ECD 的流量和温度”

第 187 页上的“选择 NPD 的流量和温度”



## 程序设定运行时间：用运行时间事件

程序设定运行时间能使某些设定值在运行中，作为色谱运行时间的功能而自动改变。因此，一个按程序要求在 2 分钟发生的事件，用此方法在每次进样后的 2 分钟时将发生该事件。

在一个方法中可以程序控制多达 25 个运行时间事件。在色谱分析结束时，GC 会自动将绝大部分从运行时间表改变了的设定值恢复到原来的值。只有阀事件例外。阀可以运行时间程序，但分析结束时不能恢复到它开始的位置。如果需要作此项操作，您必须在运行时间表中设定复位操作程序。如需了解详细说明，请参阅第 189 页上的“[阀](#)”。

**[运行表]** 键用于程序设定定时事件。

**表 21** 列出所有可能的运行时间事件。仪器的可运行的事件与安装的设备有关。

**表 21** 可使用的运行事件

| 事件    | 影响到的数据输出 | 注释                                                                                                                                                                     |
|-------|----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 阀     | —        | 用来切换进样阀或切换阀。                                                                                                                                                           |
| 信号定义  | 模拟和数字信号  | 设定信号输出类型。                                                                                                                                                              |
| 信号零点  | 模拟和数字信号  | 将当前信号值置零。 <sup>*</sup> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>模拟输出信号：</b>信号输出变成原始信号减去指定信号零点设定值。</li> <li>• <b>数字输出信号：</b>6820 从所有将来的数值中扣除在运行置零事件时的信号值。</li> </ul> |
| 信号值存储 | 只影响数字信号  | 存储事件发生时的信号值。参见第 204 页上的“ <a href="#">基线漂移的数字信号处理</a> ”。                                                                                                                |

表 21 可使用的运行事件（续）

| 事件    | 影响到的数据输出 | 注释                                                                    |
|-------|----------|-----------------------------------------------------------------------|
| 信号零点值 | 只影响数字信号  | 用当前值 <sup>*</sup> 将信号降低到零。参见第 204 页上的“ <a href="#">基线漂移的数字信号处理</a> ”。 |
| 冻结信号值 | 只影响数字信号  | 暂停（保持）当前信号值 <sup>*</sup> 输出。                                          |
| 恢复信号值 | 只影响数字信号  | 恢复正常信号输出。                                                             |
| 信号量程  | 只影响模拟信号  | 为所选模拟输出信号设定数值。不改变数字信号输出。                                              |
| 辅助区温度 | —        | 设定辅助加热区的温度，参见第 94 页上的“ <a href="#">设置辅助加热区</a> ”。                     |
| 检测器极性 | —        | 改变 TCD 检测器的极性，参见第 181 页上的“ <a href="#">负极性</a> ”。                     |

\* 对于信号事件，*当前值*是在运行中当事件发生时的数值。

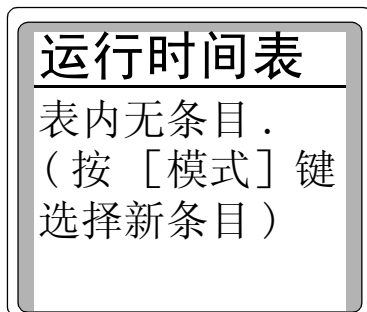
如需了解有关参考信息，参见：

第 197 页上的“[信号处理](#)”

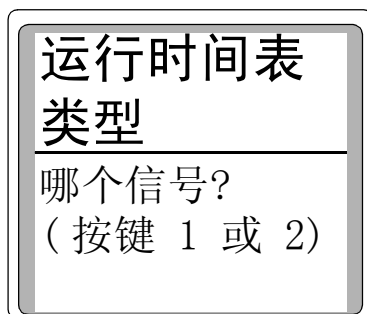
第 189 页上的“[阀](#)”

## 程序设定运行时间事件

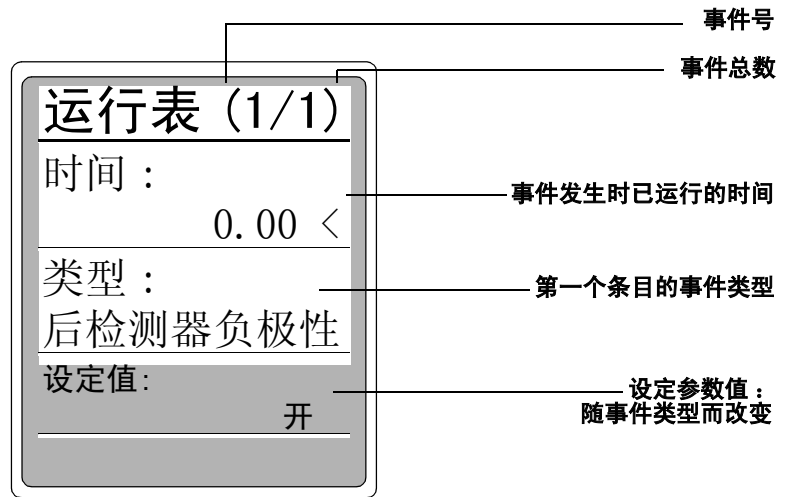
- 1 按 **[运行表]**，如果运行时间表中当前没有设定任何条目，就显示如下信息。



- 2 按 **[模式]** 查看可选择的运行时间事件的类型。
- 3 将光标滚动到要设定的事件类型，并按 **[输入]**。
- 4 出现提示时选择适当的信号。



- 5 输入**时间**和**设定值**的参数值。
  - **时间** — 运行到这一时间时（以分钟为单位）事件发生
  - **设定值** — 如果设定值可编辑，则输入新值、类型、模式或开/关。



在运行表中添加事件。

## 在运行表中添加事件

- 1 要在运行表中添加事件，当在**时间:** 或**类型:** 行的任何条目上按 **[模式]**。
- 2 选择事件类型。
- 3 设定适当的时间**时间:** 和设定值**设定值:** 参数。

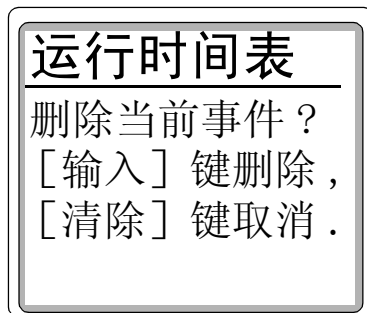
重复操作，直到把所有的条目添加进去。事件会按执行时间自动排序。

## 在运行表中编辑事件

- 1 按 **[运行表]**。
- 2 将光标移动到您要改变的事件。
- 3 如需编辑事件时间，将光标移动到标有**时间**的一行。输入所需时间并按 **[输入]**。
- 4 要编辑数值，将光标滚动到该项目并按 **[开]** 或 **[关]** 键或输入设定值，按 **[输入]**。

## 删除一个时钟时间事件

- 1 按 **[运行表]** 进入运行时间表。
- 2 在该表中按 **[删除]** 键，删除运行时间表中的当前事件。当在当前的事件表中按 **[删除]** 时，出现下面的显示。



- 3 按 **[输入]** 删除当前时间事件；按 **[清除]** 取消该操作。

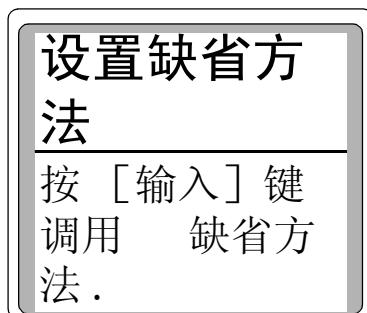
## 默认方法的参数

如果您未指定参数，GC 的软件会用许多默认的参数值。对进样口和检测器，这些数值都是合理的操作参数。参数一经改变，其默认值就会被删除。

同时，您会发现有必要重新调用默认参数。这样做会删除所有当前的参数（激活的方法），并由默认值取代它们（此操作不改变存储的方法）。

### 调用默认参数

- 1 按 [方法]。
- 2 将光标滚动到**设置缺省方法**行并按 [输入]。
- 3 出现下面的提示：



- 4 按 [输入] 调用默认参数。

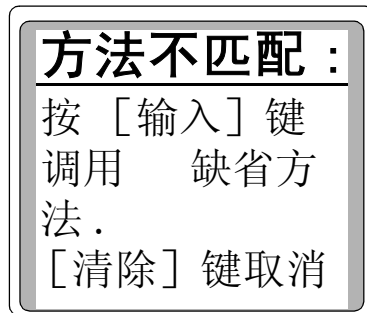
## 方法不匹配

当调用的方法中所含的参数与 GC 当前的配置不匹配时，就会出现方法不匹配的提示信息。如果出现这种情况，不能忽略不匹配的参数。

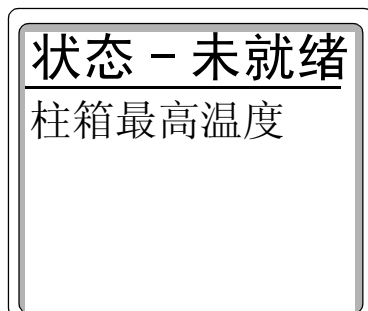
不匹配是由于用户对配置的设置进行了修改（例如，进样口或阀的设置与硬件不同）或在保存方法以后改变了硬件（用 FID 替换 TCD，等）。

### 由用户输入改变的配置

如果由于用户的输入使存储的方法和激活方法之间的参数不同，系统将出现警告。GC 假定激活的方法是最新的，它的配置数据是正确的。因此，GC 就用激活方法的数据覆盖正在调用的方法配置数据。



例如，有一个方法使用分流 / 不分流进样口和一根毛细管柱，柱箱最高温度为 300°C。而后，把色谱柱更换为一支最高使用温度为 250°C 的色谱柱并把柱箱的最高温度配置为 250°C。当您调用现在的方法时，就会看到方法不匹配的提示。按 **[状态]** 来查看哪些参数导致方法的不匹配。

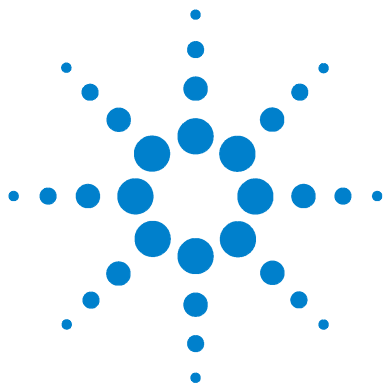


如果按回车键，GC 将保持最高柱箱温度为 250°C。GC 不会改变存储方法的版本；只改变激活的方法。如果要保留新配置，必需特意保存。

## 硬件配置的改变

如果硬件改变了，方法中的一些内容就可忽略。例如，假定把前检测器从 FID 换为 ECD。如果此时您调用一个使用 FID 的方法，则不能调用 FID 的参数。这些参数将被忽略，而保存当前的 ECD 参数。其他所有能调用的参数都会调用。





