

Agilent 8697 顶空进样器 操作



声明

© Agilent Technologies, Inc. 2023

根据美国和国际版权法，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式、任何方式（包括存储为电子版、修改或翻译成外文）复制本手册的任何部分。

手册部件号

G4511-97004

版本

第二版，2023 年 4 月

第一版，2021 年 2 月

美国或中国印刷

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA

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

担保说明

本文档内容按“原样”提供，在将来的版本中如有更改，恕不另行通知。此外，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 对本手册以及此处包含的任何信息不作任何明示或暗示担保，包括但不限于适销性和针对某一特殊用途的适用性的暗示担保。对于因提供、使用或执行本手册或此处包含的任何信息而产生的错误，或造成的偶然或必然的损失，Agilent 不承担任何责任。如果 Agilent 与用户签订了单独的书面协议，其中涉及本文档内容的担保条款与这些条款冲突，则以协议中的担保条款为准。

安全声明

小心

“小心”提示表示危险。提醒您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。不要忽视“小心”提示，直到完全理解和符合所指出的条件。

警告

“警告”声明表示存在危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会导致人身伤害或死亡。除非已完全理解并符合所指出的条件，否则请不要忽视“警告”声明而继续进行操作。

目录

1 简介

- 简介 8
- 顶空技术 9
- 使用阀和定量环进行静态顶空进样 10
- Agilent 8697 顶空进样器 13
- 本手册内容 14
- 熟悉顶空进样器 15
 - LED 状态指示灯 16
 - “停放”按钮和指示灯 16

2 操作流程

- 日常操作流程 18
- 方法开发流程 19

3 消耗品

- 用于顶空分析的消耗品 22

4 样品瓶

- 样品瓶类型 26
- 样品瓶隔垫和瓶盖 27
- 样品瓶标签 28
 - 支持的条形码 29
- 填充样品瓶 30
- 盖上样品瓶盖 31
 - 使用电子封盖器盖上样品瓶盖 31
 - 使用手动封盖器盖上样品瓶盖 31
 - 样品瓶封盖目视检查 33
 - 使用用户样品瓶泄漏测试验证封盖是否正确 34
- 停放或取消停放样品盘 35
- 安装样品瓶架 36
- 将样品瓶装入样品盘中 37

5 HS 方法参数

- HS 方法参数 40
 - 本地用户界面 40
 - 浏览器界面 42
- 方法参数摘要 43
- 确定 GC 循环时间 45
 - 确定 GC 循环时间 45
 - 验证 GC 循环时间 46
- 冷却板操作和技术指标 47
 - 温度 47
 - 冷却源 47
 - 冷凝水和环境条件 47

6 HS 序列

- 什么是 HS 序列? 50
- 序列、萃取模式和样品瓶盖穿孔 51
- 序列和通量 52
- 优先样品 53
- 方法序列操作 54
 - 处理的序列问题类型 54
 - 可用的操作 54
 - 使用 MS 时 55
- 浏览器界面和数据系统序列操作 56
- 停止、终止或暂停运行的序列 57
- 样品瓶状态 58

7 设置

- 顶空设置 60
 - 设置 > 配置 > 顶空 60
 - 设置 > 校准 > 顶空 61
 - 设置 > 服务模式 > 顶空 63

设置 > 计划程序：资源节省 63

8 8697 顶空进样器的工作原理

- HS 如何处理样品瓶 66
- HS 如何平衡样品瓶 67
- HS 如何对样品瓶加压 68
 - 恒定流量 68
 - 压力 68
 - 恒定体积 68
 - 动态泄漏检查 69
- HS 如何填充样品定量环（萃取样品） 70
 - 缺省定量环填充模式 70
 - 自定义定量环填充模式 70
- HS 萃取和进样类型 71
 - 单次萃取 72
 - 多次顶空萃取 73
 - 浓缩顶空萃取 73
 - 放空样品瓶残留压力 73
- HS 如何减少残留 74

9 方法开发

- 概述 76
- 考虑样品和基质 77
 - 顶空分析理论 77
 - K 和相比的影响 78
- 考虑 GC 进样口 80
- 调用类似方法 81
- 编辑新方法 82
 - 温度 82
 - 时间 82
 - 样品瓶和定量环 83
 - 填充模式 83
 - 放空和吹扫 85
 - 其他参数 86
- 开发和改进方法 87
 - 使用参数增量 87
 - 样品瓶体积 88
 - 样品瓶振摇 89

样品定量环体积 89

对样品瓶加压 89

填充样品定量环 90

萃取模式 92

优化通量 93

对新方法进行设置 94

执行空白运行 95

10 早期维护反馈

HS 早期维护反馈 98

1

简介

简介	8
顶空技术	9
使用阀和定量环进行静态顶空进样	10
Agilent 8697 顶空进样器	13
本手册内容	14
熟悉顶空进样器	15

本章介绍 Agilent 8697 顶空进样器仪器，识别主要组件和一般顶空进样技术。

简介

顶空分析是一种分析样品基质挥发性成分的技术。顶空分析对样品基质上方的挥发性环境体积采样，其中的挥发性化合物以气体形式存在于可取样层中。

顶空分析适合下列情况：

- 目标分析物在低于 300 °C 的温度下易挥发。
- 样品基质是固体、膏体或液体，不易直接进样到 GC 进样口中。
- 制备直接进样的液体样品比较困难或环境不允许。
- 样品的非挥发性成分是危险的。（在顶空分析中，样品仅物理性地接触一次性样品瓶。）

顶空分析与传统进样相比具有以下优点：

- 简化样品准备。样品不需要处理成可进样液体。
- 直接分析各种类型的样品基质（固体、膏体、液体和气体）。
- 色谱柱寿命较长，维护工作量小。样品基质上方的顶空体积比基质更干净。进样时的污染物较少，分析柱寿命较长，维护的工作量小（修剪、烘干、保护柱更换等）。
- 精度高。
- 可以调节顶空加热箱温度以选择性地从分析物中排除较重的组分。这加快了加热箱程序升温时间和加热箱冷却时间，延长了色谱柱寿命。

顶空技术

目前，有三种主要技术用于执行顶空分析。

动态顶空进样：这种技术通常是吹扫和捕集系统的一部分，使用载气的连续流量来吹扫样品基质中的任何挥发性成分。这些分析物通常被吸附在吸附剂中。在指定的时间后，捕集阱被加热，释放被吸附的化合物，这些化合物被吹扫入 GC 进样口。

静态顶空进样：这种技术使用封闭的样品容器和进样系统。将样品基质放入密封的进样瓶后，将样品基质加热一段指定的时间，在此期间还可以搅动（振摇）样品瓶，以帮助将挥发性化合物从基质中驱赶到顶空体积中。在指定的时间后，将对样品瓶盖穿孔、加压，并抽出一定量的顶空蒸汽并注入 GC 进样口。

固相微萃取：在这种技术中，将带有吸附剂的探针放到装有样品基质的样品瓶中。目标分析物将吸附到样品探针中。使用不同的吸附剂提供了分析不同目标化合物的灵活性（同时忽略其他）。在指定的时间后，探针被加热，分析物挥发，这些分析物被吹扫到 GC 色谱柱上。

