

Agilent 6890N GC

(For Chemstation B02.01)

现场培训教材

安捷伦科技有限公司
化学分析仪器部

一、 培训目的:

- 基本了解 6890N 硬件操作。
- 掌握化学工作站的开机, 关机, 参数设定, 学会数据采集, 数据分析的基本操作。

二、 培训准备:

1、 仪器设备: Agilent 6890N GC

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

2、 气体准备:

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

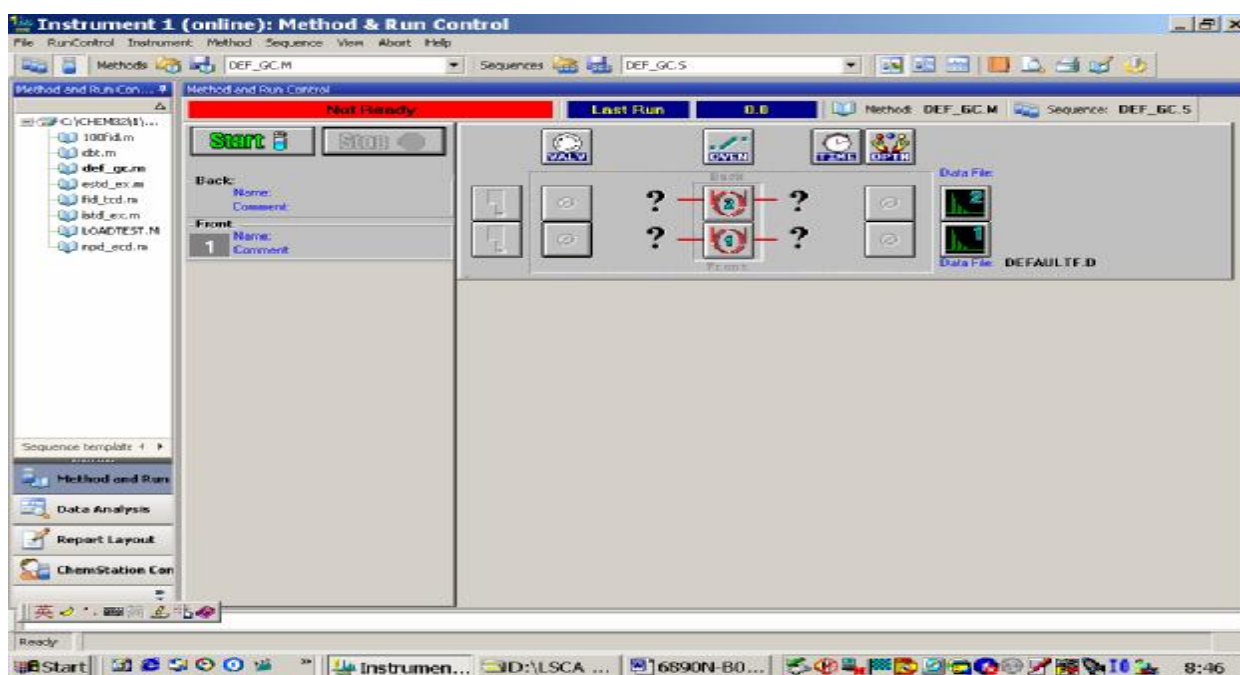


6890N/GC 化学工作站

基本操作步骤:

(一)、开机:

- 1、打开气源（按相应的所需气体）。
- 2、打开计算机，进入 Windows 2000（或 Windows XP）画面。
- 3、打开 6890N GC 电源开关。(6890N 的 IP 地址已通过其键盘提前输入进 6890N)
- 4、待仪器自检完毕，双击“**Instrument 1 Online**”图标，化学工作站自动与 6890N 通讯，此时 6890N 显示屏上显示“**Loading.....**”。进入的工作站界面如下图：

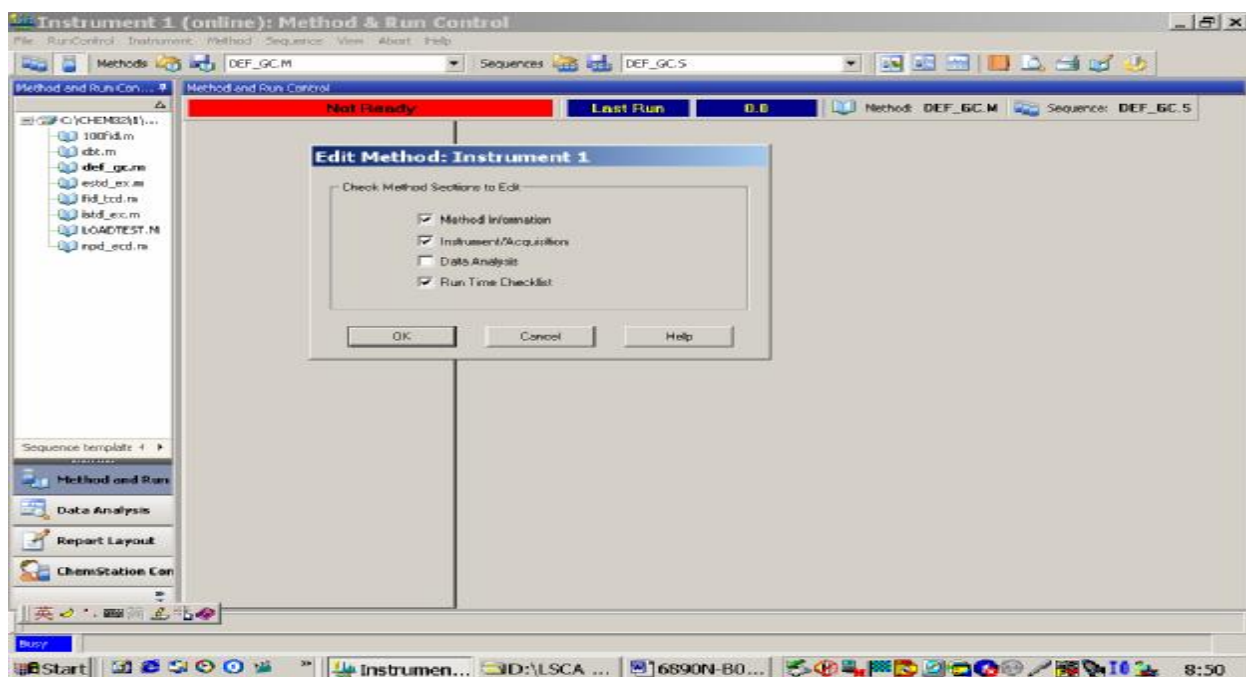


- 5、从“View”菜单中选择“Method and run control”画面，点击“**Instrument diagram**”，“**Sampling Diagram**”，使其命令前有“√”标志，来调用所需的界面。

(二) 数据采集方法编辑:

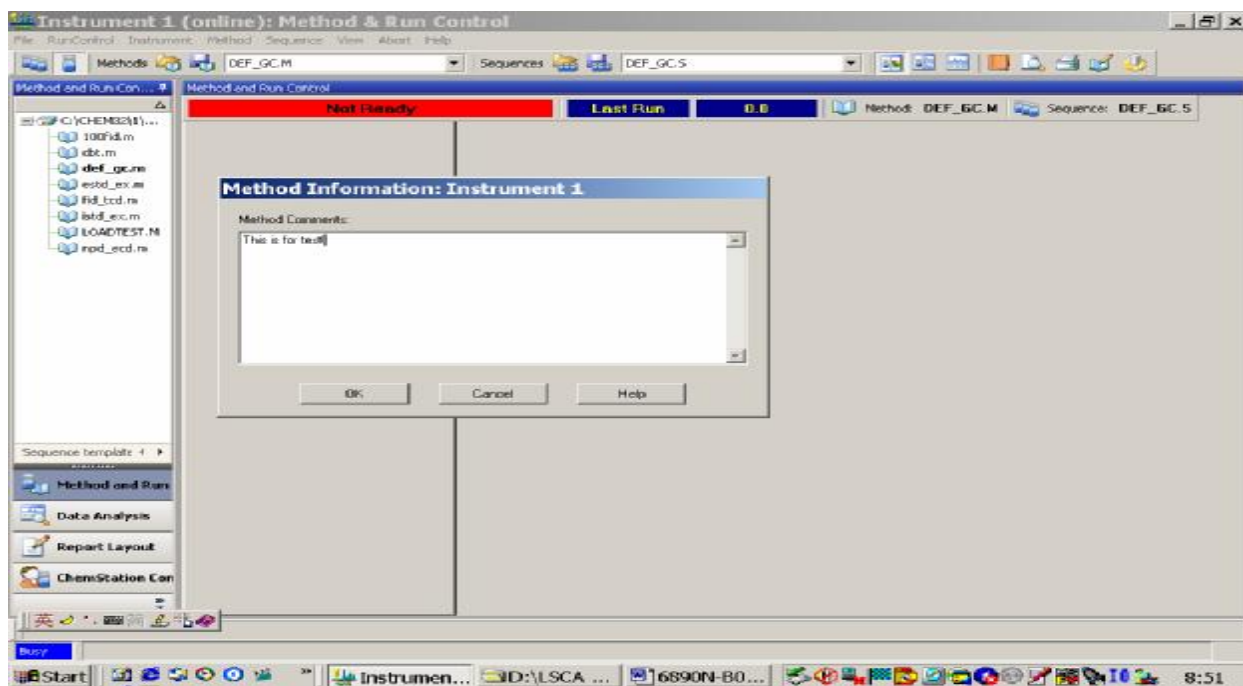
1. 开始编辑完整方法:

从“Method”菜单中选择“**Edit Entire Method**”项，如下图所示，选中除“**Data Analysis**”外的三项，点击“**OK**”，进入下一画面。



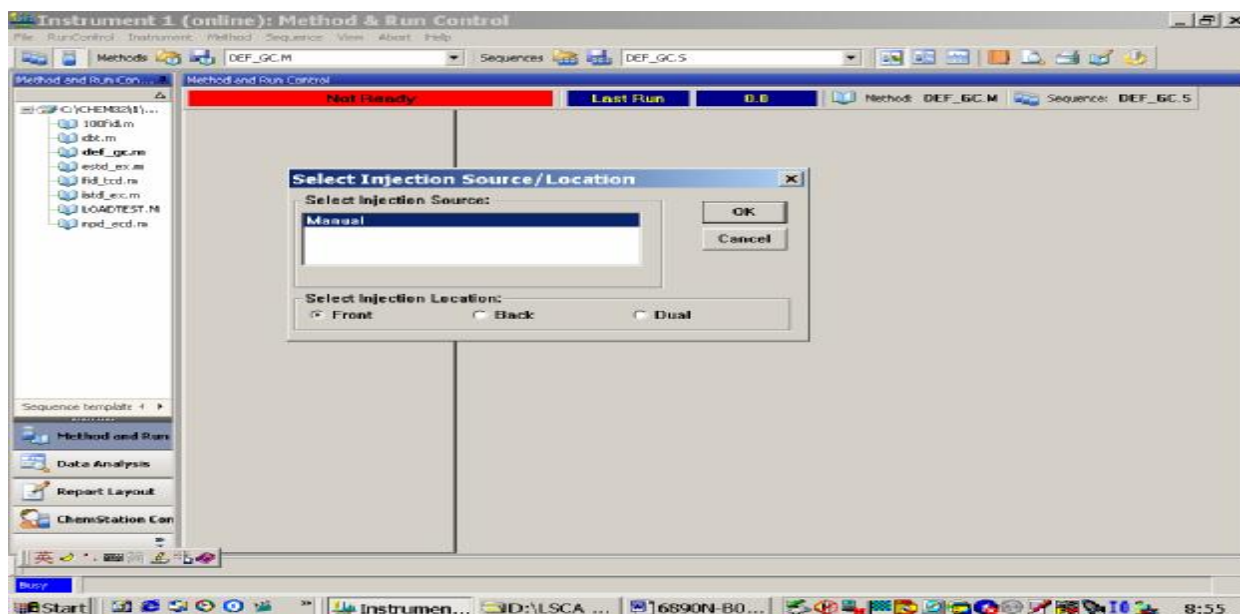
2. 方法信息:

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



3. 进样器设置:

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



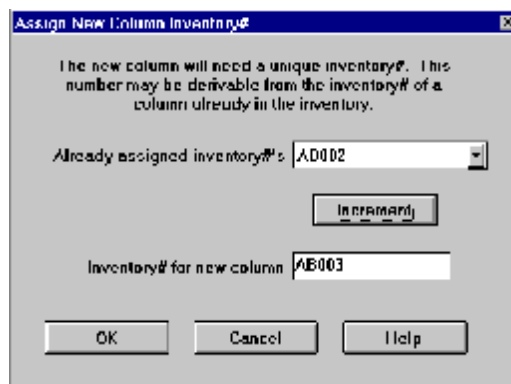
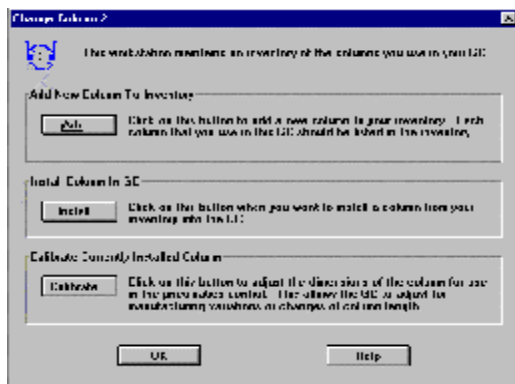
- 如果使用自动液体进样器, 则选择“GC Injector”。
- 点击“Ok”, 进入下一画面。

4. 柱参数设定:

- 如下图, 点击“Columns”图标, 进入柱参数设定画面, 在“Columns”下方选择 1 或 2, 然后点击“Change...”钮。

Pressure	kPa/min	Next kPa	Hold min	Run Time
Initial		136	0.00	27.67
Ramp 1	0.00	0	0.00	
Ramp 2	0.00	0	0.00	
Ramp 3	0.00	0	0.00	
Post Run			0.00	27.67

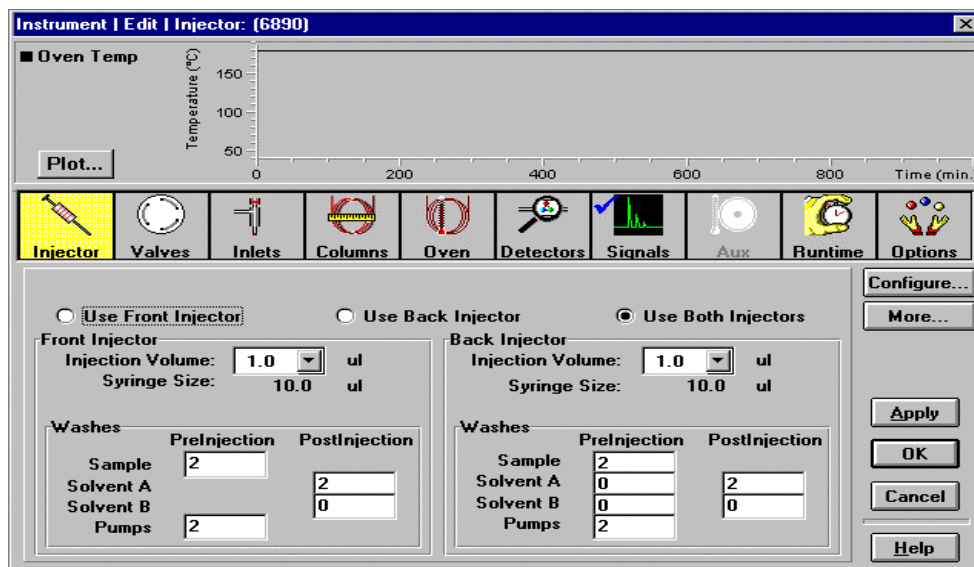
- 点击“Add”按钮，点击“Increment”按钮，点击“Ok”，从柱子库中选择您的柱子，则该柱子的最大耐高温及液膜厚度显示在窗口下方，点击“Ok”，点击“Install as column 1”或“Install as column 2”。（填充柱不定义）



- **Mode**—选择合适的模式，恒压或恒流； **Inlet**—柱连接进样口的物理位置； **Detector**--柱连接检测器的物理位置； **Outlet Psi**—选择 Ambient（连 MSD 则为真空）。
- 选择合适的柱头压、流速、线速度（三者只输一个即可）。点击“Apply”按钮。

5. 进样器参数设定:

- 点击“Injector”图标，进入进样器参数设定画面。选中进样器的位置（如“Use Front Injector”，进样体积（如 1ul）
- **Pre injection**—进样前， **Post injection**-进样后； **Sample**—用样品洗针次数； **Solvent A**—溶剂 A 洗针的次数； **Solvent B**—溶剂 B 洗针的次数； **Pumps**—赶气泡抽吸的次数，5-6 次左右即可。
- 点击“Apply”按钮。

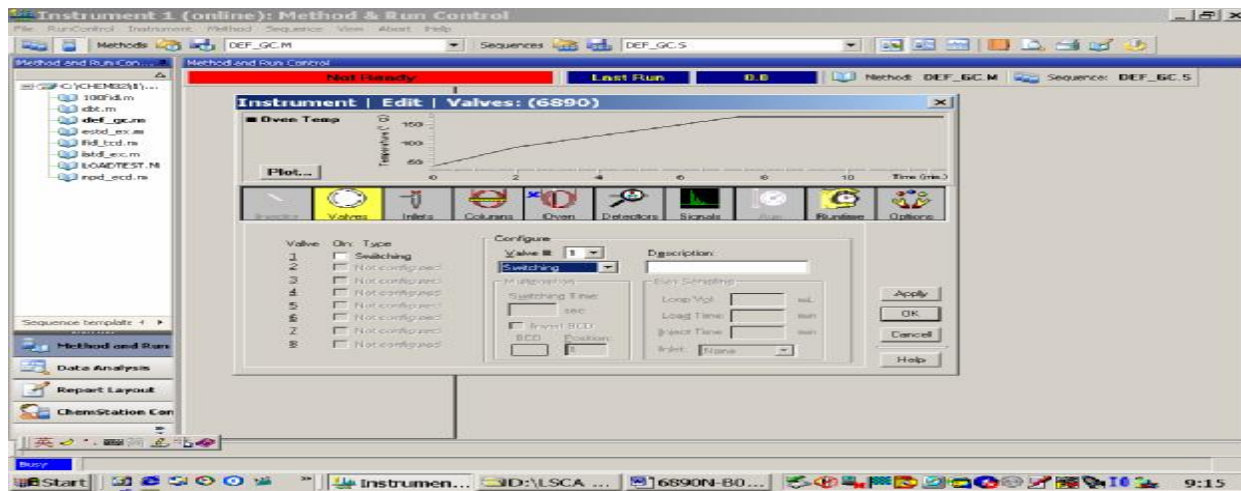


*** 若进样塔由一进样口改为另一进样口,操作步骤:

- 1、按关机步骤关闭 6890N 电源。
- 2、将进样塔移到所需进样口。将进样塔连线插到 6890N 后部相应的位置 (Front/Back)。
- 3、开 6890N 电源重新识别自动液体进样器。