## 9 关机

- 创建 Cerity Chemical 关机方法 162
- 关机时间在一周之内 163
- 关机时间至少一周 164

本节说明在不使用 GC 时如何安全关机。



## 关闭 GC

通常，在 GC 暂时不使用时，保持电源打开，这是个好主意，因为：

- 在室温以上时保持载气在色谱柱中流过，色谱柱将得到清洗。
- 某些检测器在断电后，需要一定的时间才能稳定。

在运行之间和隔夜时，GC 不要断电。

如果使用氢气，则应把氢气关闭，以免在长时间不使用 GC 时，可能出现未能检测的泄漏。

### 小心

为了避免损坏色谱柱，在关闭载气前降低柱箱温度。

如果用 TCD，要关闭热丝电源。如果载气气源用尽，且 GC 无人操作，则 TCD 的热丝就会烧坏或损坏。

## 创建 Cerity Chemical 关机方法

用 Cerity chemical 创建方法帮助关闭 GC。创建一个准备完全关闭 GC 的方法（如，在维护或保存仪器时），和一个节省能源和消耗品的方法

**节省**方法应满足下列要求。

- 将检测器、进样口和柱箱的温度降低至 150-200 °C，以节约能源和保护色谱柱。如果使用氢气载气，则要关闭柱箱电源。
- 关闭热丝电源

**关闭**方法应满足下列要求：

- 将检测器、进样器和柱箱温度冷却至室温（25 °C）以节约能源和保护色谱柱。如果使用氢气载气，则关闭柱温箱电源。
- 关闭热丝电源。

### 小心

如果气体流量设定过低，或者载气气源用尽，而 GC 无人操作时，TCD 的热丝就会被烧坏或损坏。如果 TCD 长期不用，就关闭热丝电源。

### 小心

如果在关闭气流以前未关闭热丝电源，热丝就会被烧坏或损坏。在关闭 GC 气流以前要把热丝电源关闭。

## 关机时间在一周之内

如果在大约一周内不使用 GC，按下述方法节省气体和能源：

- 1 把检测器、进样口和色谱柱温度降到 150-200 °C，以节能和保护色谱柱。
- 2 如果使用氢气作载气，待柱箱冷却并关闭后，关闭氢气源。
- 3 关闭其他有腐蚀性或有潜在危险的气体，如氧气和甲烷。
- 4 降低载气和尾吹气的流量。
- 5 关闭热丝电源。按 [前检测] 或 [后检测]，将光标滚动至热丝，然后按 [关]。

### 警告

如果 GC 长时间无人操作时，一定要把可燃性气体关闭。如果有泄漏，持续下去，会造成火灾或爆炸的危险。

### 小心

如果气体流量设定过低，或者载气气源用尽，而 GC 无人操作时，TCD 的热丝就会被烧坏或损坏。如果 TCD 长期不用，就关闭热丝电源。

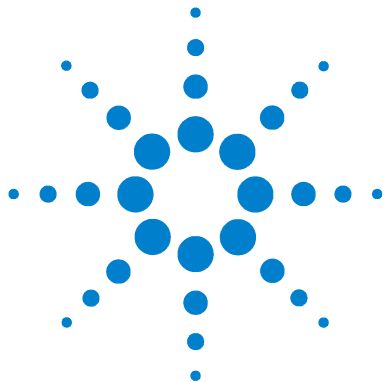
## 关机时间至少一周

### 小心

如果在关闭气流以前未关闭热丝电源，热丝就会被烧坏或损坏。在关闭 GC 气流以前要把热丝电源关闭。

- 1 如果安装了 TCD，就将热丝电源关闭。按 **[前检测]** 或多 **[后检测]**，滚动到热丝，然后按 **[关]**。
- 2 将所有加热区的温度都设定到室温，关闭检测器尾吹气。继续通载气。
- 3 当 GC 冷却后，关闭 GC 电源。
- 4 关闭所有气源和冷却设施。
- 5 卸下色谱柱并把进出口加上帽，以免被污染。将色谱柱存放于阴凉干燥的地方。
- 6 为避免污染，把进样口和检测器色谱柱的接头加上帽。
- 7 如果从 GC 上卸下气体连接管，要在 GC 后面板的进口接头上加上帽。

如果需要，此时更换捕集阱最好。参见 6820 用户信息 CD 上的 *维护与故障排除* 手册。



## 10 为方法开发人员附加的信息

|             |     |
|-------------|-----|
| 进样口         | 166 |
| 分流 / 不分流进样口 | 167 |
| 吹扫填充柱进样口    | 168 |
| 检测器         | 170 |
| 火焰离子化检测器    | 172 |
| 热导检测器       | 177 |
| 电子捕获检测器     | 182 |
| 氮磷检测器 (NPD) | 184 |
| 阀           | 189 |
| 柱箱          | 193 |
| 信号处理        | 197 |
| 仪器备件        | 206 |

本节讨论有关使用设备的重要信息，以及如何充分发挥它们的优点。对使用 6820 开发分析方法的人员，这些内容无疑是有力的参考资料。



## 进样口

### 注意

6820 GC 用户信息 CD 中的 GC 基本原理手册，详细说明进样口工作原理和建议如何设定方法的初始值。

6820 GC 有两种类型的进样口：分流 / 不分流（毛细管）进样口和吹扫填充柱进样口。表 22 简要说明每种类型进样口的特点。

表 22 进样口概述

| 进样口      | 色谱柱    | 模式  | 样品浓度 | 注释            | 样品到色谱柱 |
|----------|--------|-----|------|---------------|--------|
| 分流 / 不分流 | 毛细管    | 分流  | 高    |               | 很少     |
|          |        | 不分流 | 低    |               | 全部     |
| 吹扫填充柱    | 填充     | 无   | 任意   |               | 全部     |
|          | 大口径毛细管 | 无   | 任意   | 如果分离度不严格，可以使用 | 全部     |

## 隔垫吹扫和进样口放空的流量

**隔垫吹扫** 隔垫吹扫管线紧靠进样隔垫。有一小股载气流通过该管线把任何流失吹走。每个进样口都具有不同的隔垫吹扫流量。吹扫流量的随载气压力的变化而改变，但它本身是不可调的。

**进样口放空** 分流 / 不分流进样口有一个用来分流的附加放空口。进样口放空的流量调节由总流量阀控制流量。

## 分流 / 不分流进样口

### 操作模式

分流 / 不分流进样口有两种操作模式，分流和不分流。

**分流** 样品在色谱柱和放空口之间进行分配。分流一般用于高含量组分的分析，对高浓度组分，可以允许大部分样品从进样口的放空口排出。也可用于分析不能稀释的样品。

**不分流** 在开始进样时样品不分开，大部分进入色谱柱，为了避免峰加宽和溶剂拖尾，进样口吹扫阀在制定时间（取决于方法中吹扫时间参数）打开，这时有少部分样品和多余的（多数为溶剂）蒸气被吹扫到进样口的放空口，而此时载气继续保持流过色谱柱，在不分流进样模式下，通常用于微量分析。

当开发不分流进样方法时，调节吹扫时间参数以获得最大的响应值，并尽可能使溶剂峰拖尾小。

### 衬管

在进行分流或不分流进样时，按照进样类型选择衬管。若为具体的应用选择适当衬管，应考虑如下条件：

- 衬管容积
- 衬管处理或脱活，以降低样品降解作用
- 任何使衬管可能影响载气通过管线的流量或使样品蒸发的设计性能

如需详细信息，请参见用户信息光盘上的*维护与故障排除*手册。

## 吹扫填充柱进样口

在不要求高分离度的情况下，该进样口可用填充柱。它也可以使用大口径毛细管柱，载气流量大于 10 mL/min 时，也可接受。

这种进样口唯一可调节的是流经色谱柱的载气流量，隔垫吹扫流量是基于气源压力自动调节，可以在前面板上的放空口处进行测量。

### 改变气源压力

通过增加气源压力，可以增加流量控制器的流量上限。表 23 列出填充进样口（在 5 个压力下限流器在 0 - 20 mL/min 的范围内）标准流量控制器的最大流量。如需氢气的最大流量，使用氮气流量栏的数据。

表 23 吹扫填充柱进样口流量与气源压力的关系

| 气源压力<br>psi | 氮气流量<br>mL/min | 氢气流量<br>mL/min |
|-------------|----------------|----------------|
| 40          | 20             | 21             |
| 50          | 24             | 25             |
| 60          | 28             | 28             |
| 70          | 32             | 32             |
| 80          | 36             | 35             |

### 有效的流量范围

由于某些原因您可能想改变进样口的流量范围。例如，如果您正在使用的流量低于限流范围的 20%，分析的保留时间就可能加宽。如果将限流范围在 0 至 110 mL/min 时 20 mL/min 的流量转变成限流范围在 0 至 20 mL/min 时的流量，就可避免这一问题。



也可用下面的任一方法改变填充进样口的流量范围：

- 改变气源压力，或
- 改变流量控制器上的限流器。

### **改变限流器**

有关现有的限流器和更换它的方法，参见 Agilent 6820 GC 的维护手册。

## 检测器

### 注意

在 6820 GC 用户信息光盘上的 GC 基本原理手册包括，详细说明检测器的工作原理并建议如何设定方法的初始值。

表 24 可使用的 6820 检测器系统汇总。

表 24 检测器系统

| 名称            | 灵敏度 | 响应对象           | 注释            |
|---------------|-----|----------------|---------------|
| 热导检测器, TCD    | 中等  | 除载气以外的所有物质     | 对所有物质的“通用检测器” |
| 火焰离子化检测器, FID | 高   | 几乎所有的有机物       | 对有机物的“通用检测器”  |
| 电子捕获检测器, ECD  | 很高  | 有限的化合物, 大多数卤化物 | 用于微量农药和除草剂    |
| 氮磷检测器, NPD    | 很高  | 含氮和磷的化合物       | 用于医药和环境分析     |

## 操作参数

表 25 列出检测器的操作参数。

表 25 检测器操作参数

| 参数         | 设定范围     | 注释                           |
|------------|----------|------------------------------|
| <b>ECD</b> |          |                              |
| 温度         | 0-400 °C | 检测器温度。保持检测池干净，设定检测器温度高于柱箱温度  |
| 输出         | -        | 只显示                          |
| <b>FID</b> |          |                              |
| 温度         | 0-425 °C | 检测器温度。保持检测池干净，设定检测器温度高于柱箱温度。 |
| 输出         | -        | 只显示                          |
| <b>TCD</b> |          |                              |
| 温度         | 0-400 °C | 检测器温度。保持检测池干净，设定检测器温度高于柱箱温度。 |
| 热丝         | 开 / 关    |                              |
| 输出         | -        | 只显示                          |
| 负极性        | 开 / 关    | 颠倒检测的峰，参见第 181 页上的“负极性”。     |
| <b>NPD</b> |          |                              |
| 温度         | 0-400 °C | 检测器温度。保持检测池干净，设定检测器温度高于柱箱温度。 |
| 输出         | -        | 只显示                          |

表 25 检测器操作参数 (续)

| 参数    | 设定范围       | 注释                    |
|-------|------------|-----------------------|
| 调整偏移量 | 10-99 pA   | 只建议操作范围为 30-40 pA。    |
| 平衡时间  | 0-999.9 分钟 | 推荐设为 0.0 分; 缺省为 0.0 分 |
| 铷珠电压  | 0-4.095 V  |                       |

