

Agilent 7667A 小型热解析仪

安装和操作



声明

© Agilent Technologies, Inc. 2012

按照美国和国际版权法的规定,未经 Agilent Technologies, Inc。事先同意和书 面许可,不得以任何形式或采取任何手 段(包括电子存储和检索或翻译成其他 语言)复制本手册中的任何内容。

手册部件号

G4370-97030

版本

第二版, 2013 年 10 月 中国印刷

安捷伦科技 (上海)有限公司 上海市浦东新区外高桥保税区 英伦路 412 号 联系电话: (800) 820 3278

担保

本手册內容按"原样"提供,在将来的 版本中如有更改,恕不另行通知。而且, 在适用法律允许的最大范围内, Agilent 不对本手册及其所包含的信息 做出任何明示或暗示的担保,其中包括 但不限于对适销性和对具体用途适用 性的暗示的担保。Agilent 不对因提供、 使用或执行本文档或其中所包含的信 息而造成的任何错误或任何意外或附 带的损失承担责任。如果 Agilent 与用 户签有单独的书面协议,且协议中涉及 本文档所含材料的担保条款与上述条 款发生冲突,则该书面协议中的担保条 款具有优先法律效力。

安全声明

小心

"小心"声明表示存在危险。它表示 在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意;如果操作不当或没有遵 守相应的规程,则可能会导致产品损 坏或重要数据丢失。请您在完全理解 小心声明并符合声明中指定的条件后, 再继续进行操作。

警告

"警告"声明表示存在危险。它表示 在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意;如果操作不当或没有遵 守相应的规程,则可能会导致人身伤 亡。请您在完全理解警告声明并符合 警告声明中指定的条件后,再继续进 行操作。

1. 入门指南 7667A 小型热解析仪简介 7 熟悉小型热解析仪 7 小型热解析仪(Mini TD)的工作原理 10 G4370A 工作流程 11 G4370M 工作流程 15 2. 安装及操作 安装前准备 20 安装所需部件 20 安装所需工具 24 现场准备确认 24 更新 GC 固件版本 24 安装 G4370A 25 准备仪器 25 将不锈钢进样管安装在传输线中 26 将传输线连接到 7820A GC 分流/不分流进样口 电缆以及气路的连接 31 恢复 7820A GC 到可操作条件 31 安装 G4370M 32 准备仪器 32 在 5975T LTM GC/MSD 上安装 G4370M 32 电缆以及气路的连接 34 恢复 5975T LTM GC/MSD 到可操作条件 35 更换解析管 36 安装解析管 36 卸下解析管 37 与 Agilent 其他气相产品连接示意图 38 7667A 控制面板操作 39 电源开关和状态指示灯 39 运行键 39 菜单键、取消键和转盘 **40** 状态界面 41 创建方法 42 气体类型配置 **45** 调用/保存方法 **46** 查看日志 47

29

3. 首次启动

所需材料	49
老化解析管	49
设置校验方法	50
准备校验样品	52
运行校验方法	52
比较校验结果	52

4. 软件操作指南

开始前准备 **54** OpenLAB ChemStation / EZChrom 操作 开始在线仪器 **54** 气体类型配置 55 参数设置 55 创建方法 **56** 保存方法 59 运行方法 60 创建序列 **61** 保存序列 62 运行序列 63 Masshunter 操作 64 开始在线仪器 **64** 气体类型配置 64 参数设置 65 创建/保存方法 65 运行方法 65 创建序列 66 保存序列 **67** 运行序列 **67** 在线帮助信息 68

54

5. 日常维护

消耗品列表 70	
更新 Mini TD 固件 70	
更换进样针 71	
安装进样针 71	
卸下进样针 73	
更换 O 圈和过滤膜 74	
更换 G4370M 上过滤器滤芯	77
从传输线上卸下不锈钢进样管	80

6. 故障排除

症状 1: 启动失败 82
症状 2: 载气流量达不到设定值或者为零 82
症状 3: 不出色谱峰 82
症状 4: 色谱峰杂质较多 83
症状 5: 漏气 83
症状 6: 过载 83
错误消息 84

附录 85

Agilent 7667A 小型热解析仪 安装和操作



7667A 小型热解析仪简介 7
熟悉小型热解析仪 7
小型热解析仪(Mini TD)的工作原理 9
G4370A 工作流程 10
G4370M 工作流程 14

本节将帮助用户了解 7667A 小型热解析仪的基本用途和工作 原理,以及两种不同类型仪器的使用范围



7667A 小型热解析仪简介

7667A 小型热解析仪(以下简称 Mini TD)是一款具有体积小,功 耗低等特点的单级热解析仪(One Stage Thermal Desorber)。

7667A 有基本型(G4370A)和增强型(G4370M)两种类型。 基本型(G4370A)不带采样泵,适用于离线采样,主要与7820A GC 连用。

增强型 (G4370M) 自带采样泵。可支持在线自动采集气体样品,主要与 5975T LTM GC/MSD 连用。

上述机型还可通过远程控制口(Remote)与 Agilent 其它气相产品 连用。

熟悉小型热解析仪



图1 基本型小型热解析仪(G4370A)外观视



图 2 增强型小型热解析仪(G4370M)外观视图

小型热解析仪(Mini TD)的工作原理

Mini TD 有三种操作模式,即采样模式、解析模式和老化模式。

采样模式:仅 G4370M 具有。采样模式包括了从采样到分析结束后处理的全部过程,其中包括了仪器测漏,在线采样,干吹,解析,进样, 清洗六个过程。采样时仪器自带的采样泵将样品气抽取到 Mini TD 内 部管路中,样品某些组分吸附在解析管上。对于基本型 G4370A,采样 任务是离线完成的。

解析模式:解析模式下仪器将只进行解析相关的过程。其中包括仪器 测漏,干吹,解析,进样,清洗五个过程。解析模式是在关闭解析管 中载气流量的情况下,对解析管进行加热解析。此时由于解析管处于 密闭状态,受热解析出的组分会充满解析管内的腔体,等待进样。用 户可以通过设置进样开始时间来设定解析模式的长度。

老化模式:老化并不是样品分析过程中的一个环节。在长时间或者多 次运行样品后,解析管效能可能会下降,需要采用较长时间的高温烘 烤来清除解析管和仪器内的水汽和残留的污染物,使之恢复到较好的 状态。



测漏阶段。对于基本型 G4370A,此阶段发生在干吹阶段之前。



图 4 G4370A 测漏原理图

干吹阶段: 干吹阶段在采样以及测漏(如果泄漏检测被开启的话)结 束之后开始执行。 在此过程中 **载气**将会被吹进管路中,管路中残留 的空气以及未被吸附的样品会被吹出,从而在解析之前使解析管处于 一种相对清洁的状态。 请根据需要设定参数。请看原理图。



解析阶段 & 进样阶段:通过设置进样开始时间选项可以选择分离或者 是合并解析阶段和进样阶段。在二者分离时:在解析阶段中,仪器将 在关闭吸附管中载气流量的情况下,对吸附管进行加热解析。此时由 于吸附管处于密闭状态,受热解析出的组分会充满吸附管的内的腔体 中,等待进样。用户可以通过设置进样开始时间来设定解析阶段的长 度。分离的解析阶段可以有效的提高减小轻质组分样品的色谱峰宽度, 从而提高轻质组分分析的灵敏度。当解析阶段与进样阶段合并时,仪 器在关闭解析模式的情况下,吸附管的温度阶升将与进样模式同时开 始。吸附管内的组分会在脱附的同时注射到色谱仪的进样口中。对于 目标分析物是沸点较高的样品,采用这种模式可以对减小残留有积极 作用。



图 6 G4370A 解析阶段原理图



图 7 G4370A 进样原理图

清洗阶段是解析过程结束后,一些组份可能仍然残留在解析管中。为确保残留物不会影响后续分析,需要采用高温来清洗吸附管。与解析阶段相比,清洗阶段应持续更长时间(2到4分钟),采用更大流量(150到200mL/min)并且解析管加热到相当高的温度(320℃左右,具体参照本手册附录-解析管的使用说明,不超过解析管可以使用的最高温度)。



图 8 G4370A 清洗阶段原理图

空闲阶段原理图。



图 9 G4370A 空闲阶段原理图



测漏阶段。对于增强型 G4370M。此阶段发生在采样阶段之前。



图 11 G4370M 测漏原理图

采样阶段;采样是小型热解析仪工作流程中的第一个状态,采样时内 置采样泵可将气体样品抽取到管路中,目标组份吸附于解析管上。采 样参数用来控制采样的持续时间和采样速度。



图 12 G4370M 采样阶段原理图

干吹阶段: 干吹阶段在采样以及测漏(如果泄漏检测被开启的话)结 束之后开始执行。 在此过程中 **载气** 进入管路中,管路中空气,水份 以及未被吸附的样品会被吹出,在解析之前使解析管处于相对清洁的 状态。 请根据需要设定参数。。