1 简介

使用阀和定量环进行静态顶空进样

使用阀和定量环进行静态顶空进样

有两种主要的静态进样顶空技术，即 *压力传输* 和 *阀和定量环*。（第三种技术是使用气密探针手动进行进样，但不能提供容易重复的结果。）

在 8697 中使用的阀和定量环也会在指定的时间里加热和震摇样品瓶。然而，Agilent 系统使用已知体积的样品定量环来收集样品。阀和定量环系统的进样步骤如下：

1 简介

使用阀和定量环进行静态顶空进样

- 1 取样探针针头刺穿样品瓶。
- 2 进样器使用气体对样品瓶加压。请参阅图 1。

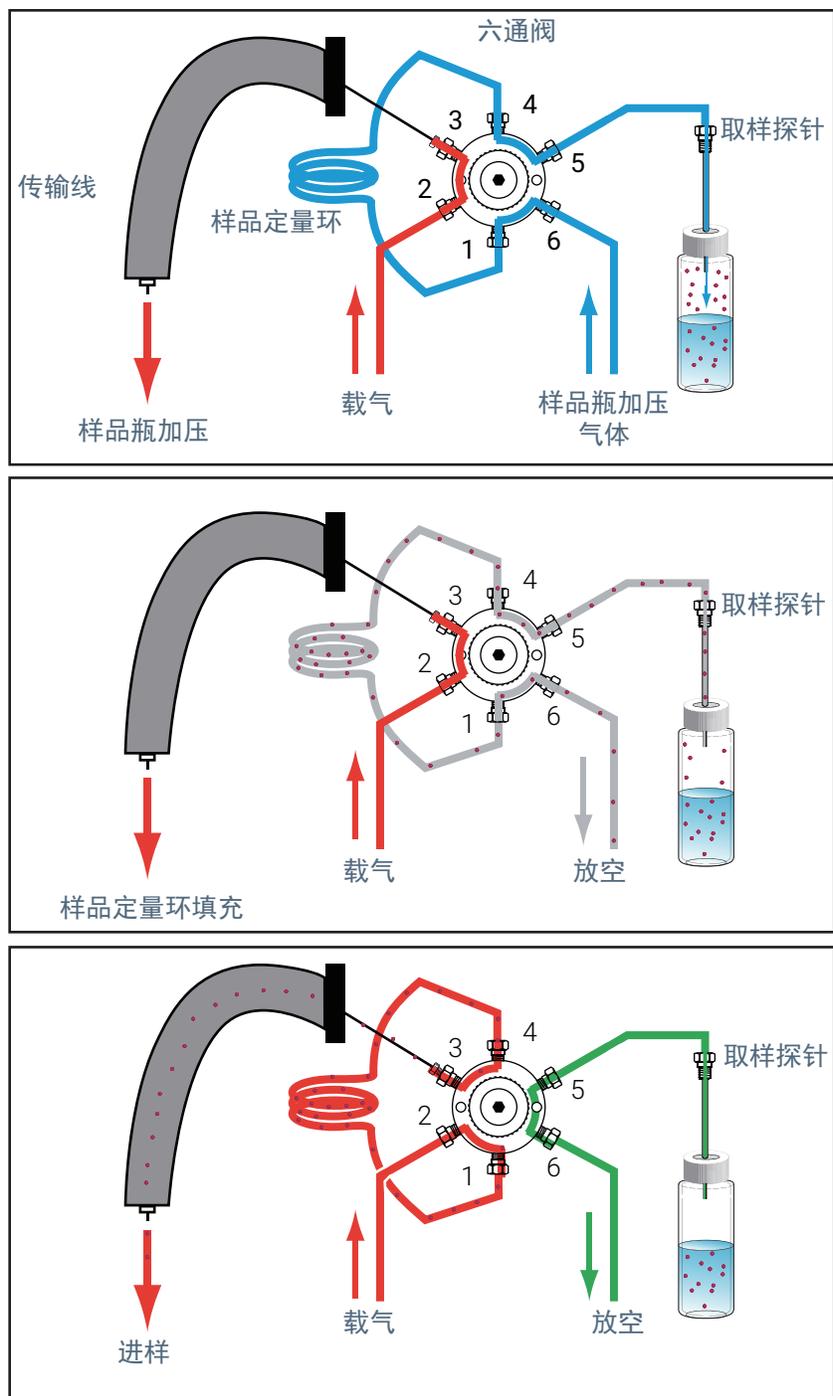


图 1. 阀和定量环系统采样和进样阶段

1 简介

使用阀和定量环进行静态顶空进样

- 3 在压力平衡后，已加压的样品瓶气体通过样品定量环放空，使用样品填充定量环。注意，在这种情况下，样品瓶放空到大气压力，而不是高柱头压力。此外，8697 可以控制进入样品定量环的气体流量，从而使进样在样品瓶完全降压之前结束。
- 4 样品定量环平衡后，阀将切换，样品定量环将成为进入 GC 进样口的流路的一部分。载气将已知样品量吹扫入 GC 进样口中进行分析。

Agilent 8697 顶空进样器

Agilent 8697 顶空进样器 (HS) 是一个阀和定量环顶空进样系统，具有 48 个样品瓶容量或 120 个样品瓶容量（带 XL 样品盘）。HS 使用 12 样品瓶加热箱在温度下平衡样品。由于顶空分析中的最长保持时间通常是平衡时间，因此，使用多样品瓶加热箱可使 HS 能够一次平衡多个样品瓶，从而增加通过量。

可通过 GC 触摸屏、浏览器界面或数据系统连接来控制 8697 HS。它扩展了现有的 GC 设置，包括 HS 方法参数、配置设置、早期维护反馈跟踪、日志条目、当前状态显示等。8697 HS 是一个集成的 GC 组件。

为了区分 GC 和 HS 状态项，触摸屏和浏览器界面状态显示将在前面加上**顶空**，以区分 HS 项和 GC 项。因此，触摸屏将 8697 HS 加热箱温度显示为**顶空加热箱温度**，GC 柱箱温度将没有前缀或注释。例如，请参阅下图。



The screenshot shows a control interface with a top navigation bar containing icons for Home, Methods, Diagnostics, Maintenance, Logs, Settings, and Help. Below this is a table of parameters with columns for Parameter, Setpoint, Actual Value, and an Add button. The parameters listed are: 顶空 柱箱温度 (80.00 °C), 顶空 样品瓶流量 (20.000 mL/min), 顶空 样品瓶压力 (0.022 psi), and 顶空 载气压力 (19.400 psi). At the bottom, a green status bar indicates '状态: 就绪' (Status: Ready) and '预计剩余时间 3.97' (Estimated remaining time 3.97).

参数	设定值	实际值	+ 添加
顶空 柱箱温度	80.00 °C	80.00 °C	×
顶空 样品瓶流量	20.000 mL/min	19.999 mL/min	×
顶空 样品瓶压力	0.022 psi	0.001 psi	×
顶空 载气压力		19.400 psi	×

