



Agilent 7890A GC

(中文版 B03.01C)

现场培训教材

安捷伦科技有限公司

化学分析与生命科学事业部

一、 培训目的:

- 基本了解 7890A 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 7890A 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-413, HP-5 毛细柱: 30m, 320 μ \times 0.25 μ
- 注射器: 自动液体进样器 (ALS) 用 10ul 注射器或手动进样用 10ul 注射器。
- 进样体积: 1 ul。

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%)。

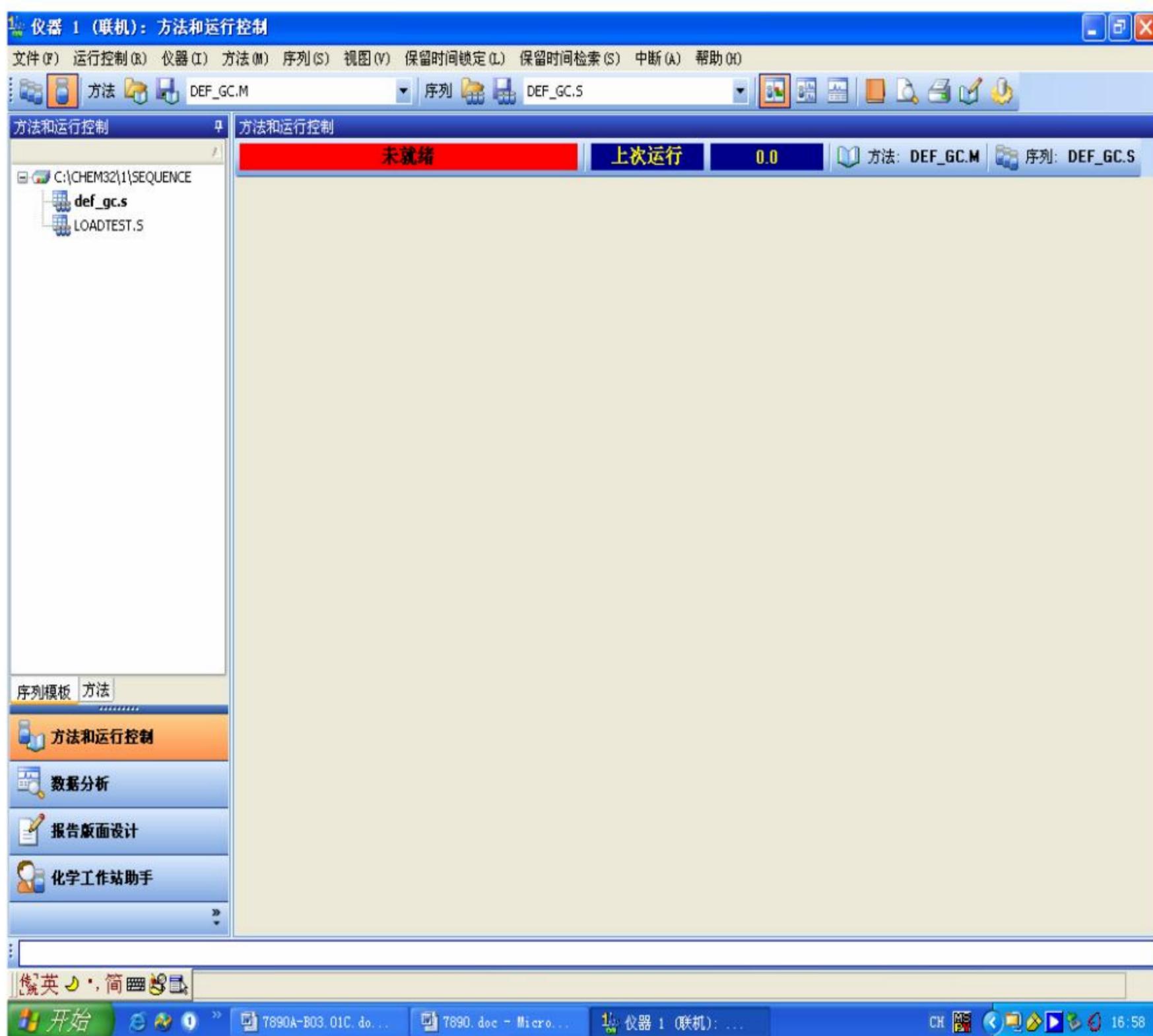


7890A/GC 化学工作站

基本操作步骤:

(一)、开机:

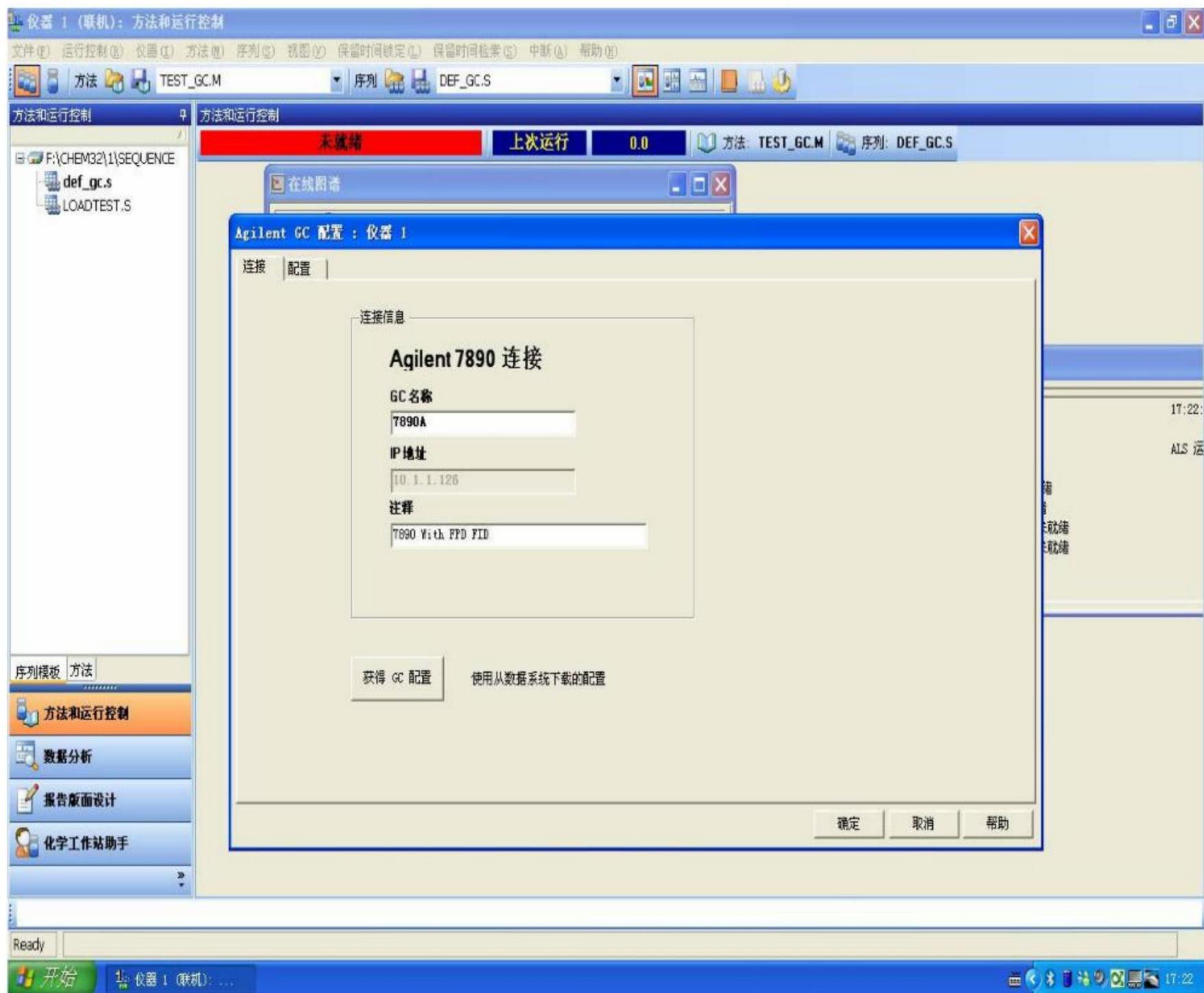
- 1、打开气源（按相应的所需气体）。
- 2、打开计算机，进入中文 Windows XP 画面。
- 3、打开 7890A GC 电源开关。（7890A 的 IP 地址已通过其键盘提前输入进 7890A）
- 4、双击桌面的“**仪器 1 联机**”图标；（或点击屏幕左下角“**开始**”，选择“**程序**”，选择“**安捷伦化学工作站**”，选择“**仪器 1 联机**”，则化学工作站自动与 7890A 通讯，进入的工作站界面如下图：（通讯成功后，7890A 的遥控灯亮）



5、从“视图”菜单中选择“方法和运行控制”画面，点击“化学工作站状态”，使其命令前有“√”标志，点击“全部菜单”，使之显示为“短菜单”来调用所需的界面。

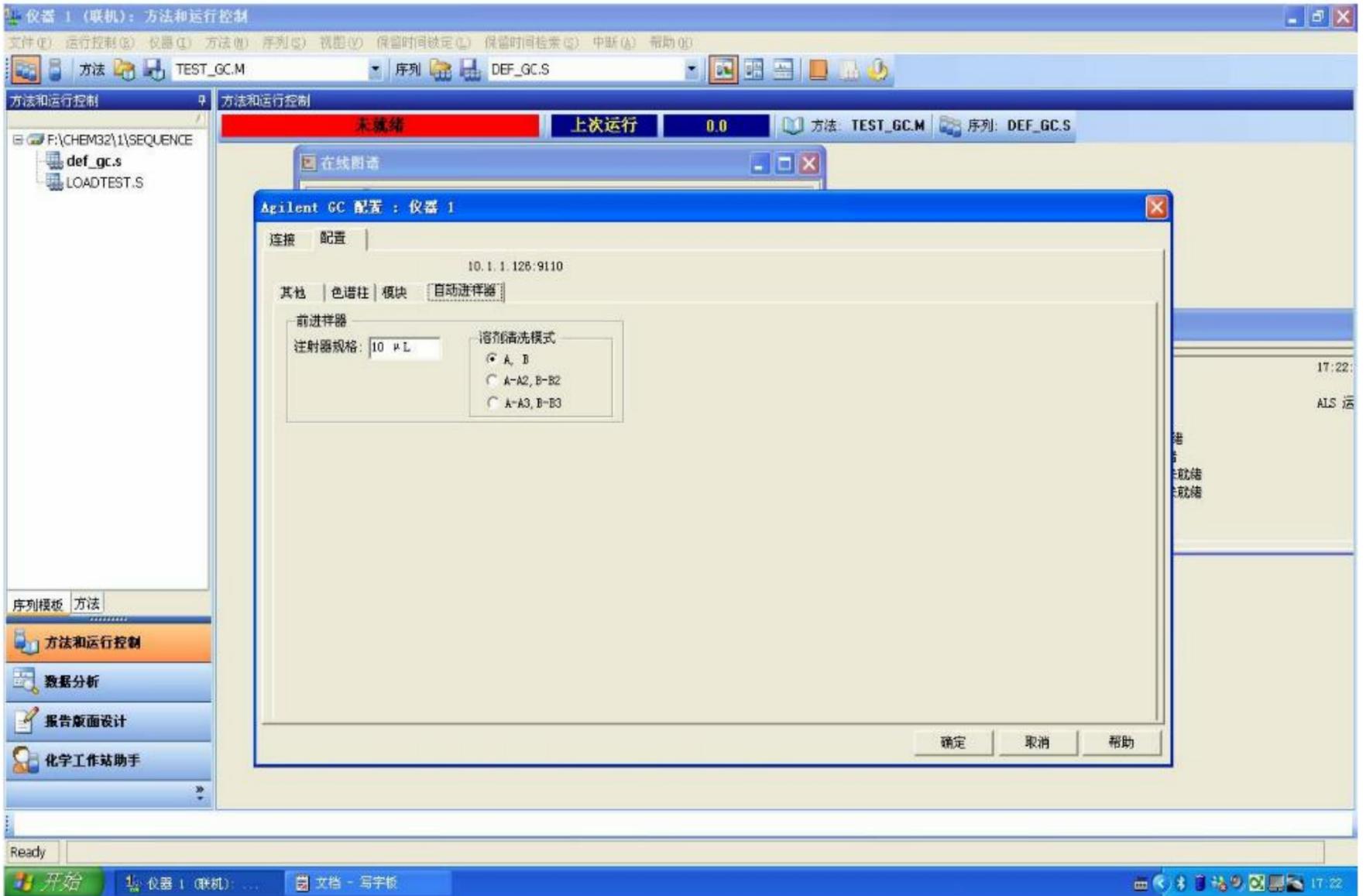
(二) 7890A 配置编辑:

- 1、点击“仪器”菜单,选择“GC 配置...”进入如图所示画面。在“连接”画面下,输入 GC 名称:如“GC 7890”;可在“注释”处输入 7890A 的配置,如“7890GC with FID FPD”。点击“获得 GC 配置”按钮获取 7890A 的配置。



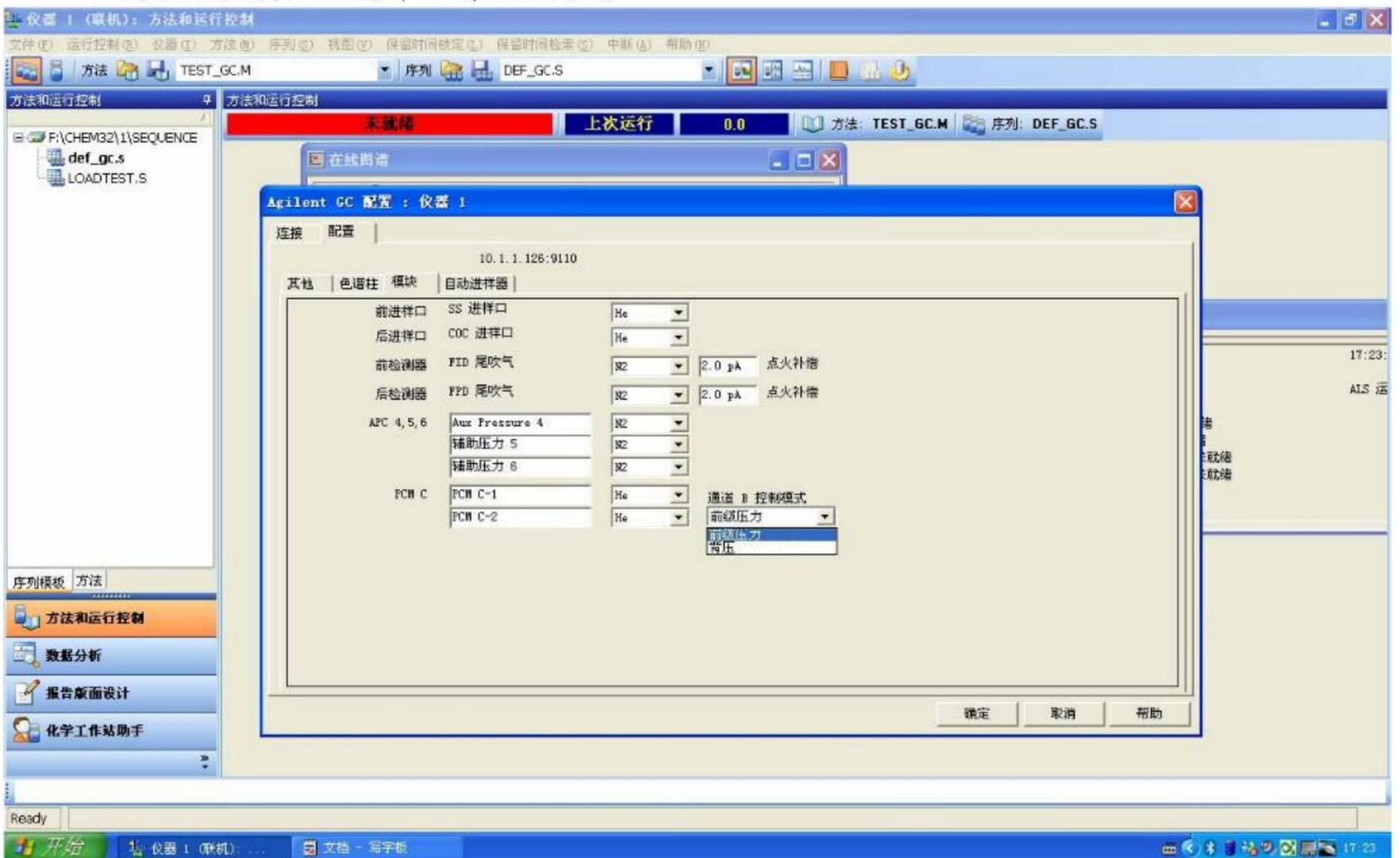
2、自动进样器配置设定:

- 点击“配置”按钮,点击“自动进样器”子按钮进入如下图所示画面, 输入注射器的体积, 如“10ul”; 选择溶剂清洗模式: 如 A, B。---若无 ALS,则无此内容。



3、模块配置设定:

- 点击“**模块**”按钮进入下图所示画面，点击下拉式箭头，分别选择进样口、检测器、APC、PCM的气体类型。对于FID、FPD要输入点火下限值，如2.0PA；NPD要输入激发电压，如2.8V(要现场输入信号为30PA的电压)；PCM要在PCM C-2处选择前压或后压控制，如选择“前级压力”。