图 13 G4370M 干吹阶段原理图

解析阶段 & 进样阶段:通过设置进样开始时间选项可以选择分离或者 是合并解析阶段和进样阶段。在二者分离时:在解析阶段中,仪器将 在关闭吸附管中载气流量的情况下,对吸附管进行加热解析。此时由 于吸附管处于密闭状态,受热解析出的组分会充满吸附管的内的腔体 中,等待进样。用户可以通过设置进样开始时间来设定解析阶段的长 度。分离的解析阶段可以有效的提高减小轻质组分样品的色谱峰宽度, 从而提高轻质组分分析的灵敏度。当解析阶段与进样阶段合并时,仪 器在关闭解析模式的情况下,吸附管的温度阶升将与进样模式同时开 始。吸附管内的组分会在脱附的同时注射到色谱仪的进样口中。对于 目标分析物是沸点较高的样品,采用这种模式可以对减小残留有积极 作用。



图 14 G4370M 解析阶段原理图

进样阶段原理图。



清洗阶段是解析过程结束后,一些组份可能仍然残留在解析管中。为确保残留物不会影响后续分析,需要采用高温来清洗吸附管。与解析阶段相比,清洗阶段应持续更长时间(2到4分钟),采用更大流量(150到200mL/min)并且解析管加热到相当高的温度(320℃左右,具体参照本手册附录-解析管的使用说明,不超过解析管可以使用的最高温度)



图 16 G4370M 清洗阶段原理图



样品重叠模式(仅适用于 G4370M): G4370M 支持序列运行。通常情况下序列是依次执行的,即下一次的分析只有在前一次分析完全结束,并且 Mini TD 和 GC 都恢复到就绪和空闲状态时才能开始。而样品重叠模式可以在前一次 GC 分析仍在进行当中 Mini TD 开始为下一次样品分析做准备工作。当 GC 运行周期长于 Mini TD 的运行周期时,样品重叠模式能极大的提高仪器使用效率。

Agilent 7667A 小型热解析仪 安装和操作



安装及操作

安装前准备 20 安装所需部件 20 安装所需工具 24 现场准备确认 24 更新 GC 固件版本 24 安装 G4370A 25 准备仪器 25 将不锈钢进样管安装在传输线中 26 将传输线连接到 7820A GC 分流/不分流进样口 29 电缆以及气路的连接 31 恢复 7820A GC 到可操作条件 31 安装 G4370M 32 准备仪器 32 在 5975T LTM GC/MSD 上安装 G4370M 32 电缆以及气路的连接 34 恢复 5975T LTM GC/MSD 到可操作条件 35 更换解析管 36 安装解析管 36 卸下解析管 37 与 Agilent 其他气相产品连接示意图 38 7667A 控制面板操作 39 电源开关和状态指示灯 39 运行键 39 菜单键、取消键和转盘 **40** 状态界面 41 创建方法 42 气体类型配置 **45** 调用/保存方法 **46** 查看日志 47

7667A的安装过程取决于所购买的系统组件和与Mini TD连 用的仪器类型。请按照本节中与GC和小型热解析仪有关的步 骤进行操作。



安装前准备

安装所需部件

表 1 G4370A 随机工具包提供的部件

	部件号	数量
不锈钢进样管部件	G4370-60000	1
传输线支持组件	G3504-60620	1
O 圈 0.364-in-ID	0905-1819	1(包)
过滤膜	MKI-U-DISK3	1(包)
10ul 手动进样针	5190-1483	1
Torx T10 螺丝刀	518203466	1
3/16*1/4 英寸开口扳手	8710-2697	1
管线切割器	G4350-20120	1
1/16 英寸不锈钢接头	0100-0124	1
1/16 英寸不锈钢闷头	0100-0050	1
1/16 英寸不锈钢管	G1544-20150	1
1/16 英寸不锈钢螺母	0100-0053	1
1/16 英寸不锈钢密封垫圈组	0100-1490	1
助力把手	G4372-20048	1
解析管固定垫圈	G4372-20049	1
O 圈 0.239-in-ID	0905-1820	2(包)
传输线隔垫固定螺母	G3452-60835	1

表 2 G4370M 随机工具包提供的部件

描述	部件号	数量
O 圏 0.239-in-ID	0905-1820	2(包)
O 圏 0.364-in-ID	0905-1819	1(包)
过滤膜	MKI-U-DISK3	1(包)
10ul 手动进样针	5190-1483	1
Torx T10 螺丝刀	51820-3466	1
3/16*1/4 英寸开口扳手	8710-2697	1
螺钉 M4*0.7 12mm-LG (M4*12)	0515-0382	2
进样针组件	G4372-60015	1
连接板	G4370-20600	2
安装杆	G4370-20456	1
手指安装杆	G4370-60020	1
螺钉 M4*0.7 10mm-LG (M4*10)	0515-1269	4

管线切割器	G4350-20120	1	
助力把手	G4372-20048	1	
解析管固定垫圈	G4372-20049	1	

表 3	其他	部件	
100	2510	HPII	

描述	部件号	数量
1/8"铜管	G1530-61100	1
校验样品	18710-60170	1
7667 电源适配器 r	0950-5534	1
RS-232 自动进样电缆	G4370-61207	1
APG 远程同步电缆	G4370-61208	1
工具光盘	G4600-64006	1



7667 电源适配器 (部件号 0950-5543)



RS232 自动进样电缆(部件号 G4370-61207)



APG 远程同步电缆(部件号 G4370-61208)



过滤膜(部件号 MKI-U-DISK3)



O圈 2-010(在部件号 0905-1820 包装袋中) O圈 2-012(在部件号 0905-1819 包装袋中)



G4370A 安装部件

G4370M 安装部件



安装杆 (部件号 **G4370-20456**)

手指安装杆 (部件号 **G4370-60020**)



连接板 (部件号 G4370-20600)



进样针组件(部件号 G4372-60015)

安装所需工具

- T-10 螺丝刀(部件号 5182-3466)。
- 1/4-3/16开口扳手(部件号 8710-2697)。
- 管线切割器 (部件号 G4350-20120)。
- 精密 1/16 管线切割器(用于 G4370A,部件号 5190-1442,维修工程师准备)。
- T-20 螺丝刀 (用于 G4370A, 部件号 5182-3465, 用户或维修工 程师准备)
- 色谱柱切割片(用于 G4370A,部件号 5181-7487,用户或维修工程师准备)
- 7/16 扳手(用户或维修工程师准备)
- 5/16 扳手(用于 G4370A,用户或维修工程师准备)

现场确认准备

验证并确保安装场地已经按照《现场准备》手册的要求准备就绪。合适的工作台,电源及插座,气源,捕集阱(traps)和必须的工具等,都已准备就绪。

更新 GC 固件版本

Mini TD 要求 7820A GC 固件版本为 A. 01. 12. 004 或以上。5975T LTM GC/MSD 固件版本为 A. 03. 04. 004 或以上。如果用户正在使用的固件版 本低于上述版本,请更新固件到最新版本(用户可以从 Agilent 网站 www.agilent.com/chem 下载最新的固件版本,或与本地的 Agilent 销售 联系)。

安装 G4370A

准备仪器

此过程说明如何为安装 G4370A 准备 Agilent 7820A GC。



- 1. 先将GC的进样口,检测器,柱温箱温度设置为**室温。**
- 2. 关闭所有气源。
- 3. 请卸下自动进样器以及进样器固定柱。
- 找到进样口载气管线(从进样口 EPC 模块连接到进样口,通常在 柱箱顶部的进样口载气盖板旁边)。对于分流 / 不分流进样口, 还有一根不锈钢隔垫吹扫排气管。隔垫吹扫排气管直径较大,连

接到 EPC 模块上的隔垫吹扫出口。



使用精密管线切割器(部件号 5190-1442)在距离隔垫约 3 至 5 厘
 米处切下连接到进样口的载气管线。

小心 尽量整齐地切下管线。应避免使管线扭曲。避免使管线 变形。切口不能有斜边或斜角。



 使用随机工具包中提供的闷头(部件号 0100-0050),在隔垫前 端将进样口载气管线封住。

7. 将 1/16 英寸外螺纹两通(部件号 0100-0124)的一端连接到进

样口 EPC 模块的载气管线的开口端。

注意 完成后,应能够重新组装原始载气流路,方法是从插头取下闷 头, 然后连接管线的两端。

- 8. 将两通的另一端连接到 1/16 英寸不锈钢管线(部件号 G1544-20150) 的一端。
- 9. 用 1/16 英寸螺母(部件号 0100-0053)和密封垫圈(部件号 0100-1490)将 1/16 英寸不锈钢管线的另一端连接到 G4370A 上
 - 的 1/16 英寸**载气**接头。
- 10. 检测前进样口是否有泄露。具体操作步骤请参考《**7820A** 气相色 谱仪故障排除》