状态: 就绪

序列 方法 样品 预计剩余时间
3.97

图 2. 顶空状态项示例

本手册内容

本手册介绍顶空进样器日常操作所需的概念和任务，以及执行更多高级任务和方法开发所需的信息。

熟悉顶空进样器



图 3. 前视图

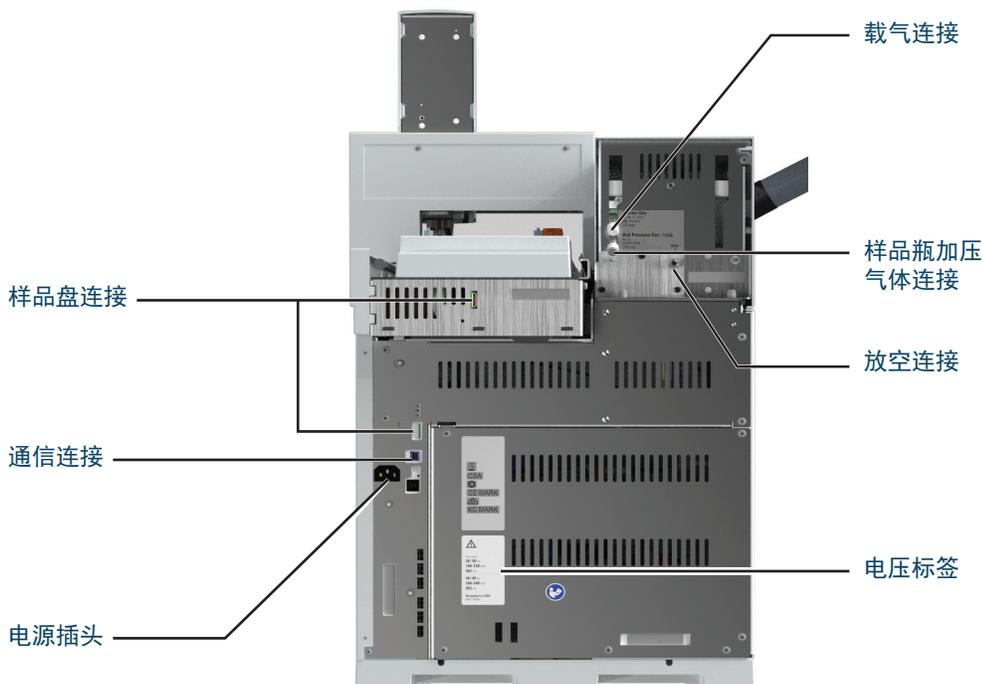


图 4. 后视图

LED 状态指示灯

HS 前面板上包含状态指示灯，可用于快速确定其一般状态和就绪状态。状态指示灯的颜色会根据 HS 的当前状态发生变化。

- 绿色：表示 HS 已准备好运行。
- 黄色：表示 HS 未准备好运行。电源已打开且可用，但并非所有参数都已达到运行设定值。可能存在警告或其他消息。有关其他信息，请查看 GC 触摸屏。
- 红色：表示故障或其他严重情况。可能存在故障或其他消息。有关其他信息，请查看 GC 触摸屏。必须解决故障情况才能使用 HS。

除了 LED 指示灯外，所连 GC 的触摸屏上会显示详细的状态信息，这些信息也会通过 GC 浏览器界面显示。

“停放”按钮和指示灯

HS 停放按钮还包含指示灯。当指示灯点亮时，表示样品盘在停放位置，HS 未就绪。要停放或取消停放样品盘，请按 **Park**（停放）按钮。请参阅第 35 页上的“[停放或取消停放样品盘](#)”。

2

操作流程

日常操作流程 18

方法开发流程 19

本部分介绍使用顶空进样器的基本流程。

日常操作流程

图 5 汇总了顶空分析的一般操作流程。此 workflow 假定已正确配置顶空进样器，并且已知相关的方法和样品。

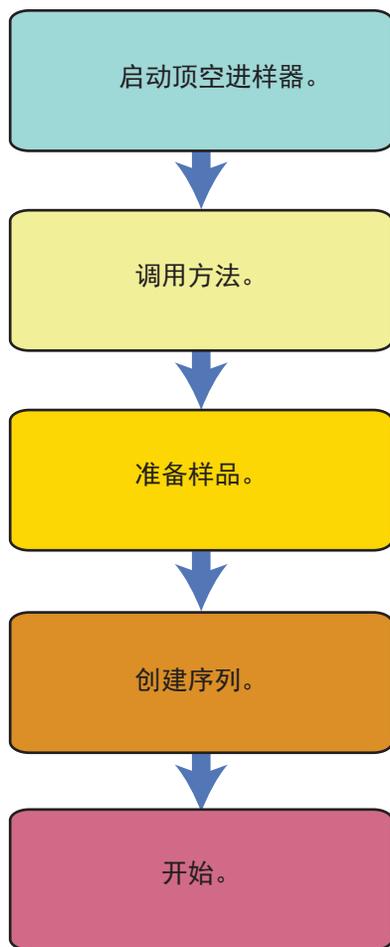


图 5. 日常顶空分析流程

方法开发流程

图 6 汇总了开发方法的流程。有关方法开发的详细信息，请参阅第 75 页上的“方法开发”。

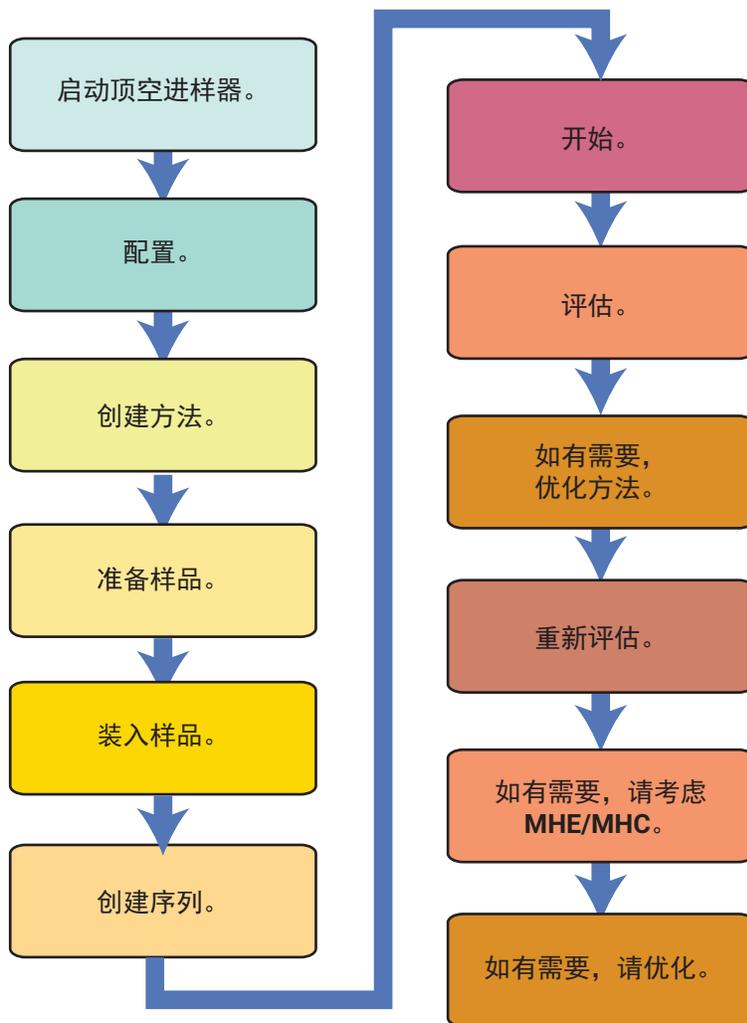


图 6. 方法开发流程

2 操作流程

方法开发流程

用于顶空分析的消耗品 22

本节列出了对 Agilent 8697 顶空进样器进行日常操作所需的常用部件，如样品瓶和样品定量环。可在本手册或《[维护](#)》手册中找到更换这些部件的步骤。

用于顶空分析的消耗品

下面的表列出了用于顶空进样器和顶空分析的常用供应品。要获得最新的可用部件，请访问安捷伦网站，网址是 www.agilent.com。

表 1 顶空进样器部件和标样

说明	部件号
泄漏测试工具包。包括： 无孔密封垫圈 11 毫米低流失隔垫，5 个 / 包 泄漏测试样品瓶 1/8 英寸接头堵头 1/16 英寸不锈钢 ZDV 堵头（六通阀盖）	G4556-67010 5181-7458 5182-3413 G4511-20180 0100-1526 G6600-80039
样品盘样品瓶架，8697	G4511-60402
样品盘样品瓶架标签 架 1 标签 架 2 标签 架 3 标签 架 4 标签 架 5 标签	G4511-90401 G4511-90402 G4511-90403 G4511-90404 G4511-90405
更换用气体净化过滤器、载气（用于样品瓶加压气体）	CP17973
色谱柱切割片，陶瓷	5181-8836
脱活取样探针	G4556-63825
六通阀、转子更换件、WT 系列、300 psi、350 °C	1535-4952
样品定量环固定夹，1 个： 1 个，与 0.025、0.05 和 0.10 mL 样品定量环结合使用 2 个，与 0.5 和 1.0 mL 样品定量环结合使用 1 个，与 3.0 mL 样品定量环结合使用	G4556-20177
样品定量环固定夹，1 个： 1 个，与 0.025、0.05 和 0.10 mL 样品定量环结合使用	G4556-20178
与 HS 传输线附件一起使用的进样口衬管	
超高惰性进样口 2.0 毫米直型衬管	5190-6168
标样	
顶空 OQ/PV 样品	5182-9733

