

AGILENT

GC日常维护与操作注意事项

网上研讨会

陈雷

安捷伦科技（中国）有限公司

2021.11.11



6890N



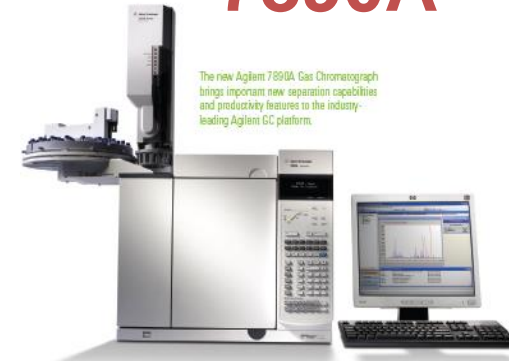
6850



7890B



7890A



6820



7820GC



5890A



4890D



Intuvo 9000



8890 & 8860

目录

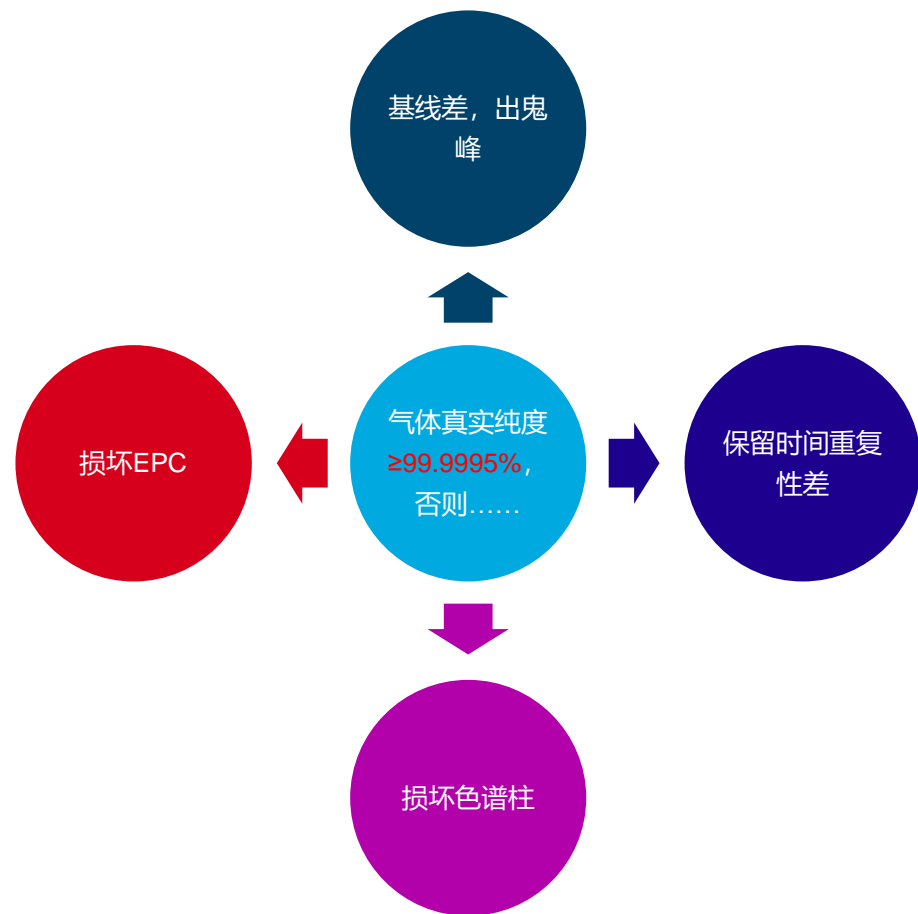
气体管理，及注意事项

分流/不分流进样口操作与日常维护

色谱柱的正确安装和老化

氢火焰离子化检测器操作与日常维护

气相色谱仪，气体的质量尤为重要!!!



气体净化器推荐



综合性净化器
N₂: RMSN-2
He: RMSH-2
H₂: RMSHY-2



烃类/水分净化器
HMT200-2

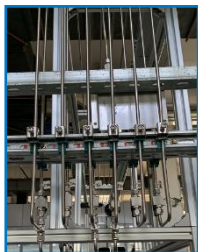


大容量水分净化器
BMT-2



除硫/水净化器 (SCD)
CP17989

注意事项



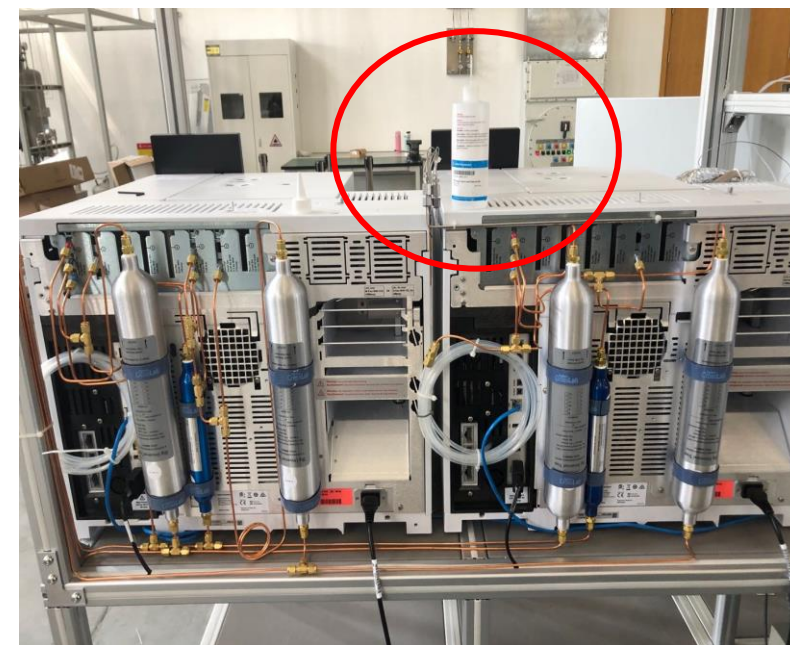
须使用GC 专用铜管或不锈钢管；塑料管会渗透O₂和其它污染物；每隔一定时间，应对所有外加接头进行检漏（大约每隔 4-6个月）。初次开机或**长时间不开机**，应在使用前在GC端置换一段时间。