将不锈钢进样管安装在传输线中

- 1. 冷却 G4370A 加热区温度至安全操作温度。
- 2. 卸下图中3个螺钉,取下阀箱盖板和保温棉。





3. 解开约 1 米长的不锈钢进样管(G4370-20039)。从靠近六通阀 的一端开始,轻轻将管线穿过传输线,直到其从另一端露出。

4. 用 1/4 英寸开口扳手卸下图示中阀口 1 上的 1/16 英寸塞子,保 存好塞子以备将来使用。



阀口1 -

5. 将不锈钢进样管按图示装配。



6. 将不锈钢进样管安装到阀口 1。用手拧紧,再用 1/4-3/16 口扳手 拧紧。



- 从传输线的进样口端拉出不锈钢进样管,调节不锈钢进样管在 阀箱内长度。
- 用色谱柱切割片(部件号 5181-7487)修剪不锈钢进样管的 GC 进 样口端长度,约伸出传输线之外 50 至 55 毫米。



将传输线连接到 7820A GC 分流/不分流进样口

小心	应佩戴干净的不含棉绒的手套,以防止部件沾上灰尘和皮肤分 泌物。
	 将 G4370A 放在 7820A GC 的左侧。 用传输线隔垫固定螺母替换原来进样口上的隔垫螺母。 将传输线组件中的支架放在前进样口载气盖板上。支架中的两 个定位孔分别与前进样器固定柱位置和校准销对齐。请参见下 图。
传输线隔垫固定螺母	
前进样口固定柱位置	
校准销	
	•

支架安装的位置,图示为7820A进样口载气盖板

- 找到 Mini TD 随机工具包中传输线支持组件(部件号 G3504-60620)的滚花螺钉。
- 5. 将滚花螺钉插入进样器固定柱位置中,用手拧紧。
- 6. 将传输线的尖端插入进样口。
- 7. 安装传输线后,需固定传输线。



8. 将固定夹子装到支架上。调整夹子位置,使传输线支撑在
 GC 上方尽可能高的位置,如图中所示。

安装到 7820A 进样口上的传输线

电缆以及气路的连接

- 1. 连接电源适配器电缆线(部件号 0950-5534)。
- 将 RS-232 ALS 电缆(G4370-61207)分别连到 G4370A 的串行口和 7820A GC 的 ALS 控制模块(Front 端口)。
- 3. 按图 18 所示连接相关气路。



恢复 7820A GC 到可操作条件

- 1. 打开气源。
- 2. 恢复进样口,柱温箱温度到可操作条件。

安装 G4370M

准备仪器

此过程说明如何为安装 G4370M 准备 Agilent 5975T LTM GC/MSD。

^{警告}5975T LTM GC/MSD 进样口可能很热,会造成烫伤。应先将进样口

冷却至室温,然后再开始工作。

^{小心_____}请不要在自动进样器的固定柱上安装 G4370M,这样会损坏小型热

解析仪。请卸下自动进样器的固定柱。

- 1. 将进样口,柱温箱温度冷却至室温。
- 2. 关闭所有气源。
- 3. 如果 5975T LTM GC/MSD 上装有自动进样器,请卸下自动进样器和 进样器固定柱。

在 5975T LTM GC/MSD 上安装 G4370M

1. 用 **T20** 螺丝刀将连接板 (部件号 G4370-20600) 按图放在 G4370M 的底部,固定图中用红笔标注的 4 个螺钉。



2. 如下图所示,将安装杆插入进样器(ALS)固定柱位置,然后用手 拧紧它。



 打开侧盖,将底部支架部件(部件号 G4370-60650)放到 5975T 进 样口上面,再按下图所示中1-2顺序操作。



- 将手指安装杆插入 固定柱位置。并用 手拧紧。
- 1 用两个 M4*12MM 螺钉固定支架部
 - 将 G4370M 放到支架上,然后用手拧紧仪器两侧的各 2 个固定螺 钉(部件号 0515-1269)。



Mini TD 固定螺钉的位置

电缆以及气路的连接

- 1. 连接电源适配器电缆线(部件号 0950-5534)。
- 将 RS-232 ALS 电缆(G4370-61207)分别连到 G4370M 的串行 口和 7820A GC 的 ALS 控制模块(Front 端口)。
- 3. 按图 19 所示的连接气路。



警告	Mini TD 载气气源的压力必须高于进样口压力 20psi,同场 地准备。
	阀驱动气压力约 50psi。
小心	连接 G4370M 样品气时,样品气管路的长度和内径将会影响
	最大的米 杆 流量,安建伦建议选用内径 1/8 英寸或以上,长 度小于 10 米的管路连接样品气,否则会采样流量可能无法达
	到安捷伦承诺的指标。
小心	如果连接的样品气是加压的气源,请确保样品气连接到
	G4370M 的样品气压力是恒压的,否则可能会影响分析结果的定量重复性。

恢复 5975T LTM GC/MSD 到可操作条件

- 1. 打开 G4370M 右侧门。
- 旋转锁定把手至垂直位置,解锁进样滑块,推抵进样滑块至进样 低位。



- 3. 旋转锁定把手至锁定位置。
- 4. 关闭侧门。G4370M 安装完成。
- 5. 打开气源。
- 6. 恢复 5975T LTM GC/MSD 进样口,柱温箱温度到可操作条件。

更换解析管

安装解析管



1. 打开仪器顶盖, 逆时针旋转拧松三角螺母, 拔出解析管部件。
2. 旋松解析管锁定螺母 90 度。



 取出解析管 O 圈(部件号 0905-1014)和过滤膜(部件号 MKI-U-DISK3)。随机设备中解析管已经安装好。



- 4. 按图示顺序安装解析管;
 - 检查过滤膜和解析管固定垫圈(部件号 G4372-20049)是否安装好。
 - 将 O 圈 2-010 (部件号 0905-1014) 套在解析管前端。
 - 将解析管前端插入锁定螺母。用手或助力扳手(部件号 G4372-20048)拧紧锁定螺母至解析管无法用手拔出。





2



3



4

5. 将解析管部件插入仪器,用手拧紧三角螺母。

卸下解析管

警告 当心!解析管可能很热,会造成烫伤。请冷却解析管温度 至室温后,再戴上耐热手套进行操作。

- 1. 打开仪器上盖, 逆时针旋转拧松三角螺母, 拔出解析管部件。
- 2. 拧松解析管锁定螺母约 90 度,拔出解析管。



与 Agilent 其它气相产品连接示意图



7667A 控制面板操作

电源开关和状态指示灯



控制面板示图

通过状态指示灯可以知道当前 Mini TD 的状态;

- 绿色表示正在运行方法。
- 黄色表示 Mini TD 处于未就绪状态。
- 红色表示 Mini TD 有错误或有潜在的危险。
- 状态指示灯灭表示就绪状态。

运行键

此类按键用于采样解析前的预准备,运行方法以及停止运行。



Prep Run (预运行)	按该键,开始采样解析前的预准备。
Start (开始)	按该键,开始进样过程
Stop (停止)	按该键,终止正在运行的方法。

菜单键、取消键和转盘



Menu	按该键进入主菜单界面
Cancel	按该键返回上一级菜单或取消当前操作
转盘/确认键	旋转转盘选择或更改参数值. 按 确认 键,确认当前操作

状态界面

控制面板有两种不同的状态界面。一是"流路图"状态界面,还有一个 是"表格式"状态界面。



流路图状态界面

*Mini TD Status - Idle						
ltem	Actual	Status/Setpoint				
Tube temp	0.0	0.0				
Valve box	0.0	0.0				
Transfer line	0.0	0.0				
Sample flow	0.0	0.0				
Carrier flow	0.0	0.0				

表格式状态界面

创建方法

1. 表 4 列出了在控制面上可更改的参数。

表 4 Mini TD 方法参数

参数	范围	说明
选择操作模式(Select Operation Mode)	在线采样模式 解析模式 老化模式	按要求选择操作模式
采样参数 (Sampling)		
开启抽气泵 (Enable Pump)	\square	启用泵/关闭泵
采样流量 (Sampling Flow)	5 – 150* mL/min	指定采样时的气体流量
采样时间 (Sampling Time)	0 – 100 min	指定采样操作的持续时间
预采样 (PreSampling Time)	0 – 100 min	指定采样之前热解析仪的准备时
		间
干吹参数 (Dry Purge)		
开启干吹功能 (Enable Dry Purge)	\square	启用该功能/关闭该功能
干吹流量 (Dry Purging Flow)	0 – 200 mL/min	指定干吹时的气体流量
干吹时间 (Dry Purging Time)	0 – 100 min	指定干吹过程的持续时间
解析参数 (Desorbing)		
解析管温度 (Tube Temp)	\blacksquare / \square	开启/关闭
	≤ 325° C	指定解析管的初始温度
载气流量 (Carrier Flow)	0– 200 mL/min	指定载气的流量
进样开始时间(Injection Start Time)	\blacksquare / \square	启用进样功能(解析阶段和进样阶
		段前后进行)/关闭该功能(解析
		阶段和进样阶段同时进行)
	0 – 100 min	指定进样开始时间(单位"分钟")
升温速率 (Ramp)	0-500°C /min	指定第一阶的升温速度
保持时间 (Hold time)	0 – 999.99 min	持续时间
清洗参数 (Clearning)		
开启清洗功能 (Enable Clearning)	\blacksquare / \square	启用该功能/关闭该功能
清洗流量 (Clearning Flow)	0 – 200 mL/min	指定 Mini TD 清洗时的流量
清洗时间 (Clearning Time)	0 – 100 min	指定清洗的持续时间
清洗温度 (Clearning Temp)	≤ 325° C	指定 Mini TD 清洗时的温度
通用参数 (General)		
露漏检测	\square	开启/关闭该功能
传输线温度 (Xferline Temp)	≤ 200°C	指定传输线的温度
阀箱温度 (ValveBox Temp)	≤ 175°C	指定阀箱的温度
老化参数		
老化流量 (Condition Flow)	0 – 200 mL/min	指定老化时的气体流量
老化时间 (Condition Time)	0 – 100 min	指定老化过程的持续时间
老化温度 (Condition Temp)	≤ 325° C	指定老化时的温度