### 尾吹流量

尾吹气在接近色谱柱末端处导入检测器,其目的是加速色谱峰通过检测器,对毛细管柱尤为如此,因而在色谱柱分离开的峰,不会由于通过检测器再混合。

## 火焰离子化检测器

火焰离子化检测器将样品和载气从色谱柱通过氢气-空气火焰。单独是氢气-空气的火焰只产生极少量的离子,但是当有机化合物在火焰中燃烧时,产生的离子增加。极化电压将这些离子吸引到火焰附近的收集极,产生的电流与样品燃烧得量成正比。

电位计测量该电流,将其转化为数字形式并传递到一个输出装置。

### 点燃火焰的条件

在点燃火焰前,或者如果在点燃火焰时出现问题,请检查下列事项:

- 确认氢气和空气开关已经打开,而且保证其流量足以点燃火焰。参见第 174 页上的表 26。

- 检查安装的喷口类型是否适合所使用的色谱柱，喷嘴类型列于 6820 用户信息光盘上的 Agilent 6820 GC 维护与故障排除手册。
- 检查是否有泄漏。使用电子泄漏检测器检查色谱柱和检测器接头周围是否泄漏，如果泄漏，需进行排出。

如果火焰熄灭，请检查以下事项：

- 注射入大量芳香族溶剂会导致火焰熄灭。换成非芳香族溶剂。
- 检查色谱柱流量。它可能太高。降低柱流量或压力。换成限流性强的色谱柱（更长或内径更细的柱）。如果必须使用大内径柱，要把载气关闭足够的长时间，以使火焰点燃。检查喷嘴是否部分或完全堵塞。

**警告**

**火焰离子化检测器使用氢气做燃气，如果氢气流打开，而色谱柱没有连接到检测器上，氢气会流入柱箱引起爆炸危险。必须保持检测器的接头始终连接到色谱柱上或戴上堵头。**

---

### 妨碍检测器正常操作的条件

这些条件通常会妨碍正常操作：

- 温度设定低于 150 °C
- 空气或氢气流量不足
- 点火装置出现故障
- 电位计关闭

### 选择 FID 的流量和温度

在选择温度和流量时使用表 26 的信息。

表 26 建议的温度和流量—FID

| 气体                                           | 流量范围<br>(mL/min) | 建议的流量<br>(mL/min) |
|----------------------------------------------|------------------|-------------------|
| <b>载气</b>                                    |                  |                   |
| 填充柱                                          | 10 至 60          |                   |
| 毛细管柱                                         | 1 至 5            |                   |
| <b>检测器气体</b>                                 |                  |                   |
| 氢                                            | 24 至 60*         | 40                |
| 空气                                           | 200 至 600*       | 450               |
| 色谱柱加毛细管尾吹气                                   | 10 至 60          | 50                |
| <b>检测器温度</b>                                 |                  |                   |
| 检测器温度应当比柱箱最高梯度温度高出约 20 °C，柱箱最高温度的设定取决于色谱柱类型。 |                  |                   |

\* 氢气与空气的比例应当在 8% 到 12% 之间，以便点燃火焰。

### 气体压力

如果选择最小的气源压力，可选择—个流量并从图 24 中查找其相对应的压力。设定的气源（气瓶）压力至少比使用压力高 70 kPa (10 psi)。

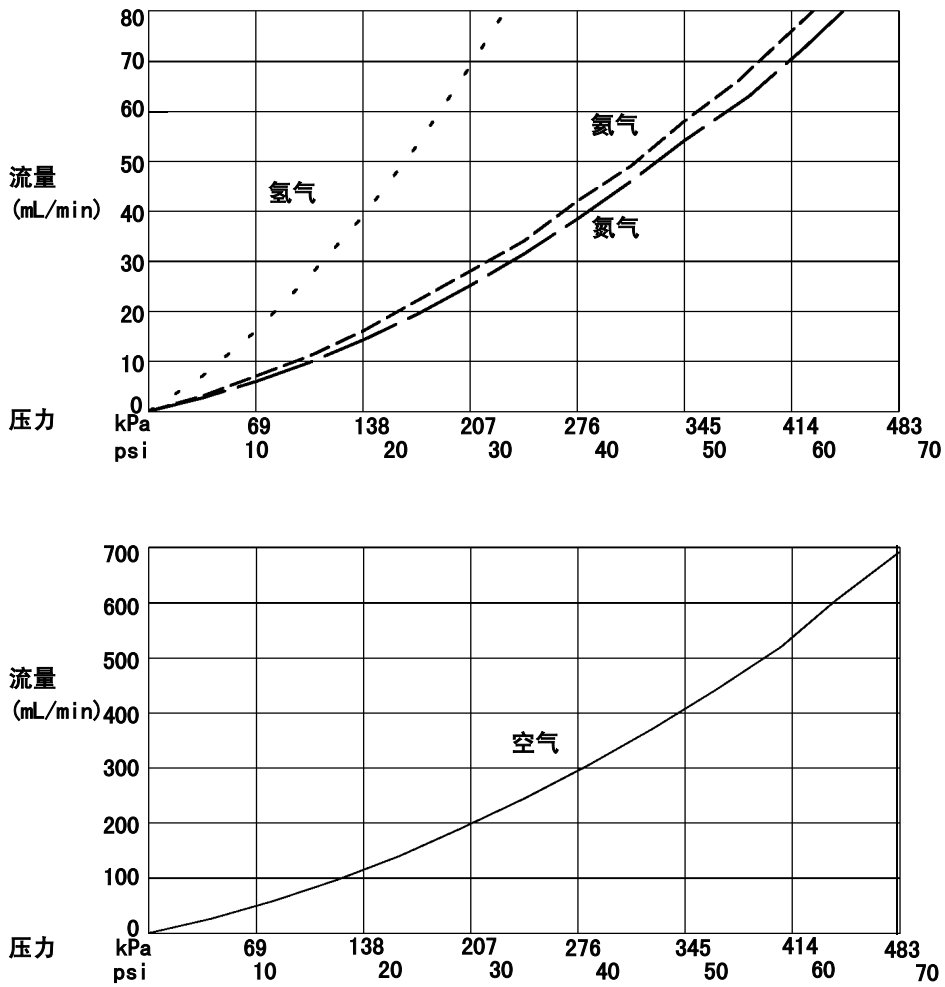


图 24 FID 气体典型的压力 / 流量关系图  
(在 25 °C 和 1 大气压下)

### 镍催化剂管

镍催化剂管附件（G4318A）用于以 FID 分析微量的 CO 和 CO<sub>2</sub>。气体样品在色谱柱上分离，并通过加热的有氢气的镍催化剂管，它把 CO 和 CO<sub>2</sub> 转化为 CH<sub>4</sub> 峰。见图 25。



图 25 镍催化剂管作用图表

表 27 列出使用镍催化剂时建议使用的起始流量

表 27 安装标准 FID

| 气体      | 流量 mL/min |
|---------|-----------|
| 载气 (氦气) | 30        |
| FID 氢气  | 30        |
| FID 空气  | 400       |

表 28 列出使用镍催化剂和 TCD/FID 串接时建议使用的起始流量。



表 28 TCD/FID 串接

| 气体       | 流量 mL/min |
|----------|-----------|
| 载气 (氦气)  | 30        |
| TCD 切换流量 | 25        |
| FID 氢气   | 45        |
| FID 空气   | 500       |

**小心**

镍催化剂管在空气中会遭到损坏。

**温度** 镍催化剂管通常固定在后进样口处，并受后进样口所设定的温度控制。对多数分析可设定如下温度：

- 镍催化剂管 375 °C
- FID 400 °C

**热导检测器**

因为 TCD 在检测过程中不会损坏样品，所以该检测器可以串接在 FID 或 ECD 上。

**妨碍检测器正常操作的条件**

有三种普通条件能够妨碍正常操作：

- 检测器的设定温度低于 150 °C
- 热丝断开或短路
- 参比气流量为零或气流关闭

**热丝钝化**

TCD 的铼 - 钨丝热丝经化学钝化，可防止氧气的损害。然而化学活性化合物（如酸和卤化物）会腐蚀热丝。热丝电阻阻值的改变，会立即使检测器灵敏度受到永久性的改变。

尽量避免使用这种化合物。如果不可避免，就要经常更换热丝。

### 载气，参比气和尾吹气

参比气和尾吹气与载气一样。

**参比气流量** 无论是毛细管柱还是填充柱都使用图 26 来选择参比气流量。图中在  $\pm 0.25$  范围内的任何比例都是适合的。

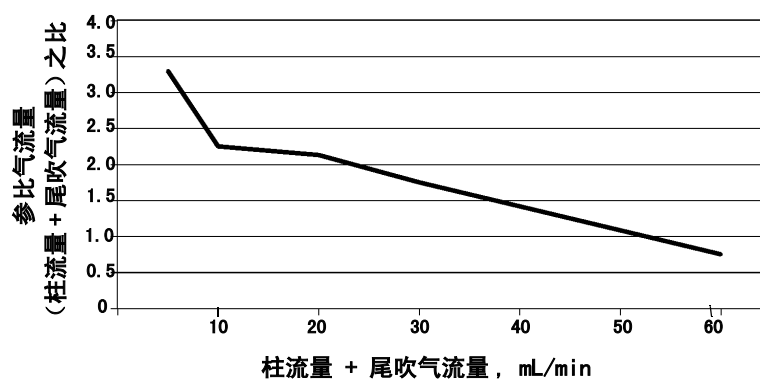


图 26 选择参比气流量

**尾吹气** 当使用填充柱时，建议使用低流量的尾吹气（2 到 3 mL/min），以获得最好的峰形。

## 选择 TCD 的流量和温度

选择 TCD 的流量和温度时可使用表 29 的数据。

**表 29** 建议使用的流量和温度

| 气体类型                            | 流量范围                                       |
|---------------------------------|--------------------------------------------|
| 载气<br>(氦气, 氩气, 氮气)              | 填充柱, 10 至 60 mL/min<br>毛细管柱, 1 至 5 mL/min  |
| 参比气<br>(与载气一样)                  | 15 到 60 mL/min<br>参见图 27 来选择一个填充柱。         |
| 毛细管尾吹气<br>(与载气一样)               | 5 至 15 mL/min – 毛细管柱<br>2 至 3 mL/min – 填充柱 |
| 检测器温度                           |                                            |
| <150 °C 不能打开热丝电源                |                                            |
| 检测器温度应比柱箱梯度的最高温度高 30 °C 到 50 °C |                                            |