建议选择不锈钢膜片的减压表，尤其是分析含硫化合物。
根据需求选择量程，一般二级压力输出量程为0-1.6或2.5MPa。



更换钢瓶时需注意，由于瓶子颜色相同，氮气和空气，氦气和氩气不要弄混。



目录

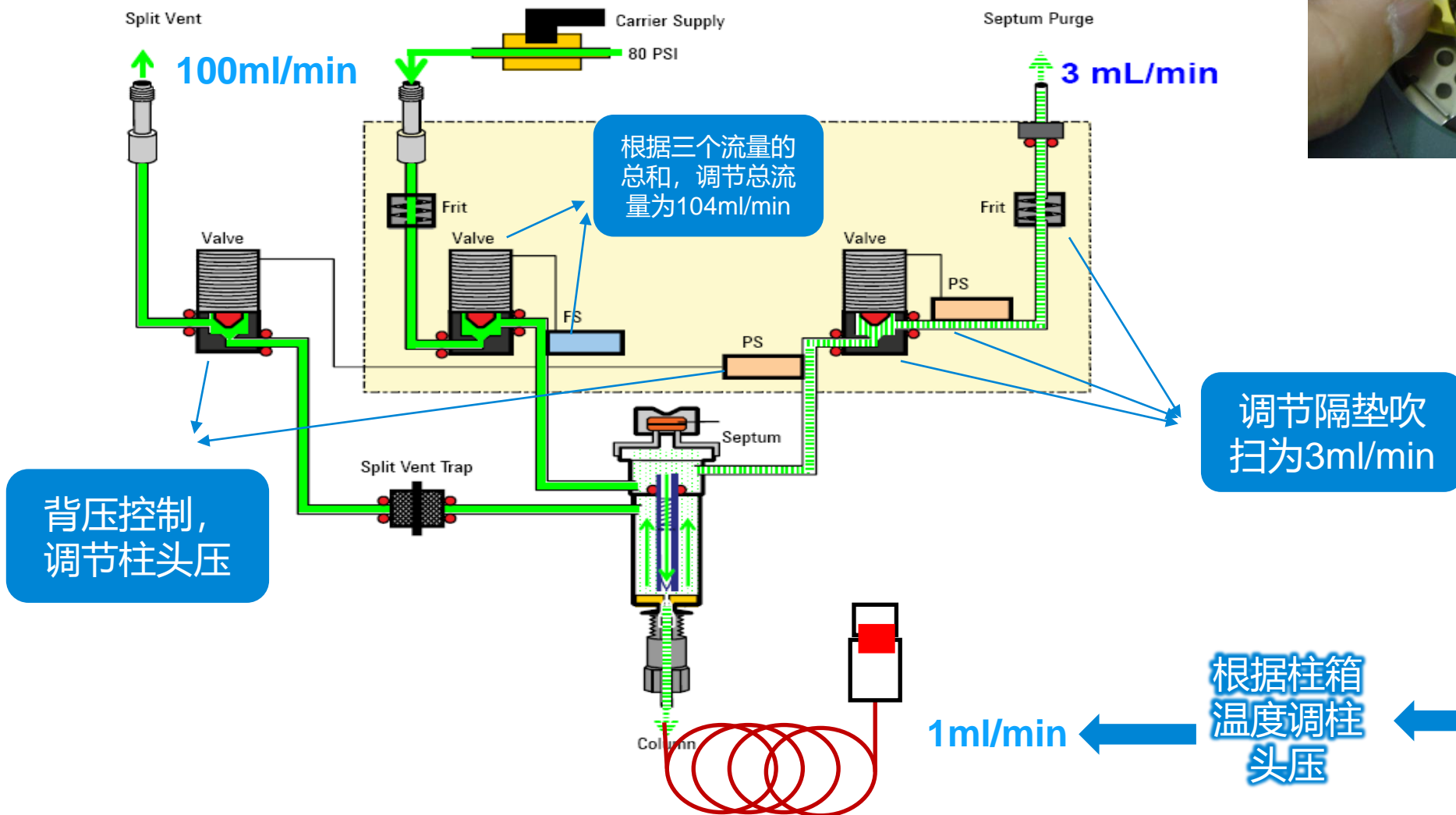
气体管理，及注意事项

分流/不分流进样口操作与日常维护

色谱柱的正确安装和老化

氢火焰离子化检测器操作与日常维护

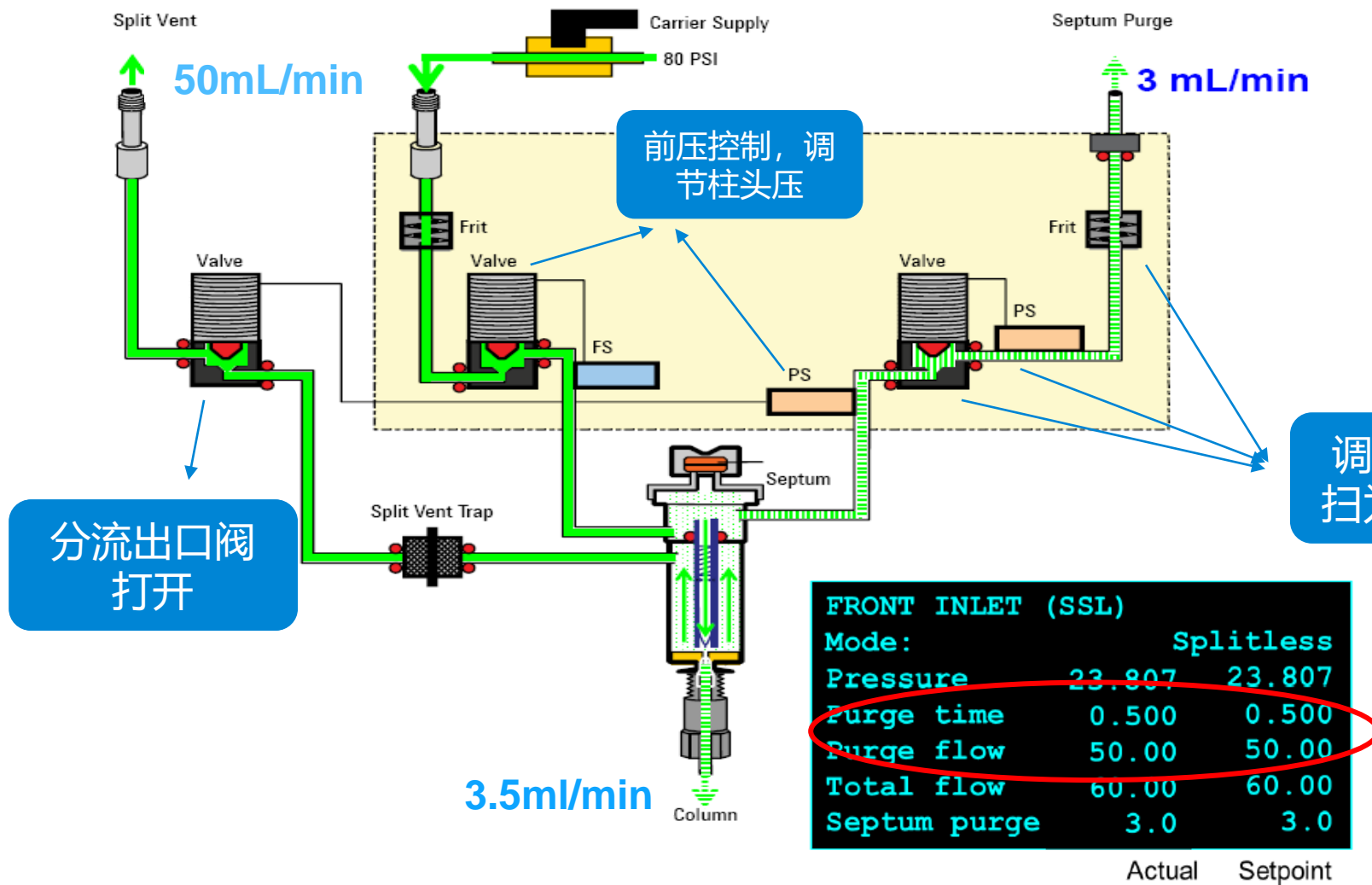
分流/不分流流路系统(7890GC)



分流模式:
隔垫吹扫为3ml/min,
柱流量为1ml/min,
分流比为100: 1。

色谱柱规格
载气类型
出口压力

分流/不分流流路系统(7890GC)



不分流模式：
 隔垫吹扫为3ml/min，
 柱流量为3.5ml/min，
 吹扫流量50mL/min
 吹扫时间0.5min

调节隔垫吹扫为3ml/min

分流出口阀 打开

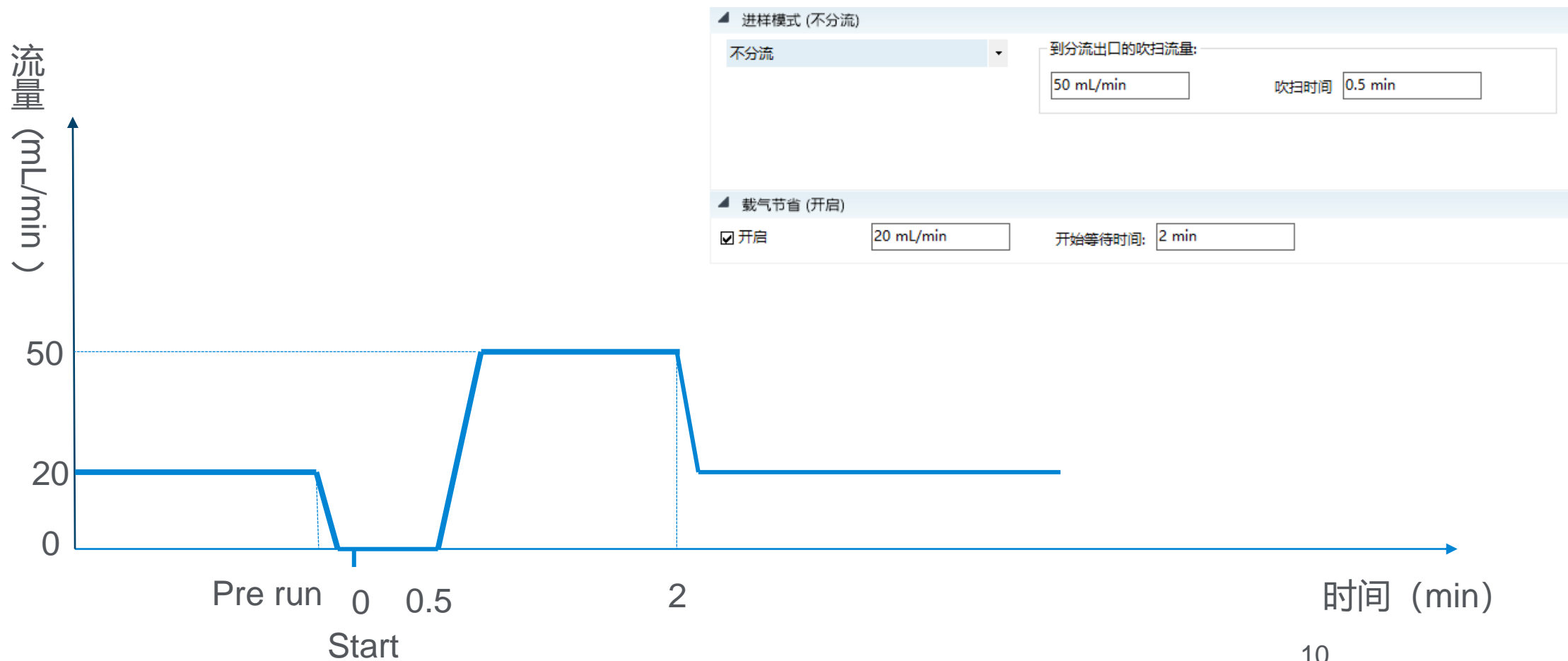
FRONT INLET (SSL)		
Mode:	Splitless	
Pressure	23.807	23.807
Purge time	0.500	0.500
Purge flow	50.00	50.00
Total flow	60.00	60.00
Septum purge	3.0	3.0

$$\text{吹扫时间} \geq \frac{\text{衬管体积 (mL)} \times 2}{\text{载气流速 (mL/min)}}$$

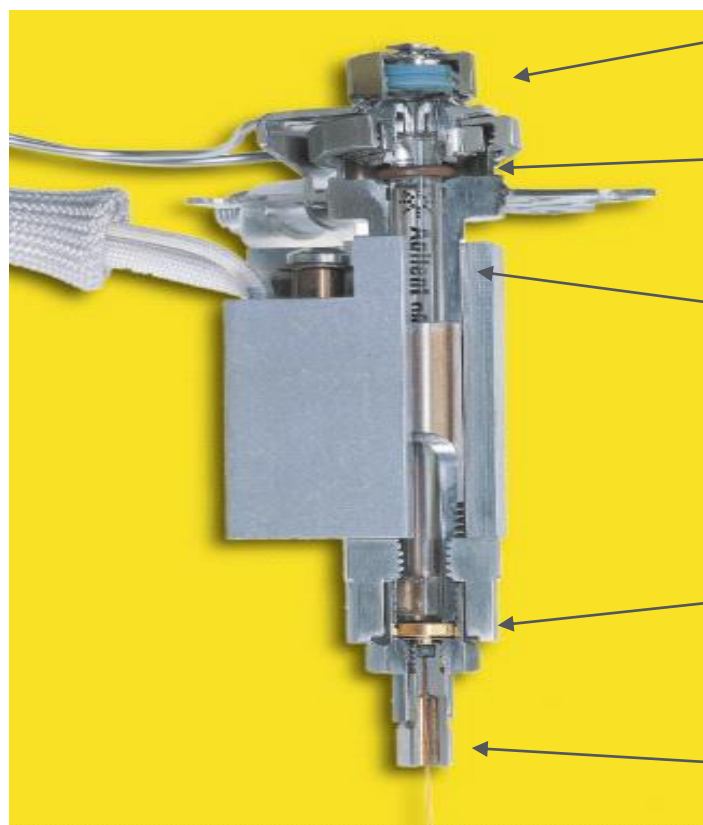
Actual Setpoint

分流/不分流流路系统(7890GC)

