

安捷伦气相色谱仪 GC7890A

一、基本原理

气相色谱仪是用于分离复杂样品中化合物的化学分析仪器。气相色谱可分为气固色谱和气液色谱。气固色谱指流动相是气体，固定相是固体物质的色谱分离方法，例如活性炭、硅胶等作固定相。气液色谱指流动相是气体，固定相是液体的色谱分离方法，固定液按照极性不同分类，如弱极性的烃类和较强极性的酯类和聚酯等。例如在惰性材料硅藻土涂上一层角鲨烷，可以分离、测定纯乙烯中的微量甲烷、乙炔、丙烯、丙烷等杂质。由于各组分性质的差异，固定相对它们溶解或吸附的能力不同。易被溶解或吸附的组分，挥发或脱附较难，随载气移动速度慢，在柱内停留时间长；反之，停留短。随着载气的流动，溶解、挥发，或吸附、脱附的过程反复地进行，经过一定的时间间隔后，性质不同的组分彼此分离。



二、操作规程

1. 开机步骤

1) 开气

打开气瓶的总阀开关

调整载气（N₂或者 He）的输出气压为 0.5-0.6 MPa

调整工作气（空气）的输出气压 0.5-0.6 MPa

调整保护气 (H₂) 的输出气压 0.2-0.4 MPa

2) 开电脑

打开计算机，进入中文 Windows XP 系统

3) 开仪器

打开仪器前方左下角的开关，仪器进入自检后，启动完成

(若有 ECD，把 ECD 排气管的堵头取掉)

4) 联机

待仪器自检完毕后，双击计算机桌面的“仪器 1”联机图标，化学工作站自动与气相色谱仪 7890A 通讯

2. 数据采集

1) 设定仪器的方法

从化学工作站菜单的方法中编辑完整方法、或者调用方法。方法的后缀是_.M，方法是一个文件夹。

1 方法的内容 (包含以下四个部分)



2 方法信息 (如用途等，可以不填)

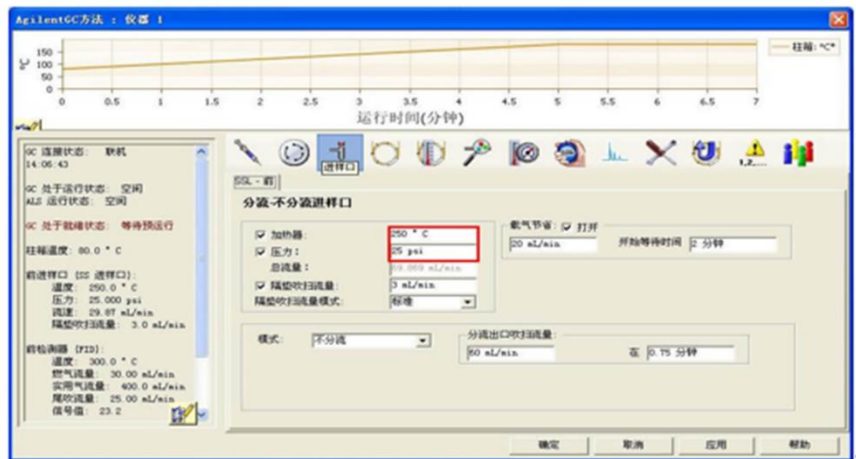
3 选择进样源/位置 (手动、自动进样器、阀进样等)



4 编辑 7890A 气相色谱仪器参数

(4.1) Inlets 进样口 (前)