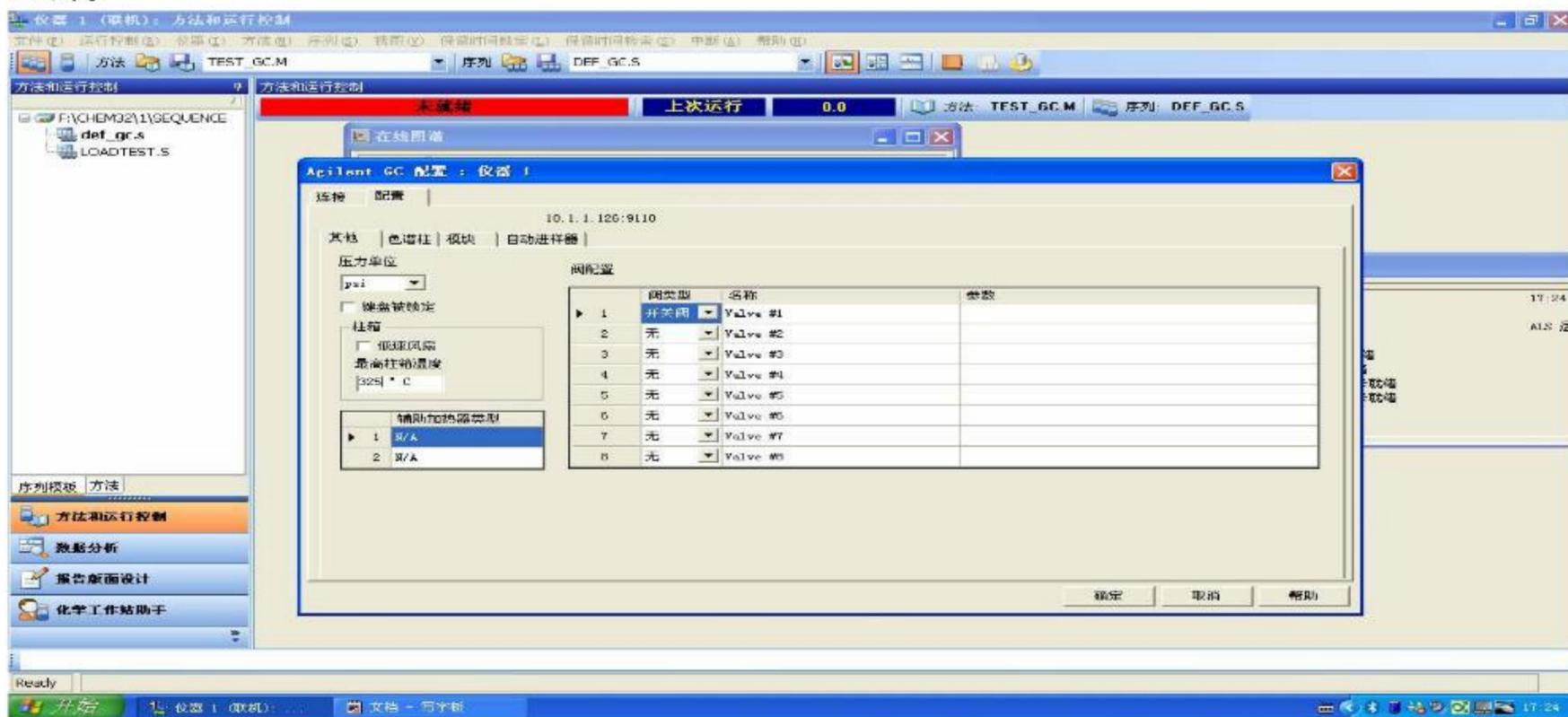
4、柱参数设定:

- 点击“色谱柱”按钮，进入柱参数设定画面，在“+/-”下方第一行空白按钮处，双击鼠标，进入“从目录选择色谱柱 1”画面，点击“向目录添加色谱柱”按钮进入柱库，从柱子库中选择您安装的柱子，如 19091J-413。然后点击“确定”按钮，则该柱被加到目录中，并选中它，点击“确定”。点击该柱对应下拉式箭头选择连接的进样口、检测器及加热类型。如：前进样口、前检测器、柱箱。同样方法添加其它柱子。



5、其它项设定

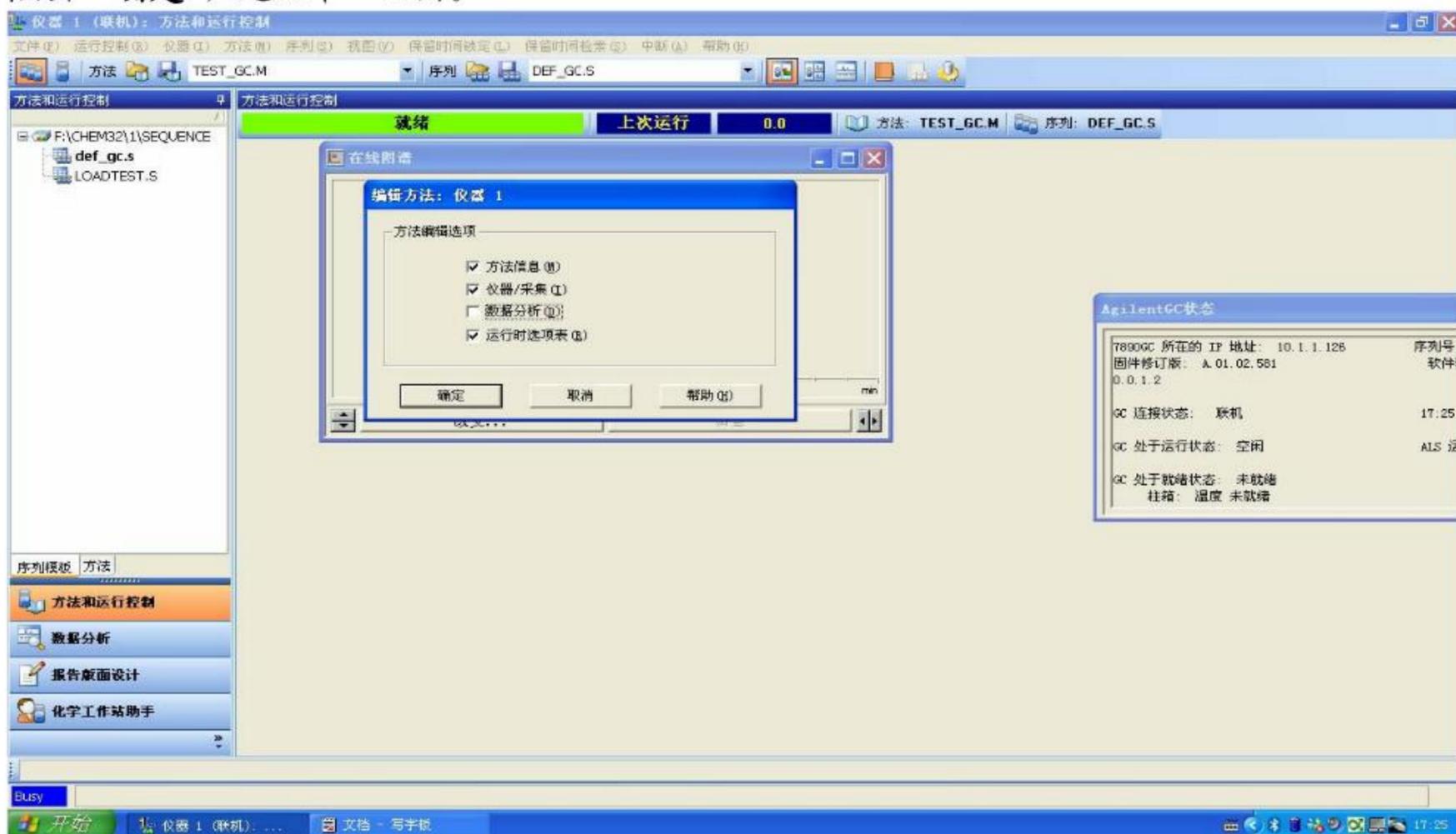
• 点击“其它”进入其它项设定，选择压力单位：psi；输入柱子的最大耐高温：如：325℃（19091J-413柱）。若阀用于进样，在阀类型区域选择阀号，并选择类型为“开关阀”，（仪器上有几个阀就选几个，与时间表配合使用进行阀进样）。点击“确定”退出配置画面。



(三) 数据采集方法编辑:

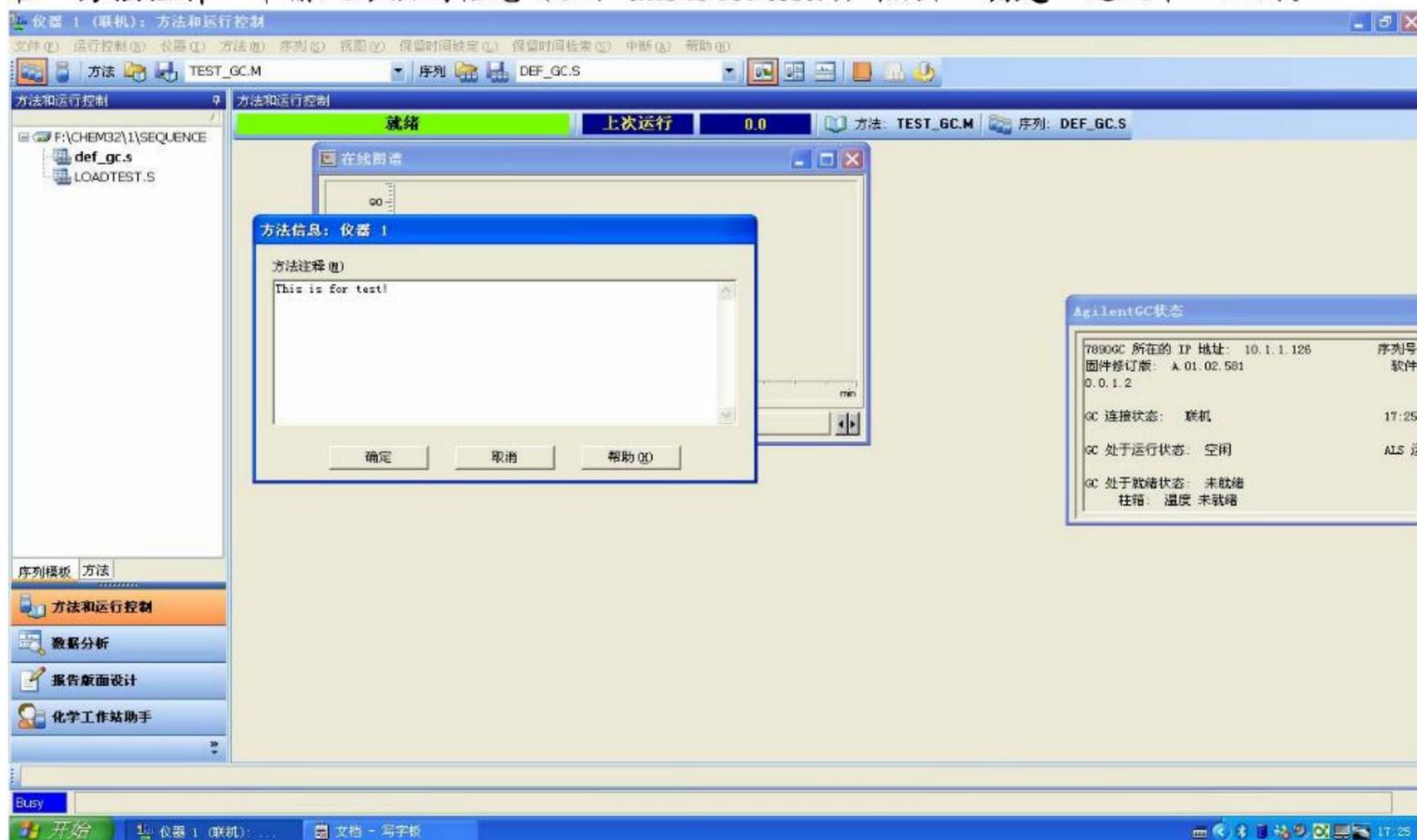
1. 开始编辑完整方法:

从“方法”菜单中选择“编辑完整方法...”项，如下图所示，选中除“数据分析”外的三项，点击“确定”，进入下一画面。



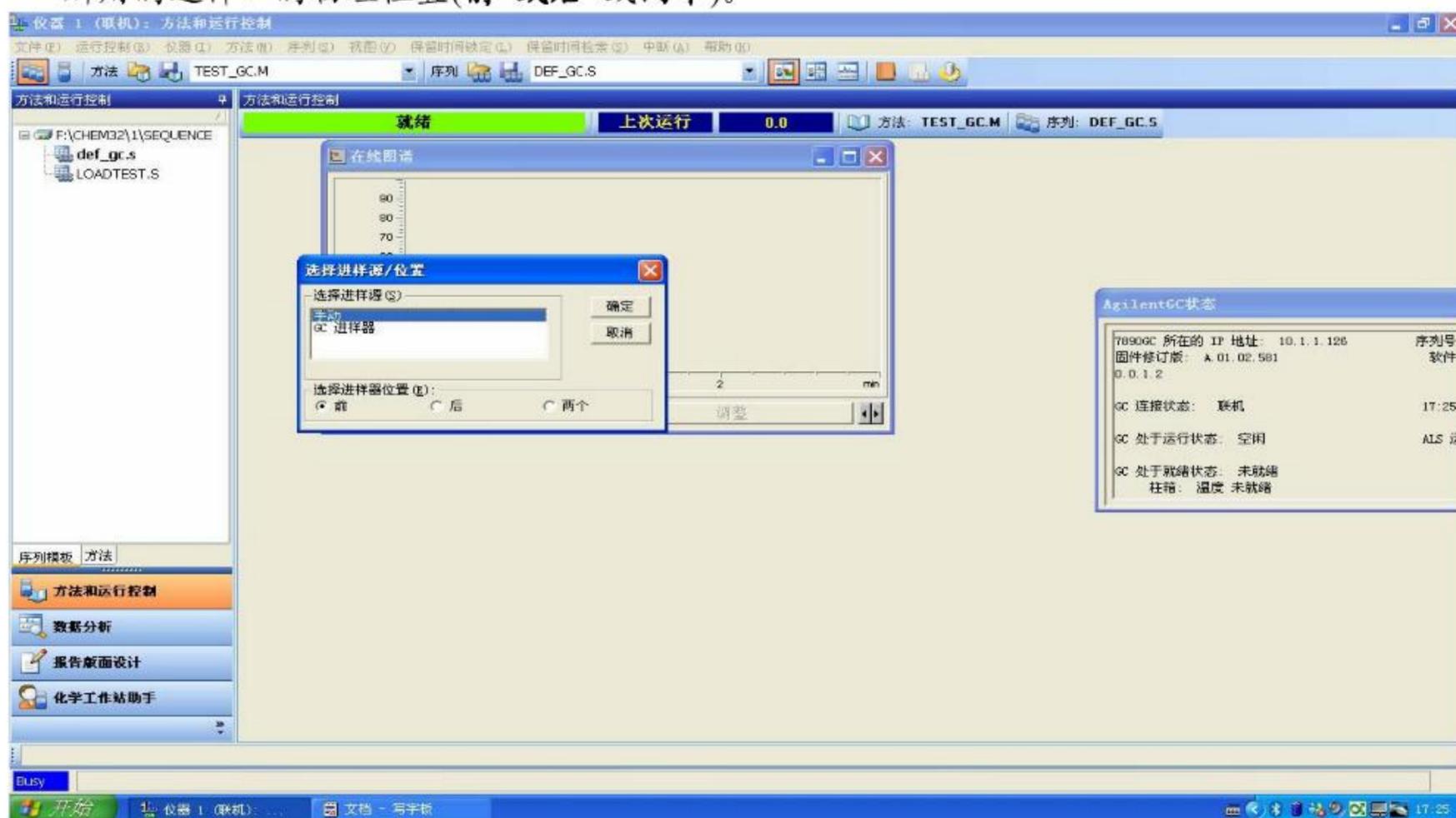
2、方法信息:

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



3、进样器设置:

