

Agilent GC6890N 化学工作站的基本操作概要

GC6890 开机操作过程:

1. 打开载气(N₂ 或 He)、空气、氢气等气瓶的总阀开关, 调整载气、空气输出气压为约 0.5 MPa (FPD 空气应调到 0.6 MPa), 氢气调整为 0.2 MPa。(若有 ECD, 把 ECD 的排气管堵头取掉)
2. 打开气相色谱仪前左下方的电源开关, GC 进入自检后, 启动完成提示 Power on Successful。
3. 启动电脑, 进入 Windows 系统后。
4. 双击电脑桌面的 Instrument 1 Online 图标, 进入 GC 化学工作站 (Method & RunControl 界面)。
5. 调用或者编辑相应的操作方法。

GC6890 关机操作过程:

1. 根据仪器配备的情况把 FID/FPD 的 Flame(点火)Off、NPD 的 Bead(铷珠电压)Off、TCD 的 Filament(灯丝)Off。
2. 再把前、后 Inlet 进样口和前、后 Detector 检测器的温度 Off, 设置 Oven 炉温为 40℃。
3. 等 Oven 炉温降到 40℃后把 Oven Off。
4. 约等 20~30 分钟后, 进样口、检测器的温度降到 100℃以下, 仪器冷却后, 先退出 GC 化学工作站软件, 再关掉 GC 的电源。(若有 ECD, 把 ECD 的排气管堵头堵住)
5. 退出电脑 Windows 系统, 关掉电脑电源。
6. 关掉载气、空气、氢气总阀。

GC 数据采集的操作过程:

1. 从化学工作站的 Method 中 Edit Entire Method(编辑完整的方法), 或者 LoadMethod(调用原来已经编好的方法), 一般是方法存在如 D:\HPCHEM\1\METHODS____.M, 即运行此方法。
2. 手动进样或自动进样器单针进样时
从 Run control 中的 Sameple Info(样品信息)。

Operator Name: Luo 操作者

Data File 数据文件

Prefix/Counter 前缀 / 自动记数 Manual 手动

Prefix 前缀 Counter: 自动记数

Signal 1: ABC 00001

Signal 2: SIG2 0001

Subdirectory: TEST 子目录

Path: D:\HPCHEM\1\DATA\ 储存数据的路径 (文件名后缀 _____.D, 共 8 位数)

Sample Parameters 样品参数

Front 前进样口 Back 后进样口 Location: Vial 1 (blank run if no entry) 样品瓶的位置

Sample Name: 18710-60170 样品名称

Sample Amount: 0 样品总量 Multiplier: 1 倍乘系数

ISTD Amount: 0 内标总量 Dilution: 1 稀释倍数

Comment: 备注

FID test Sample.

Run Method OK Cancel Help

建议使用前缀/自动记数
建议分类建立子目录

建议输入样品名称以备查询

3. 待工作站提示 Ready(变绿色)、仪器基线平衡稳定后,
自动进样: 把样品放在_1_位置, 从 Run Control 中 Run Method 开始做样, 采集数据。
手动进样: 拿注射针取样品(如 1.0ul), 从气相的进样口快速注入, 按气相右上角的 Start 键, 开始做样, 采集数据。

4. 自动进样器使用 Sequence (序列表) 做样:
- A. 从 Sequence 中的 Sequence Parameters (序列表参数)

Sequence Parameters: Instrument 1

Operator Name: Luo 操作者

Data File 数据文件

Auto Prefix/Counter
自动命名 前缀 / 自动记数

Prefix: Counter:
Signal 1: ABC 00001

Signal 2: XYZ 00001

Subdirectory: TEST 子目录

Path: D:\HPCHEM\1\DATA\ 数据文件储存的路径

Part of methods to run

According to Runtime Checklist
按照运行时间顺序表运行

Use Sequence Table Information

Shutdown

Post-Sequence Cmd / Macro

Bar Code Reader

Use In Sequence

On a bar code mismatch

Inject anyway

Don't inject

Sequence Comment:

OK Cancel Help

- B. 从 Sequence 中的 Sequence Table (编辑序列表):

Sequence Table: Instrument 1

Currently Running 目前运行状态

Line: Method: Location: Inj:

Injector 自动进样器

Front Back
前面 后面

Sample Info for Vial 1: 样品备注

FID test sample.