6、阀参数设定:

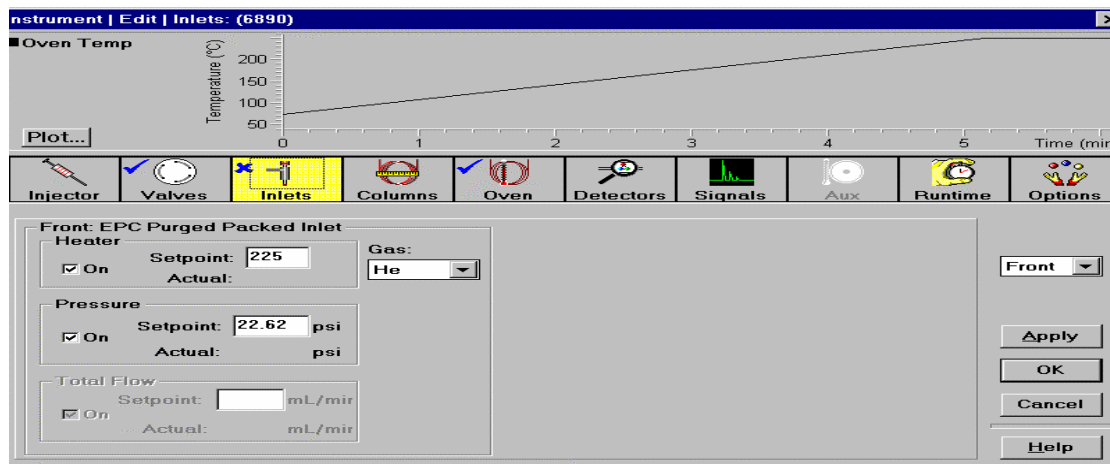
- 点击“valve”图标, 进入阀设定画面。



- 若阀用于气体进样, 在 Configure 区域选择阀号, 并选择类型为“Swiching”, 点击“Apply”按钮。(仪器上有几个阀就选几个, 与 Time Table 配合使用进行阀进样)。

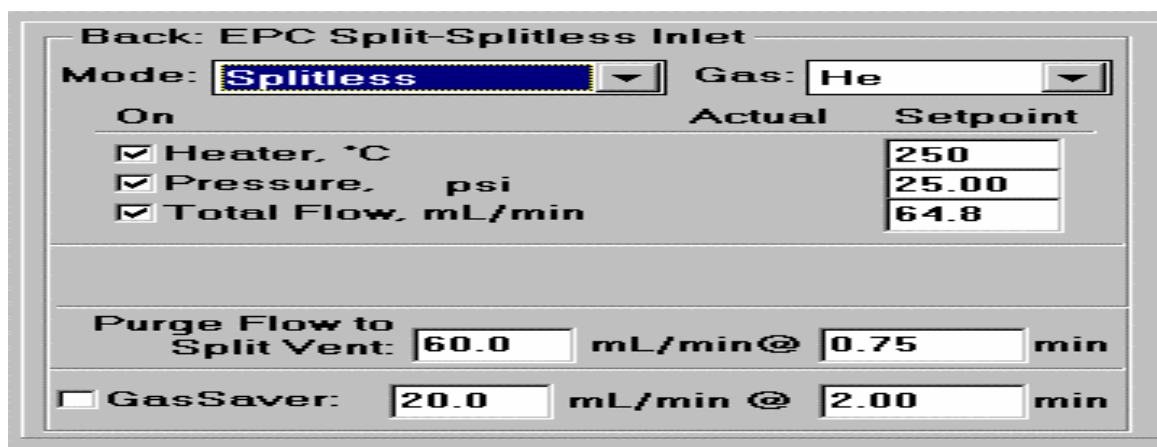
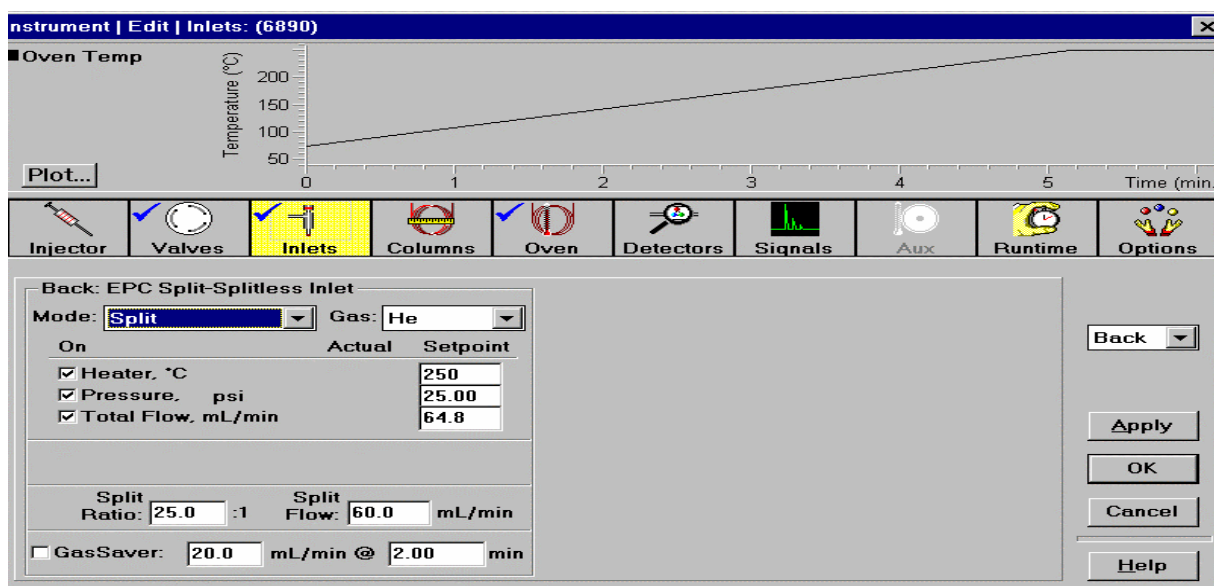
7、填充柱进样口参数设定:

- 点击“Inlets”图标, 进入进样口设定画面。点击“Apply”上方的下拉式箭头, 选中进样口的位置选项(Front 或 Back);
- 点击“Gas”下方的下拉式箭头, 选择合适的载气类型 (如 N2);
- 在“Setpoint”右方的空白框内输入进样口的温度, 进样口的压力 (如 200°C, 20psi), 然后点击“On”前面的方框, 如图所示, 点击“Apply”按钮。



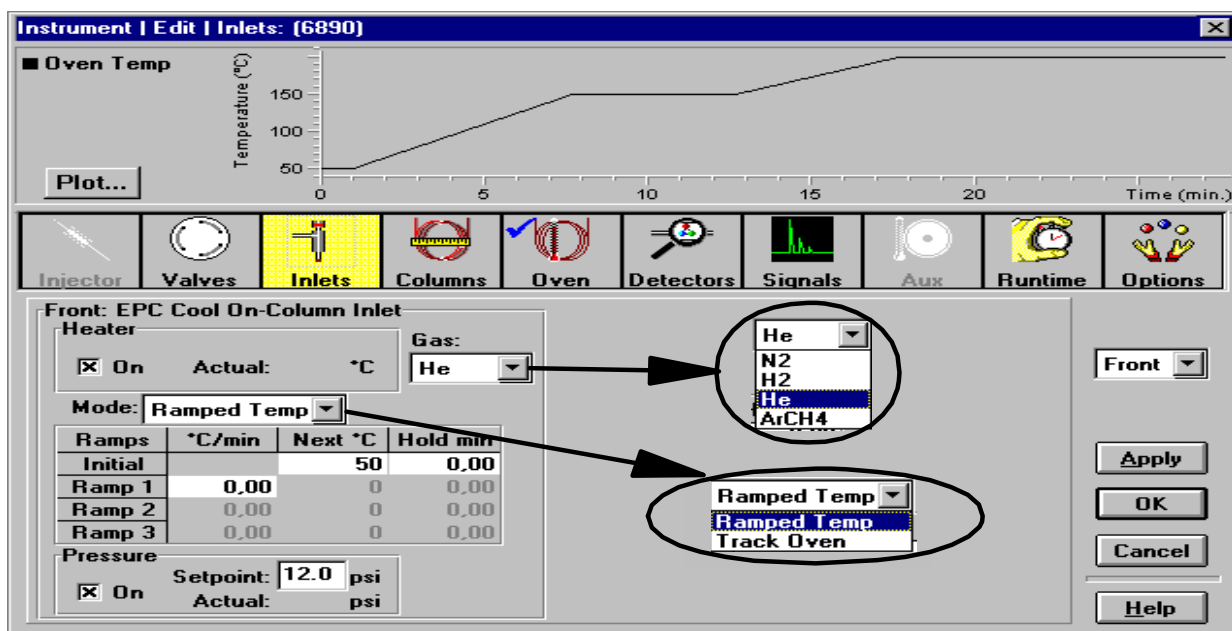
8、分流不分流进样口参数设定:

- 点击 “Inlets”图标, 进入进样口设定画面。点击 “Apply” 上方的下拉式箭头, 选中进样口的位置选项(Front 或 Back);
- 点击 “Gas” 右方的下拉式箭头, 选择合适的载气类型 (如 N2);
- 点击 “Mode” 下方的下拉式箭头, 选择进样方式为不分流方式 “Splitless” (分流方式 Split), 在 “Set point” 下方的空白框内输入进样口的温度, 进样口的压力 (如 250°C, 15psi), 然后选中 “On” 下方的所有方框;
- 在 “Split Vent” 右边的空白框内输入吹扫流量 (如 0.75min 后 60ml/min); 如图所示, 点击 “Apply” 钮。(若选择分流方式, 则要输入分流比或分流流量)。



9、冷柱头进样口参数设定:

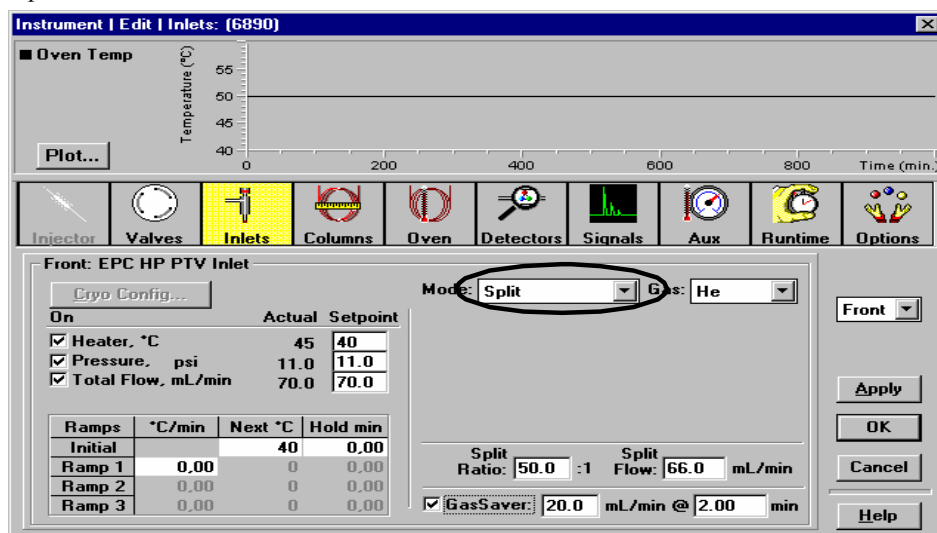
- 点击 “Inlets”图标, 进入进样口设定画面。单击 “Apply” 上方的下拉式箭头, 选中进样口的位置选项(Front 或 Back);
- 点击 “Gas” 下方的下拉式箭头, 选择合适的载气类型 (如 N2);
- 点击 “Mode” 右方的下拉式箭头,选择合适的升温方式(如炉温跟踪 Track Oven,程升 Ramped Temp,其设置方式与柱温的设置类似).
- 在 “Setpoint” 右方的空白框内输入进样口的压力 (如 15psi), 然后选中 On 旁边的方框; 如图所示, 点击 “Apply” 钮。



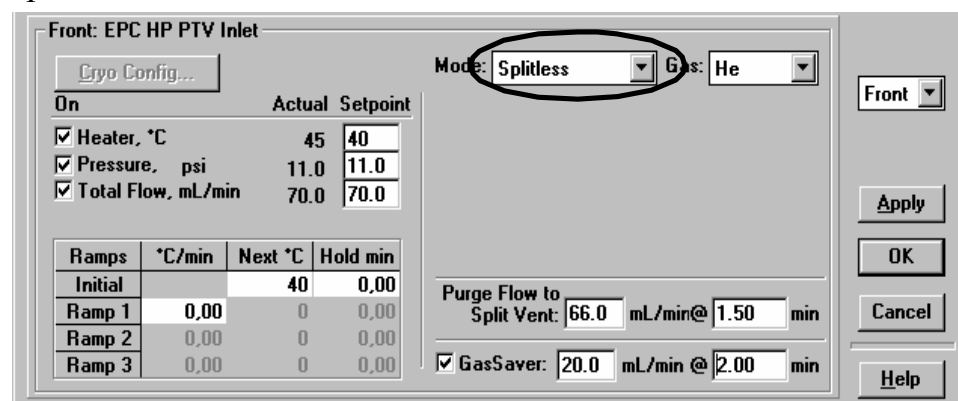
10、PTV 进样口参数设定:

- 点击 “Inlets”图标, 进入进样口设定画面。单击 “Apply” 上方的下拉式箭头, 选中进样口的位置选项(Front 或 Back);
- 点击 “Gas” 右方的下拉式箭头, 选择合适的载气类型 (如 N2);
- 点击 “Mode”右方的下拉式箭头,选择合适的进样方式(如不分流方式 Splitless,分流方式 Split),
- 在 “Setpoint”下方的空白框内输入进样口的温度, 进样口的压力 (如 200°C, 15psi), 然后选中 On 下方的所有方框;
- 在 “Split Vent” 右边的空白框内输入吹扫流量 (如 1.5min 后 66ml/min);如图所示, 点击 “Apply” 钮。(若选择分流方式,则要输入分流比或分流流量,如 50:1 或 66ml/min). 程升 Ramped Temp,其设置方式与柱温的设置类似)。

Split

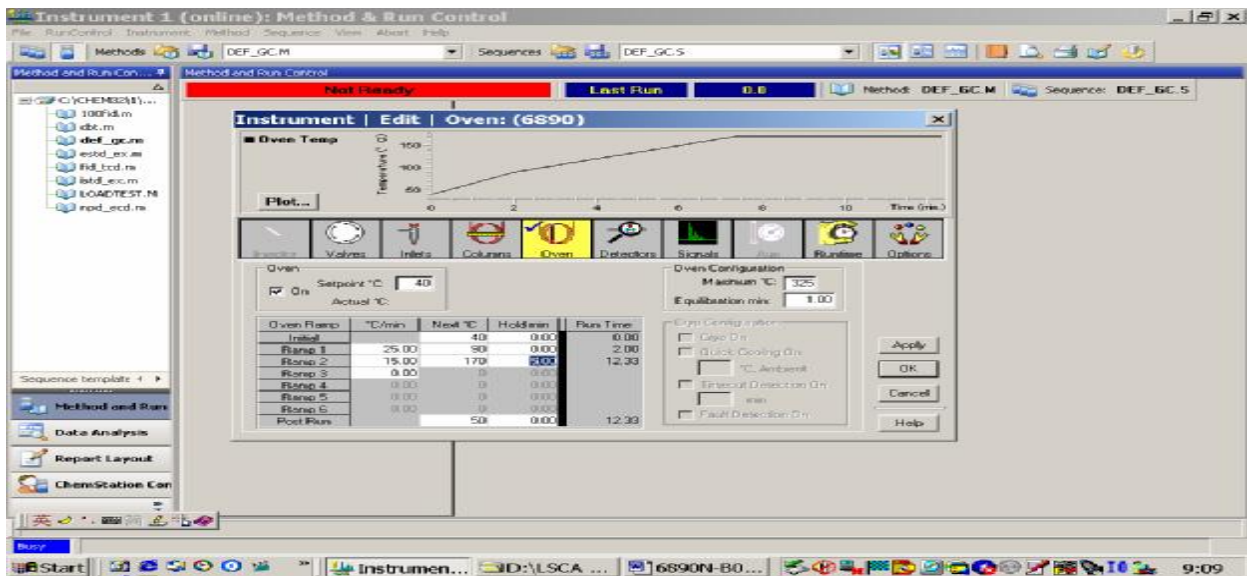


Splitless



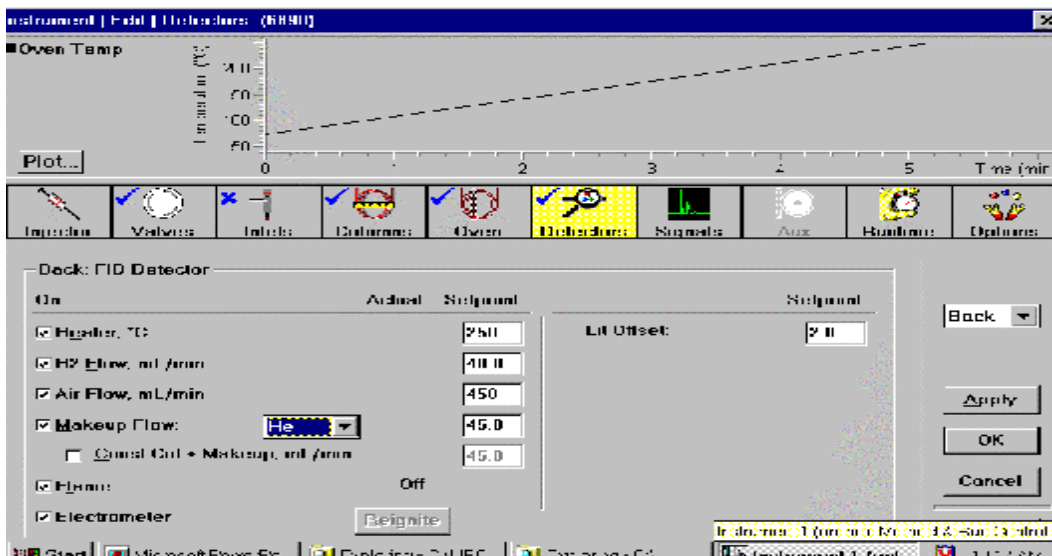
11、柱温箱温度参数设定:

- 点击“Oven”图标，进入柱温箱参数设定。在“Set point”右边的空白框内输入初始温度（如 40°C），点击“On”左边的方框；Ramp---升温阶次；°C /min—升温速率；Hold min— 在 Next °C保持的时间；也可输入柱子的最大耐高温、平衡时间（如 325°C，1min）；
- 下图为一程序升温的例子，点击“Apply”钮。
40°C(2min)----10°C/min----90°C(0min)----15°C/min---170°C(2min)