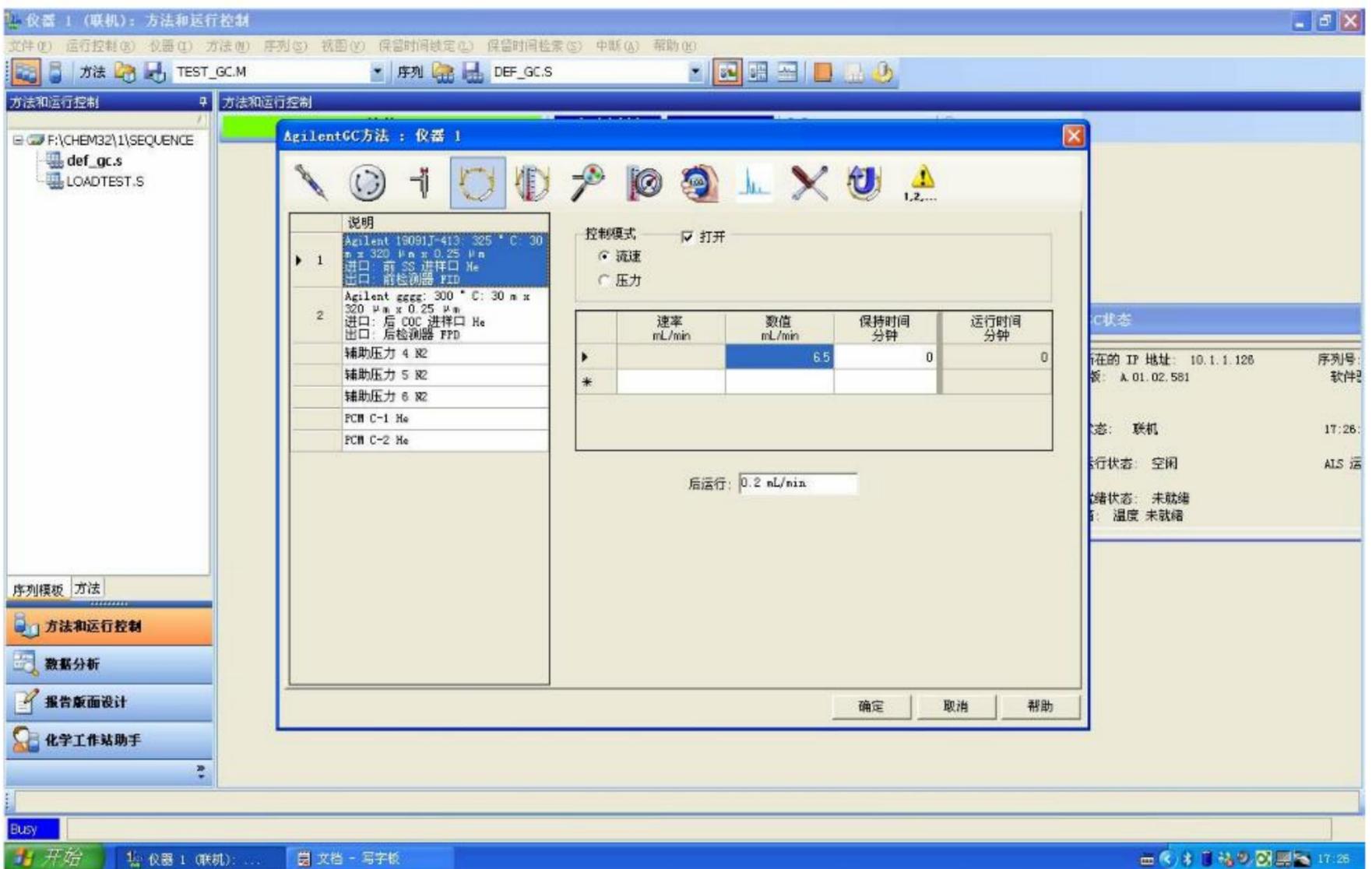
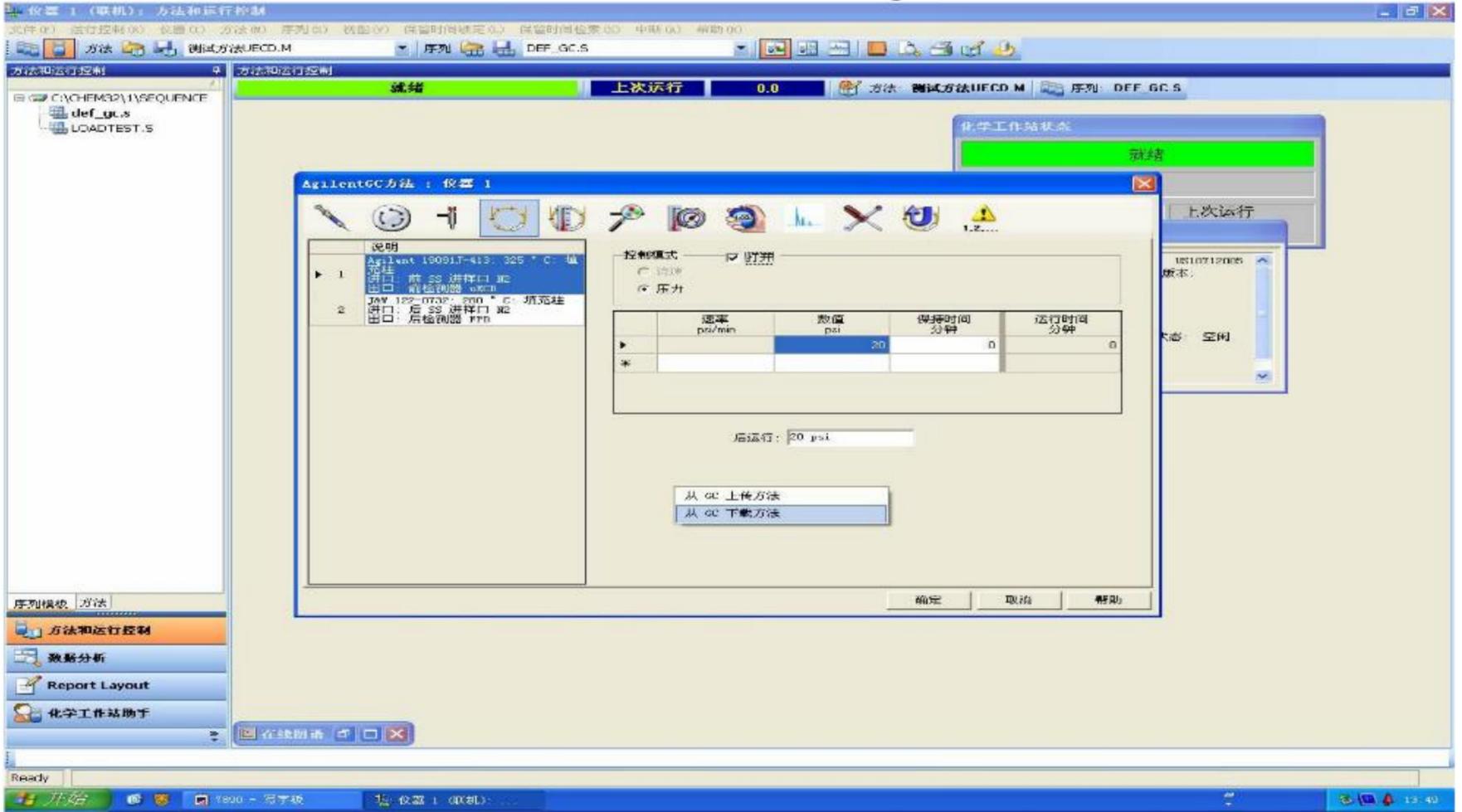
- 如果未使用自动液体进样器 7683B, 则在“选择进样源/位置”画面中选择“手动”, 并选择所用的进样口的物理位置(前 或后 或两个)。



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

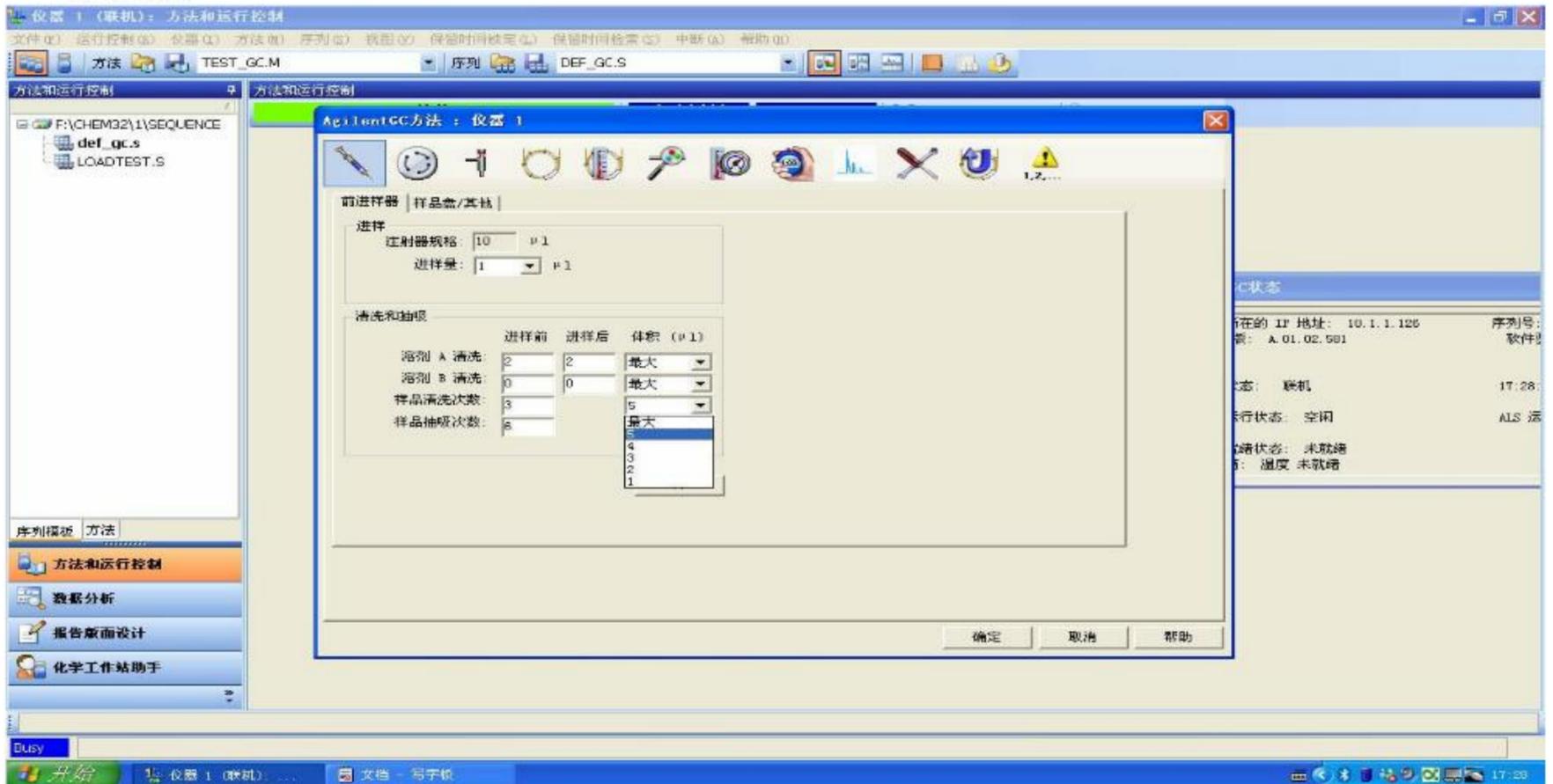
4、柱模式设定:

- 
 如下图, 点击“”图标, 进入柱模式设定画面, 在画面中点击鼠标右键, 先选择“下载”, 再用同样方法选择“上传”; 点击“1”处进行柱1设定, 然后选中“打开”左边方框; 选择控制模式, “流速”或“压力”。如: 压力, 25 psi; 或流速, 6.5ml/min。

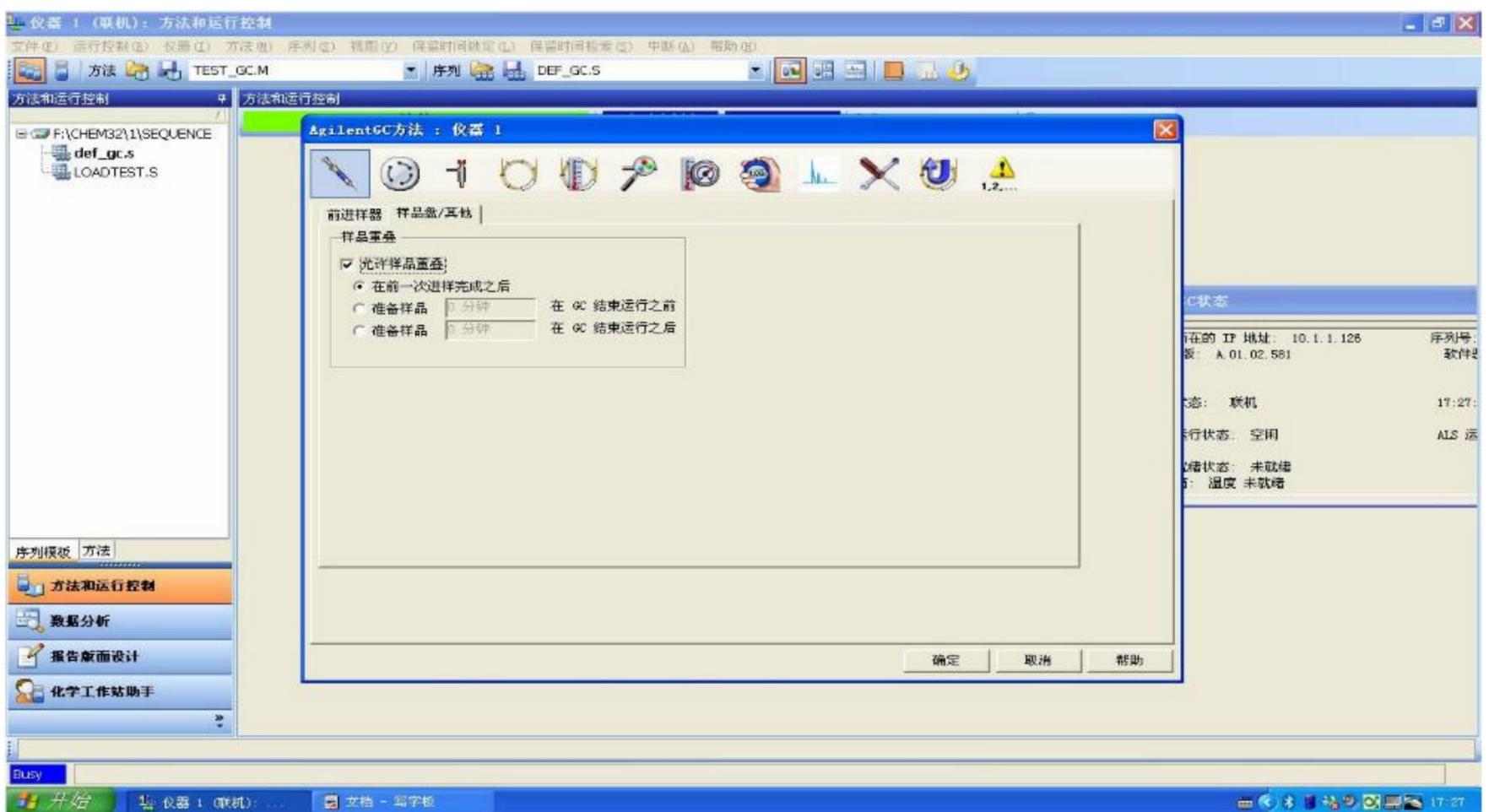


5、进样器参数设定:

- 点击“”图标，进入进样器参数设定画面。点击“前进样器”或“后进样器”按钮，进入参数设定画面。选择进样体积（如 1ul）
- **进样前**---进样前洗针次数，**进样后**---进样后洗针次数；**体积 (ul)**—清洗的体积；**样品清洗次数**—用样品洗针次数；**溶剂 A 清洗**—溶剂 A 洗针的次数；**溶剂 B 清洗**—溶剂 B 洗针的次数。

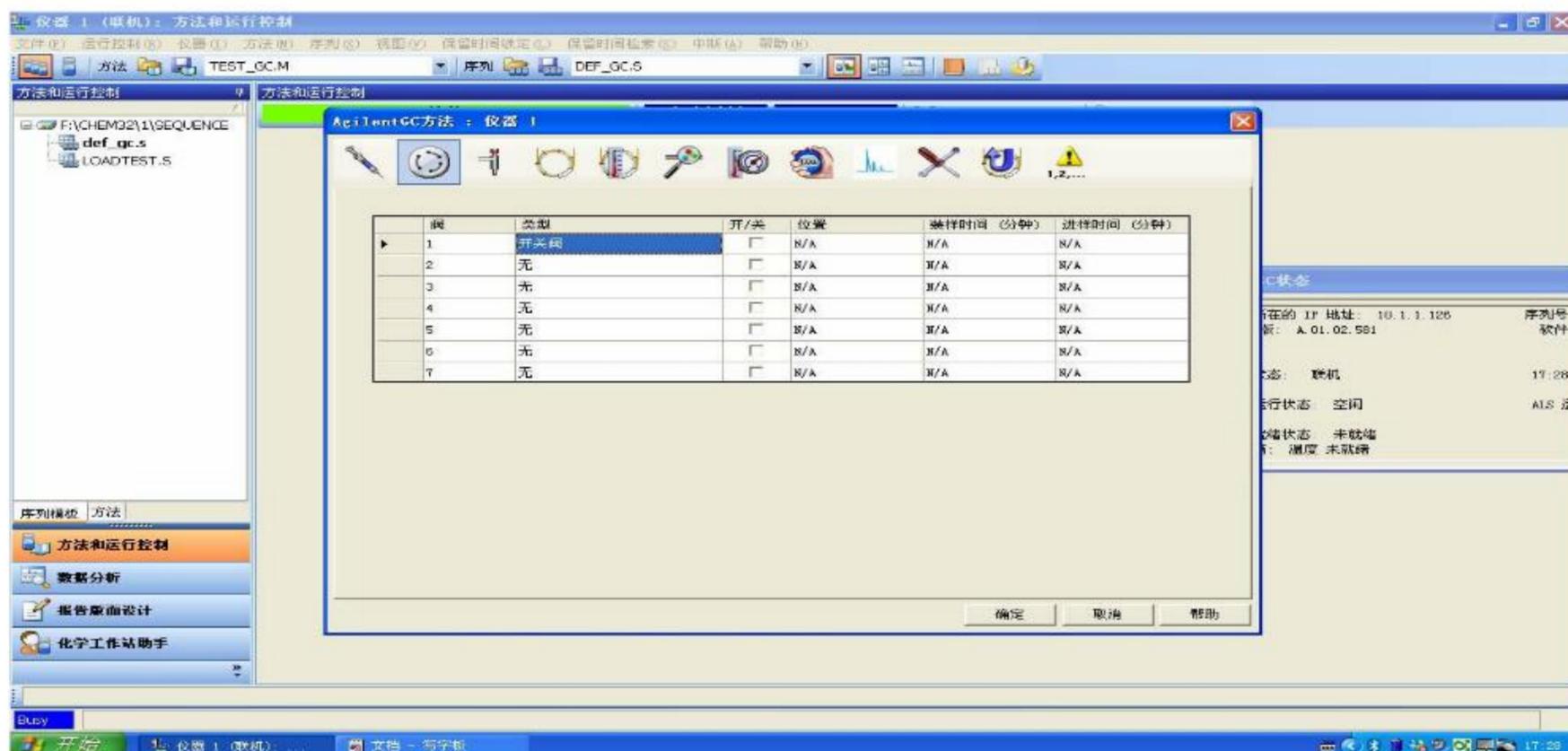


- 点击“样品盘/其它”按钮，进入参数设定画面。可以输入提前抽样的时间，亦可不输。



6、阀参数设定:

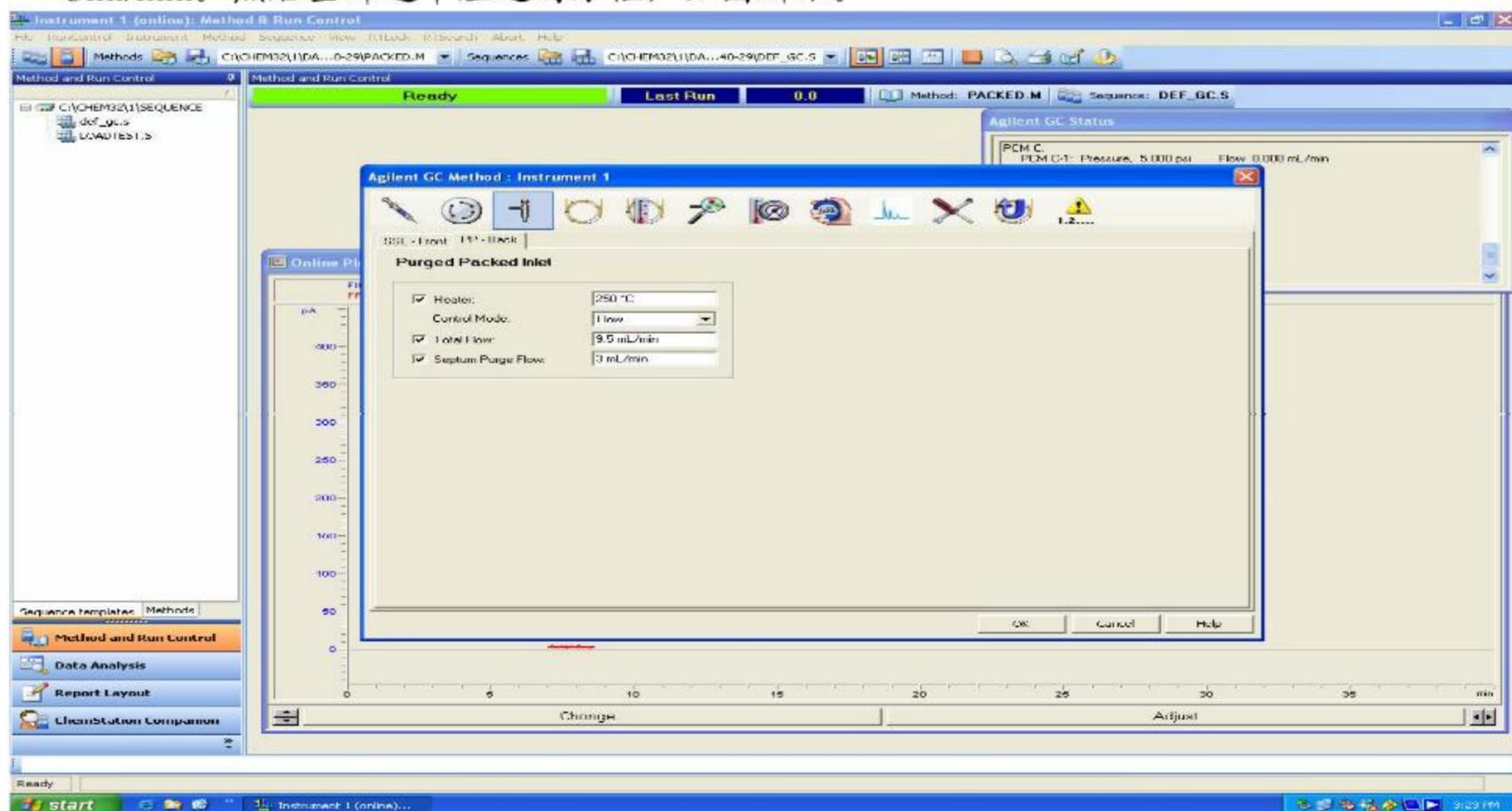
- 点击“”图标，进入阀设定画面。



- 若阀用于进样，在 Type 区域选择类型为“开关阀”，初始状态：关；。（仪器上有几个阀就选几个，与时间表配合使用进行阀进样）。

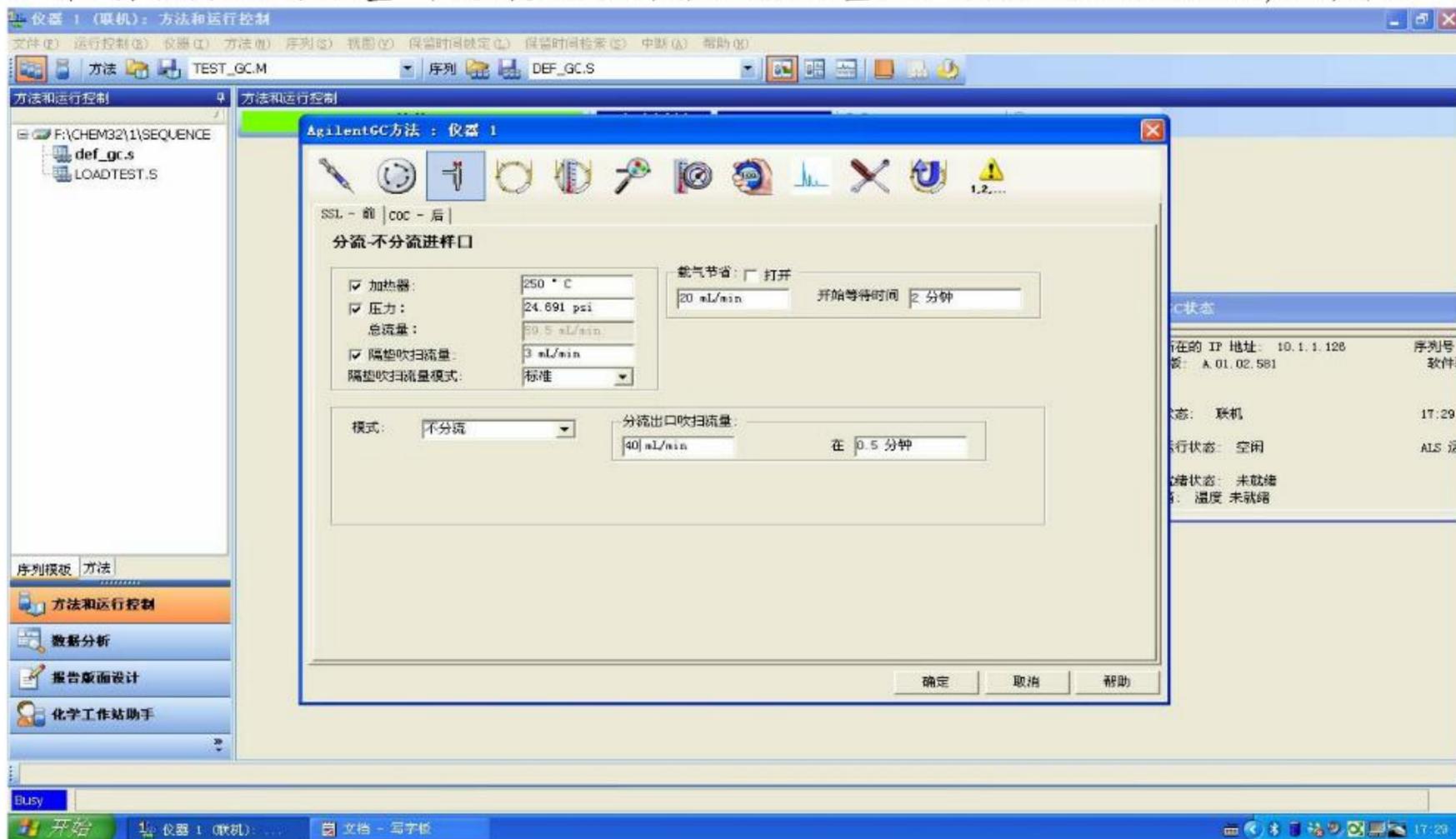
7、填充柱进样口参数设定:

- 点击“”图标，进入进样口设定画面。点击“PP-前”或“PP-后”按钮进入填充柱进样口设定画面。
- 在空白框内输入进样口的温度，（如 250℃）；控制模式，如：“流速”；输入隔垫吹扫流量：如：3ml/min。然后全部选中左边的方框，如图所示。

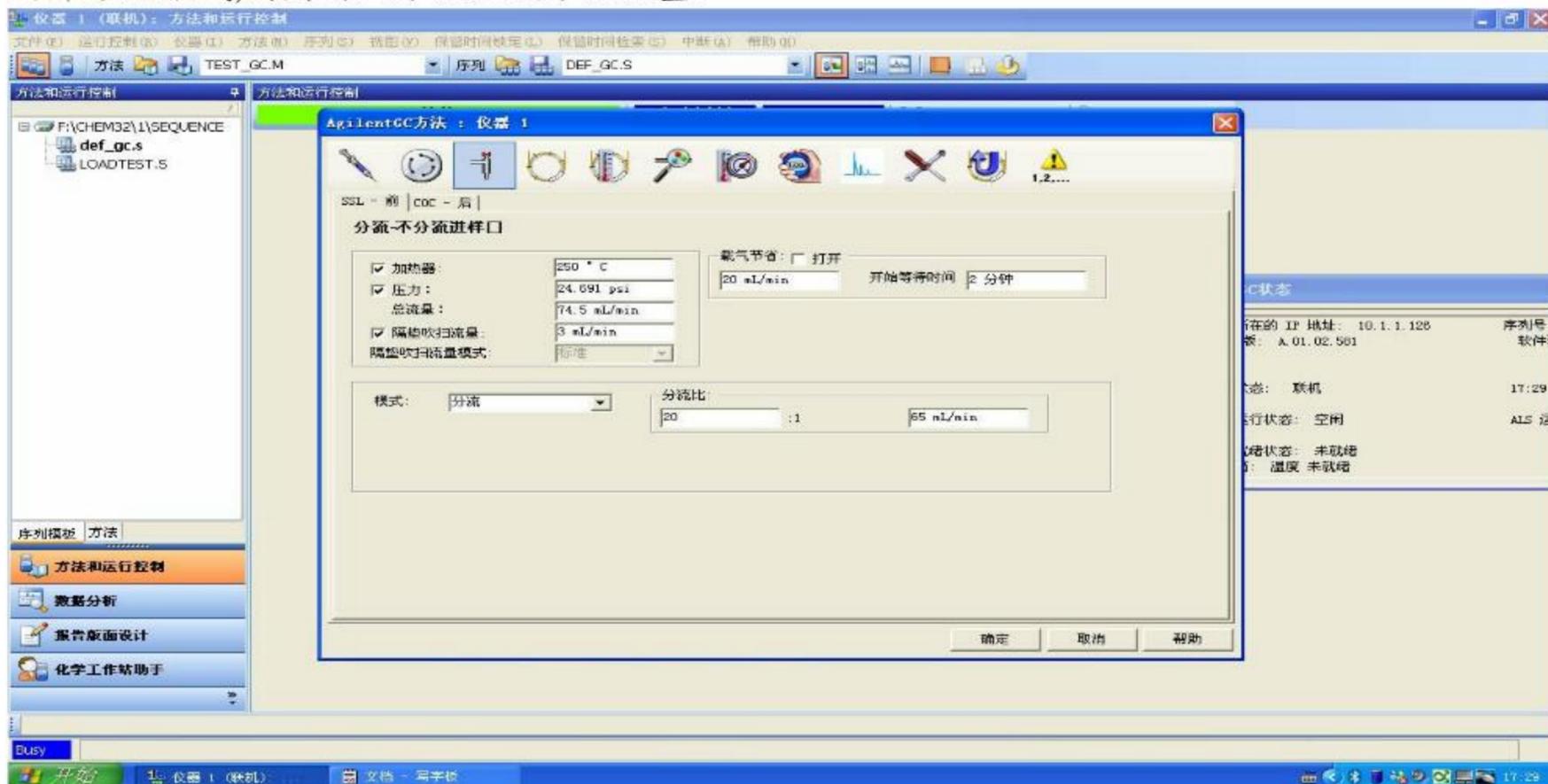


8、分流不分流进样口参数设定：

- 点击“”图标，进入进样口设定画面。点击“SSL-前”或“SSL-后”按钮进入毛细柱进样口设定画面。
- 点击“模式”右方的下拉式箭头，选择进样方式为“不分流”（分流方式，分流）。
- 在空白框内输入进样口的温度，（如 250℃），然后选中左边的所有方框；
- 选择“隔垫吹扫流量模式”为“标准”，并输入隔垫吹扫流量：如：3ml/min。对于特殊应用亦可选择“关闭”，进行关闭。
- 在“分流出口吹扫流量”下边的空白框内输入吹扫流量（如 0.5min 后 40ml/min）；如图所示。

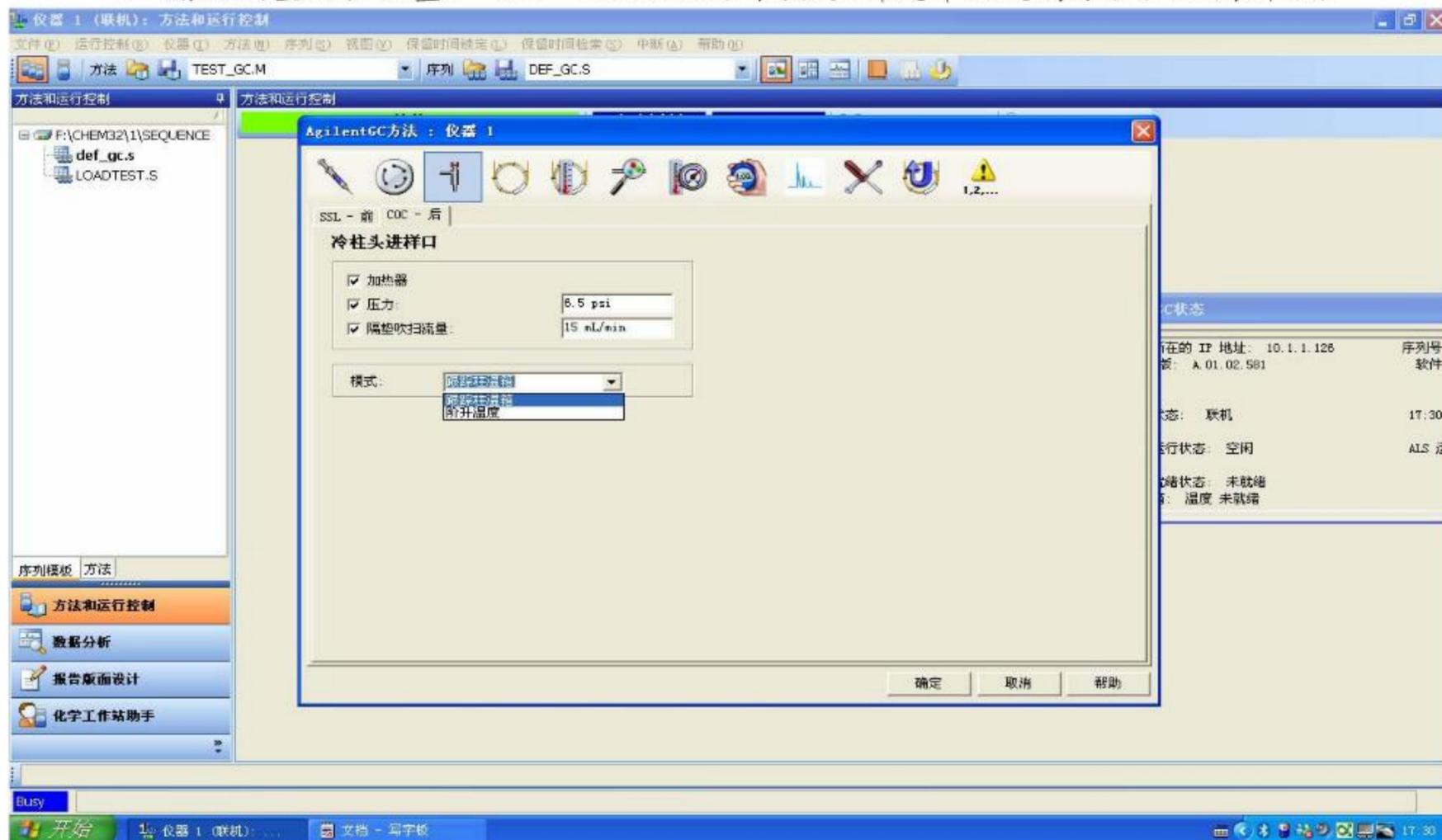


选择分流方式，则要输入分流比或分流流量。



9、冷柱头进样口参数设定:

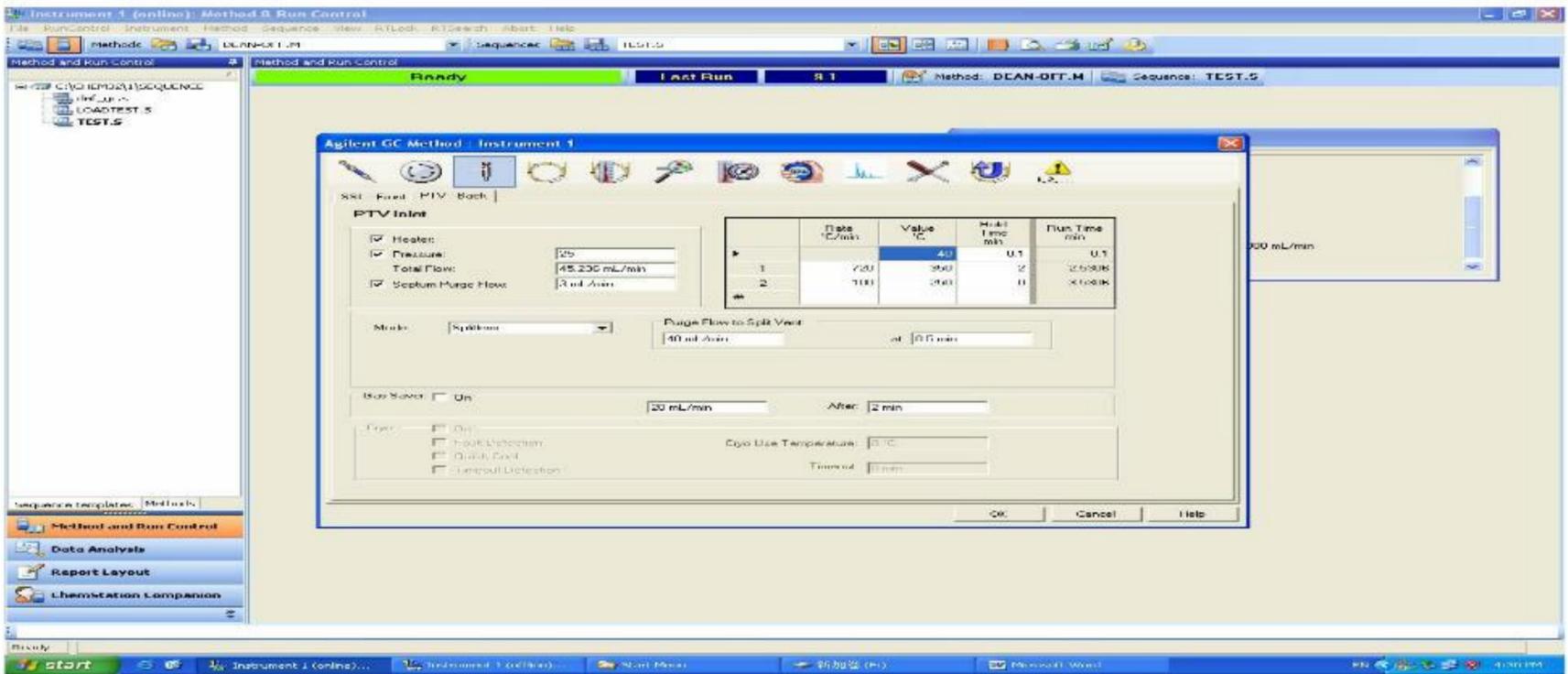
- 点击“”图标, 进入进样口设定画面。点击“COC-前”或“COC-后”按钮进入冷柱头进样口设定画面。
- 点击“模式”右方的下拉式箭头, 选择合适的升温方式(如跟踪柱温箱, 或阶升温度, 其设置方式与柱温的设置类似)。
- 输入隔垫吹扫流量: 如: 15ml/min。然后全部选中左边的方框, 如图所示。



10、PTV 进样口参数设定:

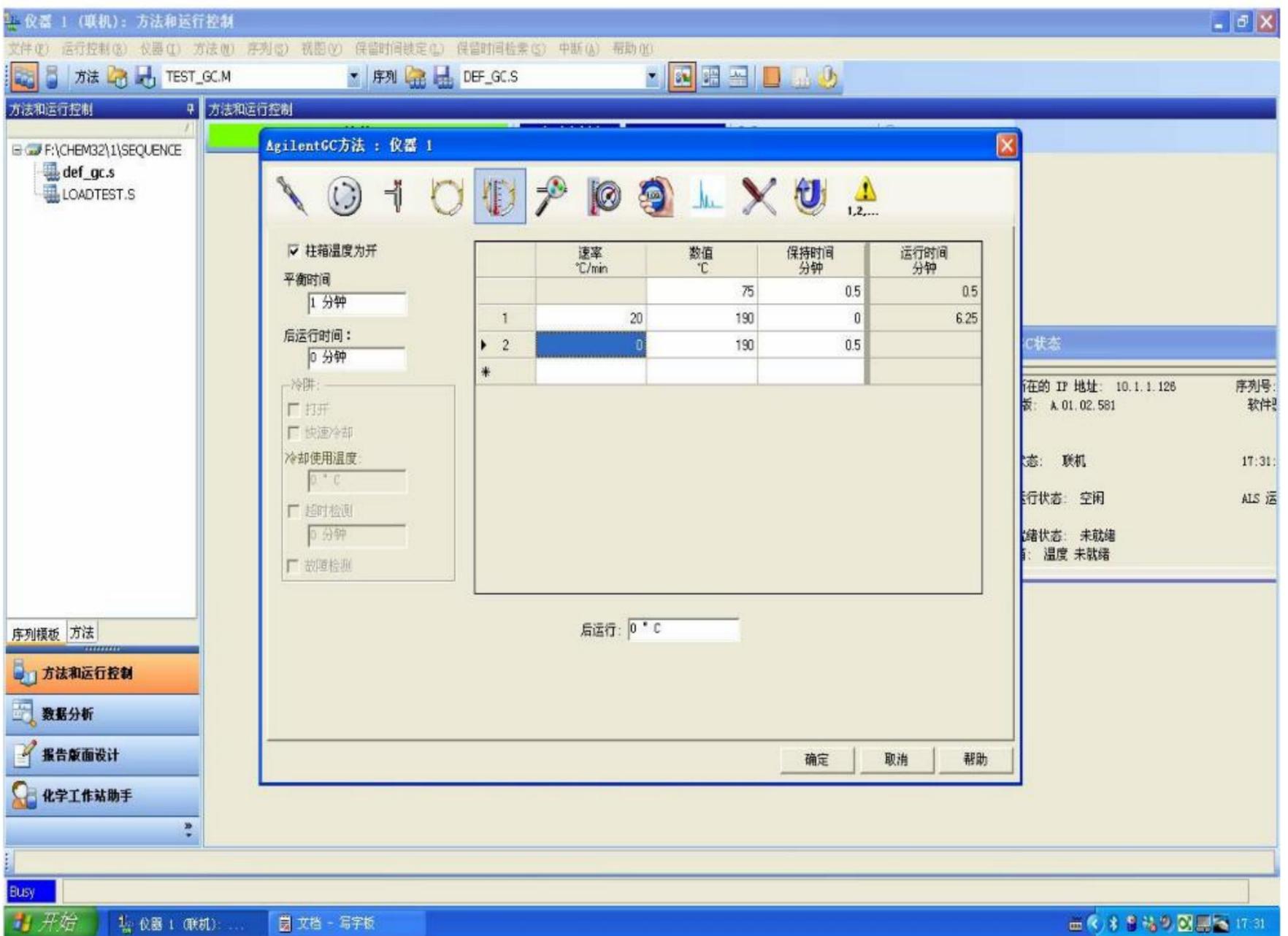
- 点击“”图标, 进入进样口设定画面。点击“PTV-前”或“PTV-后”按钮进入 PTV 进样口设定画面。
- 点击“模式”右方的下拉式箭头, 选择合适的进样方式(如不分流, 分流方式分流)。
- 输入隔垫吹扫流量: 如: 3ml/min。然后全部选中左边的方框。
- 在“分流出口吹扫流量”下边的空白框内输入吹扫流量(如 0.5min 后 40ml/min)
- 在空白框内输入 PTV 进样口的温度, (如 40°C (0.1min)--720°C/min--350 °C (2min)--100 °C/min --250°C (0min))。其设置方式与柱温的设置类似。
- 若选择分流方式分流, 则输入分流比或分流流量。

***PTV 其它工作模式, 如 PTV 溶剂吹扫等工作模式请工程师据用户现场情况选择介绍。



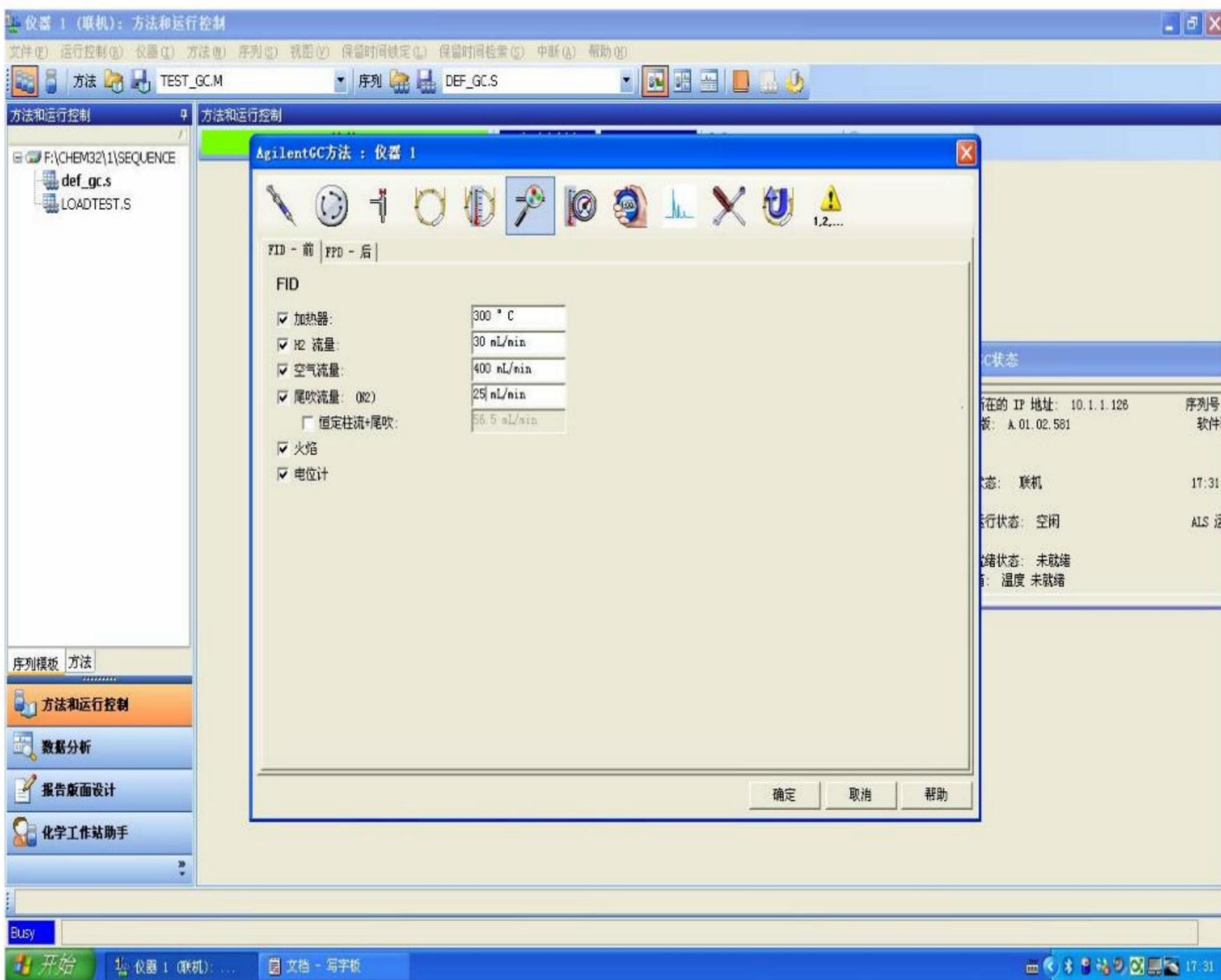
11、柱温箱温度参数设定：

- 点击“”图标，进入柱温参数设定。在空白表框内输入温度，选中“柱温箱温度为开”左边的方框； °C /min—升温速率；输入柱子的平衡时间（如 1min）；
- 下图为一程序升温的例子：
75°C (0.5min)----20°C/min----190°C (3min)



12、FID 检测器参数设定:

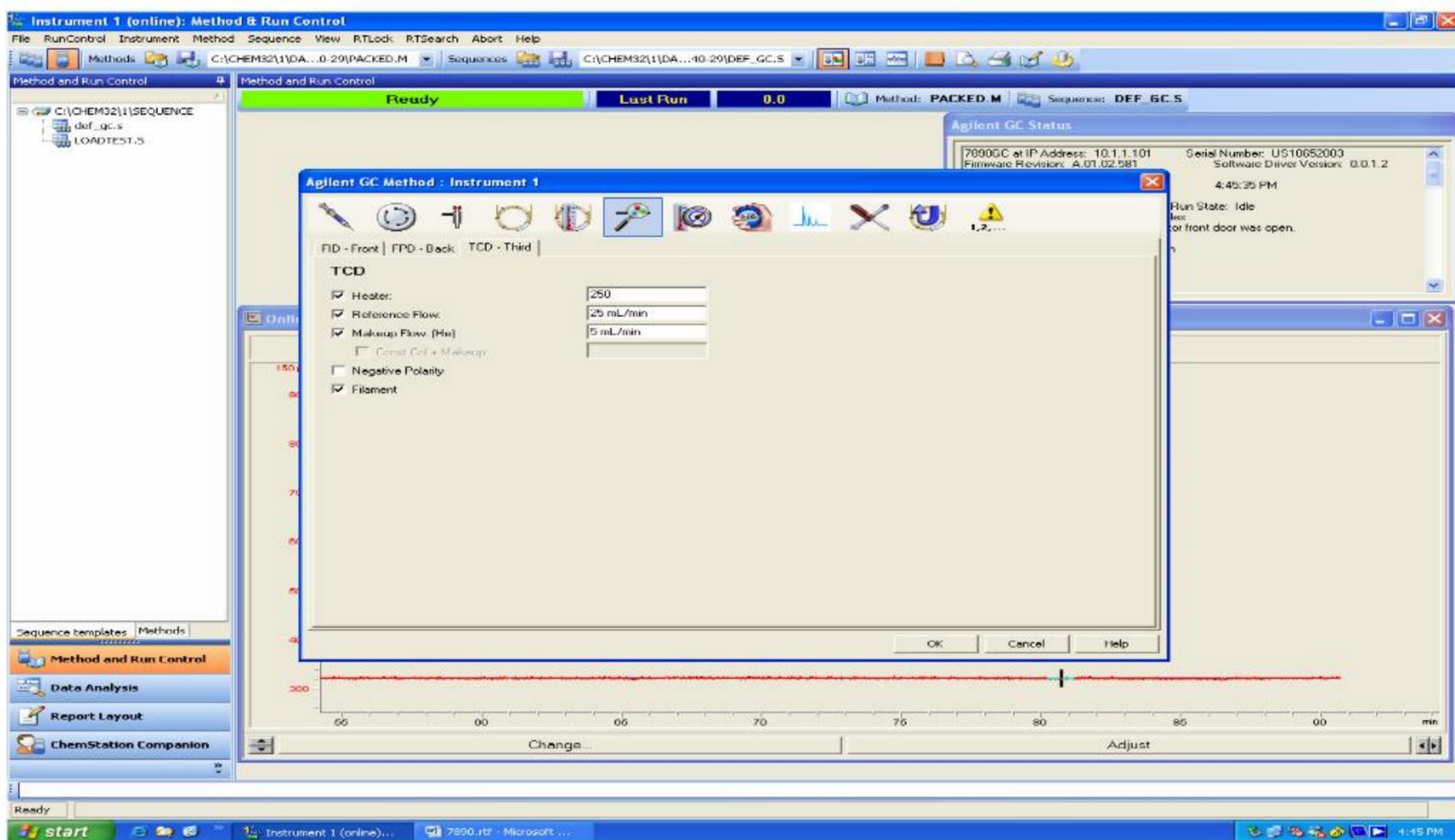
- 点击“”图标，进入检测器参数设定。击“FID-前”或“FID-后”按钮进入 FID 检测器设定画面。
- 在空白框内输入：H2—30ml/min; air—400ml/min; 检测器温度（如 300℃）; 辅助气（如 25ml/min）或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 25ml/min）——当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量，使到达检测器的总流量不变；并选中左边的所有方框，如图所示。