不分流模式，打开载气节省，分流出口流量变化图



进样口的日常维护



隔垫

衬管顶部O环

衬管

分流平板

石墨垫



进样口的日常维护

——隔垫

隔垫的作用

隔垫将样品流路与外部隔开，进样针插入时，能保持系统内压，防止泄漏，避免外部空气渗入，污染系统。隔垫一般由耐高温，惰性好，气密性好的硅橡胶制成。

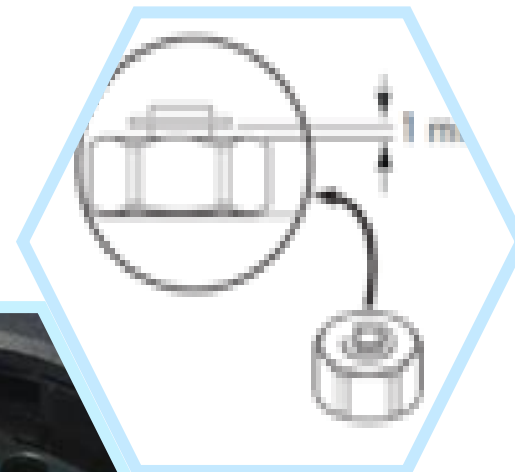
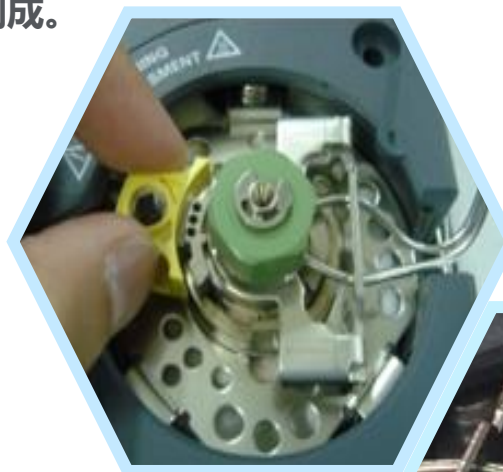
为什么要更换隔垫

隔垫要定期更换，为防止：

- 漏汽， 分解， 样品损失， 出鬼峰， 柱效下降

如何避免出现问题

- 进样口温度不要超过隔垫的最高使用温度
- 定期更换（200次）
- 安装后用“手紧”
- 使用针尖锋利的注射器



进样口的日常维护

——隔垫



进样隔垫特性总结			
隔垫种类	流失性	寿命	温度极限
BTO隔垫 (流失与温度优化隔垫)	XXX (适用于高温)	X	400°C
长寿命隔垫	X	XXX	350°C
高级绿色隔垫	XX	XX	350°C

XXX=最好

XX=较好

X=好



部件号 5183-4757



部件号 5183-4761



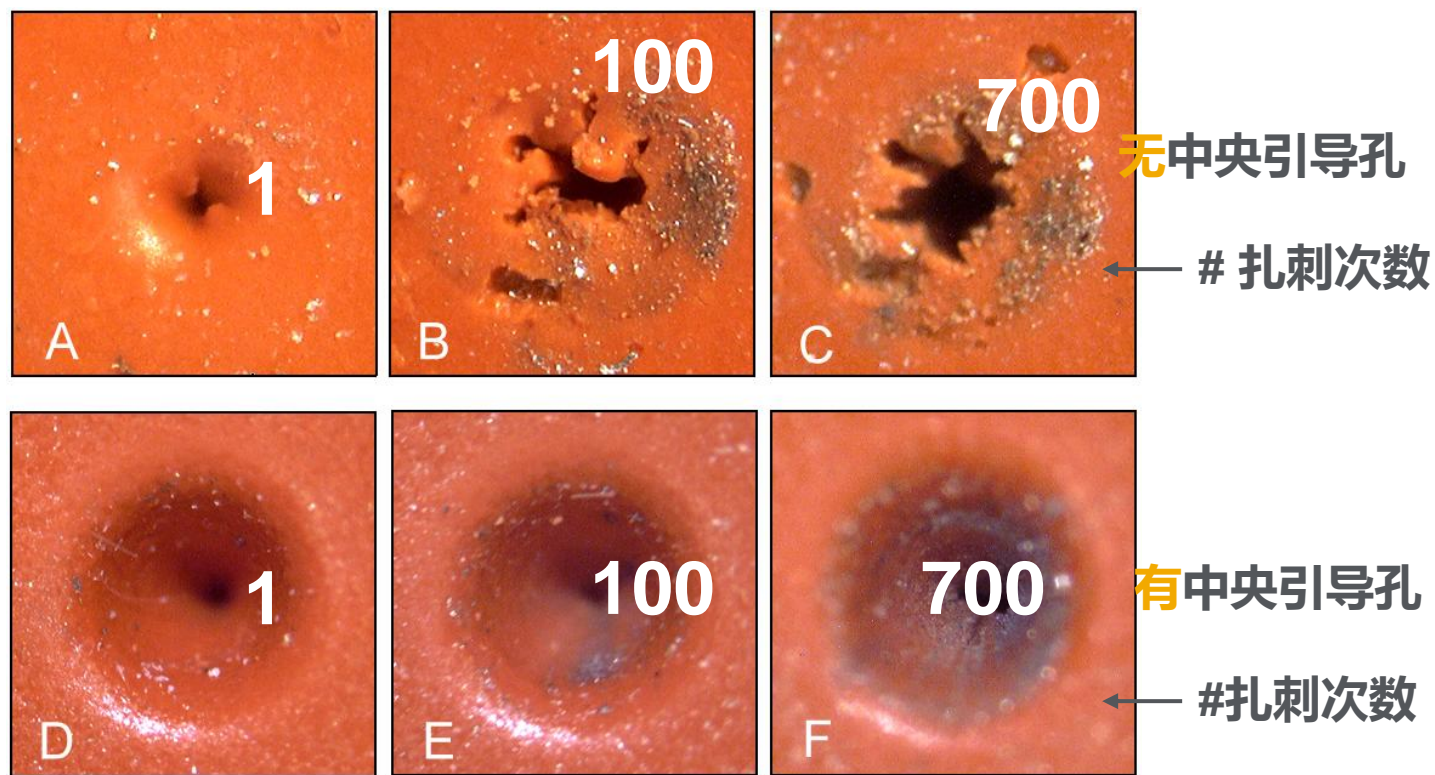
部件号 5183-4759

进样口的日常维护

——隔垫

隔垫碎屑脱落(放大30倍)

BTO 隔垫



有中央引导孔的隔垫几乎没有碎屑脱落!