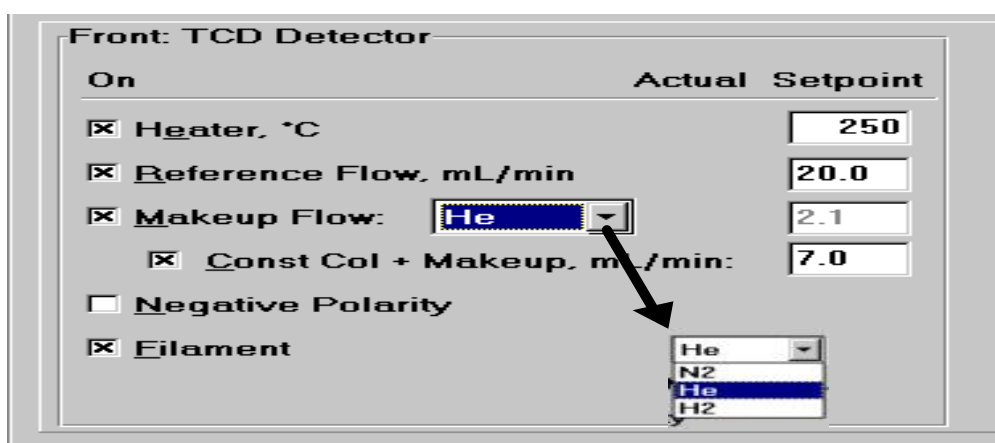
12、FID 检测器参数设定:

- 点击“Detectors”图标，进入检测器参数设定。点击“Apply”上方的下拉式箭头，选中检测器的位置选项(Front 或 Back),
- 在“Setpoint”下方的空白框内输入: H2—30ml/min; air—400ml/min; 检测器温度 (如 300 °C); 辅助气 (如 25ml/min) , 并选择辅助气体的类型(如 N2) , 并选中 ON 下面的所有参数, 如图所示。
- Lit Offset—点火下限值(2.0PA 为缺省值), 若显示信号小于输入值, 仪器将自动点火, 两次点不着, 仪器将发生报警信息, 并关闭 FID 气体。编辑完, 点击“Apply” 钮。



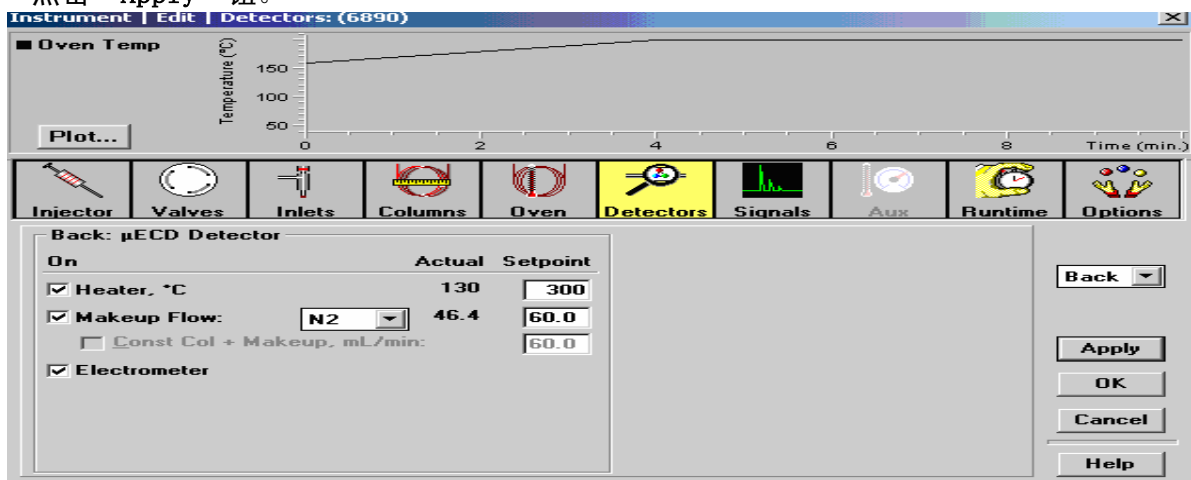
13、TCD 检测器参数设定:

- 点击“Detectors”图标，进入检测器参数设定。单击“Apply”上方的下拉式箭头，选中检测器的位置选项(Front 或 Back);
- 在“Set point”下方的空白框内输入：检测器温度（如 300℃）；辅助气为 40ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 40ml/min）当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量,使到达检测器的总流量不变),并选择辅助气体的类型(如 N2)，选中”ON”下面相应参数。
- 选中 Filament，如图所示。编辑完，点击“Apply”钮。
- Negative Polarity----负极性, 由被测物质与载气的热传导性决定;
- 气流流量输入值，请参见检测器手册。



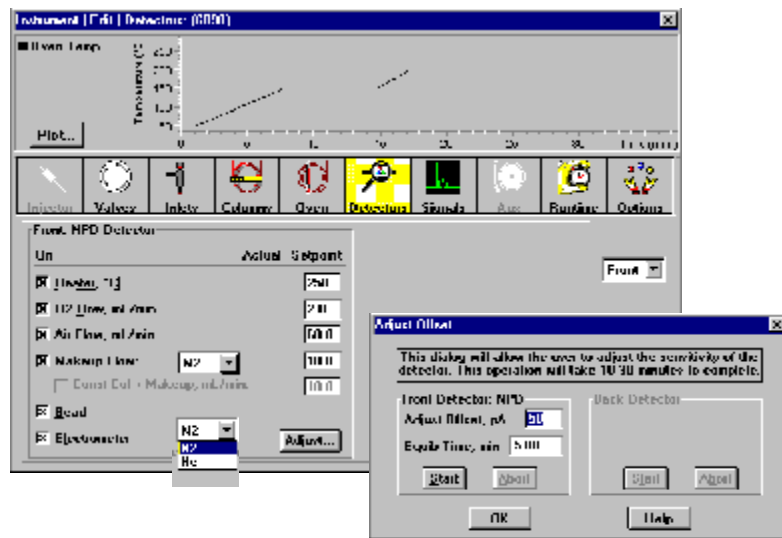
14、u-ECD 检测器参数设定:

- 点击“Detectors”图标，进行检测器参数设定。点击“Apply”上方的下拉式箭头，选中检测器的位置选项(Front 或 Back)。
- 在“Set point”下方的空白框内输入：检测器温度（如 300℃）；辅助气为 60ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 60ml/min）当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量,使到达检测器的总流量不变),并选择辅助气体的类型(如 N2)，选中 ON 下面的所有参数。
- 点击“Apply”钮。



15、NPD 检测器参数设定:

- 点击“Detectors”图标，进入检测器参数设定。点击“Apply”上方的下拉式箭头，选中检测器的位置选项(Front 或 Back)。
- 在“Setpoint”下方的空白框内输入：H2—3ml/min； air—60ml/min； 检测器温度（如 300℃）； 辅助气（如 10ml/min, 方式为:辅助气及柱流量的和为恒定值），并选择辅助气体的类型（如 N2），并选中该参数；
- 选中“Bead”及“Electrometer”左边的空白框； 点击“Adjust...”按钮，输入 “Adjust Offset” 及 “Equip Time”（如 30PA, 0min）
- *** **注意：** 预处理铷盐（Bead）非常重要, 见附页。
- 打开 H2, Air, 待仪器稳定了才能调整，点击 Start。如图所示。编辑完，点击“Apply” 钮。



氮磷检测器新铷珠安装注意事项:

- 1、将新铷珠安装固定在氮磷检测器上，注意蓝色电源线的插孔和铷珠的插孔匹配；
- 2、打开检测器的气体流量，H2 流量3mL/min，空气流量60mL/min，尾吹气+载气流量12mL/min（建议尾吹气为氮气）；
- 3、关闭auto adjust----Adjust off；
- 4、缓慢提高检测器的温度，先升至150℃，保持20 分钟，再将温度提至200℃，保持15 分钟，再将温度提至250℃，保持10 分钟，300℃（10 分钟），340℃（20 分钟）；
- 5、将铷珠电压设置为2.0V，此时检测器的输出信号应该为0.9pA 以下；
- 6、缓慢提高铷珠电压，2.5V----, 2.7V----, 2.8V----, 2.85V----, 观察输出信号（接近激发时，请以低于0.02V 的速度增加铷珠电压），如果发现输出信号瞬间提高至50pA 以上，停止增加铷珠电压（一般而言，新铷

珠的激发电压在2.8V ~ 3.1V 之间) ；

7、保持铷珠的激发电压，老化铷珠10 小时以上（老化过夜）

8、铷珠老化后，少许增加铷珠电压（小于0.05V）使得信号输出值在30pA 左右，这时可以进样分析。一般情况下，铷珠在运行72 小时后可以保持稳定的基流信号输出。

氮磷检测器平时维护注意事项：

1、氮磷检测器要求所用的氮气、氢气、空气等气源的纯度在99.998% 以上，以保证检测器的正常使用；

2、氮磷检测器的使用温度保持在330°C~340°C，可以有效防止及减轻检测器的污染程度，还有利于铷珠在较低的电压下激发；

3、如果发现氮磷检测器的灵敏度异常降低，不要轻易增加铷珠的电压，可以将检测器的收集极拆下用砂纸打磨后，用棉签蘸丙酮等有机溶剂清洗。另外，查看绝缘陶瓷及金属密封环是否需要清洗或更换（备件号：5182-9722）；