13、TCD 检测器参数设定:

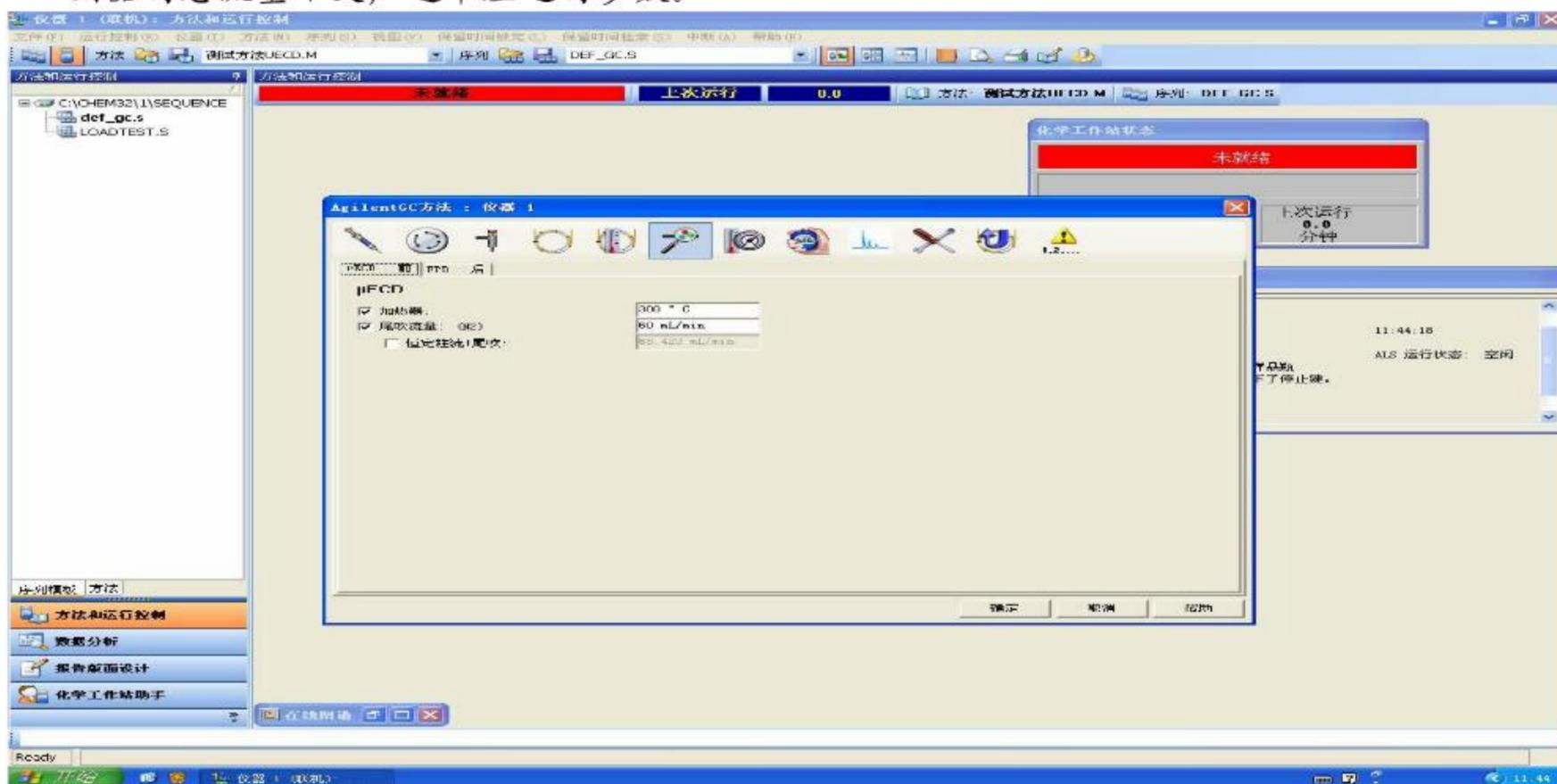
- 点击“”图标，进入检测器参数设定。击“TCD-前”或“TCD-后”按钮进入 TCD 检测器设定画面。
- 在空白框内输入：检测器温度（如 250℃）; 辅助气为 5ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 5ml/min）——当程序升温时，柱流量变化，仪器会相应调整辅助气的流量，使到达检测器的总流量不变；参比气：25ml/min。选中左边的参数。

- 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。



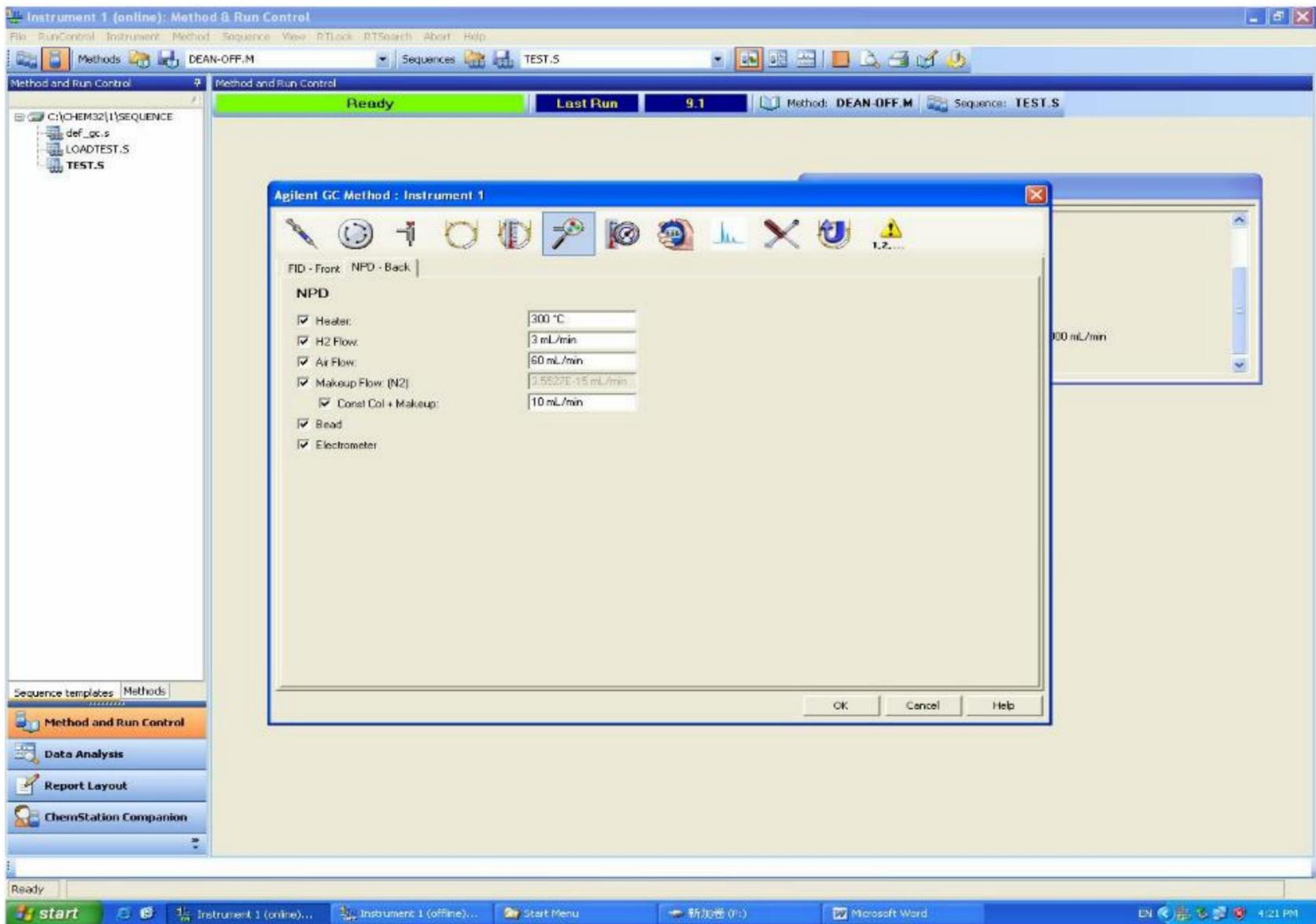
14、u-ECD 检测器参数设定:

- 点击“”图标,进入检测器参数设定。击“uECD-后”或“uECD-后”按钮进入 u-ECD 检测器设定画面。
- 在空白框内输入: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,选中左边的参数。



15、NPD 检测器参数设定:

- 点击“”图标，进入检测器参数设定。点击“NPD-前”或“NPD-后”按钮进入 NPD 检测器设定画面。
- 在空白框内输入：检测器温度（如 325℃）；辅助气为 4ml/min(或辅助气及柱流量的和为恒定值（如 10ml/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；H2—3ml/min；air—60ml/min；
- 选中“铷珠”及“电位计”等左边的所有空白框。
- *** 注意：预处理铷盐（Bead）非常重要，见附页。



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°C，保持20 分钟，再将温度提至200°C，保持15 分钟，再将温度提至250°C，保持10 分钟，300°C（10 分钟），340°C（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。

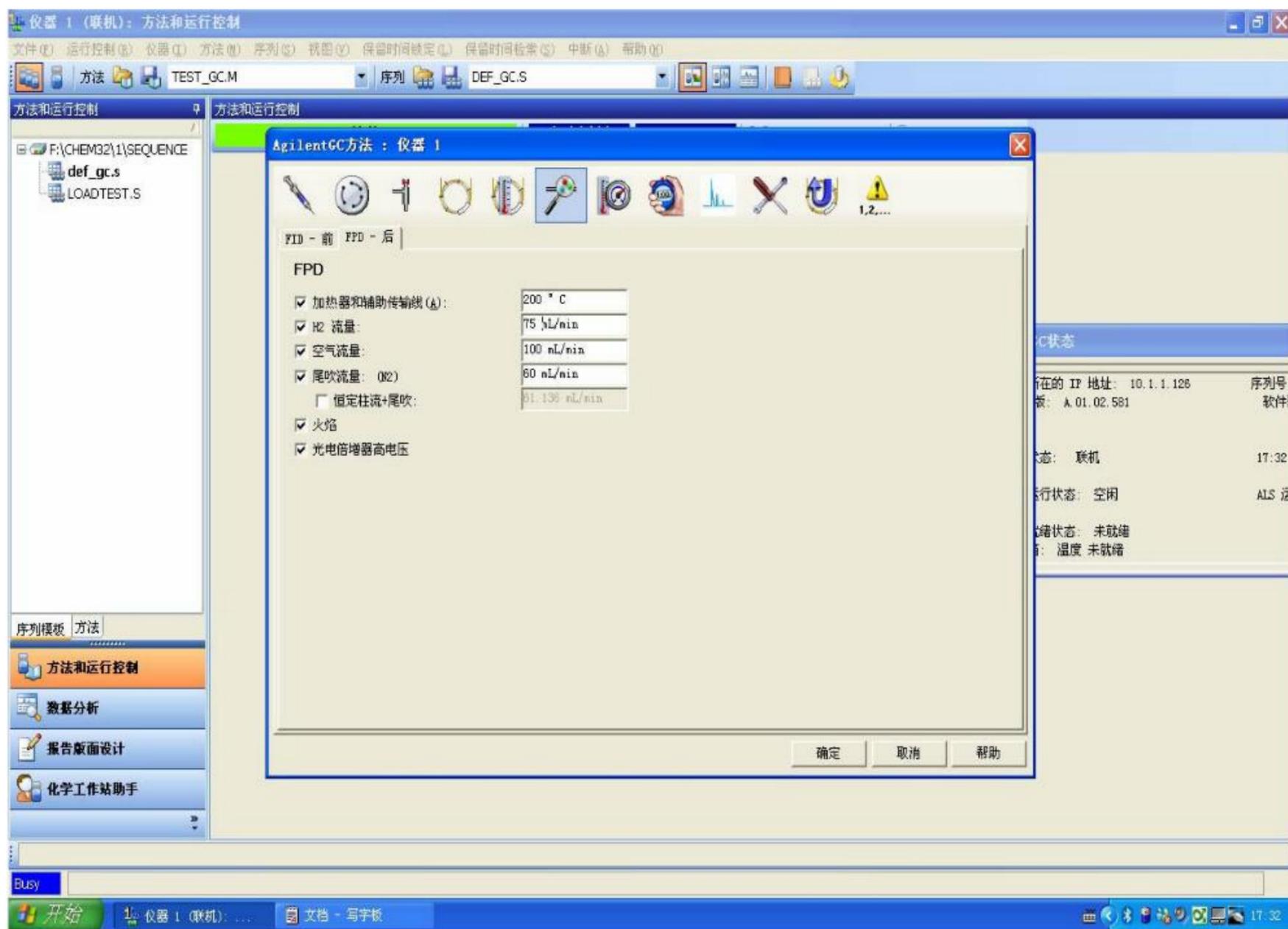
氮磷检测器平时维护注意事项:

- 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、FPD 检测器参数设定:

- 点击“”图标，进入检测器参数设定。点击“**FPD-前**”或“**FPD-后**”按钮进入 FPD 检测器设定画面。
- 在空白框内输入: H₂—50ml/min; air—60ml/min; 检测器温度 (如 200℃); 辅助气 (如 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。并选中左边所有参数。

*** P 模式: H₂—75ml/min; air—100ml/min。



*** S, P 滤光片的更换步骤:

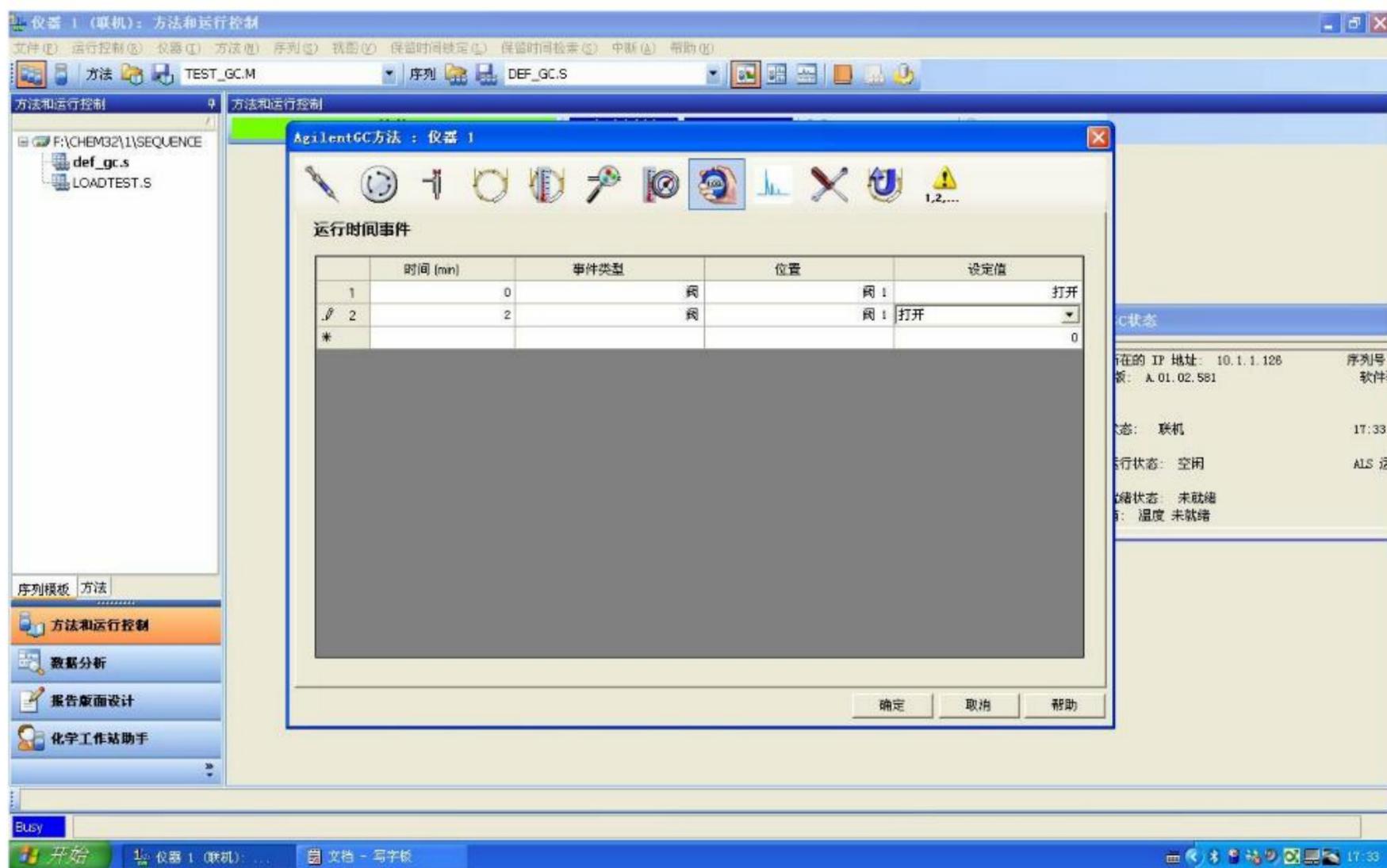
- A: 关闭检测器及相应的气体。
- B: 按关机步骤, 关闭 7890A 电源。
- C: 移去 PMT 管, 小心移去已有的滤光片。换上所需的滤光片 (注意: 滤光片上的箭头指向 PMT 管), 装上 PMT 管。
- D: 开 7890A 电源。