**气体压力** 在图 27 中查找最小气源压力。设定气源（气瓶）压力至少比使用压力高 70 kPa (10 psi)，甚至更高。

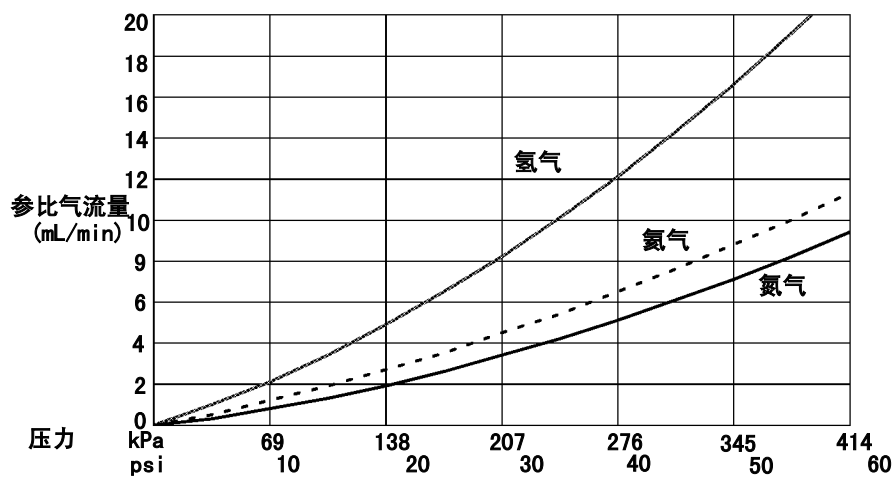
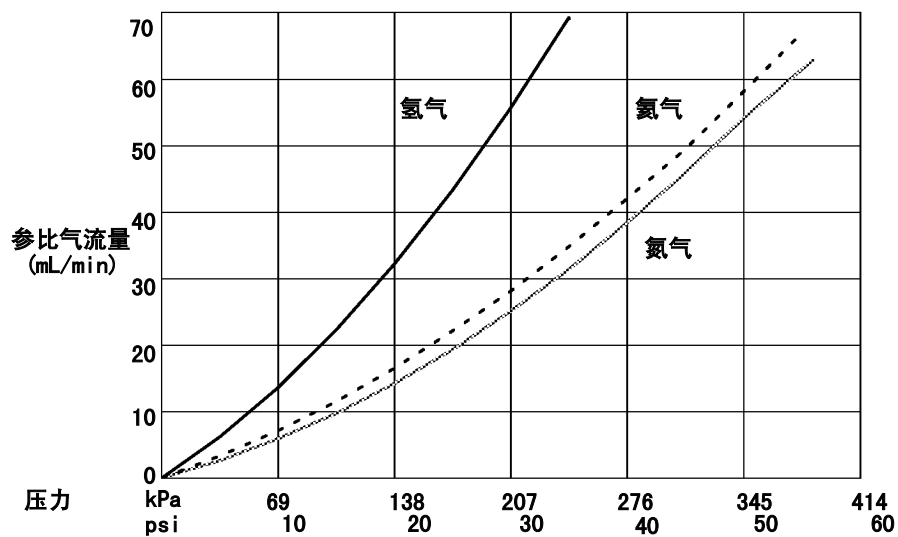


图 27 典型的压力 / 流量关系，参比气和尾吹气  
(在 25 °C 和 1 大气压下)

## 负极性

样品的导热系数高于载气时，会产生负峰。例如，用氮气或氩气 - 甲烷做载气时，氦气或氢气就出负峰。

使负峰反转，所以积分仪或安捷伦数据系统 (Cerity Chemical) 就能够测量它。可以把**负极性**（**Neg polarity**）设定为一个运行时间事件。参见第 153 页上的“[程序设定运行时间: 用运行时间事件](#)”。

## 分析氢

氢是导热系数大于氦的唯一元素。因此，在中等温度下，如果氦气中混合入少量 (<20%) 的氢气，混合气体的导热系数会小于二者中的任一个单独组分。如果用氦气做载气分析氢气，则氢气的峰可以是正峰、负峰或分裂峰。

对这一问题有两种解决方案：

- 使用氮气或氩气 - 甲烷做载气，就会避免使用氦气做载气带来的问题，但是会导致除了氢以外其它的组分的灵敏要低度。
- 在高温下使用检测器 — 从 200 °C- 300 °C。

分析已知氢浓度范围的样品时，提高检测器温度，直到氢的峰形正常，而且不管浓度如何总是以同一方向出峰（对空气或丙烷的响应，从负响应到正响应）可以找到正确的检测器操作温度，。该温度也能保证高的灵敏度和动态线性范围。

也参考第 181 页上的“[负极性](#)”。

## 电子捕获检测器

### 使用电子捕获检测器的安全措施

无论何时都要遵循下列预防措施：

- 当处理 ECD 时一定要不要饮食或吸烟。
- 处理或接近打开的 ECD 处工作时一定要带上安全防护镜。
- 穿上防护服如实验服、安全防护镜和手套，并遵守优良实验室规范。在处理 ECD 后一定要用柔性、无磨擦的清洁剂彻底洗手。
- 当不使用 ECD 时把它的进出口安上堵头。
- 把 ECD 排放出来的气体通到通风橱或排放到室外。

安捷伦科技公司建议排气管的内径等于或大于 6 mm（1/4 英寸）。

如果用该内径的管线，长度不限。

### 线性

对大多数化合物，ECD 的响应因子与浓度的关系曲线在四个数量级或更高的数量级上呈线性。您还应作一条样品的校准曲线，以得到被测物的线性范围。

### 检测器气体

ECD 使用氮气或使用氩气 / 甲烷做尾吹气和阳极吹扫气。

因为它是高灵敏度检测器，所以载气和尾吹气必须干燥和脱氧。在载气和尾吹气管线上必须安装脱水、脱氧、清除化学物质的有效捕集阱。

## 选择 ECD 的流量和温度

为了防止峰拖尾并保持检测池的清洁，检测器的设定温度必须高于柱箱的使用温度 --- 设定值应依据最后流出的化合物的洗脱温度来设定。如果在过高的温度下操作，结果不会改善，而且会增加样品和色谱柱的分解。

在选择温度和流量时，可以使用表 30 中的数据。最高气源压力不要超过 100 psi。使用最大气源压力可以获得最大的尾吹气流量。

**表 30** 操作参数

| 气体                           | 建议的流量范围                                       |
|------------------------------|-----------------------------------------------|
| 载气<br>填充柱<br>(氮气或氩气 - 甲烷)    | 30 至 60 mL/min                                |
| 毛细管柱<br>(氢气, 氮气<br>或氩气 - 甲烷) | 0.1 至 20 mL/min,<br>与直径有关                     |
| 毛细管尾吹气<br>(氮气或氩气 - 甲烷)       | 10 至 150 mL/min<br>(一般 30 至 60 mL/min)        |
| 检测器温度                        | 250 °C 至 400 °C<br>一般设定检测器的温度比柱箱梯度的最高温度高 25°C |

### 注意

- 正常情况下，载气与尾吹气一样。如果 GC 使用用户的配置，而且载气的类型与尾吹气类型不同，则尾吹气流量应至少是载气的三倍。
- 降低尾吹气流量，可提高 ECD 的灵敏度。
- 提高尾吹气流量，可加快 ECD 色谱分离速度（对快速流出的色谱峰）。

## ECD 的输出

如果想要使用 ECD 的模拟信号输出，输出范围必须设定为 10。参见第 95 页上的“设定信号”。

## 氮磷检测器 (NPD)

NPD 使样品和载气通过一个氢气 / 空气等离子体。一个叫做铷珠的加热陶瓷源刚好位于喷嘴的上方。低的氢气 / 空气比率不能维持火焰，从而最大限度地抑制了烃类化合物的离子化，而铷珠表面的碱金属离子则使含氮和含磷有机化合物的离子化更为容易。输出的电流与收集的离子数目成比例。该电流由电位计测量，并转换为数字信号传送给输出设备。

### NPD 不能工作的状态

- 如果检测器的温度低于 150°C，或者柱箱关闭，则**调整偏移量**程序将不会启动。
- 氢气或空气设定值为零

### 气体纯度

由于 NPD 灵敏度很高，故需要很高纯度的气体。我们强烈推荐对于载气和检测器用的所有气体，包括检测器氢气、空气和尾吹气，都要使用水分捕集阱和有机物捕集阱。

### 铷珠

有关铷珠的设置参数包括**调整偏移量**、**铷珠电压**和**平衡时间**。

### 调整偏移量

当您为此输入一个数值，或者按下 [ 开 ] 键以使用储存的值，铷珠便加热，并且调节铷珠电压，直到输出稳定且等于输入的值。**调整偏移量**有五个状态：

1. **检测器关闭** 当检测器关闭时，**调整偏移量**和**铷珠电压**也关闭，且显示初始**输出**值。按下 [ 配置 ] [ 前检测 ] 或 [ 配置 ] [ 后检测 ] 键。



2. **检测器开启 - 检测器温度低于 150°C** 当您输入一个**调整偏移量**或者按下 [开] 键, 显示将闪烁。
3. **检测器开启 - 等待柱箱和 / 或检测器达到设定温度并平衡** 当检测器温度超过 150°C 时, 钷珠开始加热, 同时, 柱箱和 / 或检测器将达到设定温度并平衡。
4. **检测器开启 - 在调整偏移量和平衡过程中** 当检测器和柱箱达到设定温度并平衡时, **调整偏移量**过程开始。钷珠电压升高, 直到输出值接近**调整偏移量**。平衡时间 (见下页) 开始计时。
5. **检测器开启并准备就绪** 当达到**调整偏移量**值且平衡时间已过, **调整偏移量**行显示为**关**。说明您的检测器已经准备好。

### 中断调整偏移量

用光标按下**调整偏移量**行上的 [清除] 键。这将删除调节而不关闭检测器的气体和钷珠电压。您若想在钷珠平衡时间达到之前开始分析运行, 这一功能是有用的。

### 关闭检测器

#### 小心

任何时候您如果**关闭**调整偏移量, 钷珠电压就关闭。

### 在时钟表设定调整偏移量

您可以使用时钟表功能, 在设定的时间开启**调整偏移量**。

#### 小心

不推荐您在分析运行之间进行调整偏移量。在柱箱温度达到初始设定值、系统达到热稳定之前, 柱流失和残留峰拖尾可以掩盖本来稳定的基线。这样会浪费运行之间的时间。

## 铷珠电压

**铷珠电压** 显示用于加热铷珠的电压。根据**调整偏移量**的设定，它可以是一个实际值，也可以作为设定值输入。

当输入一个**铷珠电压**设定值时，就不再使用平衡时间，因此就不能估价基线的稳定性。当自动开启功能不工作时，就使用**铷珠电压**设定值。

**铷珠电压**还可用于运行之间小的调整。如果您观察到了基线漂移，您可以输入一个小的一次性改变以补偿这一漂移，而不用等待**平衡时间**。

对于新的铷珠，典型的电压范围为 2.5 到 3.7 伏特。较高的电压值会缩短铷珠的寿命。

## 延长铷珠的寿命

- 尽可能使用低的**调整偏移量**和**铷珠电压**值。
- 分析样品要干净。
- 当不用检测器分析样品时，关闭铷珠电压。
- 保持高的检测器温度（320 至 335°C）。

- 如果 NPD 在高湿度的环境中长期处于**关闭**状态，检测器中可能聚集水。按下列步骤除去这些水：
  - 1 设定检测器温度为 100°C，并保持 30 分钟。
  - 2 设定检测器温度为 150°C，再保持 30 分钟。