* 采样流量范围受到环境大气压力的影响,在海拔较高地区最大的采样流量将会下降。

 如果控制面板处于状态界面,请按[MENU]键进入参数设置界面(蓝 色光标处于"选择操作模式")。

Sampling Dry Purging Desorbing Cleaning General System Enable Pump Sampling Flow 0.3 min	Select Op	peration Mod	e: Online	Sampling M	ode 🔽	Save/Loa
Enable Pump Sampling Flow 0.3 mL/min Sampling Time 0.3 min	Sampling	Dry Purging	Desorbing	Cleaning	General	System
	⊠Ena San San	ble Pump npling Flow npling Time	0.3 0.3]mL/min]min		

3. 按**确认**键,显示"操作模式"下拉菜单。顺/逆时针旋转**转盘**,蓝 色光标在下拉菜单三种模式中移动。

🛪 Mini TD Method & Configuration					
Select Operation Mode:	Online Sampling Mode 🔽 Save/Load				
Sampling Dry Purging Des	Online Sampling Mode Desorbing Mode Conditoning Mode				
Sampling Flow 0.3	mL/min				
Sampling Time 0.3	min				
Press [Dial] to select mode. 2012-11-08 12:59:59					

4. 选择操作模式,按**确认**键确认。同时光标移到菜单项<u>。</u>如果操作 模式不变,需要按[Menu]键进入该模式下各参数设置。

Mini TD Method & Configuration					
Select Operation Mode: Online Sampling Mode			Save/Load		
Sampling Dry Purging Des	orbing	Cleaning	General	System	
🗹 Enable Pump					
Sampling Flow 0.3		mL/min			
Sampling Time 0.3		min			
[Rotate] to switch between tab p	ages.		2	012-11-08 12:59:59	

5. 旋转**转盘**,切换操作界面,按**确认**键进入所选的操作界面。例如 "自动采样"参数设置界面。

* Mini TD Method & Configuration					
Select Operation Mode: Online Sampling Mode 💌 Save/Load					Load
Sampling Dry Purging Des	orbing	Cleaning	General	System	
🗹 Enable Pump					
Sampling Flow 0.3		mL/min			
Sampling Time 0.3		min			
[Rotate] to switch between tab p	ages.		2	012-11-08	12:59:59

- 6. 旋转**转盘**,选择要更改的参数。
- 7. 如果选择"复选框"选项,按确认键选择"☑"或"□"。
- 8. 如果选择更改参数;
 - 按确认键开始更改参数值。
 - 顺/逆时针旋转转盘,改变参数值。
 - 按确认键确认新的参数值
- 9. 完成参数设置后,按 [Cancel] 键直到光标返回"操作模式"。
- 10. 保存当前方法,请看"调用/保存方法"小节。

气体类型配置

警告

Mini TD 载气类型必须与 GC 的载气类型一致。

- 1. 如果控制面板处于状态界面,请按两次[**MENU**] 键进入菜单选择界面。
- 2. 顺/逆时针旋转**转盘**切换到"System"操作界面,按**确认**键进行载 气类型选择。

* Mini TD Method & Configuration				
Select Operation Mode: Online Sampling Mode	 Save/Load 			
Sampling Dry Purging Desorbing Cleaning Generation	al System			
Carrier Gas Type C N2 Carrier Gas Type He Maintenance Limit 0.0 About				
[Rotate] to switch between tab pages.	2012-11-08 12:59:59			

- 3. 顺/逆时针旋转**转盘**,选择气体类型,可选择的气体类型有**氮气**和 **氦气。**
- 4. 按确认键确认所选气体类型。
- 5. 按 [Cancel] 键返回菜单项或按 多次[Cancel] 键直到状态界面。

调用/保存方法

1. 完成参数设置后,按[Cancel]键直到光标返回"选择操作模式"。

*Mini TD Method & Configuration					
Select Operation Mode: Online Sampling Mode 🔽 Save/Load					
Sampling Dry Purgin	g Di	esorbing	Cleaning	General	System
☑ Enable Pump Sampling Flow Sampling Time	0.3		mL/min min		
Press (Dial) to select mo	de.			2	2012-11-08 12:59:59

 旋转转盘,使光标移到[Save Method],按确认键显示"Save or Load" 对话框。

Mini TD Method & Configuration						
Select Operation	n Mode: Online Sempling Mode Sempling Mode Save or Load Do you want to save or load method?	Save/Load				
Enable Pı Sampling	Save					
Sampling Time 0.3 min						
Press (Dial) to sele	ct mode.	2012-11-08 12:59:59				

- 3. 旋转转盘,光标在"Save"和"Load"之间切换。
- 4. 如果选择"Save", 按确认键进入"Save Method"对话框。

🖄 Mini TD Met	hod & Configuration Save Method		
Select Operat	Choose a location to.	to SAVE method	Save/Load System
🗹 Enable P	NO.		
Samplin	M_00		
	M_01		
Samplin	M_02		
	M_03		
	M_04	.	
Press (Dial) to sel	, lect mode.	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	2012-11-08 12:59:59

- 5. 旋转转盘选择要保存的方法名(可保存 10 个方法文件),按确认 键确认。
- 6. 如果选择"Load", 按确认键打开"Load Method"对话框。

Mini TD Met	hod & Configuration *Load Method		
Select Operat	Choose a location from.	to LOAD method	Save/Load System
🗹 Enable P	N0.		
Samplin	M_00		
o unipini	M_01		
Samplin	M_02		
	M_03		
	M_04		
Press (Dial) to sel	ect mode.		2012-11-08 12:59:59

7. 旋转转盘选择想调用的方法名, 按确认键确认。

查看日志

1. 按 [Cancel] 键直到状态界面。



 按两次确认键进入 "System Log"界面。旋转转盘查看已存 Log 条目(可保存最近的 log 条目 250 条)。

🔆 System Log	
Log details # 1: 2012-11-27 15:00:01	Service Counter: 0 (0)
System power on	
Total log: 45	

3. 再按确认键回到"流路图"状态界面。

Agilent 7667A 小型热解析仪 安装和操作



首次启动

所需材料 49	
老化解析管	49
设置校验方法	50
准备校验样品	52
运行校验方法	52
比较校验结果	52

本节介绍如何首次启动Agilent7667A小型热解析仪和校验 **G4370A/G4370M**的性能。

仅执行和您的仪器配置相符合的部分。



所需材料

• 10uL注射针 部件号 5190-1483

•

- 校验样品 部件号 18710-60170
- 解析管 部件号 C-TBP1TC (详细参数请看附录)

老化解析管

为了确保解析管能正常工作,在首次运行样品前,必须老化解析管。

- 1. 安装解析管。(请参照本手册更换解析管章节)
- 2. 在控制面板上设置老化参数(见列表 5,具体操作请参考本手册 "7667A 控制面板操作")。
- 3. 在控制面板上按 [Start] 键开始运行老化方法。

表5 Mini TD 老化方法推荐

参数	G4370A	G4370M
选择操作模式	老化模式	老化模式
老化流量	50 ml/min	50 ml/min
老化时间	20 min	20 min
老化温度	320 °C	320 °C
传输线温度	150 °C	150 °C
阀箱温度	150 °C	150 °C
载气类型	氮气	氮气/氦气

设置校验方法

使用 Agilent 数据系统(OpenLAB ChemStation/EZChrom,

MassHunter)设置校验方法。下面以 ChemStation 为例(具体操作 请参考本手册"软件操作指南")

- 1. 运行 OpenLAB ChemStation。
- 在"方法和运行控制"界面选择仪器 > 编辑 Agilent 7820A 参 数进入"设置方法"界面。
- 3. 选择\配置\模块进入气体类型选择择操作界面。选择所连接的