17、AUX 参数设定:

- 点击 “” 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。

18、时间表设定:

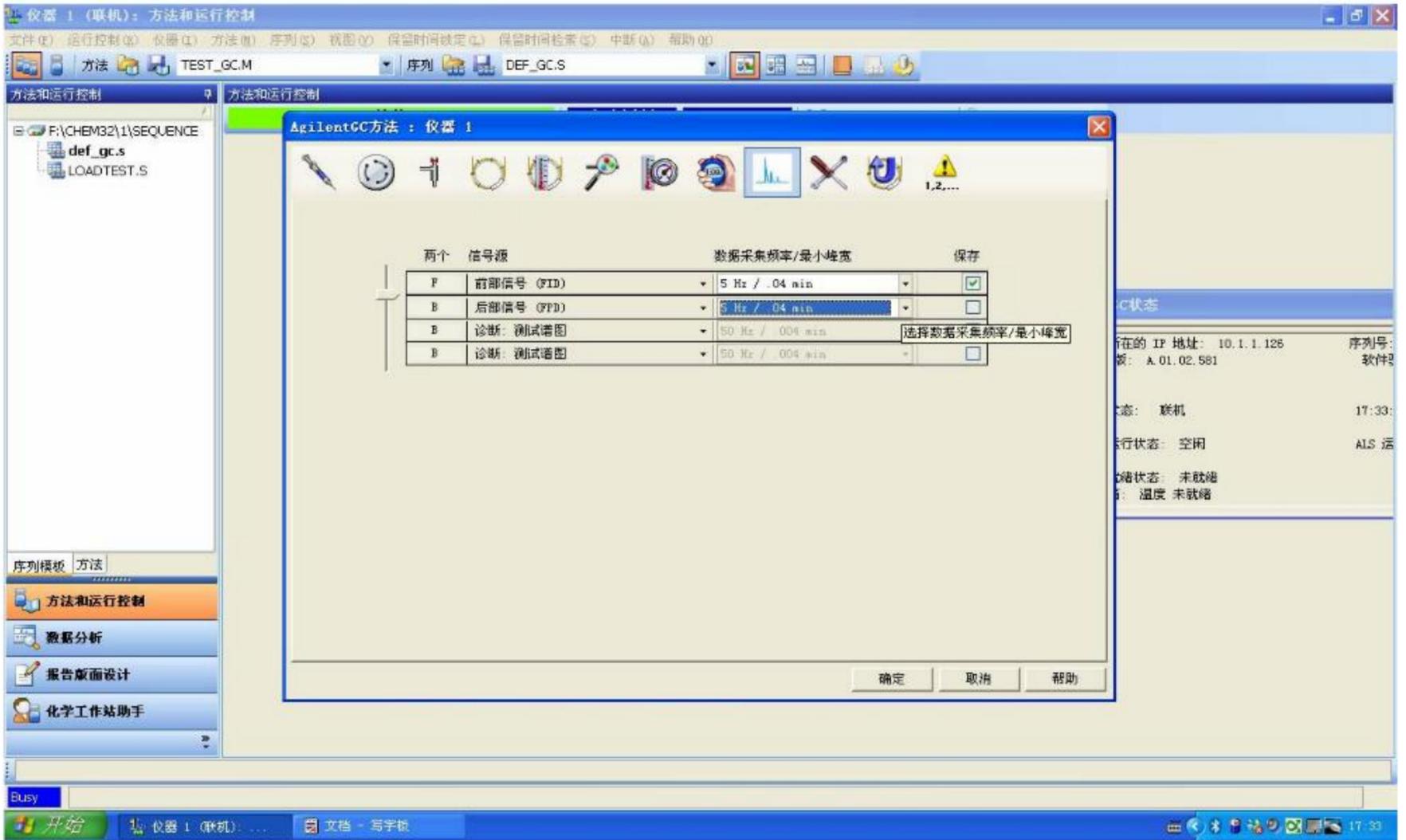
- 点击 “” 图标，进入时间表参数设定，在 “**时间**” 下方的空白处输入时间（如 0.01min），点击 “**事件类型**” 下方的下拉式箭头，选中事件（如，阀）；
- 点击 “**位置**” 下方的下拉式箭头，选中事件的位置号（如阀 1）；点击 “**设定值**” 下方的下拉式箭头，选中事件的状态（如打开）。
- 输入完一行，依此输入多行。点击 “**确定**” 钮。



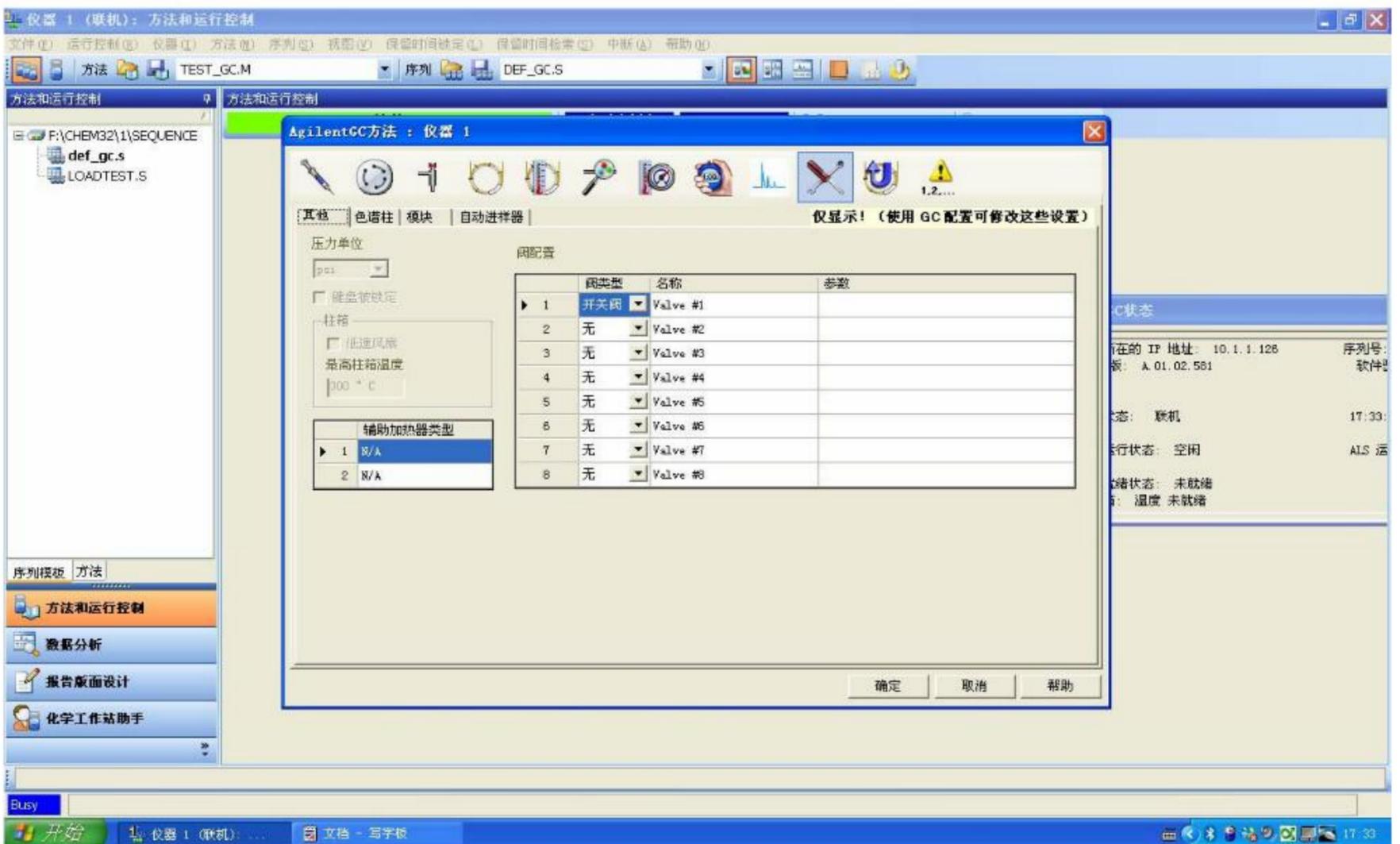
19、信号参数设定:

点击 “” 图标，进入信号参数设定画面。

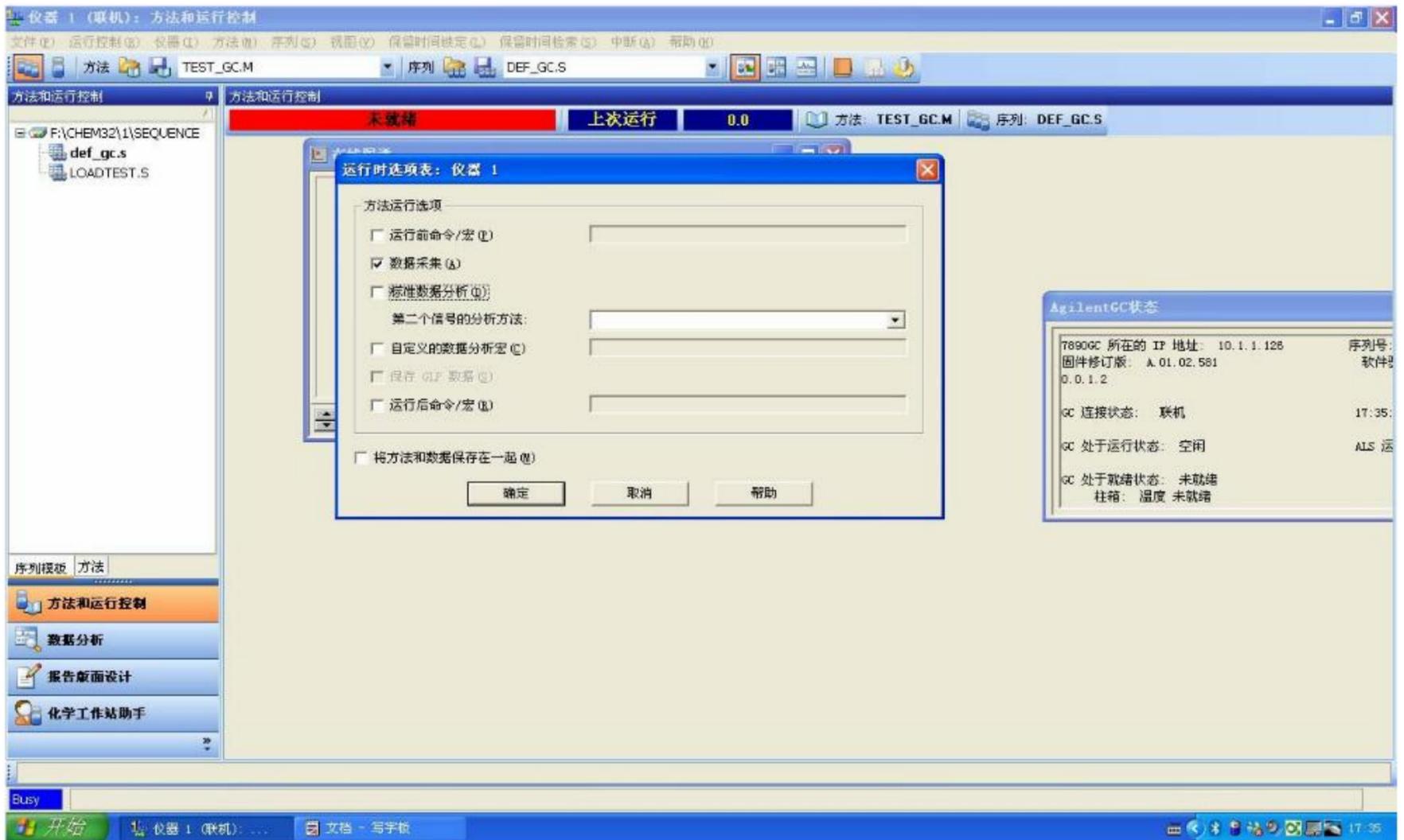
- 点击 “**信号源**” 下方下拉式箭头，选择 “**前部信号**”，本例中为 **FID**；
- 点击 “**数据采集频率/最小峰宽**” 下方的下拉式箭头，选择数据采集数率（如 5HZ），
- 选择 “**保存**”，存储所有的数据。