Line	Location	Sample Name	Method Name	Inj/Location	Datafile	Inj Volume
1	Vial 1	18710-60170	TESTFID	3		Std	
2	Vial 11	Sample1	TESTFID	1		Samp1	
3	Vial 12	Sample2	TESTFID	1		Samp2	
4	Vial 13	Sample3	TESTFID	1		Samp3	

第几行 瓶位置 样品名称 方法名称 每瓶进几针 数据文件名 (优先权) 实际进样量 (优先权)

Insert Cut Copy Paste Append Line

Insert Vial Range... Run Sequence Read Bar Code OK Cancel Help

Sample location (leave empty for a non-injection blank)

- C. 储存序列表: 从 Sequence 中 Save Sequence as ...: ____ .S (序列表名字后缀为.S)

- D. 从 Run control 中按 Run Sequence 运行序列表采集数据 (注意检查文件名不应有重复)。

如何编辑一个完整的方法: (方法包括所有的仪器参数及数据分析的条件)

★从 Method 中的 **Edit Entire Method...** 编辑一个完整的方法

1. Edit Method: 方法的内容

- Method information 方法的信息
 - Instrument/Acquisition 仪器参数/数据采集条件
 - Data Analysis 数据分析条件
 - Run Time checklist 运行时间顺序表
- 一般四个都选上, **OK**

2. Method information:.... 方法信息 **OK**

3. Select injection Source/Location 选择进样方式/位置

(1) Select Injection Source: GC Injector(自动进样器)/ Manual(手动进样)

(2) Select Injection Location: Front/Back/Dual 前/后/双进样口

OK

4. Instrument|Edit|... 编辑气相仪器参数

(1) Injector 自动进样器

(2) Valves 气动阀

(3) Inlets 进样口 (前、后)

Instrument | Edit | Inlets: (6890)

■ Oven Temp

Temperature (°C)

Plot...

0 2 4 6 8 10 Time (min.)

Injector Valves **Inlets** Columns Oven Detectors Signals Aux Runtime Options

Front: EPC Split-Splitless Inlet 分流不分流进样口

Mode: Splitless Gas: N2 载气类型

On 不分流模式 Actual Setpoint

✓ Heater, 毫 200 进样口温度

✓ Pressure, psi 25.00 进样口压力(柱头压)

✓ Total Flow, mL/min 69.8 进样口总流量

Purge Flow to Split Vent: 60.0 mL/min @ 0.75 min 进样 0.75 分钟后打开分流阀吹扫分流出口

✓ GasSaver: 20.0 mL/min 2.00 min 载气节省

Apply OK Cancel Help

Instrument | Edit | Inlets: (6890)

■ Oven Temp

Temperature (°C)

Plot...

0 2 4 6 8 10 12 Time (min.)

Injector Valves **Inlets** Columns Oven Detectors Signals Aux Runtime Options

Front: EPC Split-Splitless Inlet 分流不分流进样口

Mode: Split Gas: N2 载气类型

On 分流模式 Actual Setpoint

✓ Heater, 毫 200 进样口温度

✓ Pressure, psi 21.24 进样口压力(柱头压)

✓ Total Flow, mL/min 68.9 进样口总流量

分流比

Split Ratio: 10.0 : 1 Split Flow: 60.0 mL/min 分流流量

✓ GasSaver: 20.0 mL/min 2.00 min 载气节省

Apply OK Cancel Help

Instrument | Edit | Inlets: (6890)

■ Oven Temp

Temperature (°C)

Plot...

0 2 4 6 8 10 Time (min.)