避免使用含卤素和氮的有机溶剂

### 选择 NPD 的流量和温度

表 31 当选择温度和流量时，请利用表 31 的信息。

表 31 表 31 推荐的温度和流量 -NPD

| 气体                                             | 流量范围<br>(mL/min) | 建议流量<br>(mL/min) |
|------------------------------------------------|------------------|------------------|
| <b>载气</b><br>毛细管柱                              | 5-15             |                  |
| <b>检测器气体</b><br>氢气                             | 2-5              | 3-3.3            |
| 空气                                             | 55-65            | 60               |
| 柱流量 + 毛细管尾吹气                                   | 5                | 10               |
| <b>检测器温度</b>                                   |                  |                  |
| 推荐设定 325-335°C。根据色谱柱的类型不同，检测器温度应当高于柱箱程序升温最高温度。 |                  |                  |

### 气体压力

选择一个流量，找到压力值，设定气源压力高出 10 psi (70 kPa)。

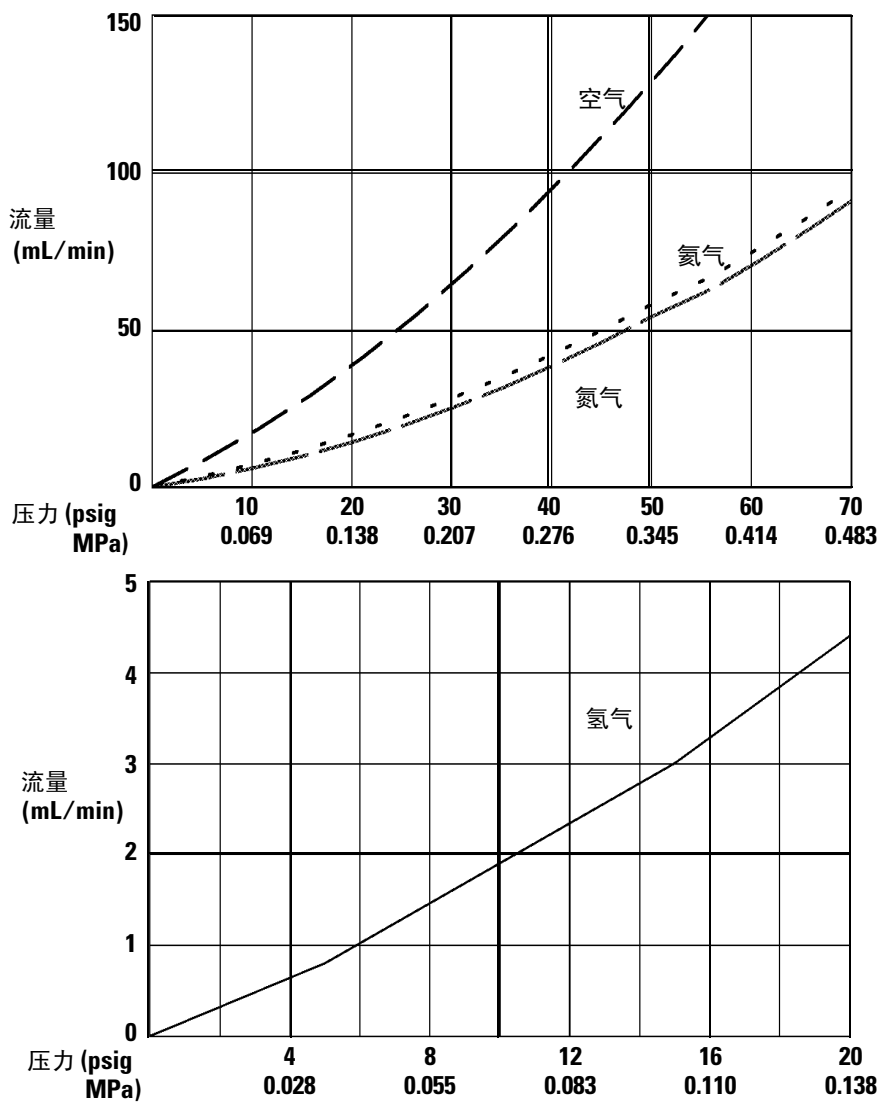


图 28 NPD 的压力 / 流量的关系 (25 °C, 1 atm)

## 阀

### 注意

6820 GC 用户信息光盘中的 GC 基本原理 手册，详细说明了阀的工作原理。

6820 GC 可在柱箱顶部的阀箱中安装有多达四个阀。当安装阀时，使用安捷伦的阀箱是首选，因为它可提供稳定的、与柱箱隔离的温度区。

## 阀的类型

6820 支持两种类型的阀：进样阀和切换阀。在您可以控制的四个阀中，只有两个可配置为进样阀（气体或液体），如果需要，所有的阀都可以配置为切换阀。

进样阀与切换阀的主要区别在于：

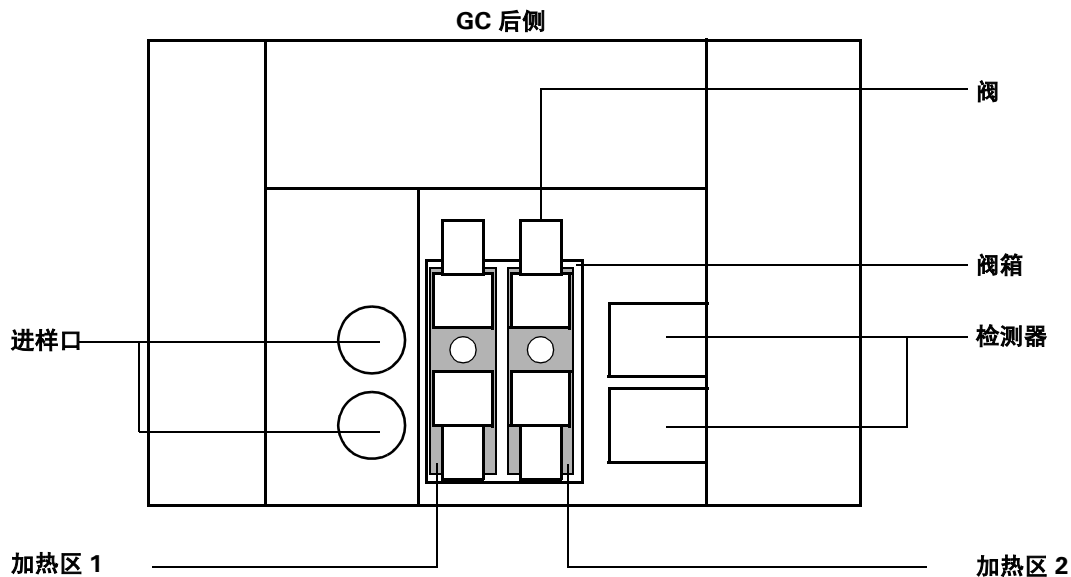
- 管路的连接
- 阀在分析过程中的作用

在分析过程，GC 与进样阀的结合与更为直接：阀的驱动与数据采集的启动相协调。另一方面，分析过程中切换阀可以在任何时候启动，不一定配合“启动”的命令。

如需了解有关阀的性能和 6820 可使用的典型阀的完整列表，请与当地安捷伦分公司联系。

## 阀箱

图 29 显示 6820 的俯视图。阀箱放在柱箱的上方、在进样口和检测器之间。打开检测器盖就可以看到它。



6820 的俯视图，检测器机盖打开

图 29 阀箱

### 加热阀

阀箱中可装多达两个加热块（图 29 中的阴影区），每个区有两个安装阀的位置。每个加热块中间的孔，是将管线穿入柱箱用。

如果使用一个或两个阀，就把它/它们装在一个加热块中。这样就可以只用一个控制通道（辅助 1 或辅助 2，使用哪一个通道取决于加热器如何布线）来进行加热。

如果不只使用 2 个阀，就必须使用辅助 1 或辅助 2 进行加热。把它们设定为同样的温度。

如需了解有关配置的信息，参见第 74 页上的“配置辅助加热区”。安捷伦建议配置阀的辅助加热区如图 29 所示。

## 通过阀的载气流量

有两种方式将阀直接连接到色谱柱上：直接，或通过分流 / 不分流进样口连接。如果是直连接，就需要一个单独的压力表控制载气的流量。如果通过分流 / 不分流进样口连接，则用进样口部件控制载气流量。

## 阀的控制

阀的驱动器是软件的设置及在 GC 上控制阀的电路。仪器有从阀 1 到阀 4 的四个驱动器。表 32 列出这些阀驱动器的控制特性。

表 32 阀驱动器的特性

| 类型  | 电压     | 功率或电流    | 用途    |
|-----|--------|----------|-------|
| 电流源 | 24 VDC | 13 watts | 气动阀控制 |

6820 上使用的典型阀是气动型。阀的制动空气连接到 GC 的管路，并启动在 GC 主印刷电路板附近安装的电磁阀，这个电路板控制每一个阀的电磁阀，电磁阀连接到每个阀的制动装置。

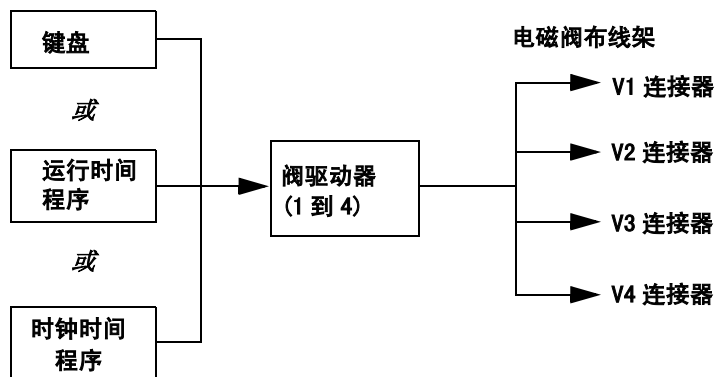


图 30 内部阀驱动器

## 为方法开发人员附加的信息

阀在阀箱中的位置和控制它的驱动器之间没有直接关系。这要取决于电磁阀是如何布线的，以及制动器是如何连接的。



## 柱箱

### 注意

6820 GC 用户信息光盘中的 GC 基本原理 手册，详细说明柱箱的工作原理并建议如何设定方法的初始值。

## 性能

表 33 列出 6820 柱箱的性能

**表 33** 6820 柱箱的性能

| 性能     | 范围                      |
|--------|-------------------------|
| 温度范围   | 室温 + 4 °C 一直到配置极限       |
| 最高温度   | 425 °C                  |
| 温度程序   | 可多达五阶                   |
| 最长运行时间 | 999.99 min              |
| 程序控温速率 | 0 - 75 °C/min, 与仪器的配置有关 |