进样口的日常维护 ——衬管

衬管



正常



不正常



正常



不正常



不正常



正常



不正常



不正常

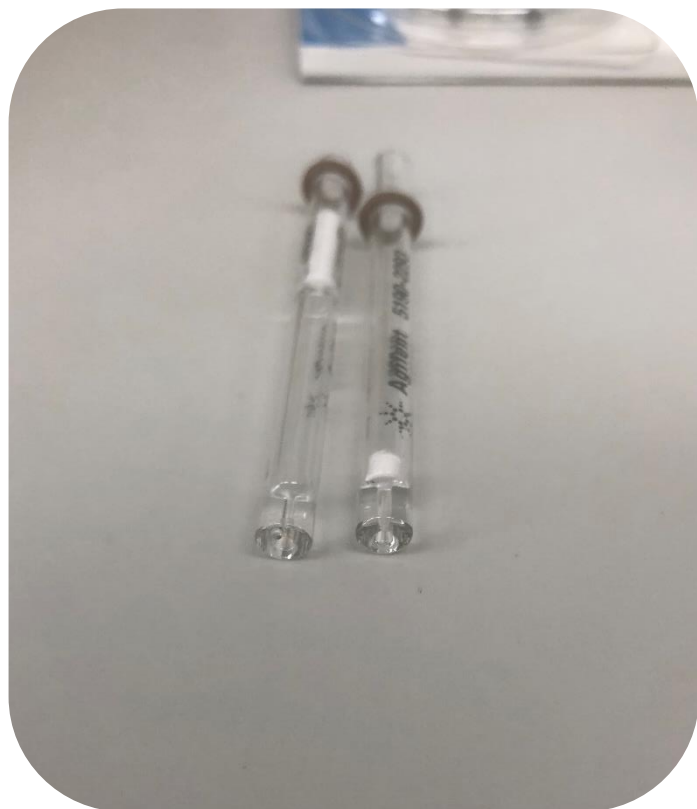
严重污染的衬管



进样口的日常维护

——衬管

如何选择合适的衬管——对某种应用选择合适的衬管是一件较复杂的工作。



脱活技术

早期脱活技术：推荐用于烷烃、烯烃等活性低的化合物分析。

超高惰性：推荐用于残留溶剂，农残等活性组分。

玻璃毛

作用：增加表面积，利于样品气化，提高重复性；捕获不挥发组分和隔垫碎屑。擦拭进样针针头样品。

玻璃毛时衬管中最具活性的成分，增加了活性组分的吸附和分解。

体积和径锥

体积：每种衬管有固定体积，避免过载。

径锥：锥型底部有利于将样品聚集到色谱柱柱头；上部锥型最大程度避免样品反吹。无锥型，直通，用于气体分析。

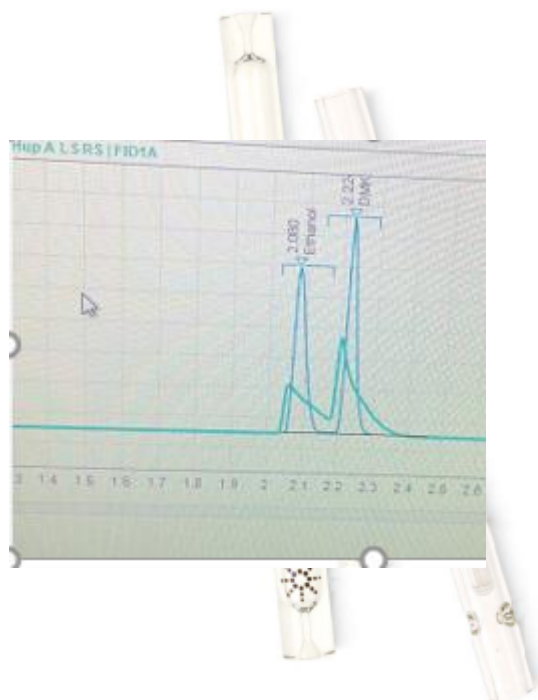
安捷伦早期脱活分流衬管

说明	容量 (μL)	内径 (mm)	1/包	5/包	25/包	100/包
单细径锥分流衬管						
单细径锥, 带玻璃毛, 脱活, 低压降	870	4	5183-4647	5183-4701	5183-4702	5190-2275
单细径锥, 带玻璃毛, 脱活	870	4	5183-4711	5183-4712	5183-4713	
直通不分流衬管						
直通, 脱活, 石英	250	2	5181-8818	5183-4703	5183-4704	

安捷伦超高惰性衬管

说明		容量 (μL)	内径 (mm)	1/包	5/包	25/包	100/包*
分流进样口衬管							
	低压降, 超高惰性衬管, 带玻璃毛	870	4	5190-2295	5190-3165	5190-3169	5190-3173
	直型, 超高惰性衬管, 带玻璃毛	990	4	5190-2294	5190-3164	5190-3168	5190-3172
不分流进样口衬管							
	单细径锥、超高惰性衬管	900	4	5190-2292	5190-3162	5190-3166	5190-3170
	单锥形, 超高惰性衬管, 带玻璃毛	900	4	5190-2293	5190-3163	5190-3167	5190-3171

衬管内的玻璃毛及衬管脱活处理



不分流衬管, 双细径镜, 5181-3315

玻璃毛

- 更少的歧视
- 提供更多的表面积用于样品蒸发, 提高了重现性
- 其作用是作为不挥发性组分的捕集阱

对于分流衬管, 安捷伦将玻璃毛精确放置在衬管中, 以致于进样针穿过玻璃毛可以擦拭针头。采用安捷伦自动进样器和分流/不分流进样口热曲线设计可提供重现性最好的分析结果。

即使已经经过脱活, 玻璃毛仍然被认为是衬管中最具活性的成分, 增加了活性化合物的吸附和分解的可能性。

对于含有活性成分——如苯酚类、胺类、有机酸、农药和滥用药物, 不推荐使用带玻璃毛的衬管——这些样品组分可以不可逆地吸附在衬管的内表面。

脱活

安捷伦的专利脱活技术比其他脱活工艺更能抗降解。随着持续使用, 即使脱活的衬管也会变成活性的。定期更换衬管。

去活玻璃棉

50g/包装

部件号: 5080-8764

农残专用玻璃棉

10g/包装

部件号: 5181-3317

玻璃砂芯衬管



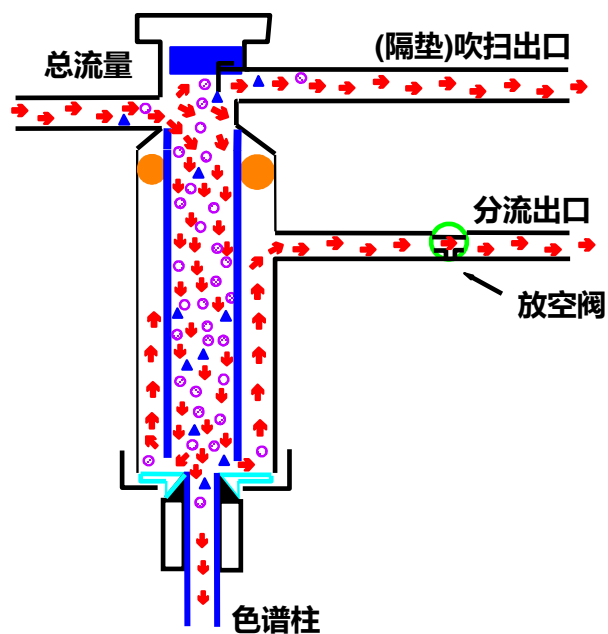
不分流衬管 5190-5112



分流衬管 5190-5105

进样口的日常维护

——衬管



膨胀体积计算软件

Vapor Volume Calculator

Liner capacity exceeded! Choose a liner of greater volume or modify method parameters.

Solvent Properties	Injection Parameters	Results
Water	Injection volume (µL): 1.00	Estimated Volume: 1795 µL
Boiling Point (°C): 100	Inlet Temperature (°C): 200	% Capacity: 1999%
Density (g/cm³): 0.998	Inlet Pressure (gauge): 20.00	
Mol Wt. (amu): 18.02		
Injection Liner: 5181-3316 single-tapered sj		
Liner Volume (µL): 900		

Solvents: Add Remove Defaults

Liners: Add Remove Defaults

进样口的日常维护

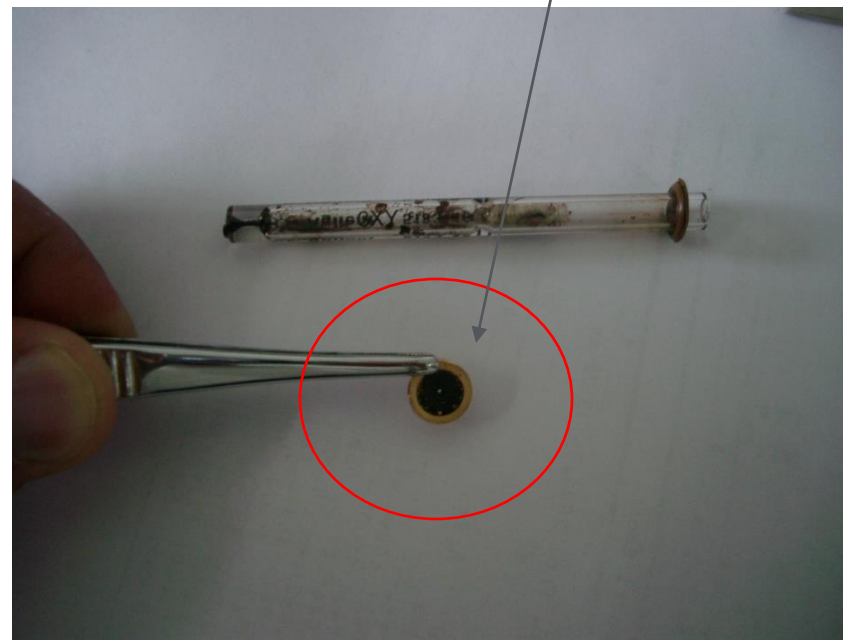
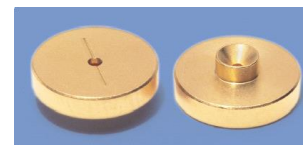
——分流平板

衬管底部密封垫 - 经常被遗忘的角落

定期检查，清洗衬管底部密封垫

污染的密封垫导致

- 峰形变坏,
- 样品分解或歧视,
- 重现性差,
- 出鬼峰.