Injector Valves **Inlets** Columns Oven Detectors Signals Aux Runtime Options

Front: EPC Split-Splitless Inlet 分流不分流进样口

Mode: Pulsed Splitless Gas: N2 载气类型

On 脉冲不分流模式 Actual Setpoint

✓ Heater, 毫 200 进样口温度

✓ Pressure, psi 25.00 进样口压力

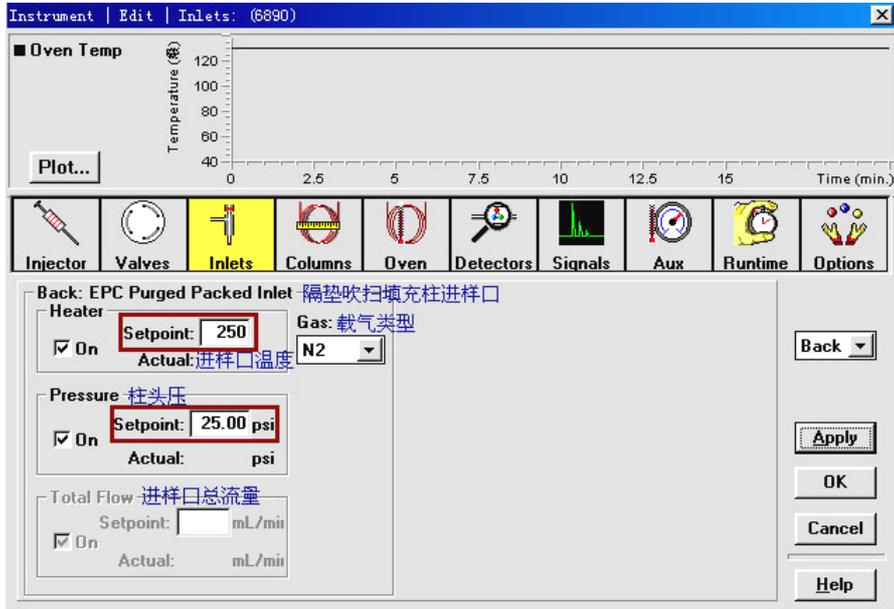
✓ Total Flow, mL/min 69.8 进样口总流量

Injection Pulse Pressure: 35.0 psi until 0.50 min 脉冲压力及时间的设定

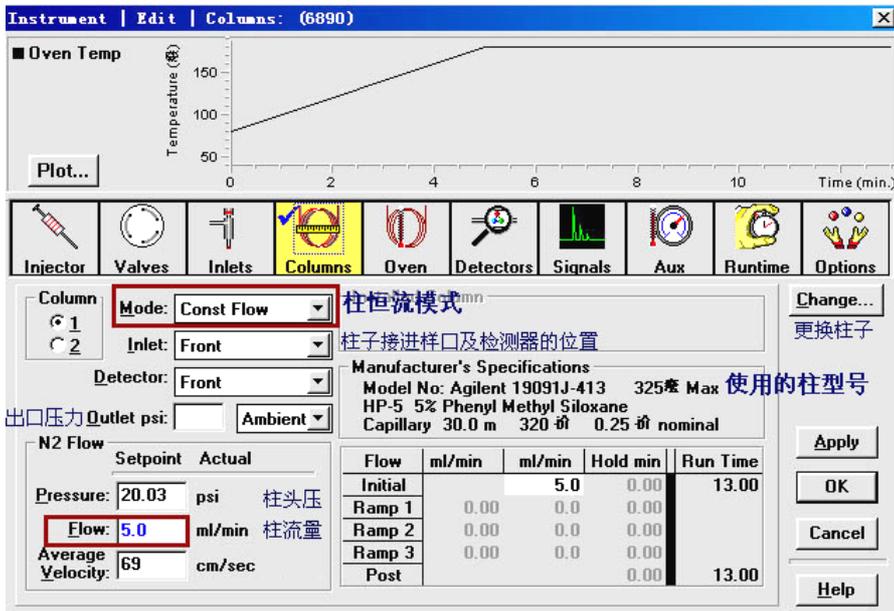
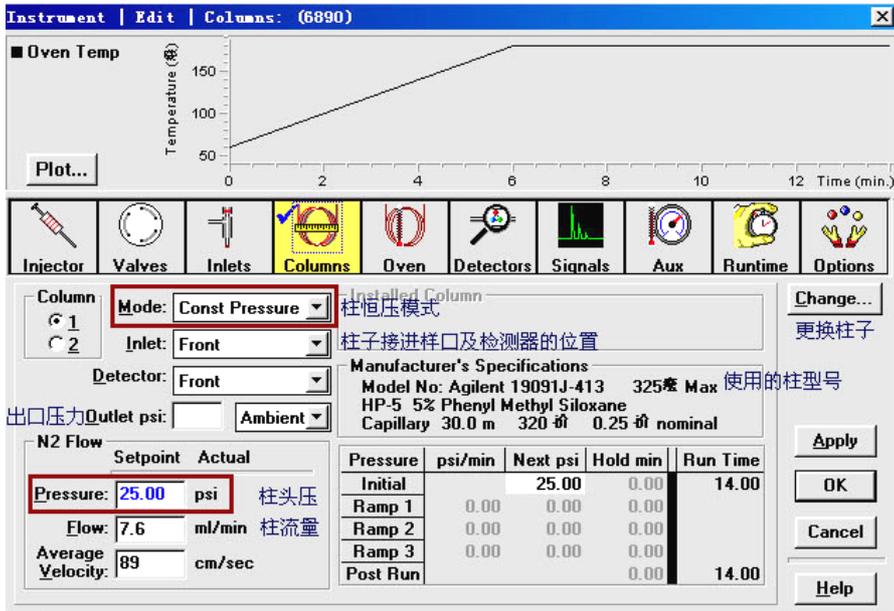
Purge Flow to Split Vent: 60.0 mL/min @ 0.75 min 运行后分流出口吹扫