3 消耗品

用于顶空分析的消耗品

表 2 顶空进样器传输线部件

说明	部件号
传输线部件	
传输线隔垫 (9 毫米)	5183-4801
聚酰亚胺石墨密封垫圈, 5 个 / 包	
0.53 毫米, 1/32 英寸, 用于外径为 0.50 x 0.80 毫米的管线	0100-2595
内径为 0.4 毫米, 用于外径最大为 250 μm 的色谱柱	5190-1437
传输线隔垫螺母, 用于分流 / 不分流和多模式进样口	G3452-60845
不锈钢堵死螺母, 1/16 英寸	01080-83202
螺母和异径管接头, 用于六通阀和传输线连接, 1/16 英寸至 1/32 英寸	0100-2594
传输线	
去活熔融石英管, 250 微米 x 5 米	160-2255-5
去活熔融石英管, 320 微米 x 5 米	160-2325-5
去活熔融石英管, 450 微米 x 5 米	160-2455-5
去活熔融石英管, 530 微米 x 5 米	160-2535-5
ProSteel 去活不锈钢管, 5 米长	160-4535-5
用于 ProSteel 管的套管, 5 米长	4177-0607
与挥发性物质分析接口连接的部件	
0.4 毫米 Vespel/ 石墨密封垫圈, 用于内径为 0.25 毫米的色谱柱, 10 个 / 包	5062-3508
0.5 毫米 Vespel/ 石墨密封垫圈, 用于内径为 0.32 毫米的色谱柱, 10 个 / 包	5062-3506
0.8 毫米 Vespel/ 石墨密封垫圈, 用于内径为 0.53 毫米的色谱柱, 10 个 / 包	5062-3538

表 3 顶空进样器样品定量环

说明	部件号
样品定量环, 惰性	
0.025 mL	G4556-80101
0.05 mL	G4556-80102
0.1 mL	G4556-80103
0.5 mL	G4556-80105
1.0 mL	G4556-80106
1.0 mL, 认证	G4556-80126
2.0 mL	G4556-80107
3.0 mL	G4556-80108
3.0 mL, 认证	G4556-80128
5.0 mL	G4556-80109

3 消耗品

用于顶空分析的消耗品

表 4 顶空样品瓶和瓶盖

说明	部件号
认证的平底样品瓶	
认证的平底顶空样品瓶, 20 mL, 100 个 / 包	5182-0837
认证的平底顶空样品瓶, 10 mL, 100 个 / 包	5182-0838
20 毫米顶空盖, 有隔垫	
认证的顶空铝钳口盖, PTFE/Si 隔垫, 20 毫米, 100 个 / 包	5183-4477
顶空样品瓶工具包	
样品瓶工具包 20 mL 顶空钳口盖平底样品瓶, 银色铝质一体式钳口盖 (安全型), PTFE/ 白色 硅胶隔垫, 100 个 / 包	5182-0840
压盖器和启盖器	
A-Line 大功率电子封盖器, 带电源, 20 毫米钳夹	5191-5624
A-Line 电子封盖器, 适用于 20 毫米的瓶盖	5191-5615
A-Line 电子启盖器, 适用于 20 毫米的瓶盖	5191-5613
人体工程学设计的手动封盖器, 适用于 20 毫米的瓶盖	5040-4669
人体工程学设计的手动启盖器, 适用于 20 毫米的瓶盖	5040-4671

表 5 冷却板更换件

说明	部件号
金属样品瓶架组件 (5)	G4512-60402
冷却器滴水管	G4522-20540
辅助滴水盘	G4556-40680
螺母和密封垫圈组, 1/4 英寸, 黄铜	5080-8752
螺母, 1/4 英寸, 黄铜	0100-0056
穿板接头, 1/4 英寸	G4522-20500
夹具, 软管, 0.468-0.531 英寸外径, 0.22 英寸宽	1400-3298

样品瓶

样品瓶类型	26
样品瓶隔垫和瓶盖	27
样品瓶标签	28
填充样品瓶	30
盖上样品瓶盖	31
停放或取消停放样品盘	35
安装样品瓶架	36
将样品瓶装入样品盘中	37

本节介绍 Agilent 8697 顶空进样器的样品瓶选择、样品准备和样品瓶处理。

样品瓶类型

Agilent 8697 顶空进样器接受 10-mL、20-mL 或 22-mL 样品瓶。在方法中设置样品瓶体积。样品瓶体积会随着序列中使用的每个新方法而更改，但不会在方法中更改。如果使用的样品瓶体积不是方法所需的，则会导致运行时异常。

顶空进样器使用带有钳口盖的透明或琥珀色玻璃样品瓶，或螺纹盖样品瓶。对于对光线敏感的样品，请使用琥珀色玻璃样品瓶。这两种样品瓶类型都是平底或圆底样品瓶。有关可接受的样品瓶类型，请参考安捷伦消耗品和供应品目录，或访问安捷伦网站，网址是 www.agilent.com。不兼容的样品瓶会导致机械臂错误。

样品瓶必须符合图 7 中所示的规格。

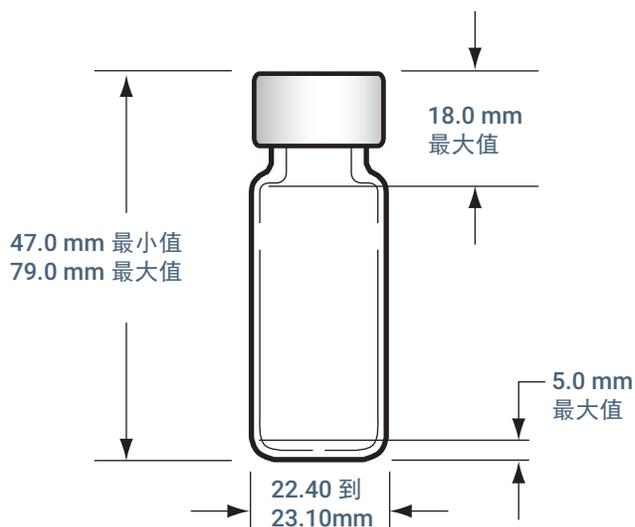


图 7. 支持的样品瓶尺寸

避免重复使用样品瓶。多次使用样品瓶会提高样品瓶破裂的几率。

样品瓶隔垫和瓶盖

有不同类型的隔垫用于钳口盖和螺纹盖，每种隔垫都具备不同的再密封特性和不同的防溶剂腐蚀性。

隔垫材料	相容的物质	不相容的物质	可再密封性	最高温度 *
PTFE/ 丁基橡胶	PTFE 具有防腐蚀性，直到穿孔为止，随后隔垫或衬管中的橡胶具有相容性（ACN、丙酮、DMF、酒精、二乙胺、DMSO、苯酚）	含氯溶剂、芳香族化合物、碳氢化合物、二硫化碳	良好	< 125 °C
PTFE/ 硅橡胶	PTFE 具有防腐蚀性，直到穿孔为止，随后隔垫中的硅橡胶具有相容性（酒精、丙酮、乙醚、DMF、DMSO）	ACN、THF、苯、氯仿、吡啶、甲苯、己烷、庚烷	一般	< 180 °C
高温 PTFE/ 硅橡胶	PTFE 具有防腐蚀性，直到穿孔为止，随后隔垫中的硅橡胶具有相容性（酒精、丙酮、乙醚、DMF、DMSO）	ACN、THF、苯、氯仿、吡啶、甲苯、己烷、庚烷	一般	< 300 °C