柱箱支持两个进样口和两个检测器，和多达四个在柱箱上方加热箱中的阀，其中两个阀在柱箱里面，柱箱可以装毛细管柱或填充柱。

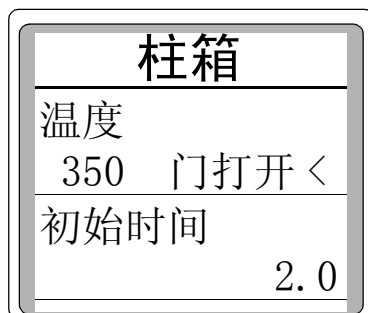


柱箱门弹簧锁

图 31 柱箱

## 安全

为了安全，在打开柱箱门时要把加热器和风扇的电源关闭，但要把设定值保存在内存中。



关闭柱箱门，柱箱恢复到正常操作。

如果柱箱在高于室温下的正常操作，不能达到或保持输入的温度设定值，GC 可能会存在问题，要关闭柱箱电源。

如需了解详细信息，请参考 Agilent 6820 GC *维护与故障排除* 手册。

## 设定温度控制程序

从初始温度到最终温度，都可以程序控制柱箱温度，一次分析可使用多达五阶温控程序运行。

单阶温度程序是从初始温度以指定的速率升温到指定的最终温度，并在最终温度再保持一段时间的过程。如图 32 所示。

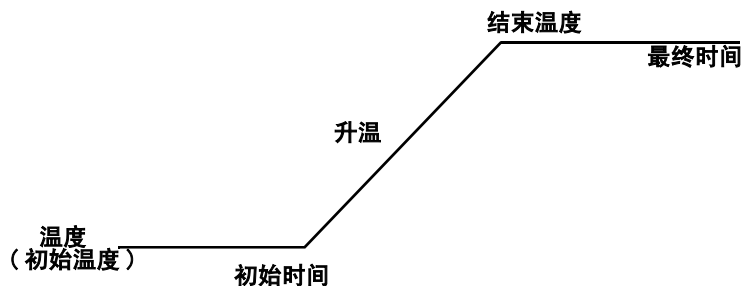


图 32 单阶

多阶温度程序与此类似。可以对柱箱从初始温度到最终温度进行程序控制，但是具有多个不同的升温速率、时间和各阶之间的温度。多阶温度程序可以升温也可以降温。

## 柱箱梯度速率

柱箱可以达到的最高速率与许多因素有关，包括室温、进样口和检测器温度、柱箱内的部件（色谱柱、阀等）以及这次分析是否是当天的第一次。表 34 列出典型的柱箱梯度速率。

**表 34** 柱箱梯度速率

| 温度范围 (°C) | 120, 220, 230 和 240 V 柱箱梯度速率 (°C/min) |
|-----------|---------------------------------------|
| 50- 70    | 75                                    |
| 70-115    | 45                                    |
| 115 -175  | 40                                    |
| 175- 300  | 30                                    |
| 300 - 425 | 20                                    |

## 信号处理

### 注意

6820 GC 用户信息光盘中的 GC 基本原理手册，详细说明了如何进行信号处理。

信号是 GC 到数据处理设备的输出，包括模拟信号或数字信号。它可以是检测器的输出，也可以是温度传感器的输出。GC 提供两个信号输出通道。

信号输出可以是模拟信号或数字信号，这取决于数据处理设备。模拟信号可以按两种速度输出：一种速率适用于 0.004 min 的最窄的峰宽（快速数据速率），另一种适用于 0.01 min 的峰宽（正常速率）。模拟信号输出的范围是 0 到 1 V。

输出到 Cerity Chemical 软件的数字信号从 0.001 到 2 min 的峰宽，有 11 种传输速率。可以在 0.001 至 2 分钟之间处理峰宽。在 Cerity Chemical 软件上可设定此速率。

## 信号类型

6820 可以将大量数据作为输出信号传送到两个通道之一。参见表 35 列出了常用的选择。

表 35 6820 的信号选择

| 信号名称                 | 说明                        |
|----------------------|---------------------------|
| <b>检测器输出信号</b>       |                           |
| 前 或 后                | 前或后检测器输出信号                |
| 前 - 柱补偿 1 或前 - 柱补偿 2 | (前检测器输出) 减去 (柱补偿曲线 1 或 2) |
| 后 - 柱补偿 1 或后 - 柱补偿 2 | (后检测器输出) 减去 (柱补偿曲线 1 或 2) |
| 前 - 后*               | (前检测器输出) 减去 (后检测器输出)      |

表 35 6820 的信号选择 (续)

| 信号名称            | 说明                       |
|-----------------|--------------------------|
| 后 - 前*          | (后检测器输出) 减去 (前检测器输出)     |
| 柱补偿 1 或 柱补偿 2   | 柱补偿曲线 1 或 2              |
| <b>非检测器输出信号</b> |                          |
| 测试谱图            | 测试输出。参见 第 203 页上的“测试谱图”。 |
| 加热信号            | 在温度传感器和读数之间选择            |
| 诊断信号            | 诊断信号。只由 Agilent 服务人员使用   |

\* 除了两个检测器型号相同，应当避免使用。

当指定检测器信号时，用 **[模式]** 键并从列出的信号类型中选择一项，或按一个键或组合键。**[前]**，**[后]**，**[-]**，**[补偿柱 1]** 和 **[补偿柱 2]** — 可以用单个键或组合键来选择。例如，要选择后检测器，按 **[后]**；要选择后检测器减去前检测器，用 **[后] [-] [后]**。

信号类型可以设定为运行时间事件。参见 第 153 页上的“程序设定运行时间：用运行时间事件”的详细说明。

## 信号值

如果信号类型是 **Front** 或 **Back**，在信号参数表上的值和检测器参数表上的输出信号一样。如果从一个信号减去另一个信号（例如 **Front - Back**），则显示的差值。您不能把信号值作为设定值输入。

当解析信号值时，要引入转换因子 — 例如，一个 **FID** 单位是一个皮安；一个 **ECD** 单位是 1 Hz。表 36 列出检测器和其它信号的单位。

表 36 信号转换

| 信号类型             | 1 个显示单位等于                           |
|------------------|-------------------------------------|
| <b>检测器:</b>      |                                     |
| FID              | 1.0 pA ( $1.0 \times 10^{-12}$ A)   |
| TCD              | 25 $\mu$ V ( $2.5 \times 10^{-5}$ ) |
| ECD              | 1 Hz                                |
| NPD              | 1.0 pA ( $1.0 \times 10^{-12}$ A)   |
| <b>非检测器温度信号:</b> |                                     |
| 诊断               | 1 $^{\circ}$ C                      |
| 诊断               | 混合, 有些没有标度                          |

### 数字数据速率

GC 能够以 11 种不同速率处理数据, 每种对应于一个最小峰宽, 表 37 列出数据速率的影响。

表 37 Certy Chemical 信号处理

| 数据速率 (Hz) | 最小峰宽 (分钟) | 相对噪音 | 检测器     | 色谱柱类型                                                                                      |     |
|-----------|-----------|------|---------|--------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 100       | 0.002     | 2.2  | FID/NPD | 毛细管                                                                                        |     |
| 50        | 0.004     | 1.6  | FID/NPD | <br>到 |     |
| 20        | 0.01      | 1    | FID/NPD |                                                                                            |     |
| 10        | 0.02      | 0.7  | FID/NPD |                                                                                            |     |
| 5         | 0.04      | 0.5  | 所有类型    |                                                                                            |     |
| 2         | 0.1       | 0.3  | 所有类型    |                                                                                            |     |
| 1         | 0.2       | 0.22 | 所有类型    |                                                                                            |     |
| 0.5       | 0.4       | 0.16 | 所有类型    |                                                                                            |     |
| 0.2       | 1.0       | 0.10 | 所有类型    |                                                                                            |     |
| 0.1       | 2.0       | 0.07 | 所有类型    |                                                                                            | 慢填充 |

在分析过程中不能改变数据速率。

在数据速率高时，相对噪音较高。数据速率加倍，峰高也加倍，而相对噪音增加 40%。在数据速率高时，虽然噪音增加了，但是信-噪比要好一些。

只有在原始速率过低时，才会产生这种效果，但速率太低，会导致峰展宽，使分离度降低。建议选择数据速率和峰宽之乘积约为 10 到 20，以秒为单位。

图 33 是相对噪音与数据速率之间的关系曲线。数据速率降低，噪音也降低，直到数据速率降到在 5 Hz 左右。当进样速度低时，其他因素（如加热噪音）会增加噪音水平。

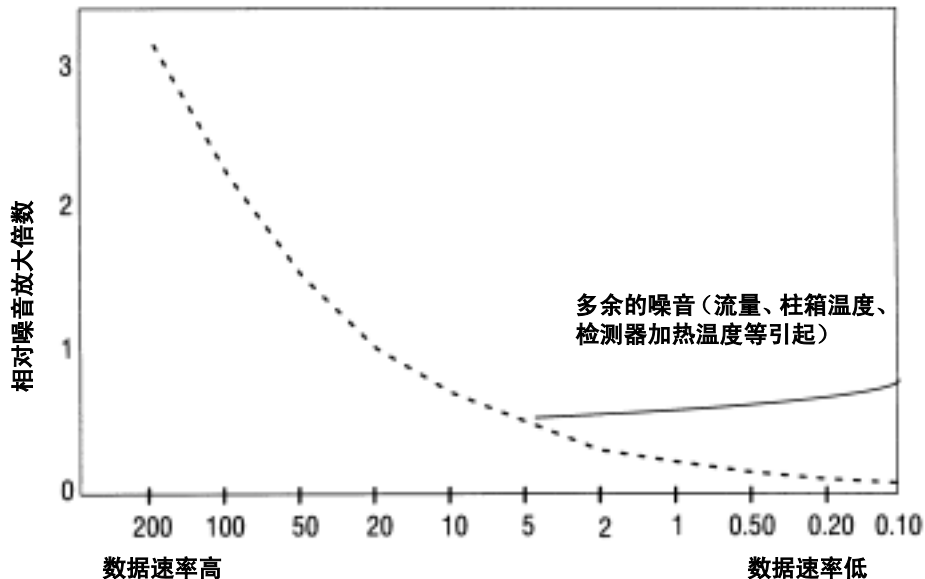


图 33 噪音和数据速率之间的关系



## 柱补偿

在平坦基线上对峰的积分要比在上升基线上积分更准确、重现性更好。柱补偿可以校正程序升温过程中基线的升高。不用注射样品的空白分析可以得到柱补偿曲线。把这个结果存储起来，从实际样品分析的结果中减去柱补偿曲线就得到平坦的基线。图 34 说明这一概念。

在柱补偿中所有的条件必须和分析实际样品的一致。必须使用同样的检测器和色谱柱，在同样的柱温和流量下进行操作。可以把两个基线曲线储存起来（存为 [柱补偿 1] 和 [柱补偿 2]）。