✓ GasSaver: 20.0 mL/min 2.00 min 载气节省

Apply OK Cancel Help



(4) Columns 分离柱 (1, 2)



(5) Oven 炉温箱

Oven 炉温 (柱温)

Setpoint 度: 80
Actual 度: [blank]
升温速率 到达温度 保持时间

Oven Ramp	度/min	Next 度	Hold min	Run Time
Initial		80	0.00	0.00
Ramp 1	20.00	180	5.00	10.00
Ramp 2	0.00	0	0.00	
Ramp 3	0.00	0	0.00	
Ramp 4	0.00	0	0.00	
Ramp 5	0.00	0	0.00	
Ramp 6	0.00	0	0.00	
Post Run		250	5.00	15.00

Oven Configuration

Maximum 度: 325 最高柱箱的温度
Equilibration min: 1.00 柱箱温度平衡时间

Cryo Configuration

Cryo On
 Quick Cooling On
 度, Ambient
 Timeout Detection On
 min
 Fault Detection On

Buttons: Apply, OK, Cancel, Help

Annotations: 初始状态, 第一阶, 第六阶, 后运行, 程序升温的设置, 总运行时间

(6) Detectors 检测器 (前、后)

Front: FID Detector 氢火焰离子化检测器

On

	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater, °C 检测器温度		250
<input checked="" type="checkbox"/> H2 Flow, mL/min 氢气流量		30.0
<input checked="" type="checkbox"/> Air Flow, mL/min 空气流量		400
<input checked="" type="checkbox"/> Makeup Flow: N2 尾吹		25.0
<input type="checkbox"/> Const Col + Makeup, mL/min: 柱流量 + 尾吹 恒定		25.0
<input checked="" type="checkbox"/> Flame 点火	On	
<input checked="" type="checkbox"/> Electrometer 静电计		

Lit Offset: 2.0 点火补偿

Buttons: Front, Apply, OK, Cancel, Help

Back: u-ECD Detector 微池电子捕获检测器

On

	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater, °C 检测器温度		300
<input checked="" type="checkbox"/> Makeup Flow: N2 尾吹		60.0
<input type="checkbox"/> Const Col + Makeup, mL/min: 柱流量 + 尾吹 恒定		60.0
<input checked="" type="checkbox"/> Electrometer 静电计		

Buttons: Back, Apply, OK, Cancel, Help

Instrument | Edit | Detectors: (6890)

■ Oven Temp

Temperature (°C)

Time (min.)

Plot...

Injector Valves Inlets Columns Oven **Detectors** Signals Aux Runtime Options

Front: NPD Detector 氮磷检测器

On Actual Setpoint

Heater, °C 检测器温度 300

H2 Flow, mL/min 氢气流量 3.0

Air Flow, mL/min 空气流量 60.0

Makeup Flow: N2 尾吹 10.0

Const Col + Makeup, mL/min: 柱流量 + 尾吹 恒定 10.0

Bead 钨珠加热电压

Electrometer 静电计 Adjust...