* 近似值。请参考制造商的建议。

样品瓶盖带有或没有内部安全特性，如果内部样品瓶压力超过约 310 kPa (45 psi)，则样品瓶将放空。

一般情况下，在顶空分析中不要多次使用钳口盖或隔垫。

有关可接受的样品瓶类型，也可参考 Agilent 网站，网址是 www.agilent.com。

样品瓶标签

小心

确保任何标签和墨水能够承受加热箱加热温度而不会退化。

如果使用标签，则标签需要符合下面的尺寸。如果还使用可选的条形码读取器 (G4527A)，则条形码标签必须符合标签的一般尺寸以及所示的贴放要求。

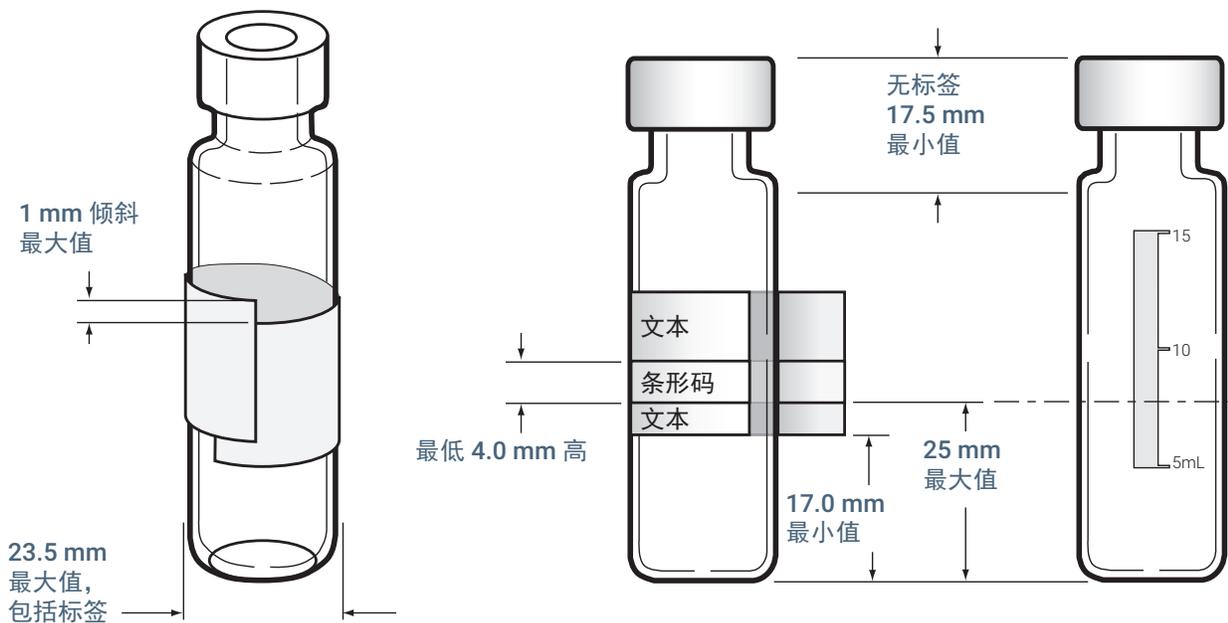


图 8. 样品瓶标签和条形码规格 (所示的是 20 mL 样品瓶)

小心

正确的样品瓶尺寸对于机械臂正确操作非常重要。如果样品瓶和标签不符合这些规格，可能会导致进样器出错。如果因样品瓶和标签不符合这些规格而致电服务部门要求维修，保修或服务合同不涵盖这类服务。

要确认标签的张贴情况，请将贴上标签的样品瓶放入条形码读取器中。转到 [诊断 > 顶空 > 手动操作 > 读取条形码](#)。条形码读取器将尝试读取样品瓶的条形码。

此外，条形码标签必须：

- 耐热（避免在加热时降解或烧焦）
- 使用无光或其他非光泽表面处理。有光泽的条形码标签会反射室内环境的光线，干扰读取器。

支持的条形码

条形码读取器可以读取以下任何识读码制：

- 标准 39 码
- 标准 128 码
- 矩阵 25 码
- 标准 25 码
- 交叉 25 码
- UPC-A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC-E

填充样品瓶

通常，将样品瓶填充一半或更少。虽然样品量可能因分析的不同而异，但不要将样品瓶填充超过图 9 中所示的最大限值。正确填充样品瓶可确保采样探针不会在采样期间接触到基质。如果需要更多样品，可使用较大的样品瓶或优化方法以改进结果。有关详细信息，请参阅第 75 页上的“方法开发”。

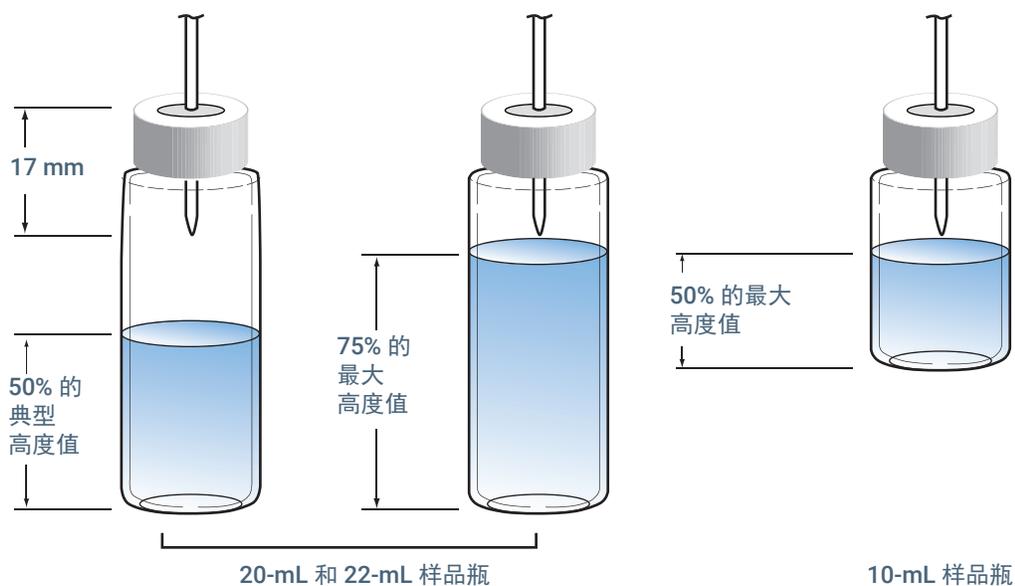


图 9. 样品瓶填充限值

盖上样品瓶盖

必须正确密封样品瓶，确保顶空气体不会提前逸出。对于钳口盖样品瓶，可使用为 20 毫米瓶盖的顶空样品瓶专门设计的封盖器来密封样品瓶。也可以使用螺纹盖和螺纹口样品瓶。请参阅第 22 页上的“用于顶空分析的消耗品”。

使用封盖器盖上样品瓶盖时：

- 1 首先制作几个空的练习样品瓶，直到卷边看起来可以接受。请参阅“使用电子封盖器盖上样品瓶盖”或“使用手动封盖器盖上样品瓶盖”。
- 2 准备五 (5) 个装有待分析样品的测试样品瓶。
- 3 使用 HS 内置用户样品瓶泄漏测试来检查样品瓶是否密封良好，并获得该方法的建议泄漏率阈值。（如果使用空样品瓶运行测试，该测试无法建议有用的泄漏率阈值，但会评估瓶盖是否密封。）请参阅“使用用户样品瓶泄漏测试验证封盖是否正确”。

使用电子封盖器盖上样品瓶盖

与手动封盖器相比，电子封盖器有以下几个优点：

- 易于设置和维护封盖设置（封盖设置通常是数字的）。
- 封盖效果一致，与操作员或手的力量无关。
- 轻松对钢样品瓶盖进行封盖。

要使用电子封盖器，请参阅其说明。

- 1 在开始之前，擦拭封盖器钳口的内表面。
- 2 如果使用单独的隔垫和瓶盖，可将隔垫放在样品瓶盖中，涂有 PTFE 的一面朝向样品瓶。请小心，不要污染隔垫。
- 3 将瓶盖翻转过来放在桌子上。
- 4 在样品瓶中放置样品。（大多数样品瓶中的样品不能超过 50%，但某些样品瓶中的样品可达到 75%。请参阅“填充样品瓶”）。
- 5 将隔垫和瓶盖组件放在样品瓶开口上。
- 6 按照电子封盖器的说明盖好瓶盖。
- 7 检查每个样品瓶是否正确封盖。请参阅“样品瓶封盖目视检查”。