Agilent 6890/7890 GC 分流 / 无分流进样口

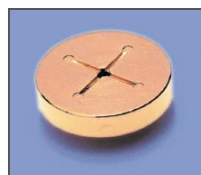
衬管密封垫 - 经常被遗忘的角落

衬管顶部密封垫有两种

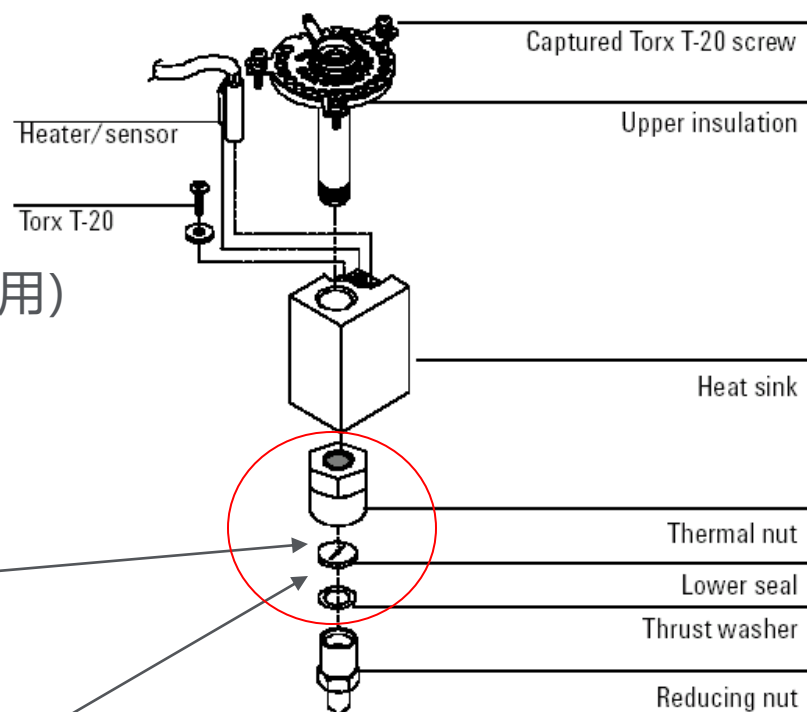
1. 氟碳O型圈
2. 耐高温的石墨O环 (高于350°C使用)

衬管底部密封垫有三种

1. 不锈钢垫
2. 镀金垫
3. 十字孔镀金垫 (总流量大于200mL/min使用)

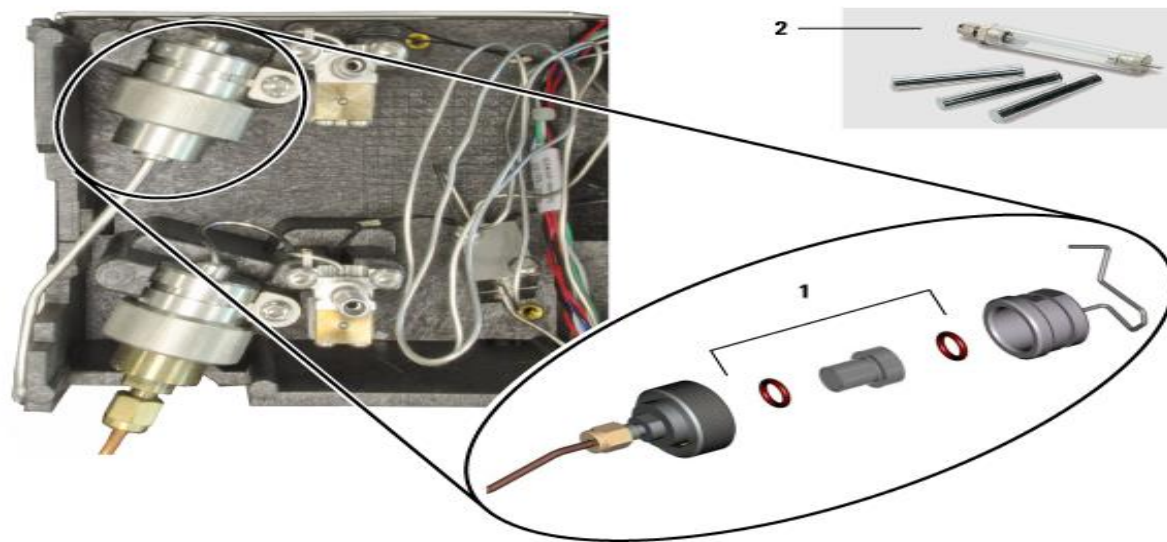


适于大分流比进样



进样口的日常维护

——分流出口捕集阱



测试方法：
Service mode → 前/后进样口捕集阱检查

FRONT INLET (SSL)		
Mode:		Split
Pressure	7.59	0.000
Total flow	400.0	400.0
Septum purge	3.0	3.0

Actual Setpoint

解决定期维护痛点的秘密武器—Smart Alert



Smart Alert是一款智能的仪器维护预警软件。

由Agilent研发人员根据不同仪器平台、不同应用领域的样品实验测得的零部件使用寿命的数据模板

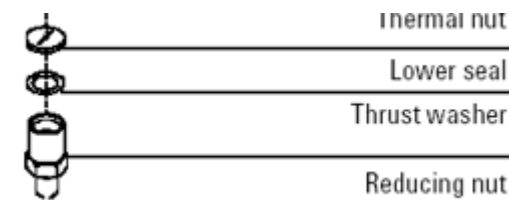
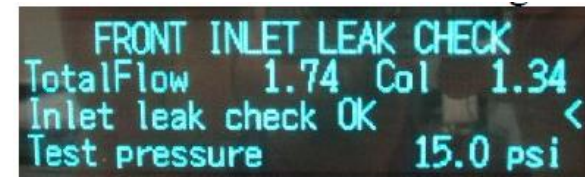
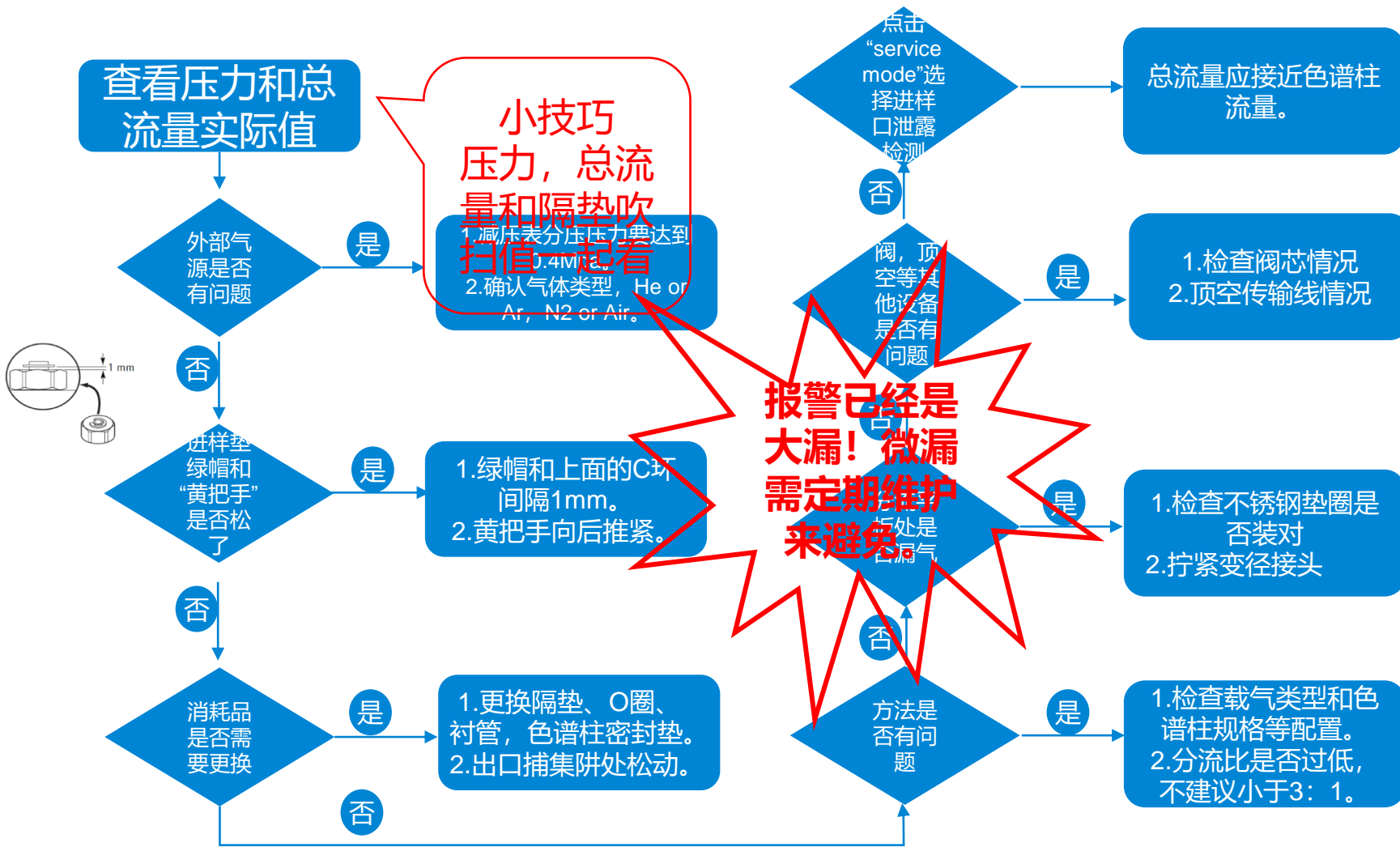
内嵌5套应用型数据模板:

-  环境
-  食品安全
-  法医检测
-  化工和能源
-  制药



- 当某零部件超过Agilent推荐的阈值，客户将会收到邮件提醒
- 或者可以通过预警面板实时了解仪器设备的消耗和维护情况

常见故障讨论-实际压力低于设定值



目录

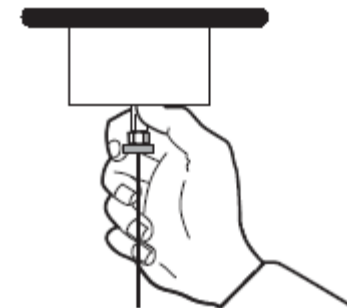
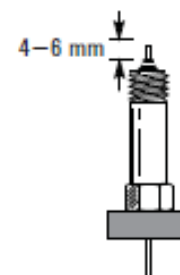
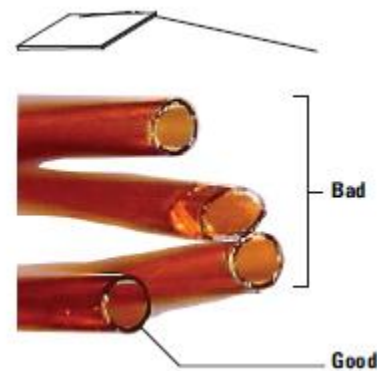
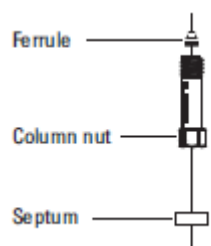
气体管理，及注意事项