载气类型。

- 4. 按列表 6 和 7 编辑校验方法。
- 5. 将方法应用于仪器。
- 6. 用新名称保存方法。

表 6 Mini TD 校验方法参数

参数	G4370A	G4370M
载气类型	氮气	氦气
泄漏检测	V	V
开启干吹泵	V	V
干吹流量	50 ml/min	50 ml/min
干吹时间	0.5 min	0.5 min
解析	Off	Off
解析管初始温度	40°C	40°C
初始时间	0	0
升温速率	500°C /min	500°C /min
最终温度	310 °C	310 °C
最终时间	6 min	6 min
开启清洗功能	V	V
清洗流量	200 ml/min	200 ml/min
清洗时间	8 min	8 min
清洗温度	320 °C	320 °C
传输线温度	180 °C	180 °C
阀箱温度	175 °C	175 °C
载气流量	Off	30 ml/min

	TOO MOD 方位多效。
柱温箱	
平衡时间	0.5 min
初始温度	50 °C
初始时间	0.5 min
升温速率1	20 °C /min
最终温度1	240 °C
最终时间1	5
进样口(分流/不分流)	
模式	分流
初始温度	250 °C (On)
压力	4.0691 psi
分流比	40:1
分流流量	32 mL/min
总流量	33.252 mL/min
载气节省	Off
色谱柱(19091J-413)	
模式	恒流模式
初始流量	0.8 mL/min
初始压力	4.0691 psi
平均线速度	15.755 cm/s
检测器FID	
温度	300 °C
氢气流量	30 mL/min
空气流量	400 mL/min
模式	恒定尾吹流量
尾吹流量	25 mL/min
MS or MSD	
溶剂延迟	5 min
运行时间	15 min
扫描范围	35 to 550
使用的方法	Atune 文件
进样口压力	82.8 kPa (12 psi)
色谱柱流量	1.1 mL/min

表 7 7820A GC/5975T LTM GC/MSD 方法参数

注意

该表列出 7820A GC/5975T LTM GC/MSD 的设置。其他 GC 类型使用 类似参数设置。

准备校验样品

当仪器处于就绪状态时,请准备校验样品。

- 1. 从随机工具包中取出注射针和校验样品。
- 2. 打开仪器上盖,拧松三角螺母,拔出解析管组件,卸下解析管
- 3. 用注射针抽取 1uL 校验样品。
- 4. 将校验样品从解析管凹槽端注入。
- 5. 将解析管安装好,插到仪器上,用手拧紧三角螺母。
- 6. 盖好仪器上盖。

运行校验方法

- 1. 选择运行控制 > 样品信息。进入"样品信息"界面。
- 2. 选择输出信号的保存路径,输出文件名以及样品瓶位置(Viall 是默认的进样位置)。
- 3. 按 [运行方法] 按钮,开始运行校验方法方法。
- 或者按 [确认] 按钮关闭 "样品信息"框,再选择运行控制 > 运行方法运行校验方法。

比较校验结果

运行完成后,将输出的谱图与下面的示例进行比较,如果安装和操 作正确,则输出的色谱图应该与示例类似。



校验样品谱图

Agilent 7667A 小型热解析仪 安装和操作



开始前准备	54
OpenLAB Chem	Station / EZChrom 操作
开始在线	仪器 54
气体类型	配置 55
参数设置	55
创建方法	56
保存方法	59
运行方法	60
创建序列	61
保存序列	62
运行序列	63
Masshunter 操作	64
开始在线	仪器 64
气体类型的	配置 64
参数设置	65
创建/保存	方法 65
运行方法	65
创建序列	66
保存序列	67
运行序列	67
在线帮助信息	68

54

本指南介绍如何用 Agilent 数据系统来控制 Mini TD。



开始前准备

本指南假定:

- 已经安装好最新版本的 Agilent 数据系统(OpenLAB ChemStation C.01.05/MassHunter B.07.00)。
- 配置 7820A GC/5975T LTM GC/MSD 为在线仪器。
- 7820 GC/5975T LTM GC/MSD 和 Mini TD 都处于正常状态。

OpenLAB ChemStation C.01.05/EZchrom A.04.05 操作

开始在线仪器

1. 在"**开始**"菜单中点击 **OpenLAB** 图标。



2. 在"OpenLAB 控制面板"框内按[Launch]按钮打开 ChemStation .

Management Management Color Edit Delete Refresh Instruments and Locations	Edit Notifications Properties	Lock Create Configure Shortcuts Instrument Actions	
Navigation Instruments 146.208.245.1 146.208.246.207 146.208.246.218 246.61	446.208 Start Start Start Start Start Start Instruit Det	Launch Offline Launch an online instrument session ment does not have status information	

气体类型配置

1. 选择仪器>编辑 Agilent 7820 参数进入"设置方法"界面。

File RunControl	Instrument	Method	Sequence	View	Abort	Help
	Select Ir	jection So	ource			
	Edit Agi	lent 7820A	Parameters	i		
	Instrum	ent Utilitie	25			
	Column	IS				
	Snapsho	ot				
	Instrum	ent Config	guration			
	Agilent	7820A Co	nfiguration			
	Upload	method fr	om Agilent	7820A		
	Extend F	Run				

2. 在"设置方法"界面中选择\配置\模块进入气体类型选择操作

界面。可选择的气体有氮气和氦气。

ALS	Mini T	. – <mark>∦</mark> D Inlets	Columns	oven	Detectors	Events	Signals	Configuration	1,2, Counters	Readiness	GC Calculators
Miscell	aneous Col	umns Modu	les ALS				a griana				
			Front Inl	et							
			SSZ Inl	et N2	▼						
			Back Detect	or D							
			Makeu	up N2	•						
		Se	t Lit Offset w	rith GC Keyl	board.						
			Mini T	D							
		C	Camier Gas Typ	N2 He N2	-						
			警告		Mini TD 🕯	的载气	类型必	须与 GC 的	载气类型	己一致。	
		参数	设置								
				1	选区1	哭、神	胡 ^ aila	n4 7020 会米	%π ≩∰ λ "	仍留宁》	上 "
				1.	処件化	「「「「」」	稗 Ayne	凯 /020	以 近八	以且 刀(7	「クト国。
					23						
				2.	点击 Mi	niTD图	际进入	Mini TD 参数	汝设置 界	·面。	
				3.	7667A	小型敖	解析仪	x有三种操作	乍模式,月	用户可以	根据实际情况
					选择所	需要的	」操作模	载。			
	the		(gentar)	INPA 1			0				-
	111	7	O		7	(چ	he	\mathbf{X}	1,2,	11	
LS	Mini TD	Inlets	Columns	Oven	Detectors	Events	Signals	Configuration	Counters	Readiness	GC Calculators
One	Stage Th	ermal De	esorber (M	odel Nurr	ber: G4370	A]					
Sele	ct Operation	Mode:	Online San	npling Mode	+						
(F) F	nable Samo	le Overlan	Online San Desorbing	npling Mode Mode	etection	n					
			Conditionin	ig Mode		No.				-	

操作模式下拉菜单界面

S Mini TD I	nlets Colum	ns Oven Det	ectors Events Signal:	s Configuratio	1,2, on Counters	Readiness GC	Calculators			
One Stage Therr Select Operation Mo	mal Desorber de: Online Overlap	[Model Number: Sampling Mode	G4370M] Detection							
Sampling Setpoint Actual Sampling Flow: 50 mL/min 0 mL/min Sampling Time: 1 min	Dry Purging	Dry Purging Price Enable Dry Purge Setpoint Ac Dry Purge Flow: 100 mL/min 0	Actual 0 mL/min	Vesorbing Tube Temp: Carrier Flow: Injection Start T	Setpoint Actual 55 °C 55 °C 30 mL/min 30 mL/min ime: 1 min		l /min			
PreSampling Time:	0 min		Dry Purge Time:	1 min		► (Initial)	Rate °C/min	Value °C 55	Hold Time min 0	Run Time min 0
Cleaning	Setpoint	Actual	General	Setpoint 150 °C	Actual 149.9 °C			010		
Cleaning Flow: Cleaning Time:	100 mL/min 4 min	0 mL/min	ValveBox Temp:	150 °C	155.4 °C					
Cleaning Temp:	320 °C	0°C								

在线采样模式界面

		der Number. C	34370A]							
Select Operation Mode:	Desorbing N	lode 🔻								
		Enable Leak D	Detection							
Dry Purging			Desorbing	Setpoint	Actua	ıl		Cleaning		
Chable Dry Purge	Setpoint	Actual	V Tube Temp:	40 °C	40 °C				Setpoint	Ac
Dry Purge Flow:	0 mL/min	0 mL/min	Carrier Flow:	35.063 mL/n	nin 0 mL	/min		Cleaning Flow:	0 mL/min	0
	1		Injection Start T	Fime: 0 min						
Dry Purge Time:	0 min			Rate °C/min	Value °C	Hold Time	Run Time min	Cleaning Time:	0 min	
			 (Initial) 		40	0	0	Cleaning Temp:	0°C	0
			Ramp 1	1200	320	2	2.2333			
General										
	Setpoint	Actual								