4、定期（约2~3 个月）清洗或更换进样器中的内衬管（推荐内衬管部件号：5181-3316），避免农药组分在内衬管内的吸附；

5、定期检查和清洗检测器的喷嘴，避免污染物堵塞喷嘴导致灵敏度的降低；

6、清洗或更换氮磷检测器的组件后，按照说明书要求正确安装各组件，避免有漏气或绝缘不好的情况发生；

7、建议进样垫使用Agilent 绿色高温垫（备件号：5183-4759），避免进样垫流失和碎屑污染色谱系统；

8、在使用氮磷检测器（或电子捕获检测器）等敏感型检测器时，一定要用低流失、高惰性的Agilent 进口柱来获得满意的分析结果。

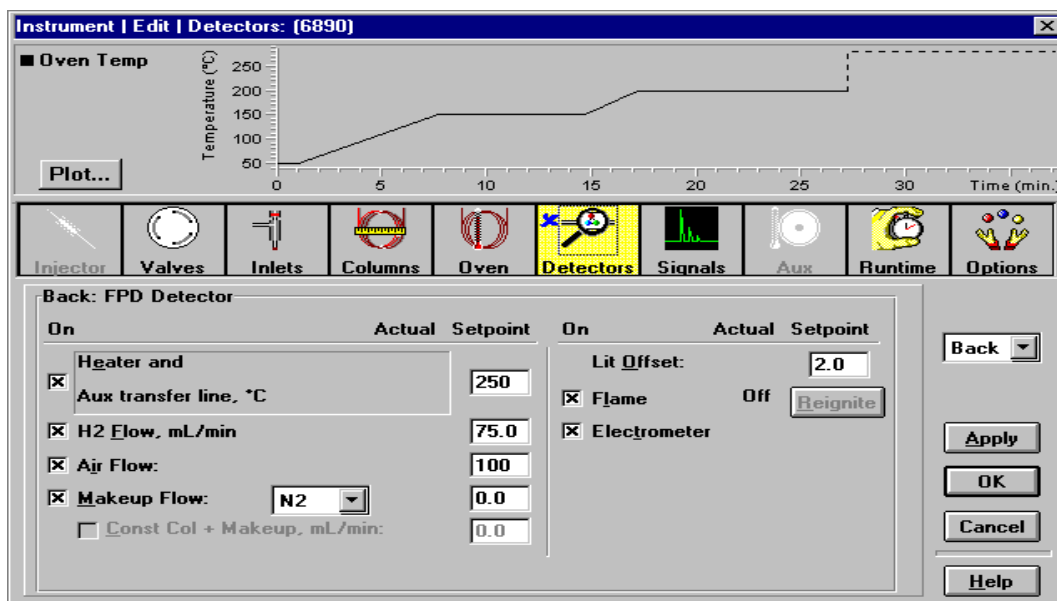
16、新 FPD 检测器参数设定：

- 点击“Detectors”图标，进入检测器参数设定。点击“Apply”上方的下拉式箭头，选中检测器的位置选项(Front 或 Back)。
- 在“Setpoint”下方的空白框内输入：H2—50ml/min；air—60ml/min；检测器温度（如 250 °C）；辅助气（如 60ml/min），并选择辅助气体的类型(如 N2)，[或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 60ml/min）当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量，使到达检测器的总流量不变]，并选中“ON”下面的所有参数。
- 选中“Electrometer”，及“Flame”，点击“Reignite”钮，则仪器自动点火，如图所示。Lit Offset—点火下限值(2.0PA 为缺省值)，若显示信号小于输入值，仪器将自动点火，两次点不着，仪器将发生报警信息，并关闭 FPD 气体。

- 编辑完，点击“Apply”按钮。

注意：Checkout 条件参见检测器手册。进样口：200℃；Data Rate:5HZ；无分流进样口吹扫流量 50ml/min,0.75 Min.等。

- 待温度平衡 15 Min 后，再点火。



*** S, P 滤光片的更换步骤:

A: 关闭检测器及相应的气体。

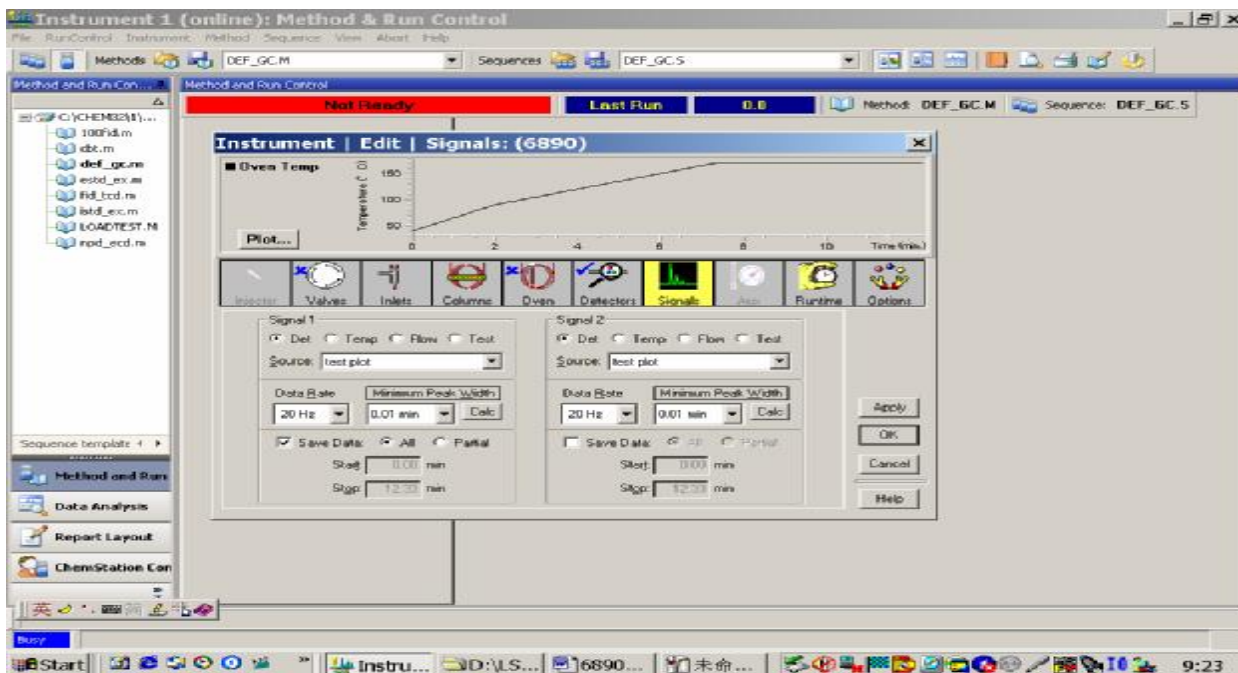
B: 按关机步骤，关闭 6890N 电源。

C: 移去 PMT 管，小心移去已有的滤光片。换上所需的滤光片（注意：滤光片上的箭头指向 PMT 管），装上 PMT 管。

D: 开 6890N 电源。

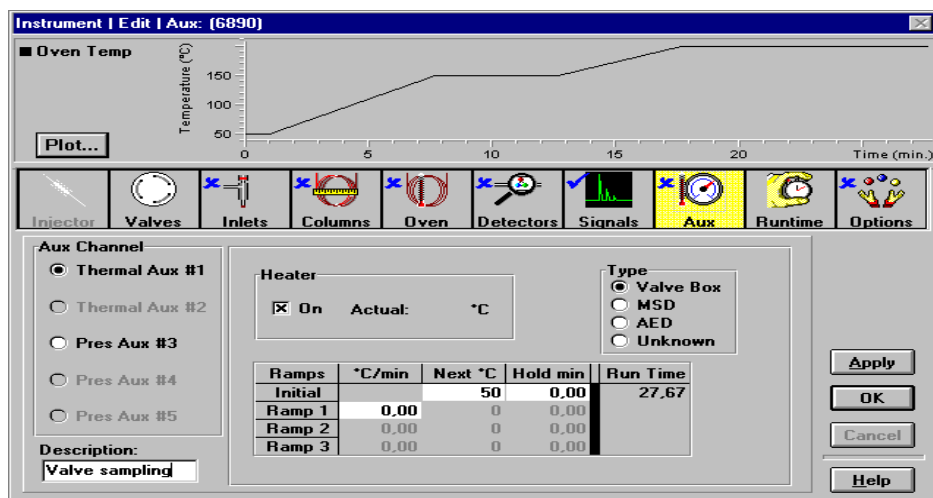
17、信号参数设定:

- 点击“Signals”图标，进入信号参数设定画面。
- 在“Signal 1”或 Signal 2 处选择“Det”，在“Source”处选“Front Detector”（如果 Front Detector 是当前所用检测器）；
- 选择“Save Data”，并选择“All”---表示存储所有的数据。
- 点击“Data Rate”下方的下拉式箭头，选择数据采集数率（如 20HZ），
- 点击“Apply”按钮。



18、AUX 参数设定:

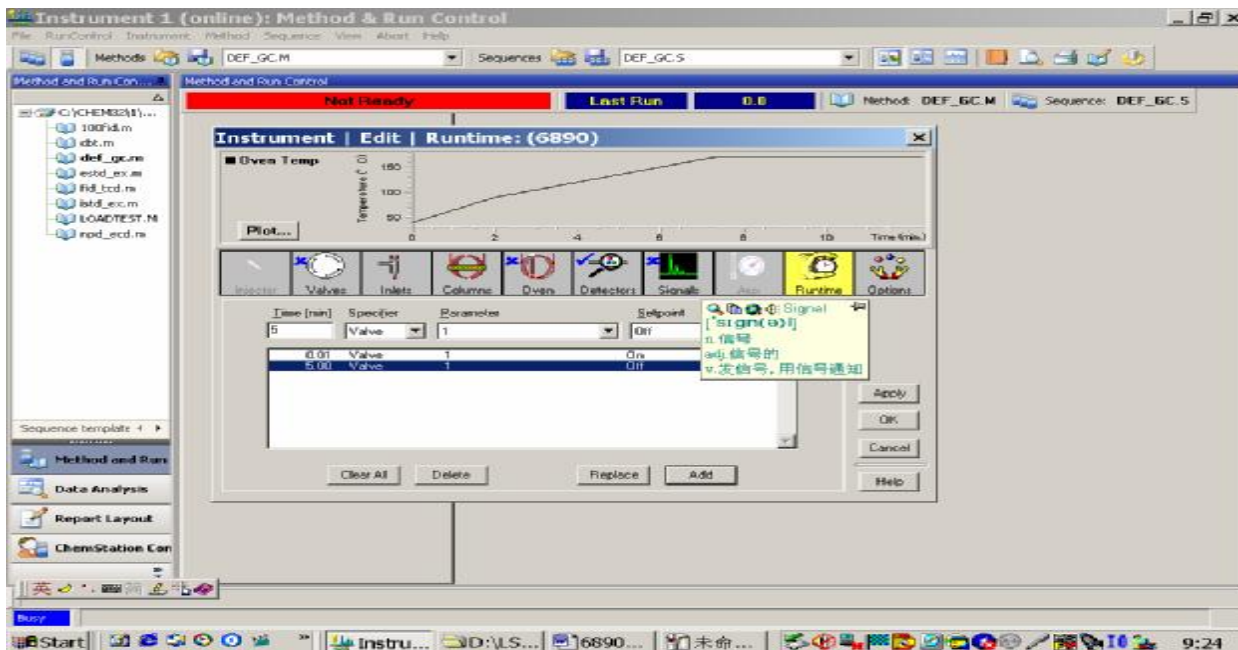
- 点击 “Aux” 图标，进行辅助参数设定。
- 点击 “Type” 下方的选项，选择辅助类型如”Valve Box”，并选择 “Aux Channel ” 号，并输入设定值（如 100℃），选中该参数。
- 点击 “Apply” 钮。



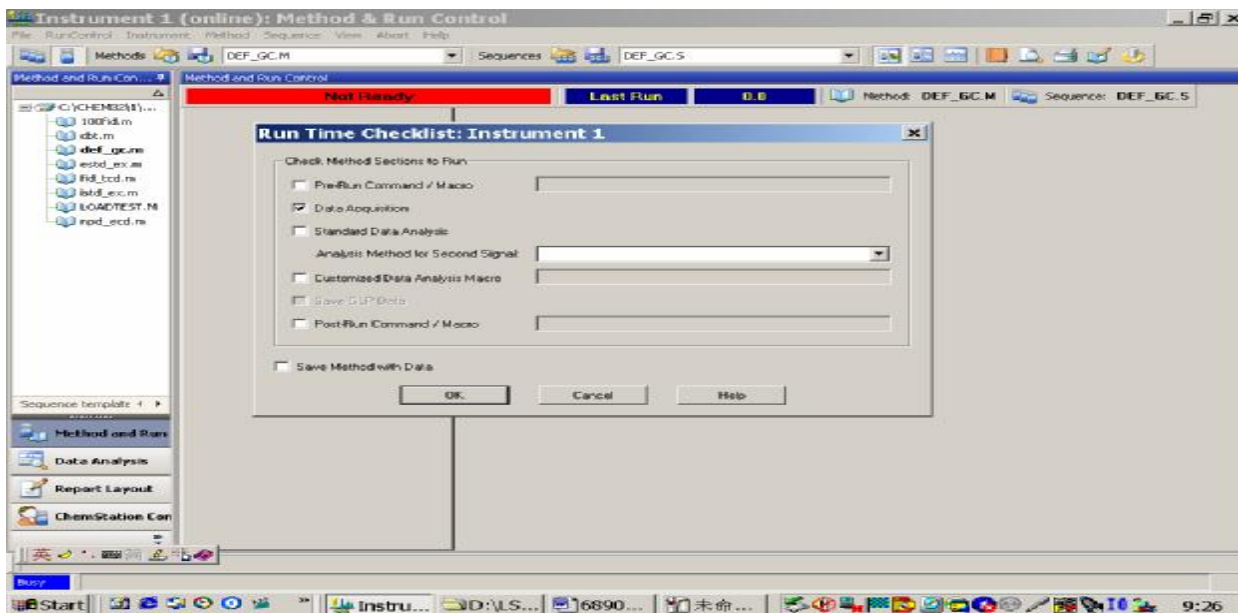
19、时间表设定:

- 点击 “Runtime” 图标，进入时间表参数设定。
- 在 “Time” 下方的空白处输入时间（如 0.01min），点击 “Specifier” 下方的下拉式箭头，选中事件(如 valve)；
- 点击 “Parameter” 下方的下拉式箭头，选中事件的位号(如 1)；

- 点击“Setpoint”下方的下拉式箭头, 选中事件的状态(如 on),
- 输入完一行, 点击“Add”钮。依此输入多行。点击“OK”钮。



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

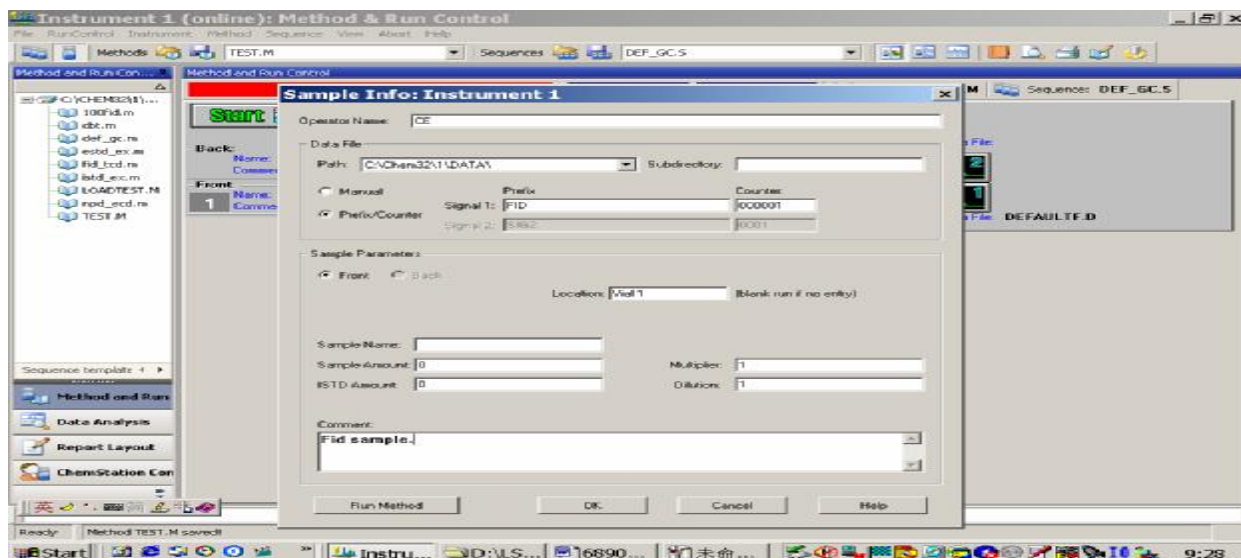


21、点击“Method”菜单, 选中“Save Method As...”, 输入一方法名, 如“test”, 点击 OK。

22、从菜单“View”中选中“Online signal”, 选中 Windows 1, 然后点击“Change”按钮, 将所要的绘图信号移到右边的框中, 点击“ok”。(如同时检测二个信号, 则重复 22, 选中 Windows 2)。

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

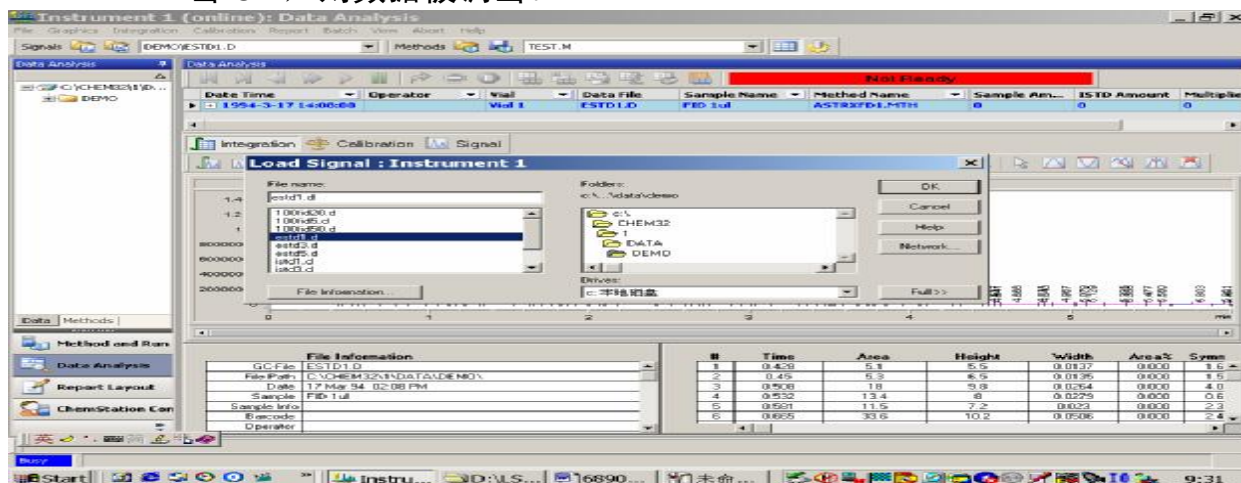
区别：Manual--每次做样之前必须给出新名字,否则仪器会将上次的数据覆盖掉。
Prefix—在前缀框中输入前缀，在 Counter 框中输入计数器的起始位，以期会自动命名，fid001,fid002.....。