不分流进样的设置



不分流用于样品浓度很低痕量的样品

分流进样的设置



选择合适的分流比。

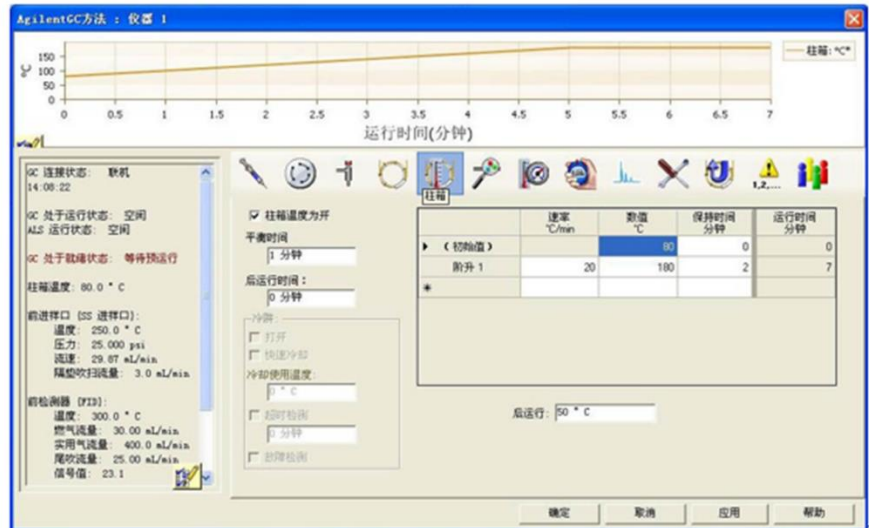
分流进样用于浓度较大的样品

(4.2)Columns 色谱柱

工程师已调整好，一般不需要改动。

(4.3)Oven 柱箱

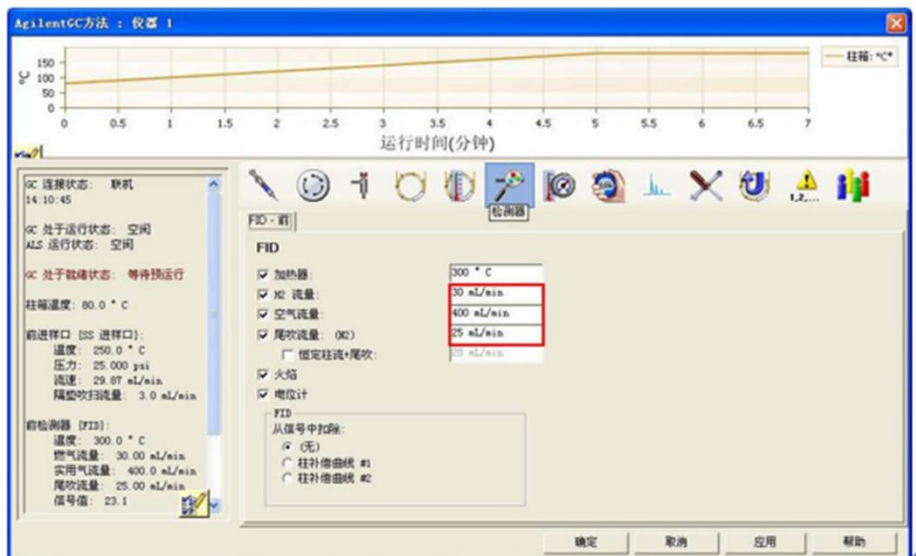
↵



可以设恒温或者 n 阶程序升温, 决定每针进样运行时间。

(4.6)Detectors 检测器

我们实验室配备的是 FID(火焰离子化检测器)

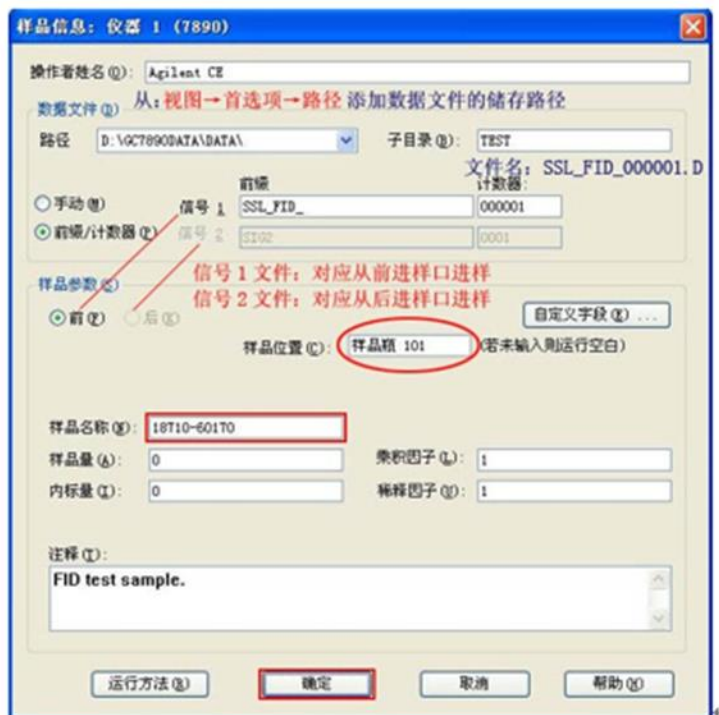


FID(火焰离子化检测器)检测器温度要到达设定的温度稳定后才能够点火。

以上步骤全部设置好后, 按 **确定** 全部退出。

2) 编辑样品信息

从运行控制中的样品信息: 设置样品参数即储存文件的路径名称。



3) 进样操作 (手动进样)