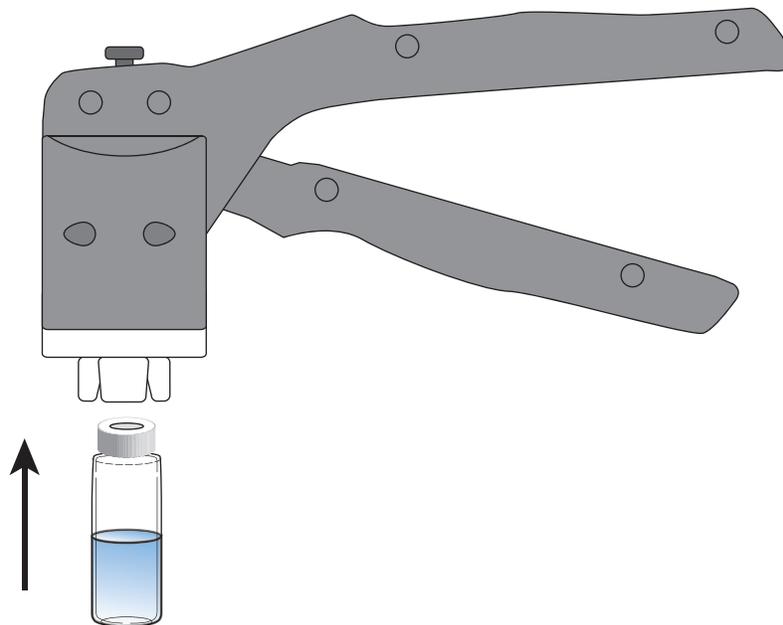
使用手动封盖器盖上样品瓶盖

- 1 在开始之前，擦拭封盖器钳口的内表面。
- 2 如果使用单独的隔垫和瓶盖，可将隔垫放在样品瓶盖中，涂有 PTFE 的一面朝向样品瓶。请小心，不要污染隔垫。
- 3 将瓶盖翻转过来放在桌子上。
- 4 在样品瓶中放置样品。（大多数样品瓶中的样品不能超过 50%，但某些样品瓶中的样品可达到 75%。请参阅“填充样品瓶”）。
- 5 将隔垫和瓶盖组件放在样品瓶开口上。

4 样品瓶

使用手动封盖器盖上样品瓶盖

- 6 将样品瓶放在封盖器中。
- 7 缓慢而稳定地用力挤压封盖器手柄以密封样品瓶。（挤压手柄，直到手柄接触到调整螺丝为止。）



- 8 检查每个样品瓶是否正确封盖。请参阅“样品瓶封盖目视检查”。

样品瓶封盖目视检查

检查每个样品瓶是否正确封盖。

图 10 显示了正确和不正确的样品瓶盖。

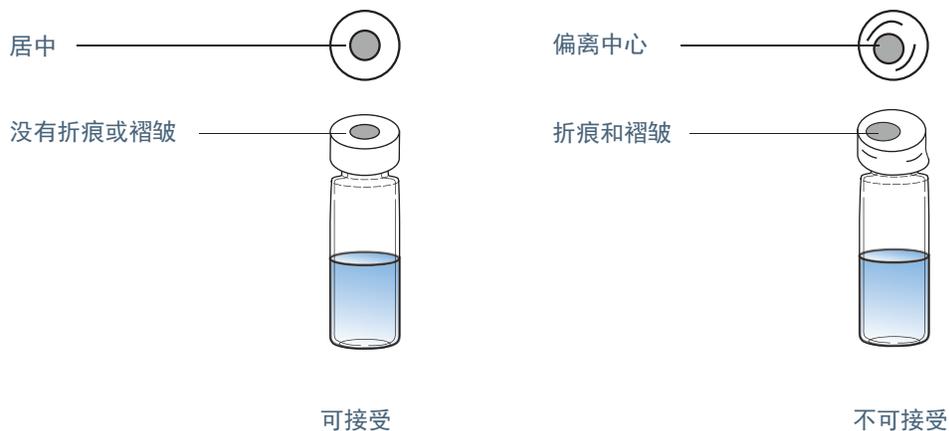


图 10. 可接受和不可接受的样品瓶盖

- 确保裹在样品瓶颈下方的瓶盖部分没有折痕或褶皱。要消除折痕或褶皱，请将样品瓶大约转 10°，然后再次封盖。通过沿顺时针方向旋转调整螺丝，调整封盖使卷边更松。
- 瓶盖应该可用手拧紧。如果瓶盖松了，请沿逆时针方向旋转调整螺丝以调整封盖器使卷边更紧。再次为瓶盖封盖。如果瓶盖太紧，隔垫将会变形，并且样品瓶可能会泄露。
- 确保每个瓶盖都有一个平整的隔垫，位于样品瓶顶部的中心位置。

4 样品瓶

使用用户样品瓶泄漏测试验证封盖是否正确

- 如果隔垫不平整，请取下瓶盖，沿顺时针旋转封盖器调整螺丝，并再次尝试。
- 如果瓶盖不在中心位置，请取下瓶盖并确保新的瓶盖平整的放在样品瓶的顶部，然后再挤压封盖器。

注意，卷曲过度会给瓶盖和样品瓶带来额外的压力。

使用用户样品瓶泄漏测试验证封盖是否正确

确定封盖工具是否调整正确，样品瓶是否盖好，最好的方法是使用仪器的内置测试。

- 1 首先，如“[使用电子封盖器盖上样品瓶盖](#)”或“[使用手动封盖器盖上样品瓶盖](#)”中所述创建空的、盖好的练习样品瓶。检查以确保它看起来可以接受。该样品瓶应该看起来像 [图 10](#) 中的最佳样品瓶。如果不是，则调整封盖器并创建更多空的练习样品瓶，直到样品瓶看起来是最佳的。
- 2 在 GC 触摸屏或浏览器界面上，转到 [诊断 > 诊断测试 > 顶空 > 用户样品瓶泄漏测试](#)。
- 3 开始此测试。
- 4 按照提示准备样品瓶并运行测试。（您将使用计划分析的样品制作 5 个样品瓶。）如果样品瓶通过，则记录用于盖上样品瓶的设置，并使用该设置制作以后要用的样品瓶。如果样品瓶泄漏测试失败，则调整封盖器，并使用新样品瓶重复测试。