24、点击“Ok”，等仪器 Ready，基线平稳，从“Run Control”菜单中选择“Run Method”，进样。（若无自动液体进样器，则基线平稳后，进样并手动按 6890N 键盘上的 Start 键，启动运行。

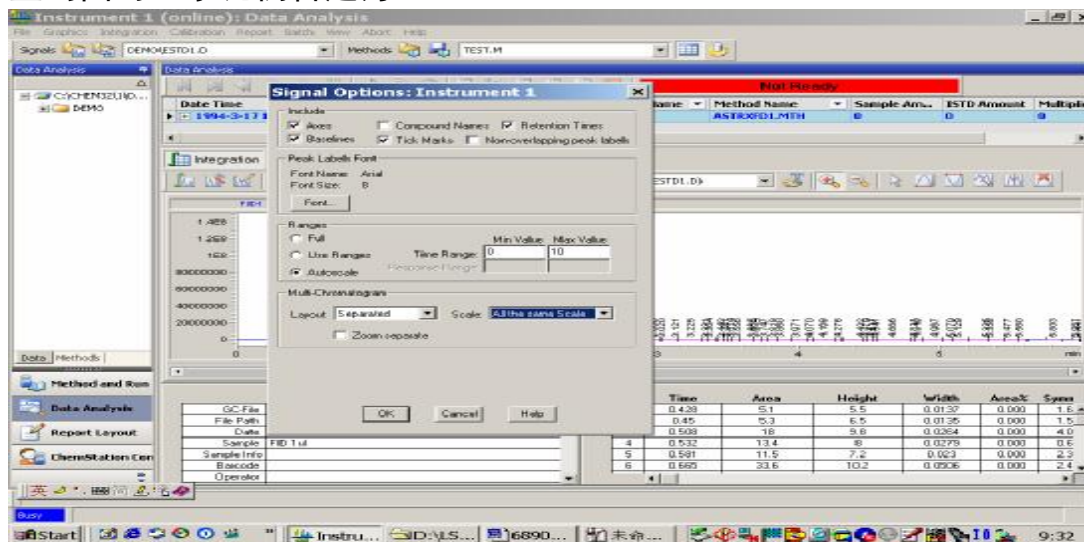
（三）、数据分析方法编辑：

- 1、从“View”菜单中，点击“Data analysis”进入数据分析画面。
- 2、从“File”菜单中选择“Load Signal”选项，选中您的数据文件名，点击 OK，则数据被调出。



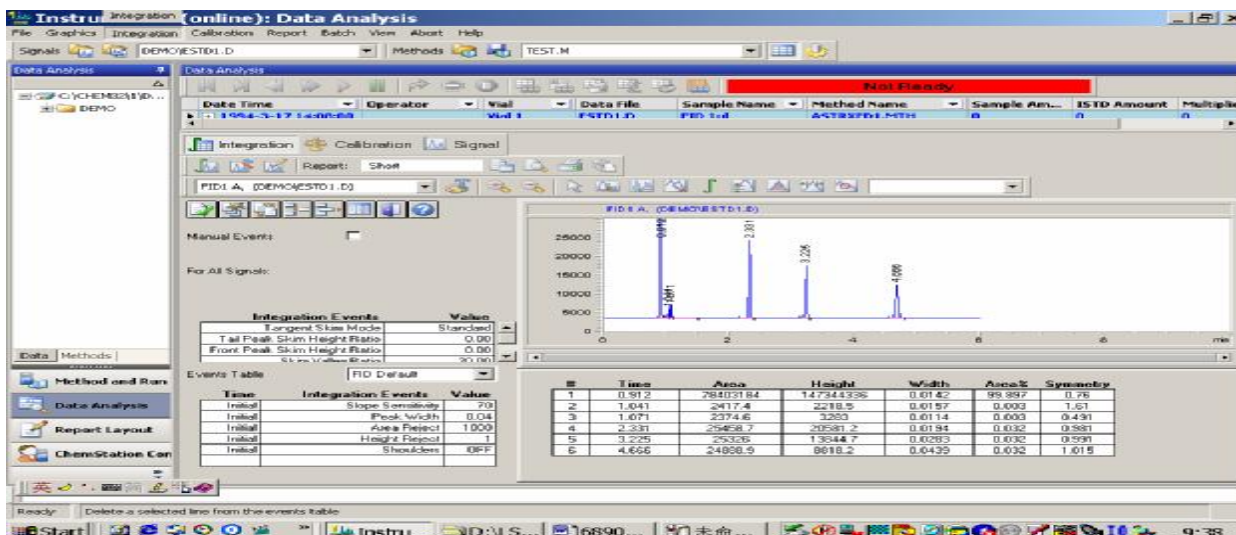
3、做谱图优化:

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



4、积分参数优化:

- (1)、从“Integration”菜单中选择“Integration events”选项，选择合适的“Slope sensitivity”，“Peak Width”，“Area Reject”，“Height Reject”。
- (2)、从“Integration”菜单中选择“Integrate”选项，则数据被积分。
- (3)、如积分结果不理想，则修改相应的积分参数，直到满意为止。
- (4)、点击左边“√”图标，将积分参数存入方法。

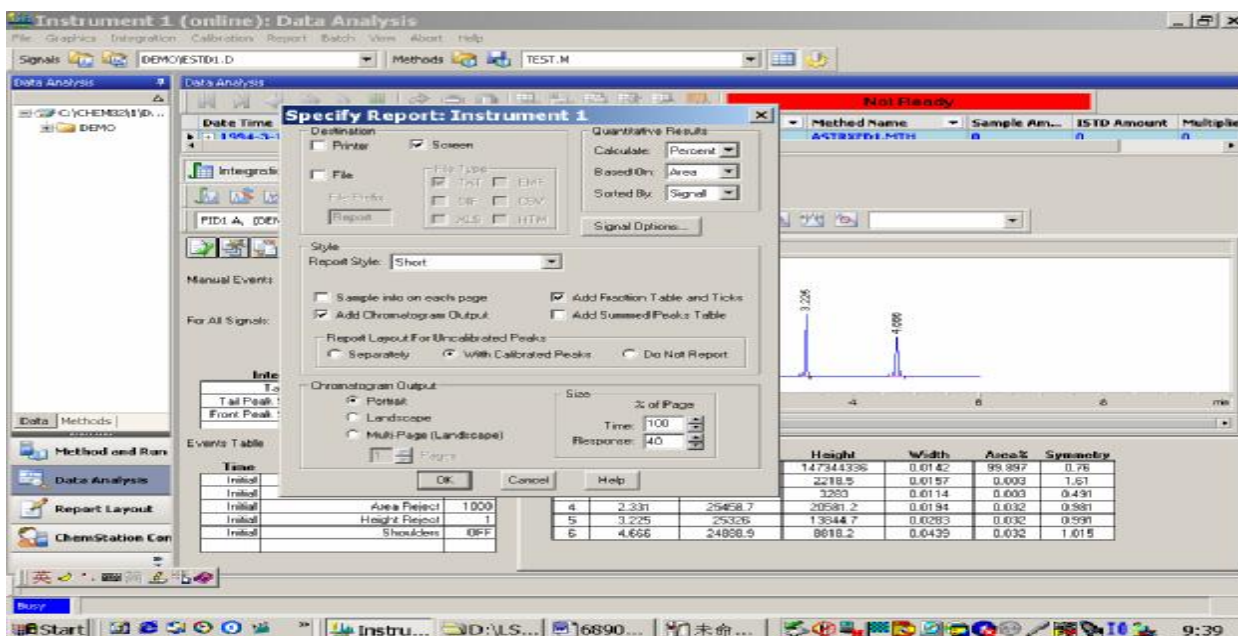


5、打印报告:

(1)、从“Report”菜单中选择“Specify Report”选项，进入如下画面。

(2)、点击“Quantitative Results”框中“Calculate”右侧的黑三角，选中“Percent”（面积百分比），其它选项不变。点击“Ok”。

(3)、从“Report”菜单中选择“Print Report”，则报告结果将打印到屏幕上，如想输出到打印机上，则点击“Report”底部的“Print”钮。



(四)、关机:

- 实验结束后，调出一提前编好的关机方法，此方法内容包括同时关闭 FID/NPD/FPD/ μ ECD/TCD 检测器，降温各热源（Oven temp, Inlet temp, Det temp），关闭 FID/NPD/FPD 气体（H₂, Air）；
- 待各处温度降下来后（低于 50℃），退出化学工作站，退出 Windows 所有的应用程序；
- 用 Shut down 关闭 PC，关闭打印机电源；
- 关 6890N 电源，最后关载气。

(五)、注意事项:

- 1、柱老化时，勿将柱端接到检测器上，防止污染检测器；
- 2、柱老化时，请在室温下通适量载气后，再老化，以防损坏柱子。
- 3、其它注意事项及本手册未包括的仪器见说明书，或由现场工程师介绍。

******注意:**

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