解析模式界面

	ets Columns	Oven D	etectors Events Signal	s Configuration	Counters	Readiness	GC Cal
ne Stage Therm	al Desorber (M	lodel Numbe	r: G4370A]				
elect Operation Mode	e: Conditionir	ng Mode	-				
		-					
Conditioning			General				
Conditioning			General	Setpoint	Actual		
Conditioning	Setpoint	Actual	General	Setpoint	Actual		
Conditioning Condition Flow:	Setpoint 50 mL/min	Actual 0	General	Setpoint 0 °C	Actual 24.8 °C		
Conditioning Condition Flow: Condition Time:	Setpoint 50 mL/min 30 min	Actual 0	General TransferLine Temp: ValveBox Temp:	Setpoint 0 °C 0 °C	Actual 24.8 °C 36.8 °C		

老化模式界面

4. 表 8 列出了全部可编辑的参数,以及参数的范围。

表8 Mini TD 设置参数列表

参数	范围	说明
选择操作模式(Select Operation Mode)	在线采样模式 解析模式 老化模式	按要求选择操作模式
允许样品重叠(Enable Sample Overlap)	\square	启用该功能/关闭该功能
(只适用于 G4370M)		1. 在前一次进样完成后(如
○ 在前一次脱附完成之后	⊙/〇	有清洗,则在清洗完成之
○ 准备样品 0分钟 在 GC 结束运行之前	⊙/○ 0 – 100 min	后),就开始下一次的采
		样。
		2. GC 运行完成前#分钟,开
		始准备样品。
开启测漏功能(Enable Leak Detection)	\square	启用该功能/关闭该功能
采样参数 (Sampling)		
开启抽气泵 (Enable Pump)	\square	启用泵/关闭泵
采样流量 (Sampling Flow)	5 – 150* mL/min	指定采样时的气体流量
采样时间 (Sampling Time)	0 – 100 min	指定采样操作的持续时间
预采样(PreSampling Time)	0 – 100 min	指定采样之前热解析仪的准
		备时间
干吹参数 (Dry Purging)		
开启干吹功能 (Enable Dry Purge)	\square	启用该功能/关闭该功能
干吹流量 (Dry Purging Flow)	0– 200 mL/min	指定干吹时的气体流量
干吹时间 (Dry Purging Time)	0 – 100 min	指定干吹过程的持续时间

* 采样流量范围受到环境大气压力的影响,在海拔较高地区最大的采样流量将会下降。

表8 Mini TD 设置参数列表(续)

清洗参数 (Cleaning)		
开启清洗功能 (Enable Cleaning)	\square / \square	启用该功能/关闭该功能
清洗流量 (Cleaning Flow)	0– 200 mL/min	指定 Mini TD 清洗时的流量
清洗时间 (Cleaning Time)	0 – 100 min	指定清洗操作的持续时间
清洗温度 (Cleaning Temp)	≤ 325° C	指定 Mini TD 清洗时的温度
通用参数 (General)		
传输线温度 (Xferline Temp)	≤200°C	指定传输线的温度
阀箱温度 (ValveBox Temp)	≤ 175°C	指定阀箱的温度
解析参数 (Desorbing)		
解析管温度 (Tube Temp)	\square	开启/关闭
	≤ 325° C	指定解析管的初始温度
进样开始时间(Injection Start Time)	\square	开启功能(分离解析阶段和
		进样阶段)/关闭该功能(解
		析阶段和进样阶段同时进
		行)
	0 – 100 min	指定进样开始时间(单位"分
		钟")
载气流量 (Carrier Flow)	0 – 200 mL/min	指定载气的流量
升温速率 (Ramp)	0 - 500°C/min	指定第一阶的升温速度
保持时间 (Hold time)	0 – 999.99 min	持续时间
老化参数		
老化流量 (Condition Flow)	0 – 200 mL/min	指定老化时的气体流量
老化时间 (Condition Time)	0 – 100 min	指定老化过程的持续时间
老化温度 (Condition Temp)	≤ 325°C	指定老化时的温度

注意

7667A 小型热解析仪只支持一阶程序升温,其最高升温速率为 500° C/min。

创建方法

1. 选择仪器>编辑 Agilent 7820 参数进入"方法设置"界面。

- 2. 点击 Mini TD 图标进入 Mini TD 参数设置界面。
- 3. 按要求选择操作模式。
- 4. 按要求输入/更改其他参数。参数设置参见前面"参数设置"
- 5. 按 [应用] 按键,将方法应用于 Mini TD。
- 6. 编辑 7820 GC 参数(可参考 7820A GC 操作手册)。

7. 选择**仪器>进样源**打开"**选择进样源**"对话框,选择"Mini TD"为 进样源。

Select Injection Source:	
Manual	
GC Valve	
Mini TD	Lancel
S <u>e</u> lect Injection Location:	

保存方法

选择"方法>方法另存为"打开"方法另存为"对话框,输入新的 文件名,然后按[确定]按键,当前方法被保存。同时,也将方法应 用到你所连接的 GC-Mini TD 系统。

File RunControl Instrument Method Sequence View Abort Help Run Time Checklist Method Information Edit Entire Method Edit Entire Method Edit Entire Method Edit Entire Method Audit Trail Enable Audit Trail Enable Audit Trail New Method Load Method Save Method Save Method Export eMethod Frint Method Export eMethod Inport eMethod Export eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 30910.M	🥶 78	20-TD (online): Method and	l Run	Cont	rol			
Run Time Checklist Method Information Edit Entire Method Custom Fields Setup Method Audit Trail Enable Audit Trail New Method Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M	File	RunControl	Instrument	Met	hod	Sequence	View	Abort	Help
Method Information Edit Entire Method Custom Fields Setup Method Audit Trail Enable Audit Trail Enable Audit Trail New Method Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Run	Time Check	list		
Edit Entire Method Custom Fields Setup Method Audit Trail Enable Audit Trail New Method Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Met	hod Informa	tion		
Custom Fields Setup Method Audit Trail Enable Audit Trail New Method Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Edit	Entire Metho	od		
Method Audit Trail Enable Audit Trail New Method Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Cust	tom Fields Se	etup		
Enable Audit Trail New Method Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Met	hod Audit Ti	rail		
New Method Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Enal	ble Audit Tra	il		
Load Method Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					New	/ Method			
Save Method Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Load	d Method			
Save Method As Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M 4 CHECKOUT M					Save	e Method			
Print Method Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Save	e Method As			
Export eMethod Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Prin	t Method			
Import eMethod 1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M 4 CHECKOUT M					Expo	ort eMethod.			
1 CONDITIONB.M 2 DESORB.M 3 0910.M					Imp	ort eMethod			
2 DESORB.M 3 0910.M					1 CC	ONDITIONB.	М		
3 0910.M					2 DE	SORB.M			
4 CHECKOUT M					3 09	10.M			
4 CHECKOUT.WI					4 CH	HECKOUT.M			

Save Method as: 7820-TD Name: CONDITIONB.M	Folders: c:\chem32\1\methods
0831.M 0910.M 1.M 0910.M 905.M CARRIER GAS.M CBT.M CHCKOUT.M CONDITIONB.M DEF.GC.M DESORB.M ESTD_EX.M FID_TCD.M ISTD_EX.M LOADTEST.M NPD_ECD.M	C:\ Chem32 1 Cancel 0831.M 0910.M 0910.M I.M 100fd.m 905.M CARNIER GAS.M Cancel CHECKOUT.M CONDITIONS.M CHECKOUT.M CONDITIONS.M CestoR.M Fid_lod.m Totives: *
(Method(".M)	C: Network

运行方法

选择运行控制 > 样品信息打开"样品信息"框,然后选择输出信号的保存路径,输出文件名以及样品瓶位置(Vial1是默认位置)。

Operator name:	SYSTEM				
Data file					
Path:	C:\Chem32\1\DATA\		Subdirectory: 0	91001	*
	Name Pattern				
Signal 1:	test091104		>		
	test091104.D				
Vial/Location	n: Vial 1	(blank run if no entry)			2
Sample nam Multiplier:	ie: test 1	Dilution: 1	ISTD amount:	0	
Sample nam Multiplier: Comment:	ie: test	Dilution: 1	ISTD amount:	0	*

 按 [运行方法] 按键,开始运行方法;或按 [确定] 按键关闭 "样 品信息"框。再选择运行控制 > 运行方法开始运行方法。

创建序列

1. 选择序列 > 序列表打开序列表。

File RunControl Instrument Met	thod Sequence View Abort Help
	Sequence Parameters
	Sequence Table
	Custom Fields Values >
	New Sequence Template
	Load Sequence Template
	Save Sequence Template
	Save Sequence Template As
	Import Sequence Template (Front)
	Import Sequence Template (Back)
	Print Sequence Template
	Partial Sequence
	1 DEF_GC.S
	2 1018.S
	3 1012.S
	4 0831.S