由于 GC 是点对点进行减法处理，所以保留时间的变化（例如，色谱柱老化或流量改变）会导致意外的结果。

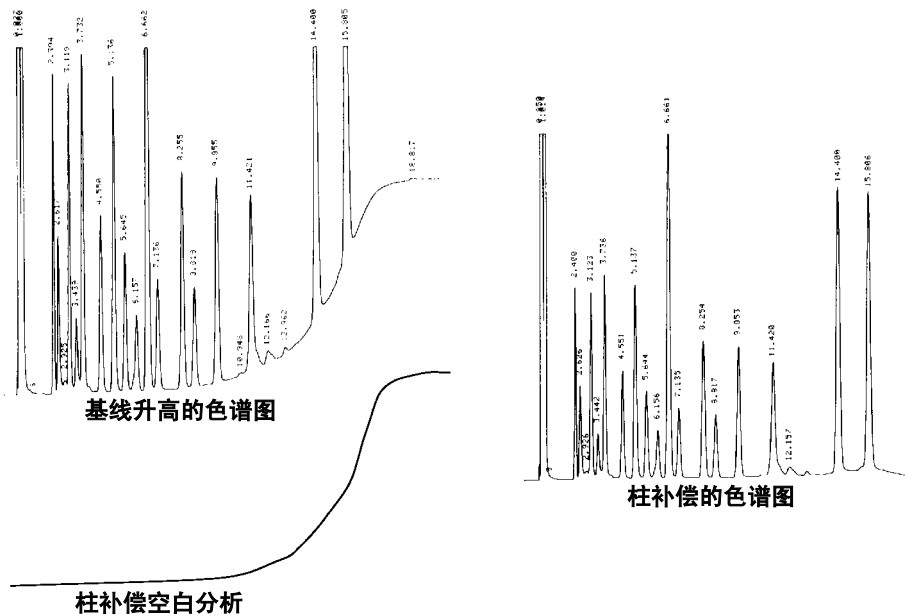


图 34 柱补偿

## 模拟信号输出设定—零点和范围

如果使用模拟信号记录仪，可能需要把调节信号到能更有效的范围。用参数**零点**和**量程**完成此任务。

### 模拟零点（Analog zero）

用它来修正基线。一般用于校正因操作阀时引起的基线漂移。在回零以后，模拟输出信号等于参数表的**数值（Value）**行减去**零点（Zero）**的设定值。

**零点（Zero）**可以设定为运行时间事件。详细内容请参考第 153 页上的“[程序设定运行时间：用运行时间事件](#)”。

### 模拟范围（Analog Range）

**量程（Range）**也指增益、缩放比例或规格。它衡量从检测器到模拟信号电路的数据，以免使电路（箝位电路）过载。

如果一个色谱图如同图 35 中的 A 或 B，这些数据就需要进行缩放（如在 C 中），所以在图中能看到所有的峰。

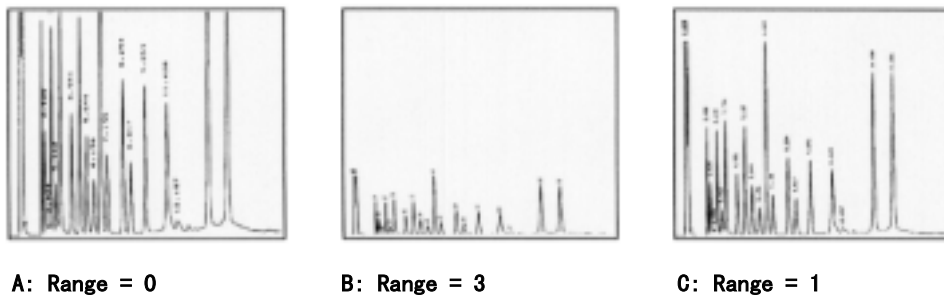


图 35 范围的设定值对色谱图的影响

有效的设定值是从 0 到 13 并代表  $2^0$  (1) 到  $2^{13}$ (8192)。设定值改变 1，色谱峰宽要乘以 2。图 35 的色谱图说明了这个问题。使用最小的可能数值使积分误差降到最低。

对模拟输出为 0 到 1 mV:

$$\text{One display unit} = \frac{1 \text{ mV}}{2^{\text{Range}}}$$

一些检测器的有效范围设定值有一定的限定。表 38 列出检测器有效范围的设定值。

**表 38** 检测器有效范围设定值

| 检测器 | 有效范围的设定值 (2 <sup>x</sup> ) |
|-----|----------------------------|
| FID | 0 到 13                     |
| TCD | 0 到 6                      |
| ECD | 0 到 6                      |
| NPD | 0 到 13                     |

范围可以由运行时间程序设定，参考第 153 页上的“程序设定运行时间：用运行时间事件”。

## 测试谱图

测试谱图(见图 36)是内部生成的“色谱图”，它可以被指定到信号输出通道。测试谱图包括三个基线分离的重复峰。最大的峰面积约为 1 Volt-s，中间的峰是最大峰的十分之一，最小峰是最大峰的百分之一。

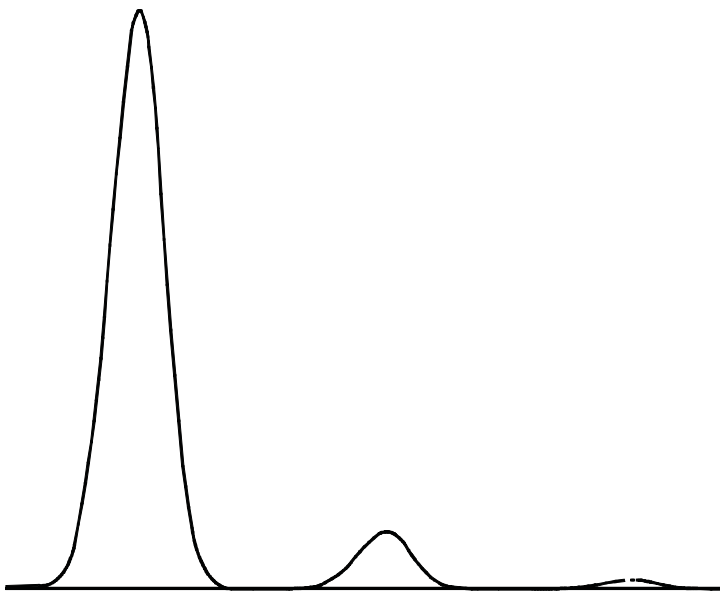


图 36 测试图谱

**测试图谱** 能够验证外部数据处理设备的操作，不必重复进行色谱分析。它也可以作为一个稳定的信号来比较从不同数据处理设备得到的结果。

## 基线漂移的数字信号处理

一些运行时间的操作（如改变信号的任务或切换阀）会使信号基线位置变化很大。这将造成外部设备信号处理的复杂化。GC 提供两种运行表命令来解决这类问题 — 参见第 153 页上的“[程序设定运行时间：用运行时间事件](#)”。

**信号值存储**  
**信号零点值**

在命令之后存储信号值。  
从现有信号值中减去存储的数值，形成一个新的零值，并以此零值用于将来的基线值。

在接近基线漂移事件时使用这些命令，并使新的基线回到前面的基线水平，如图 37 所示。**Store sig val**（信号值存储）事件必须在基线漂移事件之前发生，而 **Sig zero -value**（信号零点值）事件必须在基线改变稳定之后发生。

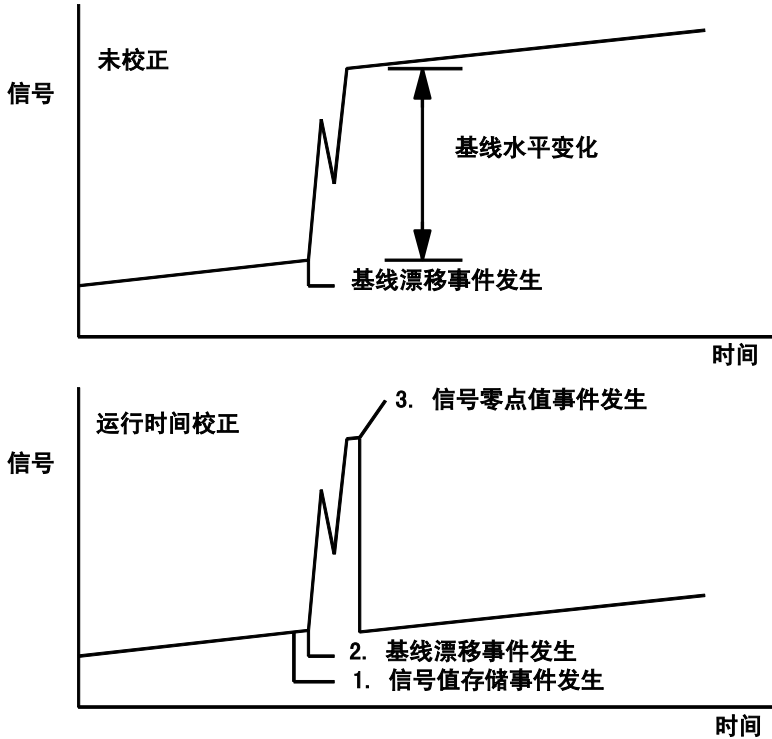


图 37 以数字信号校正基线漂移

## 仪器备件

### 注意

在 6820 GC 用户信息光盘中的 *维护与故障排除及服务* 手册中包括仪器备件的详细信息。

为仪器的气体和化学捕集阱使用高品质的备件，是有助于保证优良性能的简单方法。

## 气体

要始终使用色谱纯的载气 (99.9995% 纯度)。参见表 39。输入脏的气体是造成污染常见原因。

表 39 建议气体的纯度

| 载气和毛细管尾吹气 |          |
|-----------|----------|
| 氦气        | 99.9995% |
| 氮气        | 99.9995% |
| 氢气        | 99.9995% |
| 氩气 / 甲烷   | 99.9995% |
| 检测器辅助气    |          |
| 氢气        | 99.9995% |
| 空气 (干燥)   | 零级或更好    |

## 捕集阱

用捕集阱去除气源中的微量杂质。表 40 列出一些常见的安捷伦捕集阱。

表 40 安捷伦 1/8 英寸的捕集阱订购信息

| 项目                | 部件号       |
|-------------------|-----------|
| S 形干燥管, 未老化       | 5060-9077 |
| S 形干燥管, 老化        | 5060-9084 |
| S 形干燥管, 可重新填装     | BMT-2     |
| 活性炭捕集阱            | 5060-9096 |
| 脱氧管               | OT1-2     |
| 脱氧管, 有指示剂         | IOT-2-HP  |
| S 形烃类捕集阱, 40/60 目 | 5060-9096 |
| 烃类捕集阱, 200 cc     | HT200-2   |
| HT200-2, 可重新填装    | ACR       |
| 5 A 分子筛           | GMSR      |

有关安装说明, 参见 6820 入门手册。

## 有关消耗品和更换部件的详细信息

表 41 安捷伦 6820 系列气相色谱仪消耗品和备件

| 说明                               | 部件号       |
|----------------------------------|-----------|
| 通用备件                             |           |
| 手动注射器, 带推杆保护的 10 $\mu$ l 固定针头注射器 | 5182-3499 |
| 0.53 或 0.45mm 毛细管柱用石墨垫圈 (10/ 包)  | 5080-8773 |
| 0.1 至 0.32mm 毛细管柱用石墨垫圈 (10/ 包)   | 5080-8853 |
| 毛细管柱螺帽 (2/ 包)                    | 5181-8830 |
| 色谱柱切割器陶瓷片 (4/ 包)                 | 5181-8836 |