分流/不分流进样口操作与日常维护

色谱柱的正确安装和老化

氢火焰离子化检测器操作与日常维护

毛细柱的正确安装



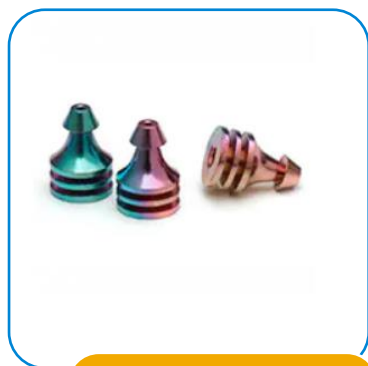
依次在毛细管色谱柱上安装进样垫，柱螺帽和“石墨垫”。

用陶瓷片光滑的一侧去轻划色谱柱，然后用陶瓷片或手将色谱柱折断。切口要规整。

不同进样口和检测器色谱柱长度不同，分流/不分流进样口为4-6mm，FID为往上推，直到推不动，然后向下拉1-2mm。

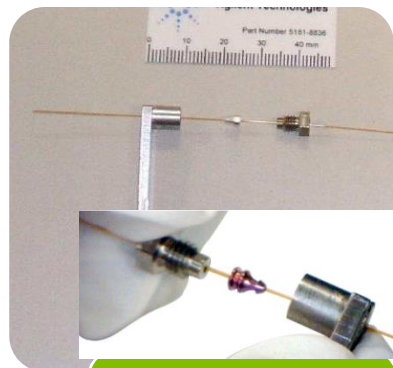
用手拧紧螺母后用扳手再拧1/4到1/2圈，轻拉色谱柱，确保已经拧紧。

CFT毛细柱的正确安装



密封垫选择

- 根据色谱柱规格
- 不能使用石墨垫!



预拧紧密封垫

- 用预拧扳手每拧5-15°，检查下毛细柱是否可以拉动。
- 再拧15-20°，确保密封垫固定。



截断色谱柱

- 用陶瓷片截断色谱柱
- 伸出的长度不能超过0.1-0.5cm。



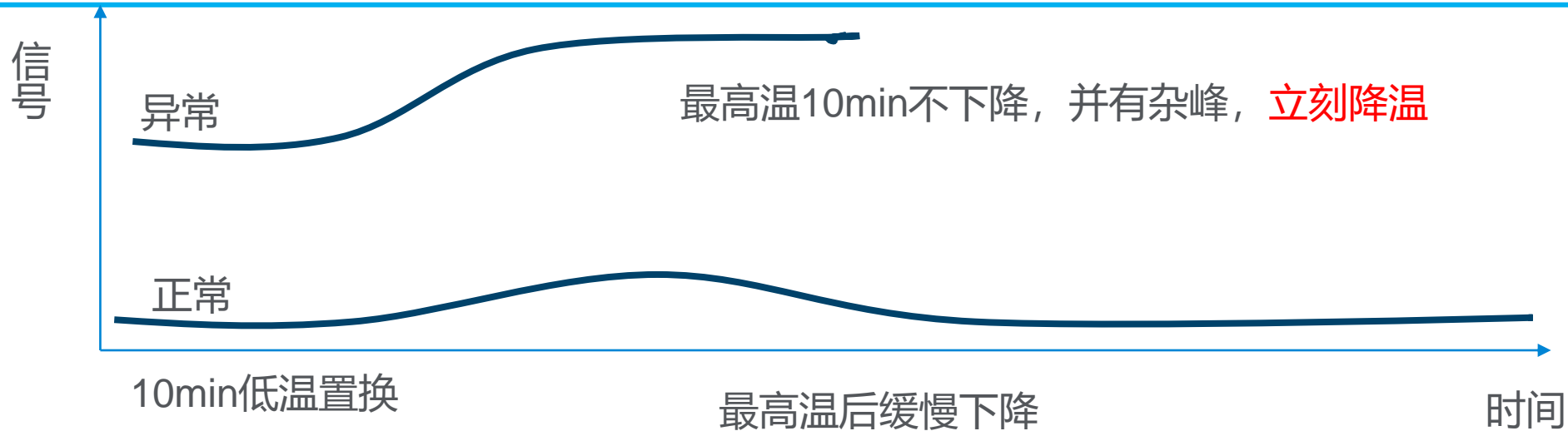
完成安装

- 先用手拧紧，再用1/4扳手拧约15-20°。

毛细柱的正确老化



1. 首先低温10min，然后程序升温到最高分析温度以上20°C 或者色谱柱的最高使用温度（以低者为准）老化2 h。高温老化10 min 以后，如果背景信号仍然没有降低，则立即冷却色谱柱并检查是否有泄漏。
2. 如果使用的是聚酰亚胺或石墨聚酰亚胺密封垫圈，则请在老化过程完成后重新检查柱螺帽的紧密性。