NPD 使用注意事项:

1. 仪器刚打开时设温度 100°C 加热 30 分钟
2. 检测器温度设 300°C 加热 2 小时后
3. 才能把钨珠电压 on, 按 Apply 键
4. 按 Adjust 键进行调整补偿
5. 设 Adjust offset 调整补偿: 30-50, Equib Time (平衡时间): 1 min Start 开始调整使基线到如: 30pA
6. 在 Runtime 中设出溶剂峰期间关闭氢气。

Front Apply OK Cancel Help

设调整补偿

Instrument | Edit | Detectors: (6890)

■ Oven Temp

Temperature (°C)

Time (min.)

Plot...

Injector Valves Inlets Columns Oven **Detectors** Signals Aux Runtime Options

Back: FPD Detector 火焰光度检测器

On Actual Setpoint

Heater and 检测器温度 250 250

Aux transfer line, °C 辅助加热 250

H2 Flow, mL/min 氢气流量 75.0 75.0

Air Flow: 空气流量 100.0 100

Makeup Flow: 尾吹 N2 60.0 60.0

Const Col + Makeup, mL/min: 柱流量 + 尾吹 恒定 60.0

On Actual Setpoint

Lit Offset: 点火补偿 2.0

Flame 点火 On Reignite

Electrometer 静电计

Back Apply OK Cancel Help

Instrument | Edit | Detectors: (6890)

■ Oven Temp

Temperature (°C)

Time (min.)

Plot...

Injector Valves Inlets Columns Oven **Detectors** Signals Aux Runtime Options

Back: TCD Detector 热导检测器

On Actual Setpoint

Heater, °C 250 检测器温度

Reference Flow, mL/min 30.0 参比气体流量

Makeup Flow: N2 10.0 尾吹 (气体类型应与载气相同)

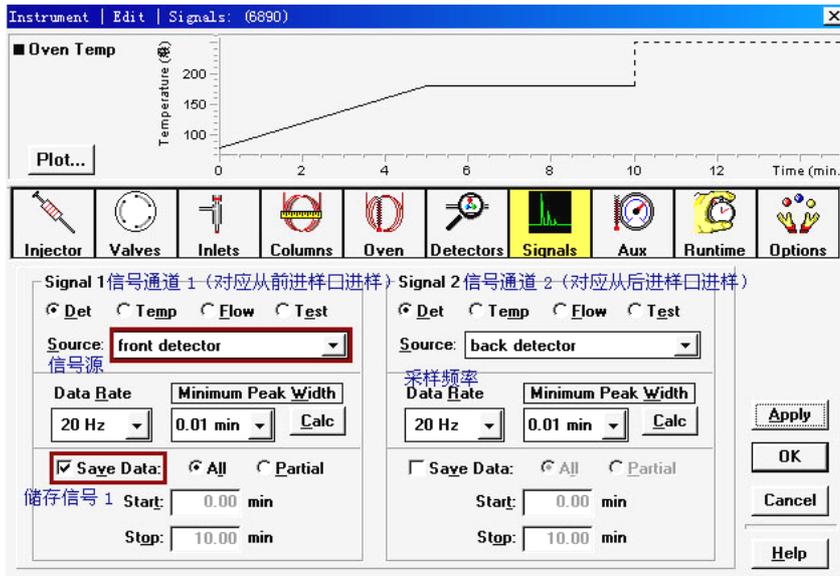
Const Col + Makeup, mL/min: 柱流量 + 尾吹 恒定 10.0

Negative Polarity 负峰极性倒转 (可在 Runtime 中设定)