**表 41** 安捷伦 6820 系列气相色谱仪消耗品和备件（续）

| 说明                                | 部件号         |
|-----------------------------------|-------------|
| <b>分流 / 不分流进样口备件</b>              |             |
| 高级绿色进样口隔垫, 11mm (50/包)            | 5183-4759   |
| 衬管, 不分流, 单锥形, 无玻璃毛, 脱活处理          | 5181-3316   |
| 直通型衬管, 分流, 带玻璃毛, 未脱活处理            | 19251-60540 |
| 1/4 英寸 Viton O 形圈 (12/包)          | 5180-4182   |
| 镀金进样口密封垫                          | 18740-20885 |
| 不锈钢进样口密封垫                         | 18740-20880 |
| 隔垫固定螺帽                            | 18740-60835 |
| <b>火焰离子化检测器备件 (每项均为一件)</b>        |             |
| 收集极螺帽                             | 19231-20940 |
| 喷嘴, 0.53mm 0.011 英寸 /0.29mm 内径的喷嘴 | G1531-80560 |
| 喷嘴, 可连接毛细管柱的连接头 (0.29mm 内径的喷嘴)    | 19244-80560 |
| 喷嘴, 可连接填充柱的连接头 (0.46mm 内径的喷嘴)     | 18710-20119 |
| 喷嘴, 填充大口径柱 (用于高流失情况)              | 18789-80070 |
| FID 流量测定插管                        | 19301-60660 |
| FID 清洗工具箱, 包括有铰刀, 小刷子和把手          | 9301-0985   |
| <b>热导检测器备件</b>                    |             |
| TCD 更换组件                          | 19232-60676 |
| TCD 毛细管柱接头密封垫                     | 18740-20950 |
| 用于玻璃和毛细管柱的 TCD 色谱柱接头              | 18740-20960 |
| <b>氮磷检测器备件</b>                    |             |
| NPD "C" 形底部金属密封圈                  | 0905-1284   |
| NPD "C" 形上部金属密封圈                  | 0905-2580   |
| NPD 上部绝缘环                         | G1534-40020 |
| NPD 下部绝缘环                         | G1534-40030 |



表 41 安捷伦 6820 系列气相色谱仪消耗品和备件 (续)

| 说明                         | 部件号         |
|----------------------------|-------------|
| NPD 白色铷珠                   | G1534-60570 |
| NPD 黑色铷珠                   | 5183-2007   |
| NPD 流量测定用插管                | G1534-60640 |
| <b>气体管理</b>                |             |
| 流量计, 100ml                 | 0101-0113   |
| Snoop, 8oz, 测漏液            | 9300-0311   |
| 脱氧管 / 干燥管, 1/8 英寸          | OT3-2       |
| 玻璃干燥管, 13x4A 1/8 英寸, 70ml  | GMT-2GC-HP  |
| 玻璃干燥管, 13x4A 1/8 英寸, 100ml | GMT-2-HP    |
| 脱氧管, 1/8 英寸接头              | OT1-2       |
| 脱氧管, 带指示 1/8 英寸接头          | IOT-2-HP    |
| 整合式通用捕集阱, 1/8 英寸接头, 氦      | RMSH-2      |

如需各种 GC 零备件的详细信息, 请参考安捷伦消耗品手册或访问安捷伦的网站 [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)。

## 为方法开发人员附加的信息

## A

安全说明, 对氢气, 24  
安全, ECD, 28, 182

## B

帮助键, 51  
编辑方法, 67  
补偿  
  绘制曲线, 97  
  建立曲线, 95  
  色谱柱, 201  
步骤  
  编辑  
    存储方法, 67  
    时钟表事件, 145  
    运行表事件, 156  
  程序设定  
    单阶柱箱温度, 79  
    多阶柱箱温度, 80  
    恒温柱箱, 79  
    时钟表事件, 144  
    运行表事件, 155  
  存储方法, 64  
  调用  
    默认参数, 158  
    默认方法, 66  
  绘制柱补偿曲线, 97  
  建立一个柱补偿曲线, 95  
  控制阀从键盘, 89  
  配置  
    阀, 74  
    设定值状态表, 75  
  删除  
    存储方法, 67  
    时钟表事件, 146  
    运行表事件, 157  
  使用  
    秒表, 56  
    柱补偿, 97  
  添加事件  
    时钟表, 145

运行表, 156  
自动预运行, 77

## C

Cerity Chemical  
  方法, 定义, 18  
  参比气, TCD, 126  
  参比气, TCD 流量, 178  
  参数  
    进样口, 167  
    默认, 158  
  测定计, 测流量计, 131  
  测试图, 203  
  衬管, 分流 / 不分流进样口, 选择, 167  
  程序设定  
    分析时间, 153, 155  
    时钟表事件, 145  
    时钟时间, 144, 145  
    柱箱温度, 195  
  初始温度指示灯, 46  
  初始温度, 柱箱, 78  
  吹扫填充柱进样口  
    参数, 81  
    流量范围, 168  
    流量, 设定值, 121  
    气源压力, 168  
  存储方法, 64  
  错误, 44

## D

单个柱补偿, 201  
单击, 键, 59  
氮磷检测器  
  调整偏移量, 184  
  停止, 185  
  关闭, 185  
  关闭氢气, 186  
  平衡时间, 87  
  铷珠, 184

  电压, 186  
  电子捕获检测器  
    安全, 28, 182  
    辅助气, 127  
    气体, 182  
    设定流量, 127  
    线性, 182  
    阳极吹扫气, 127  
  调用  
    默认参数, 158  
    默认方法, 66  
  调用键, 63

## E

ECD, 参见 电子捕获检测器

## F

阀  
  箱, 189  
  阀 # 键, 63  
  FID, 参见 火焰离子化检测器  
  范围, 模拟输出, 202  
  方法  
    保存, 64  
    编辑, 67  
    不匹配, 159  
    调用默认, 66  
    定义, 148  
    删除, 67  
  方法键, 63  
  方法, 定义, 18  
  分流 / 不分流进样口, 167  
  参数, 81  
  进样口, 167  
  流量, 设定, 117

## 索引

分析时间  
  编辑事件, 156  
  程序设定, 155  
  删除事件, 157  
  添加事件, 156  
  总量, 80  
  最大, 80  
蜂鸣声, 43, 59  
辅助 # 键, 49  
辅助气 ECD, 127  
辅助气 FID, 124  
辅助气, TCD, 125

## G

光标, 41  
滚动, 41

## H

恒温柱箱, 79  
后进样键, 49  
后进样口键, 49  
火焰离子化检测器, 172  
  辅助气, 124  
  静电计, 83, 84  
  空气流量, 124  
  快速出峰, 94  
  氢气, 123  
  设定流量, 123  
  数据速率, 94  
  压力和流量, 175

## J

极性, TCD, 181  
检测器概述, 170  
检测器, 设定参数, 83  
键单击, 59  
键盘, 47  
  锁定, 59  
结束键, 48  
进样口, 概述, 166  
进样口, 吹扫填充  
  流量范围, 168

进样口, 吹扫填充柱  
  气源压力, 168  
  设定流量, 121  
进样口, 分流 / 不分流  
  衬管选择, 167  
  模式, 167  
  设定流量, 117  
静电电荷 (ESD), 22  
电位计  
  电子捕获检测器, 83  
  FID, 84  
警告, 安全, 22

## K

开始命令, 21  
空气, FID, 124  
快速出峰, 94

## L

零, 模拟, 202  
流量键, 49  
流量, 测定计, 131  
流量, 设定值, 116  
  吹扫填充柱进样口, 121  
  ECD, 127  
  FID, 123  
  分流 / 不分流进样口, 117  
  TCD, 125  
流量, 转接口, 130

## M

门, 柱箱, 39  
秒表, 56  
命令, 开始, 21  
模拟零, 202  
模拟输出范围, 202  
默认参数, 158  
默认方法, 66  
模式键, 61

## P

配置  
  设定值状态表, 75  
  仪器, 59  
  柱箱, 72  
配置键, 59  
平衡时间  
  氮磷检测器, 87  
平衡时间, 柱箱, 73

## Q

气体纯度, 与 ECD 性能, 182  
气体进样阀, 91  
气体, 氢气, 安全, 162  
气体, 尾吹, 定义, 172  
前检测 key, 49  
前检测键, 49  
前进样键, 49  
氢  
  分析, 181  
  流量 (FID), 123  
清除键, 62

## R

热导检测器  
  参比气流量, 178  
  参比气, 设定值, 126  
  负极, 181  
  辅助气, 125  
  流量和压力, 180  
  氢分析, 181  
  设定流量, 125  
  尾吹气, 178  
  载气, 178  
铷珠  
  氮磷检测器, 184  
  电压, 186

## S

色谱柱  
 补偿, 201  
   补偿曲线, 95  
   补偿, 进行分析, 97  
 删除方法, 67  
 删除键, 62  
 设定流量  
   吹扫填充柱进样口, 121  
   ECD, 127  
   FID, 123  
   TCD, 125  
 设定值, 43  
   辅助加热区, 93  
   检测器, 83  
   进样口, 81  
   由 Certity Chemical 提供, 21  
   柱箱, 78  
 升温指示灯, 46  
 实际值, 43  
 时间键, 54  
 时钟表  
   键, 63  
   指示灯, 46  
 时钟时间  
   编辑事件, 145  
   程序设定, 144, 145  
   删除事件, 146  
   添加事件, 145  
 输出  
   定义, 197  
   模拟, 202  
   数字速率, 199  
   信号类型, 197  
 数据速率, 快速出峰, 94  
 数据系统, 定义, 18  
 数据系统, 定义, 18  
 数值  
   加热配置, 190  
   控制, 89  
   气体进样, 参数, 91  
   色谱柱选择, 90  
   设定值, 43  
   实际, 43

速率, 柱箱梯度, 196  
 锁定, 键盘, 59

## T

TCD, 参见 热导检测器  
 梯度, 信号, 柱箱, 79  
 提示, 44  
 停止键, 48  
 通讯, 选项, 59

## W

尾吹气, 定义, 172  
 未就绪指示灯, 46  
 温度  
   程序控制的, 195  
   ECD 设定值, 83  
   FID 设定值, 85  
   辅助加热区设定值, 93  
   恒温, 79  
   进样口设定值, 81  
   TCD 设定值, 86  
   柱箱最高, 72  
 温度键, 49  
 温度, 柱箱设定值, 78  
 温阶 # 键, 50  
 温阶, 多级, 柱箱, 80

## X

显示, 41  
   闪烁, 42  
   指示灯, 46  
 线性, ECD, 182  
 小心提示信息, 44  
 校准选项, 59  
 信号  
   存储数字信号, 205  
   分流 / 不分流进样口, 117  
   快速出峰, 95  
   类型, 197  
   模拟, 202  
   数值, 198  
   选择输出信号, 94

信号 n 键, 49  
 星号, 在 GC 显示屏上, 41  
 选项键, 58

## Y

阳极吹扫气, ECD, 127  
 遥控指示灯, 46  
 预运行指示灯, 46  
 预运行, 键, 48  
 运行表键, 63  
 运行记录键, 56  
 运行指示灯, 46  
 运行, 定义, 18

## Z

皂膜流量计, 131  
 诊断, 选项, 59  
 柱补偿 n 键, 49  
 柱箱  
   安全, 194  
   恒温, 79  
   快速, 196  
   配置, 72  
   平衡时间, 73  
   温度, 设定值, 78  
   性能指标, 193  
   最高温度, 72  
 柱箱键, 49  
 柱箱门, 打开, 39  
 转接口, 测定流量用, 130  
 状态表, 52  
 状态键, 52, 63  
 最终时间, 柱箱, 78  
 最终温度  
   指示灯, 46  
   柱箱, 78







安捷伦科技公司 ©  
2004 年 2 月 中国印刷



G1176-97014