2. 在序列表中输入样品瓶位置(Vial1)、方法名和数据文件名。

.1110.	Method:						Viat		Inj:	Front	Back	
nole Info f	for Vial 1											
								~				
								*				
Line	Vial Sample Name		Method Name	Inj/Vial	Sample Type	Cal Level	Update RF	Update RT	Interval	Sample Amount	ISTD Amount	Multipli
1	Vial 1 sample1	-	11279	1	Sample							
2	viai i Leaniple i		02/3		admpie		1					
		Can	Paste	Append	I Line U	ndo All			Run Se	quence		
Insert	Cut	Lopy										
Insert	Cut	Copy										
Insert	Cut Cut	zard	Custom Fields					OK	Car	ncel H	elp	

保存序列



3. 选择**序列 > 另存序列表为**保存序列。

运行序列

4. 选择运行控制 > 运行序列开始运行当前序列。



MassHunter 操作

开始在线仪器



1. 在"桌面"上点击在线仪器图标 27 进入 MassHunter 主界面。

气体类型配置

1. 选择仪器 > GC 参数进入"编辑 GC 参数"界面。

Method	Instrument	Sequence	View	Abort	Checkout	Window	Graphics	Help
	Inlet/Inj	ection Types						
	Edit Mo	nitors						
	GC Parameters GC Real-Time Plots							
	GC Con	figuration						
	GC Sho	w/Hide Statu	_					
	MS Tun	e File						
	MS Edit	Parameters	6					
	MS Ten	nperatures						
	MS Vac	uum Control.						
	Tune M	SD						
	Edit Tur	ne Parameters						
	CI Cont	rol						
	EME Uti	lities						

- 2. 在"编辑 GC 参数"界面中,选择配置 \ 模块进入气体类型选
 - 择操作界面。
- 3. 可选择的气体类型为氦气。

参数设置

- 选择**仪器 > GC 参数**进入 "编辑 GC 参数" 界面, 然后输入 GC 参数。(具体操作步骤与 ChemStation 的操作相同)。
- 选择仪器 > MS 参数进入"编辑 MS 参数"界面,然后输入 MS 参数。

创建/保存方法

创建/保存方法的操作步骤与 ChemStation 的操作相同。

运行方法

选择方法 > 运行方法开始运行当前方法。

Method	Instrument	Sequence	View	Abort	Checkout	Window	Graphics	Help
Load	l Method				() ()			
Save	Method							
Save	Method As							
Run	Method							
Print	t Method							
Edit	Entire Method.							
Add	itional Method	Information						

创建序列

Method	Instrument	Sequence	View	Abort	Checkout	Window	Graphics	Help
		Load S	equence.			2		
		Save S	equence					
		Save S	equence A	As				
		Run Se	quence					
		Restart	Paused S	Sequence	e			
		Edit Se	quence					
		Simula	te Sequer					
		Positio	n and Ru	n Seque	nce			
		1	1					
		2						
		3						
		4						
		View S	equence l					
		Print S	equence l	Log				
		Additio	onal Sequ	ence Op	tions			

1. 选择序列 > 编辑序列打开"序列表"。

2. 在"序列表"中输入样品瓶位置(Vial1)、方法名和数据文件名。

	Name	Vial	Method File	Data File	Туре		Level	Dil.	Comment
1	Sample 1	1	default.m]	Sample	-			1
2	Sample 2	1	default.m		Sample	•			í l
3	Sample 3	1	default.m		Sample	-			1

保存序列

Method	Instrument	Sequence	View Abo	t Checkout	Window	Graphics	Help
		Load S	equence				
	1.1	Save S	equence				
	(Save S	equence As				
		Run Se	equence				
		Restart Paused Sequence Edit Sequence					
		Simulate Sequence					
		Positio	on and Run Sec	uence	-		
		1			-		
		2					
		3					
		4					
		View Sequence Log					
		Print S	equence Log				
		Additional Sequence Options					

3. 选择**序列 > 另存序列表为**保存当前序列。

运行序列

4. 选择**序列 > 运行序列**运行当前序列

Method Instrument	Sequence	View A	bort	Checkout	Window	Graphics	Heli
	Load Save S Save S	equence equence equence As					
	Run Sequence						
	Restar	Restart Paused Sequence					
	Edit Sequence Simulate Sequence Position and Run Sequence						
	1 2						
	3						
	4						
	View S Print S	equence Lo equence Lo	g g		_		
	Additi	onal Sequer		ntions	-		

在线帮助信息

Agilent 集成 Mini TD 软件拥有在线帮助系统,上面提供详细信息, 以及如何使用该软件的常规操作指南。

3 78xx Series GC Help 1 (テーウー) Hide Back Forward Print			
Contents Search If What's New? Loading Methods Loading Methods Method Editor If What's New? Graphical Plots If Status Panel ALS (Injectors) If Mini Thermal Desorber Imini Thermal Desorber If Mini Thermal Desorber Imini Thermal Desorber Imini Therm	Mini Thermal Deso The Mini TD icon in the Method Desorber installed in your system more information. You can specify the following six Dry Purging Parameters, Deso Conditioning Parameters, Deso Conditioning Parameters, and on/off Overlap Mode and Leak Note You will need setting the m Configuration Mode Selection The available modes depend on t different combination of parameter Mode available for different Modes Online Sampling Mode Desorbing Mode Conditioning Mode	rber (Mini TE Editor is available if yo n. See Mini Thermal E a group parameters: Sa orbing Parameters: Control of the second parameters: Se Detection. It o specify the Carrie ethod parameters: Se on > Modules for more the type of Mini TD insers. See the following in and type of Mini TD Entry × √ √ √ √	D) pu have a Mini Thermal besorber Concepts for ampling Parameters, cleaning Parameters, s. You can also turn r Gas Type before e Method Editor > e information. stalled. Each mode has a matrix for details. installed: V V V V V

Agilent 7667A 小型热解析仪 安装和操作



消耗品列表 更新 Mini TD 固	70 司件	70	
更换进样针	71		
安装进样	针 ′	71	
卸下进样	针 ′	73	
更换 O 圈和过滤	虑膜	74	
更换 G4370M 」	上的过滤	患器滤芯	77
从传输线上卸了	「不锈钳	羽进样管	80