Filament 灯丝加电流

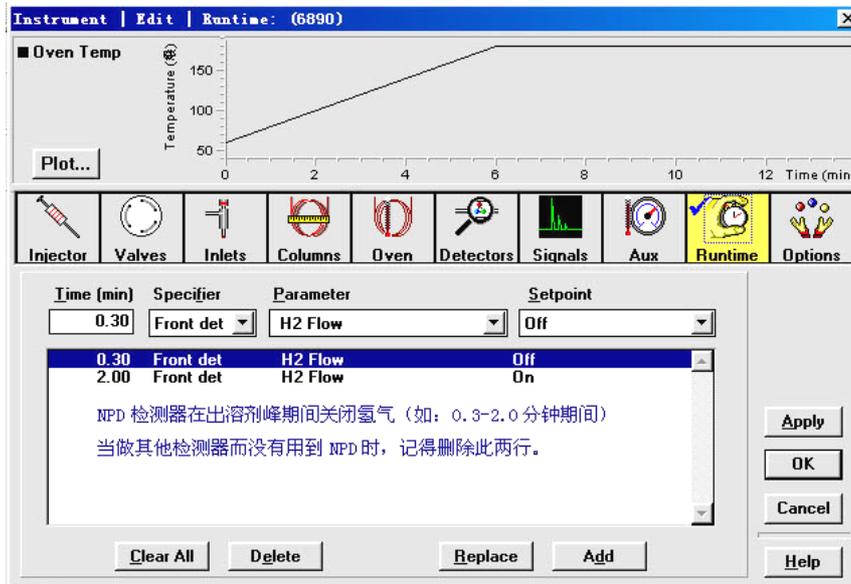
Back Apply OK Cancel Help

(7) Signals 气相信号 1、2

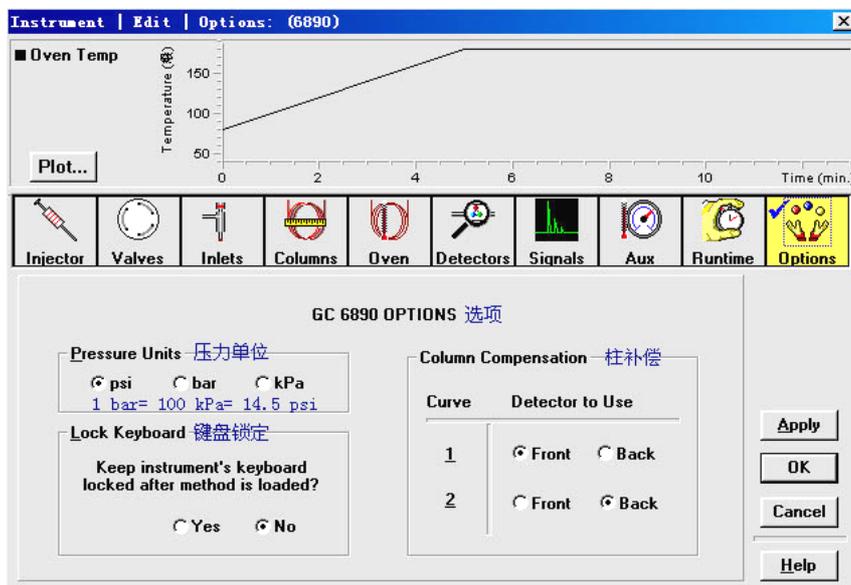


(8) Aux 辅助装置

(9) Runtime 运行时间表



(10) Options 选项



按 **OK** 全部确定退出

5. Signal Details:信号细节
直接按 **OK**
6. Edit Integration Events 编辑积分事件参数
Ok (见数据分析第 3 部分)
7. Specify Report: 指定的报告格式
OK (见数据分析第 4 部分)
8. Run Time Checklist: 运行顺序列表



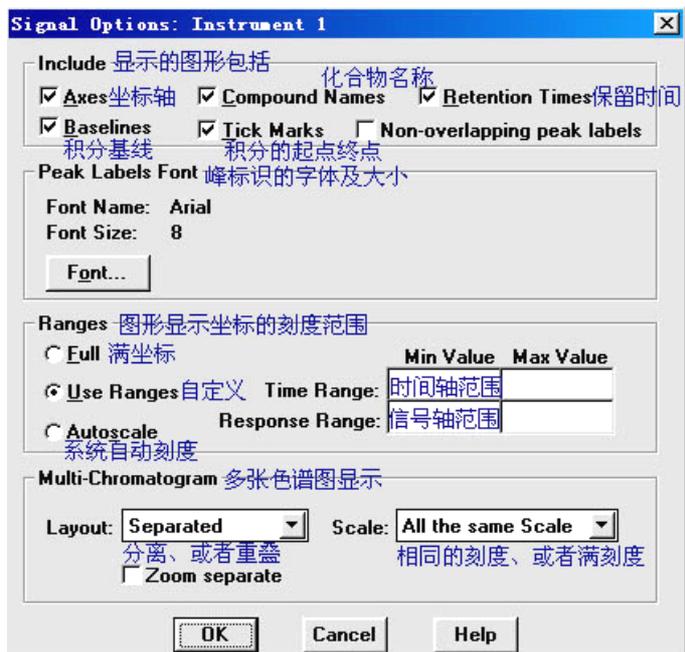
★储存方法: 从 Method 中 Save Method as ...: __.m (方法名字是一个文件夹, 后缀为 .M)
一般把方法存在 Path(路径)为: D:\HPCHEM\1\METHODS\下