待工作站提示就绪(变绿色)、基线平衡稳定后,先按仪器上面的 PreRun 键预运行。
待 7890A 面板上的 Not Ready 红灯灭掉后,拿注射针取样品(一般 1.0 μ L 就足够),
从气相的进样口快速注入,按仪器右上角的 Start 键,开始进样,采集数据。

3. 关机步骤

1) 灭火

实验结束后,根据仪器配置情况:

FID/FPD 的点火: Flame Off 点火关闭

NPD 的铷珠电压: Bead Off 铷珠电压关闭

TCD 的灯丝电流: Filament Off 灯丝电流关闭

2) 降温

把前、后进样口和前、后检测器的温度开关关闭: Inlet temp Off、Det temp Off (如有其他加热模块也需关闭温度);设置柱箱温度 Over 为 30 $^{\circ}$ C

3) 关软件、关仪器

20-30 分钟后,仪器进样口、检测器温度降到 100 $^{\circ}$ C 以下,先退出 GC 化学工作站软件,再关闭仪器开关。(若有 ECD,把 ECD 排气管的堵头堵上)

4) 关气体

关闭载气、工作气、保护气的总阀

5) 关计算机

三、注意事项

1. 开机时，应先用载气充满整根色谱柱后，再启动各加热区；关机时，应等柱温箱温度、进样口温度、检测器温度低于 80℃后，才可关载气并关闭电源；
2. 注意氢气发生器的水位，如低于下限水位，应及时补液，水应使用去离子水；
3. 注意自动进样器的进样塔上的清洗瓶和废液瓶中液体体积，应及时补加洗液和倾倒废液；
4. 开机后检查各个实际值是否能达到设定值；
5. 进样前，要确保进样针洁净，以免污染进样口乃至 GC 系统。

四、日常维护

1. 每日检查钢瓶压力供应是否足够。若存量小于 500 psi（即 3.5Mpa）就需要更换；
2. 定期更换进样器的垫片，一般 1~2 周换一次，根据进样次数酌情处理；
3. 检查色谱柱是否发生漏气或者断裂；
4. 定期检查气路是否漏气。气路接头和钢瓶阀检漏可以用肥皂水检漏；减压阀检漏可以憋压，1 小时左右后观察气压是否下降明显。色谱柱检漏主要检测接头衬管处是否漏。在气路的出口放一小杯清水，将气路出口管插入其中（液面一下 1cm 左右），看排出的气泡是否均匀；
5. 定期检查进样口、色谱柱和检测器是否被污染。可以做个空白样的流失图来观察。做流失图的操作条件：一般从 50℃以 10℃/min 升到 240℃并保持 10min。柱流量设置在 2ml/min。正常情况下，应该只是基线和噪音，如果出现峰，说明系统被污染，很可能是从进样口带来的污染物。如果在正常使用状态下，色谱柱的性能开始下降，基线信号值会增加，另外，如果在很低温度下，基线信号值明显地大于初始值。那么很有可能是色谱柱和 GC 系统被污染；
6. 定期检查进样器的石英衬管是否被污染（有许多进样垫的碎屑），用优级纯丙酮清洗，不要用硬的织物擦洗，以免产生细微的划痕。再放在新的丙酮溶液中浸一刻钟左右，取出放在心相印面巾上，晾置一分钟左右，轻轻放到仪器上。清洗前可以用手接触，清洗后不可以。小心操作，以免打碎。

五、异常情况应对

如果联机出现问题即工作站和仪器不能正常通讯，可能是地址丢失，可以重新建立连接，如果还不行，重开仪器建立连接（此时工作站不要关闭），再不行就检查通讯接口连接。

六、仪器故障实例

七、维修维护

八、联系方式

九、附录