本节中包含的信息将帮助您顺利使用小型热解析仪并确保7667A小型热解析仪系统达到良好性能。 G4370A/G4370M的维护间隔随仪器的使用频率而有所不同。



消耗品列表

表 9 列出了 7667A 附带的若干消耗品。有关最新的部件和消耗品,可访问 Agilent 网站,网址为 www.agilent.com/chem。

表	9	消耗品列表
~~~	•	1111 0 0 0 7 7 7 7 7

消耗品	Agilent 部件号
解析管	C-TBP1TC
O 圏 2-010	0905-1014
O 圈 2-012	0905-1788
进样针组件	G4372-60015
过滤膜	MKI-U-DISK3
过滤器滤芯	G1544-80500

# 更新 Mini TD 固件

请使用 Agilent **仪器更新实用工具 (Instrument Update Utilities)**更新 Mini TD 固件。用户可以从 Agilent 网站 www.agilent.com/chem 下载最新的固件版本,或与本地的 Agilent 销售联系。

# 更换进样针组件

### 安装进样针组件

1. 将 G4370M 侧门朝上,平放在工作台上,打开侧门



2. 确认进样滑块处于锁定高位。



3. 用 T10 螺丝刀卸下图示中的螺钉。



进样口转接头

锁定高位

- 4. 用手从里向外推出进样口转接头。
- 5. 使用 1/4 英寸扳手卸下锁定螺母。



 将进样针组件(G4372-60015)插入锁定螺母(见下图),用 手将其固定在进样滑块上(见下图),再用扳手加固。



7. 旋转锁定把手至垂直位置,解锁进样滑块。推抵至进样低位。




8. 装上进样口转接头。

9. 推抵进样滑块至锁定高位,然后旋转锁定把手至锁定位置。

### 卸下进样针组件

### 警告 当心! 传输线可能很热,会造成烫伤。请冷却传输线温度至 70℃ 以下,以免烫伤。

- 1. 冷却传输线温度至室温。
- 2. 打开侧门,旋转锁定把手至垂直位置,解锁进样滑块
- 3. 推抵进样滑块至锁定高位,旋转锁定把手至锁定位置。
- 4. 关闭侧门。
- 5. 关闭电源和气路。卸下全部气路管线。
- 6. 从 5975T 上卸下 G4370M, 平放在工作台上。
- 打开侧门,卸下进样口转接头(请按照本章节中"安装进样 针组件"步骤3和4操作)。
- 卸下锁定螺母(请按照本章节中 "安装进样针组件" 步骤
  5操作),用手拔出进样针组件。

# 更换0圈和过滤膜

- 1. 打开上盖。
- 2. 逆时针拧松三角旋转螺母,取出解析管部件。



3. 旋松锁定螺母,拔出解析管,取下O圈 2-010 和过滤膜。



- 4. 更换 O 圈 2-010 和过滤膜。
- 5. 如果不需要更换 O 圈 2-012,请忽略步骤 6-9。
- 6. 用 T-10 螺丝刀,卸下图中螺钉。



7. 取下锁定螺母和三角旋转螺母。



- 8. 更换 O 圈 2-012。
- 9. 恢复解析管部件。
- 10. 如果需要更换解析管凹槽端的密封 O 圈和过滤膜,请按以下步骤操作,否则忽略以下步骤。
- 11. 用 T-10 螺丝刀,卸下图中螺钉,取下保温棉盖板及保温棉。



12. 拧松后拔出图中螺钉。





13. 用 1/4 英寸扳手把图中螺母卸下。

14. 卸下图中螺钉。





15. 把解析管加热模块往后推,更换图中O圈和过滤膜。

16. 恢复解析管加热模块状态。

### 更换 G4370M 上的过滤器滤芯

- 1. 冷却各加热区温度至室温。
- 2. 关闭电源并拔下电源插头。
- 3. 关闭气源,然后卸下仪器背部的气路管线。
- 4. 打开侧门。
- 5. 旋转锁定把手至垂直位置(见下图),将进样滑块解锁。



- 6. 推抵进样滑块至锁定高位,然后旋转锁定把手至锁定位置。
- 7. 关闭侧门。
- 8. 从 5975T 上卸下 G4370M。



9. 将仪器放在工作台上,卸下图示中的4个螺钉,取下后盖板。

10. 卸下图示中的两个螺钉。



11. 将过滤器滤芯盖板旋转至图示位置。



12. 用手取出过滤器滤芯。



- 13. 插入新的过滤器滤芯(部件号 G1544-80500)。
- 14. 恢复仪器到原来状态。

# 从传输线上卸下不锈钢进样管

# 小心 断开传输线连接可能会中断 GC 载气流。根据需要冷却 GC 色谱柱箱和进样口温度至室温,以防止损坏色谱柱。 警告 当心! 柱箱和进样口可能很熟,会造成烫伤。请戴上防护 手套以免烫伤。 1. 冷却 G4370A 各加热区温度至室温。 2. 卸下阀箱盖板,取出保温棉。 3. 用 1/4-3/16 扳手卸下六通阀端口 1 的 1/16 英寸塞子。保存好塞子以备将来使用。

- 4. 松开 GC 上的长传输线固定夹。
- 5. 将不锈钢进样管从进样口端拔出。
- 6. 轻轻抓住进样口一端的不锈钢进样管,并将其从传输线中 拉出。

Agilent 7667A 小型热脱附仪 安装和操作



故障排除

症状 1:启动失败82症状 2:载气流量达不到设定值或者为零82症状 3:不出色谱峰图82症状 4:色谱峰杂质较多83症状 5:漏气83症状 6:过载83错误消息84

本节仅处理与Mini TD相关的问题。但是,此处说明的许 多症状还可能源自其他问题,特别是GC温度及其气体供 给的稳定性。

如果您无法纠正问题,请联系 Agilent 服务部门



# 症状 1: 启动失败

打开 G4370 电源开关,无法启动,

可能的原因	操作	
电源线没插好	检查电源插头是否插好。	
电源适配器插头没插好	检查电源适配器 6 孔接头是否插好	

# 症状 2: 载气流量达不到设定值或为零

可能的原因	操作
气路接口未连接好	拧紧载气接口,载气类型配置与实际接入气体类型要一致。
压力不足导致载气无法正常供	检查载气上游压力,要大于 60 psi(或 0.4 Mpa)
应	
进样针堵塞	更换进样针

# 症状 3: 不出色谱峰图

可能的原因	操作
气相色谱故障	建议断开热解析仪,准备标准 checkout 样品,观察样品是否出
	峰
Mini TD 进样针未插入 GC 进样	进样针插入气相色谱进样口
解析管未正确配置在热解析仪	检查解析管是否被正确安装在热解析仪上。
上	检查解析管是带填料的,而不是空管。
	检查驱动气是否连接正确及压力是否正常。
采样失败,载气类型配置不正确	若是 G4370M 版本,确定样品接入进样口,观察采样流速是
	否达到设定值,若采样流速很低或为零,重新启动仪器,重新
	配置载气类型。
	若是 G4370A 版本,确保样品导入过程无问题
解析管连接处漏气	确认拧紧解析管部件中的三角螺母,若无效,更换 O 圈
采样流速正常,吹扫时流速达不	
到设定值或为零	
载气流量未达到设定值	检查载气上游压力,要大于 60 psi (或 0.4 Mpa)

可能的原因	操作
色谱柱和解析管有杂质残留	在测试样品前,建议老化色谱柱和解析管,然后走一针空白样
	品,可用氮气代替。若空白样品依然杂峰较多,确定是否是气
	相色谱本身进样口等被污染,
衬管和隔垫被污染	更换衬管和隔垫

### 症状 4: 色谱峰杂质较多

# 症状 5: 漏气

在吹扫过程中,若流量未达到设定值或为零

_	可能的原因	操作
	解析管未拧紧在热解析仪上,或	建议拧紧解析管或更换 O 圈。
	解析管O圈老化	

### 症状 6: 过载

在进样品之后紧随的空白测定中发现残留严重,响应大于原样品峰面积的1%。

可能的原因	操作
样品浓度过大	建议延长清洗时间到 10 min,解析管加热到最高允许温度,流
	量设定为 200 ml/min。
高沸点样品进入热解析仪	确定样品是否熔沸点过大,本热解析仪不支持熔沸点大于正构
	烷烃 C16。若不小心进入高沸点物质,熔沸点高于正构烷烃
	C20,若对实验结果有影响,建议更换阀箱和管线,或联系客
	服。

# 错误消息

表 10 列出了 Mini TD 中报告的错误消息(在工作站日志及控制面板界面)。 如果收到的错误消息未显示在下面,请记录该消息。如果该问题持续出现,请 将错误消息报告给 Agilent 服务部门。

表 10 错误消息

错误代码	代码涵义	可能原因
0x0001	传输线热区关闭	传输线被烧坏
0x0002	传输线热传感器无响应	传输线被烧坏或传感器损坏
0x0004	阀箱热区关闭	阀箱被烧坏
0x0008	阀箱热传感器无响应	阀箱被烧坏或传感器损坏
0x0010	吸附管热区关闭	加热丝损坏
0x0020	吸附管热传感器无响应	加热丝损坏或传感器损坏
0x0040	采样流路 EPC 关闭	采样通道堵塞
0x0080	采样流路 EPC 异常	采样通道堵塞
0×0400	裁与流路 <b>FPC</b> 关闭	载气上游压力不足或无载气,载气配置与
0,0400		实际接入气体不一致
0×0800	裁气流路 FPC 昱堂	载气上游压力不足或无载气,载气配置与
		实际接入气体不一致
0x1000	TD 通信异常	同步线未接好
0x2000	检测到气体泄漏	解析管未拧紧,或解析管中 O 圈未密封
0,2000		好
0x3000	热解析仪与 GC 已断开连接	串口未连接好



热解析管参数



Markes International Ltd. Gwaun Elai Medi Science Campus, Llantrisant RCT, CF72 8XL, United Kingdom

Tel: +44 (0)1443 230935 Fax: +44 (0)1443 231531 www.markes.com enguiries@markes.com

### How to condition your sorbent tubes

Your tubes are packed with: Tenax TA

They have a maximum desorption temperature of: 350°C

Tubes should be conditioned using clean carrier gas Carrier gas (e.g. Oxygen Free Nitrogen or Helium at 5N grade and ideally with a hydrocarbon filter in the gas line), at a flow of between 50ml/min and 100ml/min.

We recommend the following conditioning method for these freshly packed sorbent tubes:

### 2 hours at 320°C followed by

30 mins at 335°C

Once cleaned tubes should be capped with  ${\rm 14}$  inch brass storage caps fitted with  ${\rm 14}$  inch combined PTFE ferrules. These caps should be tightened finger tight and a quarter turn.

Tubes should be stored in a CLEAN environment and the brass storage caps should not be removed until immediately prior to sampling or desorption.

For trace level (low ppb / ppt level) analyses it is advisable to run blank desorptions prior to sampling.

We recommend the following maximum desorption temperature to reduce artefacts and extend sorbent lifetime: 300 - 320°C

For reconditioning tubes we recommend:

### 15 - 30 mins at 335°C

However if the tubes become severely contaminated or are left for a period of time (1week+) without being capped then it is recommended that the full procedure shown above be repeated.

These tubes have a lifetime of approximately: **100** cycles, which includes both desorption and conditioning cycles. We recommend that the tubes be repacked with fresh sorbent after this.

Further information about selection of sorbents and conditioning criteria can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS05. Further information about minimising tube artefacts during storage and / or transportation can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS19.

These and many other technical publications can be obtained by registering on the Markes web site <u>www.markes.com/registration</u> or by contacting Markes International on <u>consumables@markes.com</u>