20、点击“”，进行配置浏览，点击**确定**，进入下一画面。



21、在“运行时选项表”中选中“数据采集”，点击“确定”。

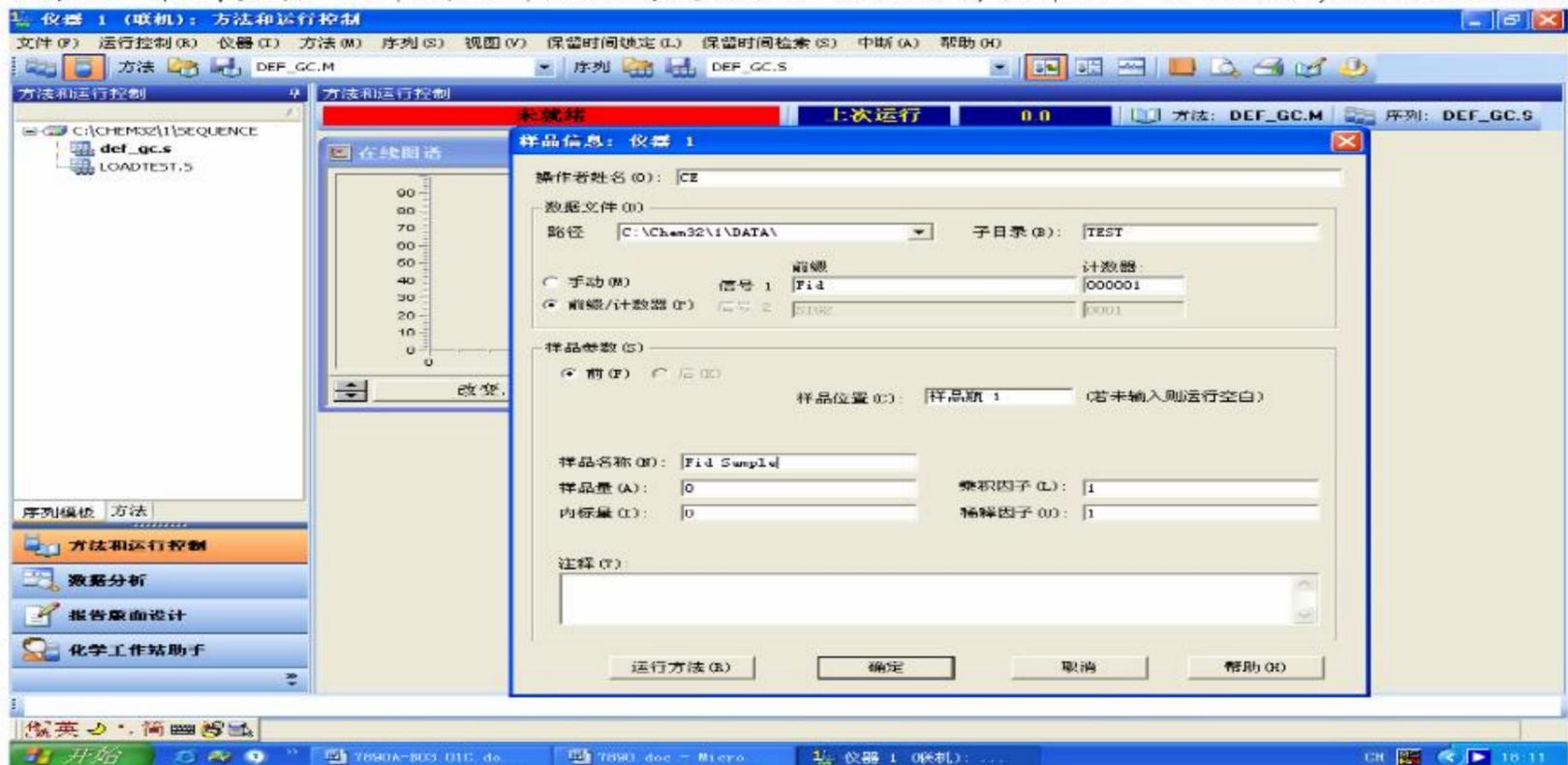


22、点击“方法”菜单，选中“方法另存为...”，输入一方法名，如“testfid”，点击“确定”。

23、从菜单“视图”中选中“在线信号”，选中“窗口 1”，然后点击“改变...”按钮，将所要的绘图信号移到右边的框中，点击“确定”。

24、从“运行控制”菜单中选择“样品信息...”选项，如图所示，输入操作者名称（如 CE），在“数据文件”中选择“手动”或“前缀/计数器”。

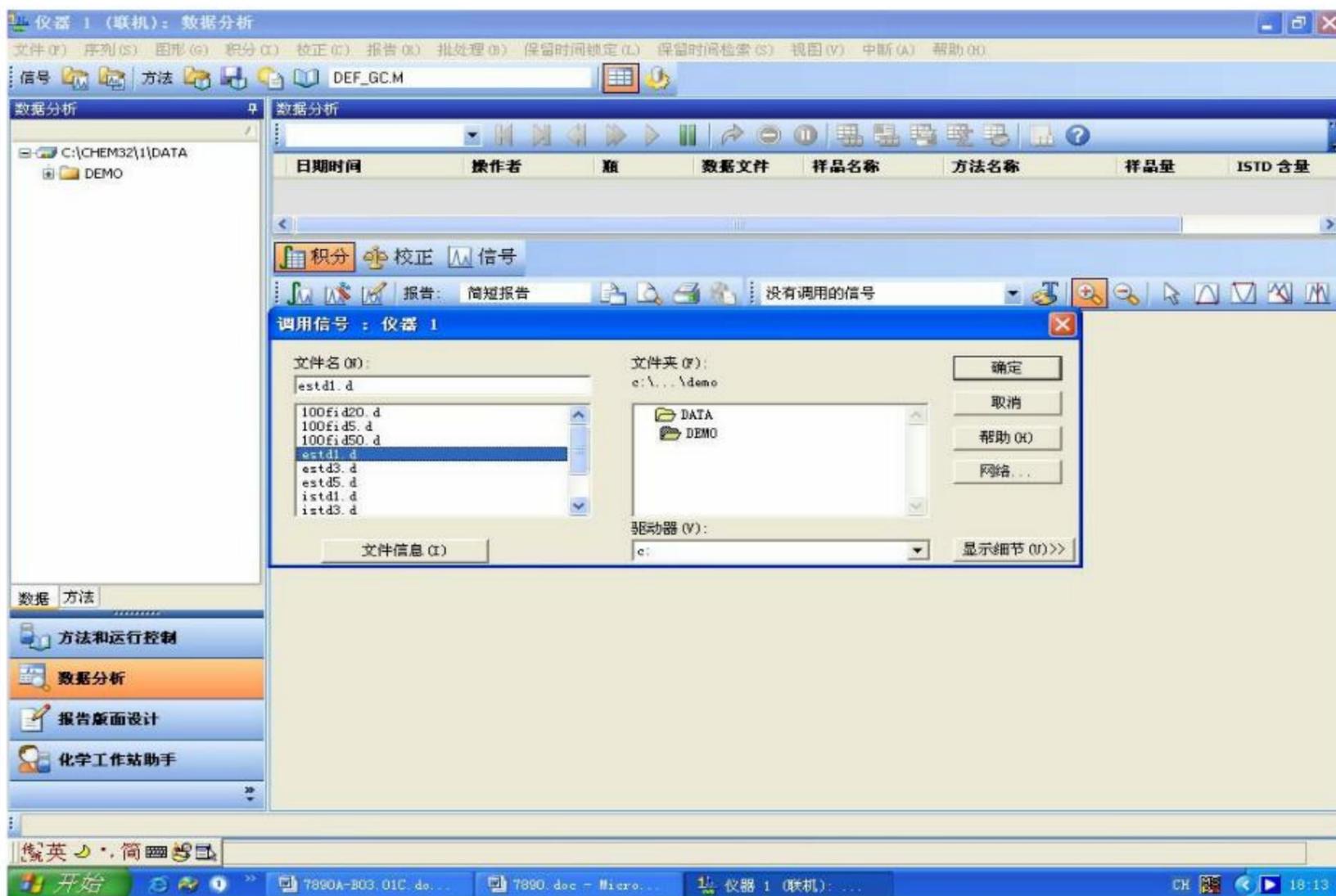
区别：**手动**--每次做样之前必须给出新名字，否则仪器会将上次的数据覆盖掉。**前缀**—在前缀框中输入前缀，在**计数器**框中输入计数器的起始位，仪器会自动命名，如 fid001,fid002.....。



25、点击“确定”，等仪器准备好，基线平稳，从“运行控制”菜单中选择“运行方法”，进样。
(若无自动液体进样器，则基线平稳后，进样并手动按 7890A 键盘上的开始键，启动运行。)

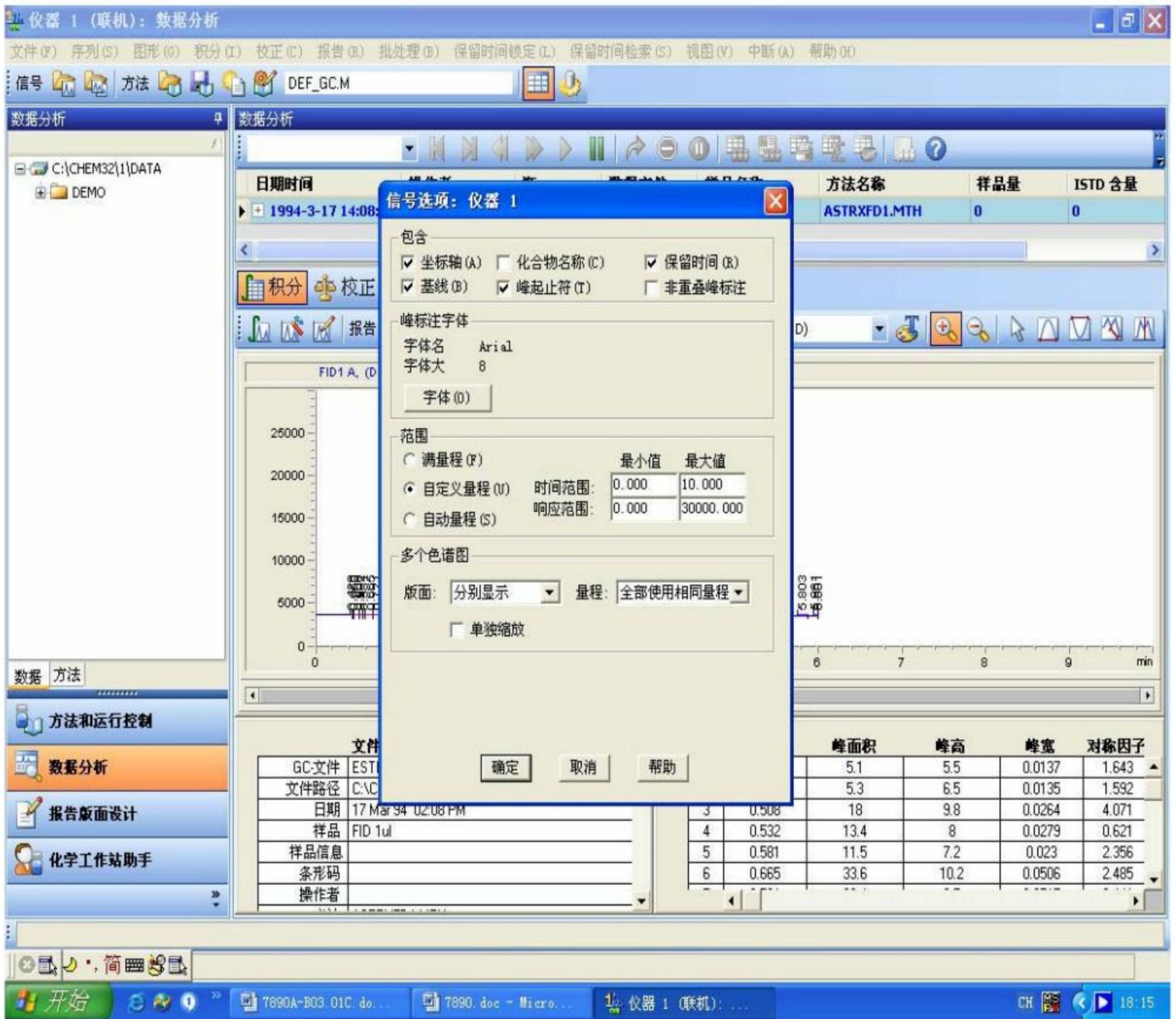
(四)、数据分析方法编辑:

- 1、从“视图”菜单中，点击“数据分析”进入数据分析画面。
- 2、从“文件”菜单中选择“调用信号...”选项，选中您的数据文件名，点击确定，则数据被调出。



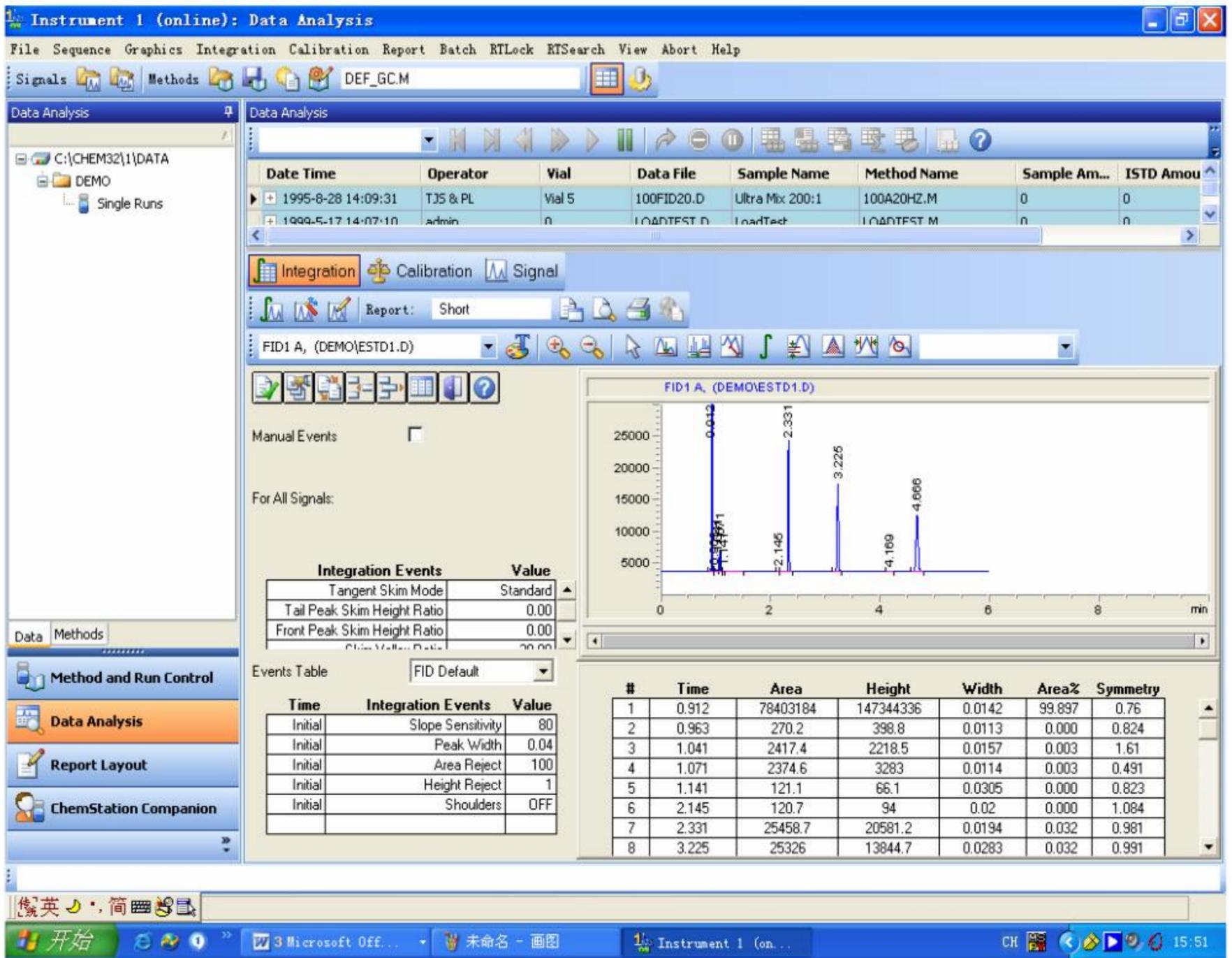
3、做谱图优化:

- 从“图形”菜单中选择“信号选项...”，如下图所示;
- 从“范围”中选择“全量程”或“自动量程”及合适的显示时间或选择“自定义量程”手动输入 X、Y 坐标范围进行调整，点击“确定”。反复进行，直到图的显示比例合适为止。



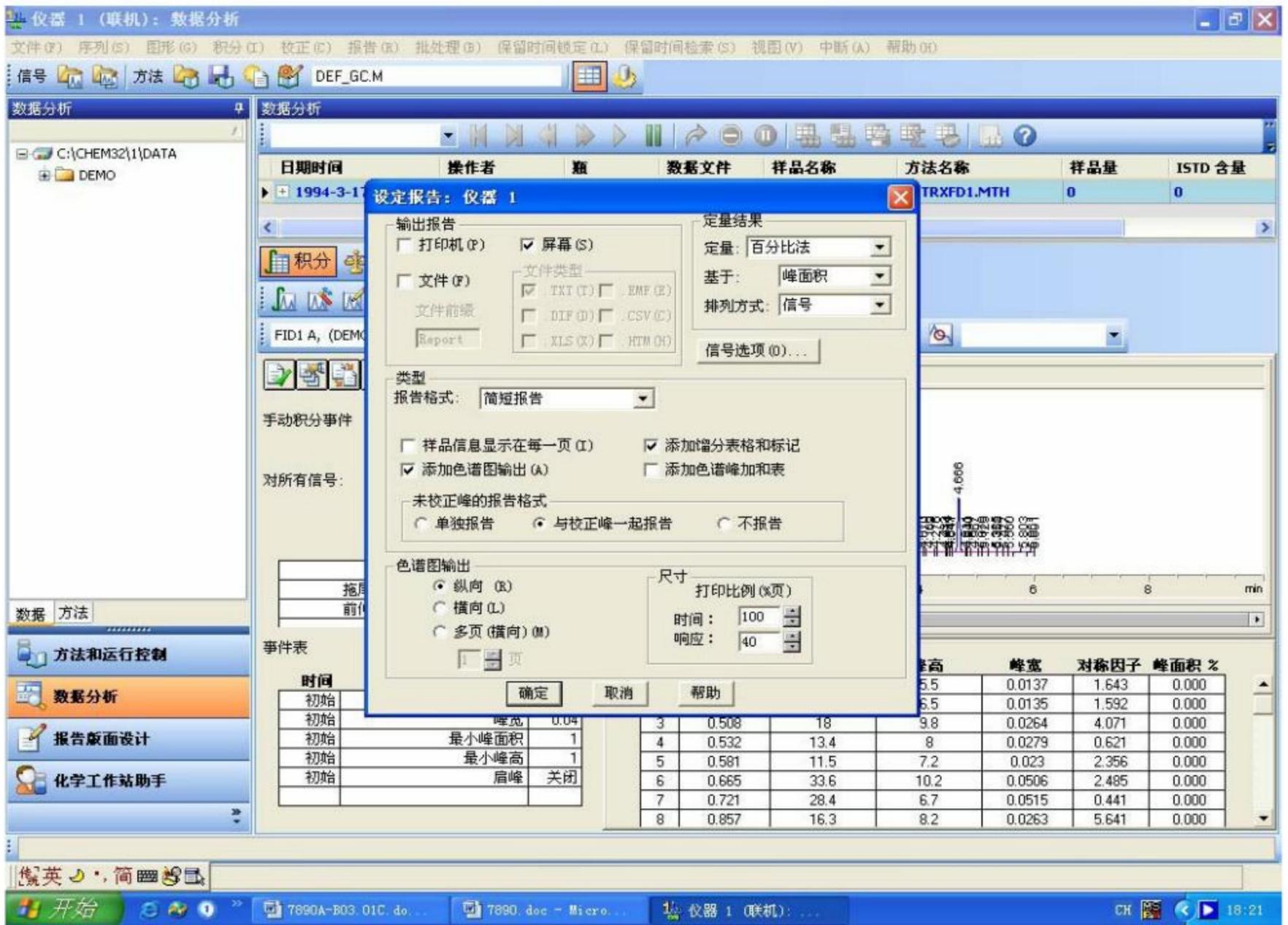
4、积分参数优化:

- 从“积分”菜单中选择“积分事件...”选项，选择合适的“斜率灵敏度”，“峰宽”，“最小峰面积”，“最小峰高”。
- 从“积分”菜单中选择“积分”选项，则数据被积分。
- 如积分结果不理想，则修改相应的积分参数，直到满意为止。
- 点击左边“”图标，将积分参数存入方法。



5、打印报告:

- 从“报告”菜单中选择“指定报告...”选项，进入如下画面。
- 点击“定量结果”框中“定量”右侧的黑三角，选中“面积百分比法”，其它选项不变。点击“确定”。
- 从“报告”菜单中选择“打印”，则报告结果将打印到屏幕上，如想输出到打印机上，则点击“报告”底部的“打印”钮。



(五)、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 (柱温, 进样口温度, 检测器温度), 关闭 FID/NPD/FPD 气体 (H_2 , Air); 将此方法下传至 7890A。
- 待各处温度降下来后 (低于 $50^{\circ}C$), 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 7890A 电源, 最后关载气。

(六)、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,所设定参数非用户的方法!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。