请注意，当使用包含样品的测试样品瓶时，[用户样品瓶泄漏测试](#)也会建议该方法的泄漏率阈值。如果需要，编辑该方法以使用此建议的泄漏率阈值。

如果更换封盖工具或新的一批样品瓶、隔垫或瓶盖发生泄漏，则重新运行此测试。

停放或取消停放样品盘

停放样品盘可将样品盘托架移至安全位置。停放时，可以将样品瓶装入样品瓶架中，或从 HS 安装和卸下样品瓶架。

按停放按钮以停放样品盘。停放按钮将点亮，指示样品盘已停放。

再次按停放按钮以取消停放样品盘，以准备使用。

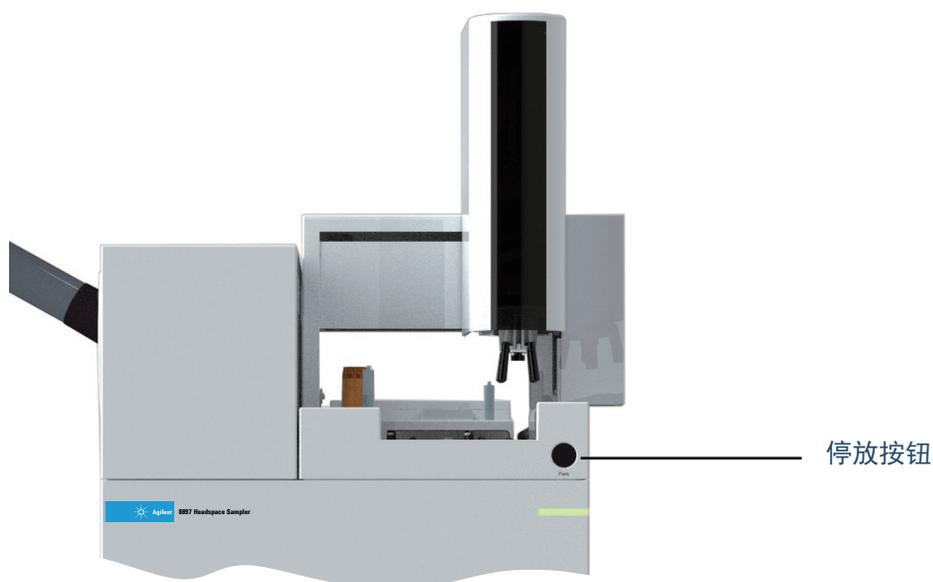


图 11. 停放按钮位置

如果样品盘已停放，则不能开始序列。

在某个序列暂停此序列期间停放样品盘。在此过程中，样品瓶继续正常运行，但样品瓶无法进入或离开加热箱，直到取消停放样品盘。

安装样品瓶架

- 1 按样品盘停放按钮以“停放”样品盘（将托架移至静止位置，以便容易地处理样品瓶架区域）。请参阅图 10。

小心

处理样品瓶架时避免过度移动。如果样品涂在隔垫或样品瓶上超过一般的量，则会使结果发生改变。

- 2 向上提起样品瓶架的前端时，将样品瓶架向后滑动，滑到 HS 顶部的安装夹下方。然后，放下样品瓶架前端，使其固定到位。

如果安装正确，样品盘架前面的白色 LED 将亮起。

- 3 按样品盘停放按钮以准备使用样品盘。

4 样品瓶

将样品瓶装入样品盘中

将样品瓶装入样品盘中

- 1 按停放按钮以“停放”样品盘（将托架移至静止位置，以便容易地处理样品瓶架）。
- 2 根据需要将盖好瓶盖的样品瓶放入样品盘中。请参阅图 12。

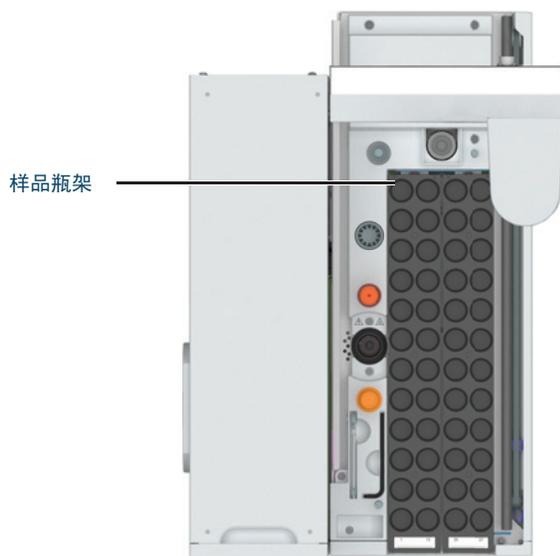


图 12. 样品盘样品瓶位置（所示为 48 位样品瓶样品盘，120 位样品瓶样品盘类似）

- 3 按停放按钮以准备使用样品盘。

4 样品瓶

将样品瓶装入样品盘中

HS 方法参数	40
方法参数摘要	43
确定 GC 循环时间	45
冷却板操作和技术指标	47

本章介绍 HS 可用的方法设置。使用 GC 触摸屏、浏览器界面或在数据系统中进行所有方法设置。要了解有关 HS 方法开发，请参阅第 75 页上的“方法开发”。

HS 方法参数

8697 HS 将其方法设置和参数添加到用于 GC 的方法中。像访问任何其他 GC 方法设置一样访问它们，即使用 GC 触摸屏、浏览器界面或数据系统。

HS 添加了：

- **温度**，即顶空加热箱、样品定量环和传输线温度以及预期的样品盘温度（当有样品盘冷却板时）
- **时间**，即平衡和进样时间以及 GC 循环时间（用于样品重叠和通量计算）
- **样品瓶**设置，即样品瓶体积、填充、振摇和进样后放空等设置

大多数 HS 方法参数可通过 GC 触摸屏或浏览器界面上的方法选项卡进行访问。不过，有几个设置在触摸屏和浏览器界面的不同位置上。在触摸屏的**设置** (⚙️) > **配置** > **顶空**下可以找到气体类型、传输线尺寸、待机样品瓶流量、就绪和条形码识读码制的设置，而这些设置可在浏览器界面的**方法** > **配置** > **顶空**中找到。

另请参阅第 60 页上的“**设置 > 配置 > 顶空**”。请注意，当您在方法中或作为配置设置设置条形码类型时，有关是否使用条形码以及如何处理条形码问题的决定只能通过数据系统进行。浏览器界面不支持序列中的条形码。

本地用户界面



图 13. 显示在 GC 本地用户界面中的顶空方法参数

5 HS 方法参数 本地用户界面

传输线类型、样品定量环体积、气体类型等类似的不经常更改的设置可以在触摸屏的**设置** (⚙️) > **配置** > **顶空**上找到。



图 14. 显示在 GC 本地用户界面中的顶空方法参数 (8890 GC)

浏览器界面

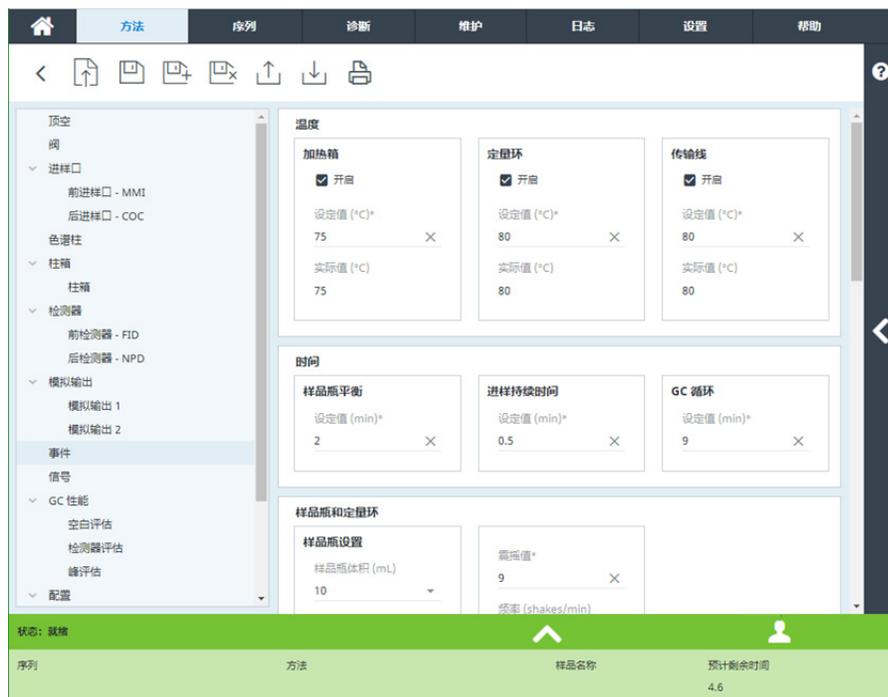


图 15. 显示在浏览器界面中的顶空方法参数 (8890 GC)