目录



气体管理，及注意事项



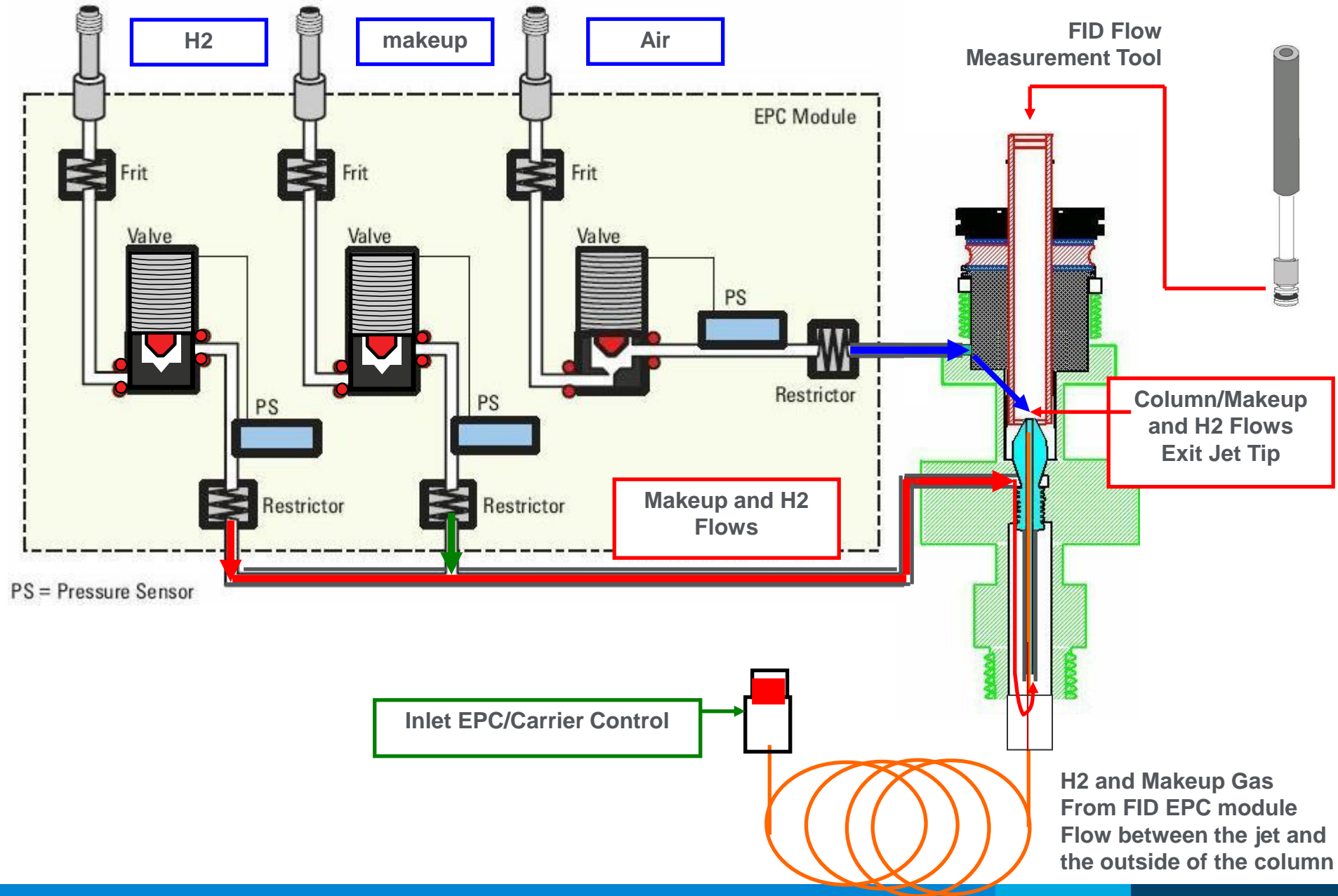
分流/不分流进样口操作与日常维护



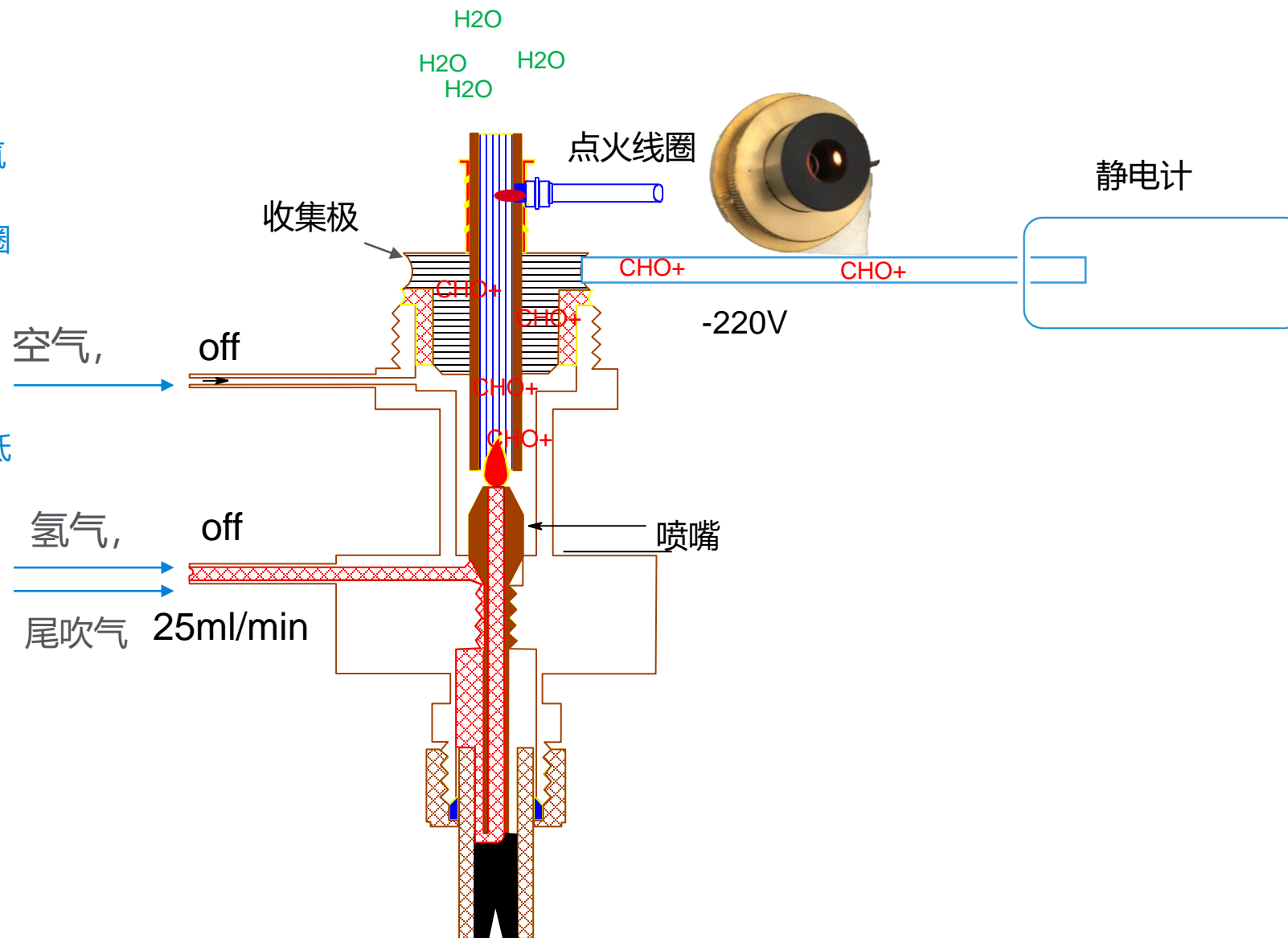
色谱柱的正确安装和老化



氢火焰离子化检测器操作与日常维护



1. 温度达到设定值, 开始点火, 氢气快速达到设定值, 关闭尾吹气。
2. 空气逐渐达到设定值, 点火线圈点亮。
3. 点着火, 信号20+Pa。
4. 打开尾吹气, 信号降低, 一般低于20Pa。
5. 如果点火失败, 关闭氢气和空气, “off”闪烁。

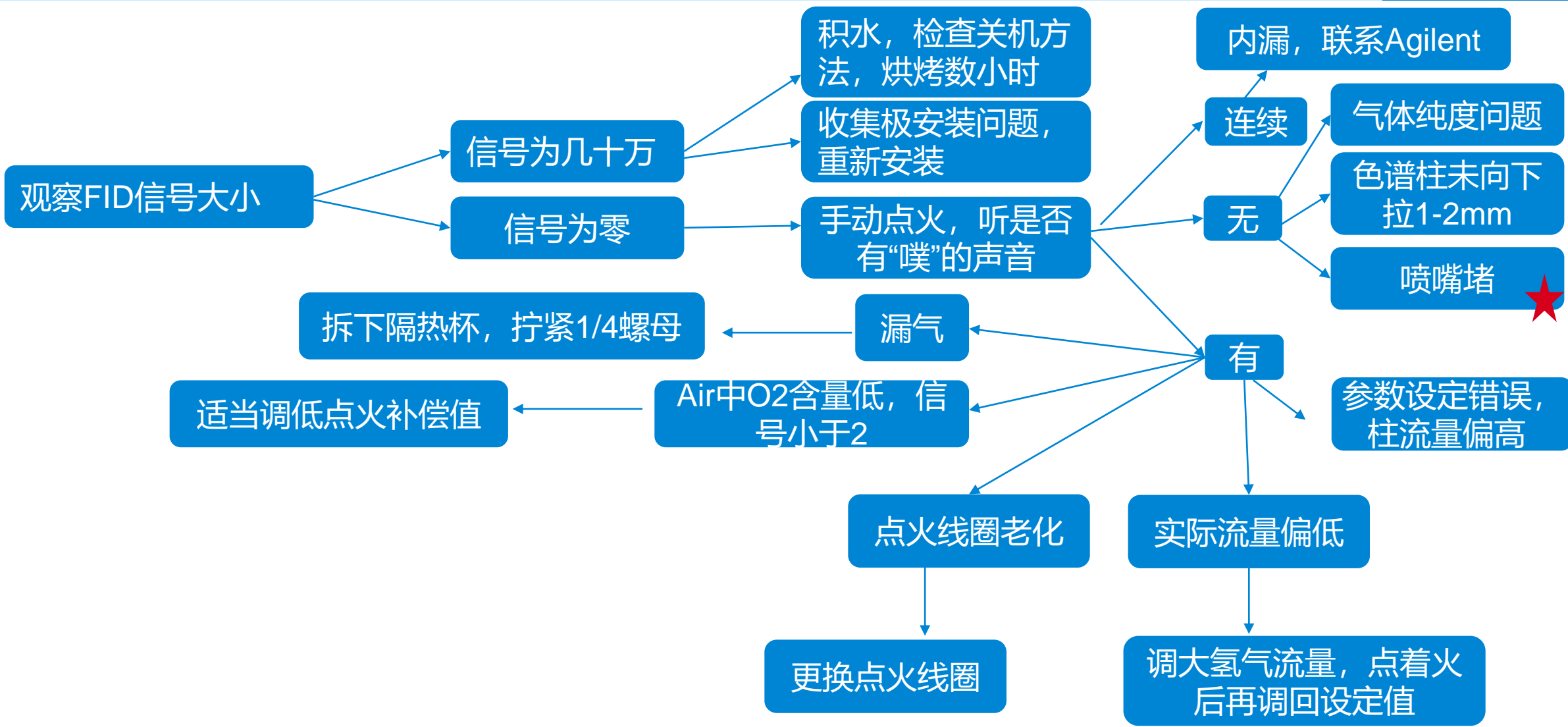


FID 气体流量的设定

	气体类型	流量范围	典型流量
载气 (H ₂ , He, N ₂)	填充柱	10 – 60 ml/min	30 ml/min (1/8" 柱)
	毛细管柱	0.5 – 5 ml/min	1.5 ml/min (0.32 mm 柱)
检测器气体	氢气	24 – 60 ml/min	30 ml/min
	空气	200 – 600 ml/min	400 ml/min
	柱 + 尾吹气	10 – 60 ml/min	25 ml/min

FID温度的设定

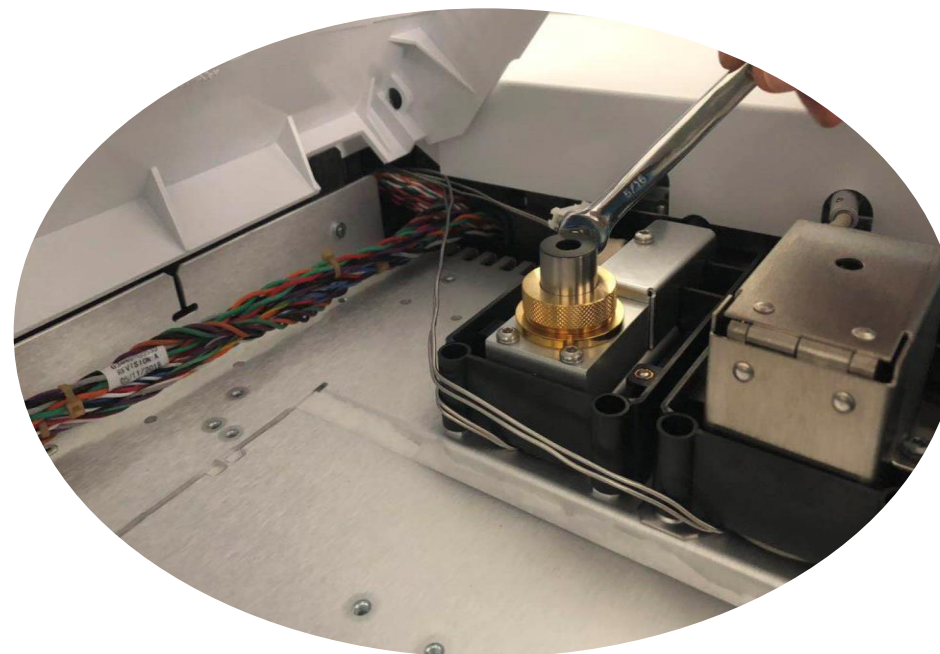
比最高柱箱温度高20°C，建议300°C。



更换点火线圈



使用了近十年的点火线圈



用5/16的扳手拧下点火线圈组件。部件号19231-60680

喷嘴堵的处理办法

一喷嘴的介绍



FID Jet



NPD Jet

0.29mm (0.011inch) FID Jet
No Ring On Conical Face
 Optimum Performance
 Maximum Sensitivity