数据分析, 面积百分比报告及打印图谱:

从菜单 View 中选 2. Data Analysis 数据分析

1. File--load signal... filename **OK** 调用数据信号文件

2. Graphics--signal Options... 调整色谱图的显示



3. Integration--Intergration Events 优化积分参数

编辑积分事件

Manual Events
Advanced Baseline
Events Table: uECD Default

OK Cancel

Time	Integration Events	Value
Initial	Slope Sensitivity	50
Initial	Peak Width	0.08
Initial	Area Reject	1
Initial	Height Reject	1
Initial	Shoulders	OFF
0.000	Integration	OFF
3.000	Integration	ON

初始条件

时间事件

如: 0-3 分钟不积分

增加一行新的积分事件
删除一行
退出并保留积分条件(按此键确认)
取消刚才的积分参数的编辑

阈值 (斜率灵敏度)
初始峰宽
最小面积
最小高度
肩峰检测

4. Report--Specify Report 指定的报告格式, 或按图标

Specify Report: Instrument 1

Destination 输出目的地
 Printer 直接到打印机
 Screen 屏幕显示
 File 输出成其他文件
 File Type: .TXT .WMF
 .DIF .CSV
 .XLS .HTM
 Report

Quantitative Results 定量分析结果
 Calculate: Percent 面积百分比报告
 Based On: Area 用面积计算
 Sorted By: Signal 信号排序
 Signal Options...

Style
 Report Style: Short 报告类型
 Sample info on each page
 Add Chromatogram Output 添加一个色谱图输出
 Add Summed Peaks Table
 Report Layout For Uncalibrated Peaks
 Separately With Calibrated Peaks Do Not Report

Chromatogram Output 色谱图的输出
 Portrait 纵向
 Landscape
 Multi-Page (Landscape)
 1 Pages

Size 色谱图的尺寸大小 % of Page
 Time: 95 时间轴
 Response: 30 信号轴

Quantitative Results
 Calculate: Percent 面积百分比
 ESTD 外标法
 Norm% 归一化法
 ISTD 内标法
 ESTD% 百分外标法
 ISTD% 百分内标法

Based On: Area 用面积计算
 Area 用面积计算
 Height 用高度计算

OK Cancel Help

5. 从 Report--Print Report 打印报告, 或打印预览

以上所设定的数据分析参数可以存入方法中 File--Save As--Methods...

Calibration:校正标准曲线

新建校正表的具体步骤:

1. File--load signal... filename 调用**标样**第 1 个溶度信号并积分后
2. Calibration--New Calibration table... 新建校正表
Automatic setup: Level
Compound:输入各个化合物的名字, Amt:输入各个标样的溶度
3. File--load signal... filename 调用**标样第 N 个溶度**信号并积分后
4. Calibration--Add Level... 增加一级校正 (N=2, 3, 4, 5, 6...)
Level
Amt: 输入该 N 信号各个标样的溶度
5. 重复 3, 4 的步骤可得到多级(点)的校正表, 可从 Calibration--Calibration table... 观看修改校正表
6. Report--Specify Report 报告格式中更改 Calculate: **ESTD 外标**
7. 以上所设定的校正表可以存入**方法**中 File--Save As--Methods...
8. File--load signal... filename 调用**待测样品**数据文件并积分后
9. File--PrintPreview 打印预览, 或从 Report--Print Report 打印报告,
可得待测样品各个化合物外标定量报告

重新校正原来校正表的具体步骤:

1. File--load signal... filename 调用**标样**第 1 个溶度**重复进样**的信号并积分后
2. Calibration--Recalibrate... 重新校正
选择 Level 级 选平均 或 替代
3. File--load signal... filename 调用**标样**第 N 个溶度**重复进样**的信号并积分后
4. Calibration--Recalibrate... 重新校正
选择 Level 级 选平均 或 替代
5. 重复 3, 4 的步骤可得到多级校正表的重新校正过保留时间及响应因子的校正表。
(可以有选择的重新校正某 N 级溶度的标样, 也可以重新校正该 N 级溶度多次)