0.47mm (0.018inch) FID Jet
One Ring On Conical Face
 High Oven temp applications
 With Column bleed

0.76mm (0.030inch) FID Jet
Two Rings On Conical Face
 Extremely High Temp Apps
 Such as Simulated Distillation



5200-0176

5200-0177

5200-0178

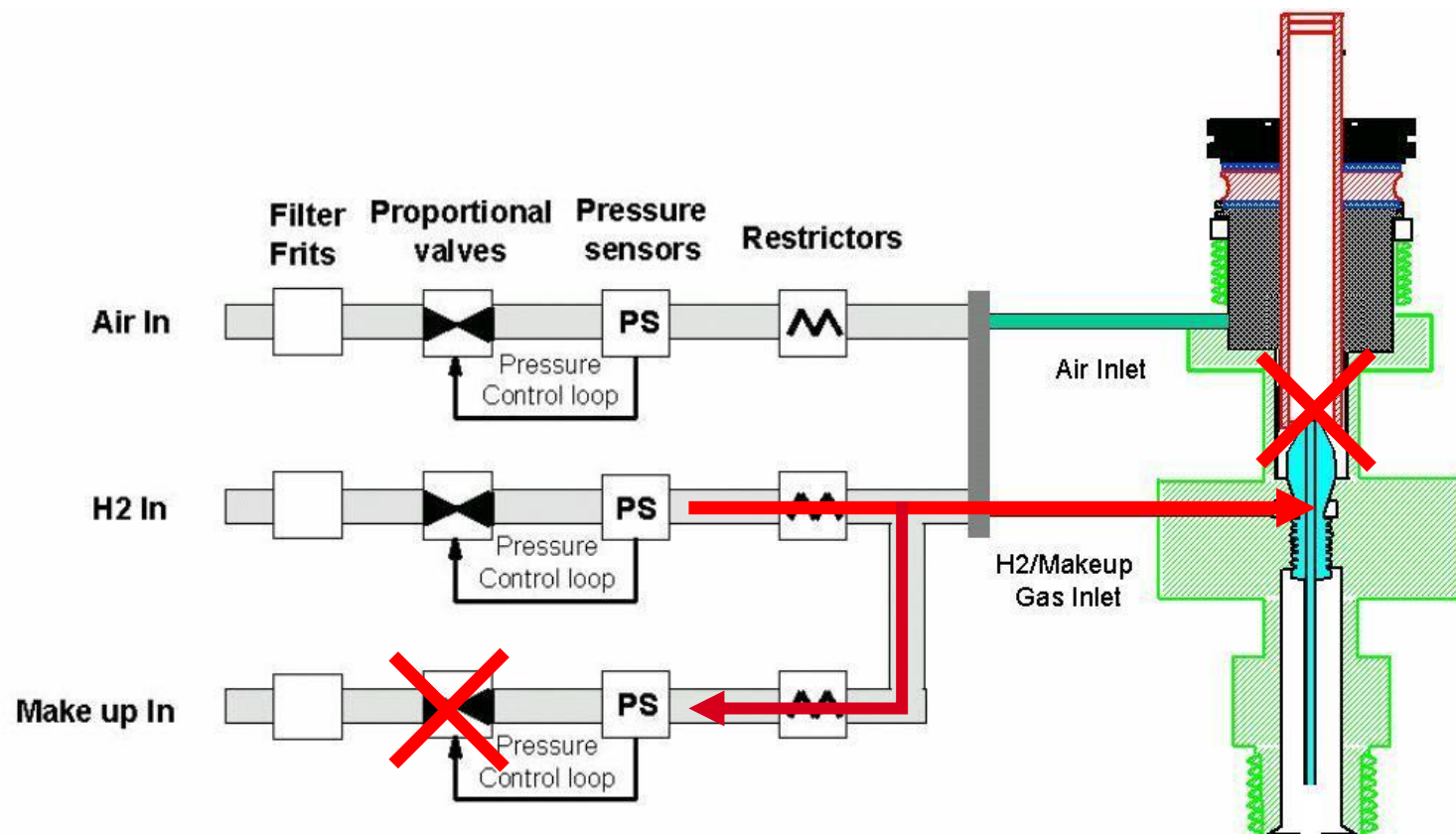
喇叭口，便于安装色谱柱，保护柱头。

只按孔内径分三种，方便选择和管理

刻蚀环，方便识别孔内径尺寸。

喷嘴堵的处理办法

—喷嘴堵的判断方法



设定氢气流量为75ml/min

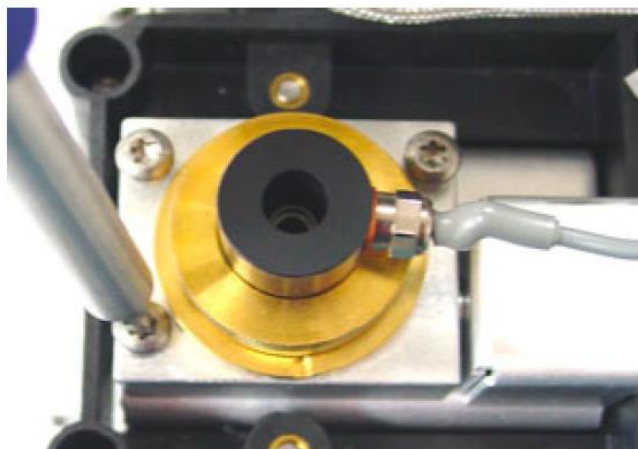
关闭尾吹气流量

查看尾吹气实际流量，大于1ml/min说明喷嘴堵了。

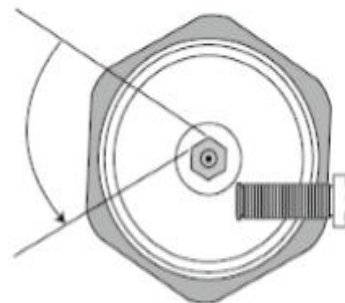
清洗或更换喷嘴

喷嘴堵的处理办法

一喷嘴的拆卸方法



将检测器降到室温，拆下色谱柱，点火线圈，拧下三个T20螺丝钉，拆下收集极组件。



用1/4的套筒螺丝刀逆时针拧下喷嘴，用镊子取出。



回装时，收集极组件要整体安装，往下按。

喷嘴堵的处理办法

一喷嘴的清洗

喷嘴清洗步骤

(使用安捷伦的 FID 清洗工具包, 部件号: 9301-0985)

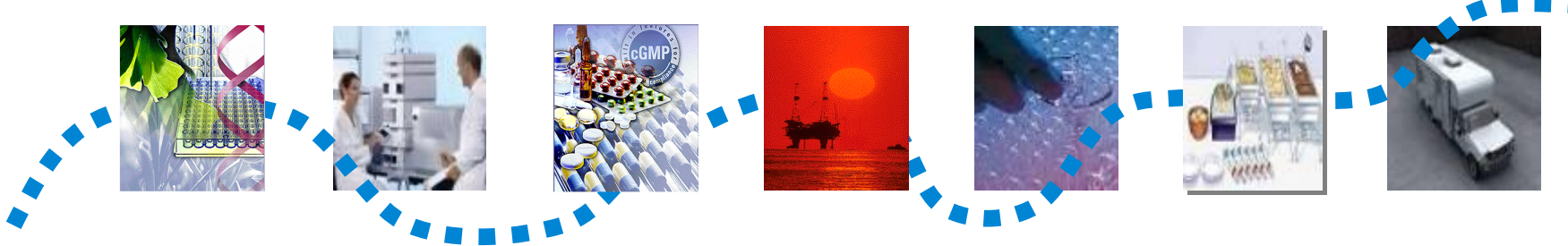
1. 用清洗金属丝从喷嘴顶部穿入。插入拉出数次, 直到金属丝可光滑移动。要小心不要在喷嘴上造成划痕。(不要迫使太粗的金属丝或探针进入喷嘴口, 否则喷嘴口将被破坏。若喷嘴变形, 将会导致灵敏度下降、峰形变差、和/或点火困难。)
2. 在超声波清洗浴中盛上水溶性洗涤剂, 将喷嘴置于其中, 超声 5 分钟。
3. 使用喷嘴钻孔器清洗喷嘴内部。
4. 再超声清洗 5 分钟。

注意: 从现在起, 只能用镊子夹部件 (不能用手)!

5. 从超声浴中取出喷嘴, 先用热自来水, 然后用少量 GC 级甲醇彻底淋洗喷嘴。
6. 用压缩空气或氮气吹干喷嘴, 然后将喷嘴置于纸巾上, 让其风干。



严重堵塞的FID 喷嘴



行业内第一家通过ISO 9001认证的 技术服务团队

LSCA China CSO ISO 9001 Audit



Thank you!