在使用浏览器界面时, 请注意该方法还包括顶空配置的设置, 如样品瓶加压气体类型。

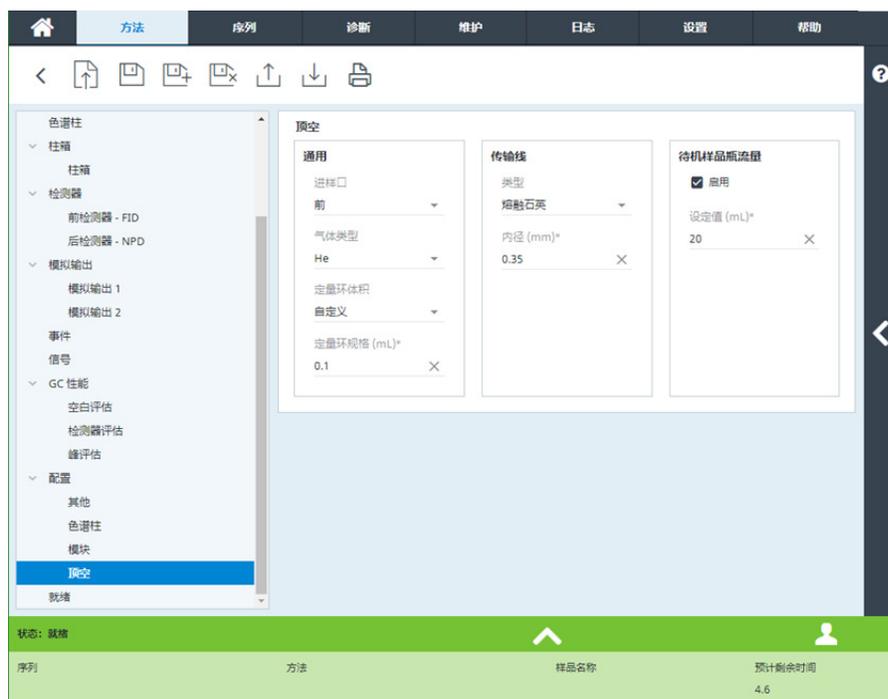


图 16. 显示在浏览器界面中的顶空方法配置参数 (8890 GC)

方法参数摘要

本部分列出方法参数以及每个参数的简短说明。有关填充模式的详细说明，请参阅第 75 页上的“方法开发”。

表 6 常用方法参数

路径	参数	说明
方法		
温度	加热箱	样品瓶平衡的加热箱温度。
	定量环	样品定量环和阀的温度。
	传输线	传输线的温度。
	冷却板	样品盘的预期温度， +/- 5°C。只要样品盘温度为预期值 +/- 5°C， GC 就会进入就绪状态。（HS 监控但不控制样品盘温度。）
时间	样品瓶平衡	穿孔前样品瓶在加热箱中平衡的时间。
	进样持续时间	将样品定量环蒸汽吹扫到 GC 进样口的时间。
	GC 循环	GC 完成其运行的时间，包括冷却和下一次运行准备就绪的时间。请参阅第 45 页上的“确定 GC 循环时间”。
样品瓶和定量环	样品瓶体积 (mL)	使用此方法选择所有样品瓶的样品瓶体积。
	振摇值	选择样品在加热箱中平衡期间的振摇级别。值越高，摇动就越剧烈。浏览器界面还列出了与所选振摇级别相关的频率和加速度。
样品瓶填充模式	样品瓶填充模式	选择如何对样品瓶加压。另请参阅第 89 页上的“对样品瓶加压”。
压力	压力平衡时间	允许样品瓶中的压力在初始样品瓶加压后稳定的时间。
	填充压力	目标样品瓶最终压力。
恒定流量	压力平衡时间	允许样品瓶中的压力在初始样品瓶加压后稳定的时间。
	填充压力	目标样品瓶最终压力。
	填充流量	用于对样品瓶加压的流速。缺省：50 mL/min。
恒定体积	压力平衡时间	允许样品瓶中的压力在初始样品瓶加压后稳定的时间。
	填充体积， mL	用于对样品瓶加压的气体的特定体积。
定量环填充模式		
	定量环阶升速率	如何快速填充样品定量环。
	最终定量环压力	已填充的样品定量环的最终目标压力。
	定量环平衡	在加压之后为样品定量环设置的稳定的时间。

表 6 常用方法参数 (续)

路径	参数	说明
萃取模式	萃取模式	设置方法的萃取类型：单次、多次或浓缩。另请参阅第 92 页上的“萃取模式”。
	萃取次数	仅限 浓缩萃取 模式；在开始 GC 运行之前输入浓缩萃取次数。
放空和吹扫	在最后一次萃取操作之后放空样品瓶压力	上次萃取后，在将样品传送到 GC 时，将样品瓶残留压力放空到大气。
	在萃取操作之间放空样品瓶压力	在浓缩萃取之间放空样品瓶。（仅限多次或浓缩萃取。）
	吹扫流量模式	
	吹扫流量	在从探针取下样品瓶后，使用样品瓶加压气体吹扫取样探针和定量环。
	吹扫时间	吹扫取样探针和定量环的时长。
其他	动态泄漏检查	打开以检查样品瓶加压后是否有泄漏。动态泄漏测试所需的时间等于压力平衡时间 + 0.02 分钟。
	可接受的泄漏率	应用认为可接受的泄漏率。缺省值为 0.5 mL/min。使用 用户样品瓶泄漏测试 为特定方法和样品生成泄漏率阈值。请参阅第 34 页上的“ 使用用户样品瓶泄漏测试验证封盖是否正确 ”。
	序列操作	设置 HS 如何处理意外的序列问题，如缺少样品瓶或样品瓶体积不匹配。
	样品瓶丢失	HS 未在预期位置上找到样品瓶。
方法开发	错误的样品瓶体积	HS 确定样品盘处理的样品瓶不是方法中指定的体积。这可能表明处理的样品是错误的，或者在序列中指定了错误的方法。
	检测到泄漏	样品瓶的动态泄漏检查失败。
	系统未就绪	HS 已经处理了样品，进行了萃取，并准备将样品传输到 GC 进样口，但 GC 未准备好开始运行。
	访问在开发方法时要使用的参数，请参阅第 87 页上的“ 使用参数增量 ”。	
就绪状态	当 GC 在开始运行前检查就绪状态时，可以将 HS 冷却板温度与一般 HS 就绪状态分开考虑。 要正常使用顶空进样器 (HS)，需要 HS 就绪状态。只有在执行 ALS 或手动进样时才可忽略 HS 就绪状态。（因为 GC 仅在进样时检查 HS 是否就绪，所以此 HS 就绪检查与 HS 将样品放入其加热箱的时间无关。顶空进样器仅在其加热箱温度正确时才会将样品放入其加热箱中，而不管 GC 的就绪设置如何。但是，如果忽略 HS 就绪，则 HS 样品定量环和传输线温度可能在 GC 开始运行时未就绪。）	
方法 > 配置 > 顶空（浏览器界面）。请参阅第 60 页上的“ 设置 > 配置 > 顶空 ”。		

确定 GC 循环时间

GC 循环时间是 GC 执行运行，然后返回到就绪状态以进行下次进样所需的时间。这包括方法运行时间、后运行时间、冷却时间以及与外部组件相关的时间。该值可以估计但不能精确计算，因此必须针对给定的方法和实验室环境进行测量。

HS 依靠有效的 **GC 循环时间**来计算通量和时间。准确的 **GC 循环时间**对于可靠的操作和最佳通量至关重要。

如果 **GC 循环时间**太长，则会导致：

- 通量降低。样品瓶在处理之前等待的时间比所需时间长。

如果 **GC 循环时间**太短，则会导致：

- 序列发生故障。系统可能会过早处理样品瓶，样品瓶在等待 GC 变为就绪状态时等待时间太长。

最好输入比所需时间更长的时间，如果输入的时间太短，可能会降低样品的纯度。

确定 GC 循环时间

要确定 **GC 循环时间**，请执行以下操作：

- 1 使用 HS 方法和空样品瓶（盖好并密封，但不含任何物质）进行连续五次运行。首先，估计 GC 循环时间为 GC 柱箱程序时间，加上任何其他已知的后运行时间，再加上 10 分钟。该值应该比较长。
- 2 对于系统未就绪，将序列操作设置为**跳过或终止**。
- 3 运行序列。
- 4 序列完成后，检查数据系统日志。在活动日志（对于 OpenLab CDS）或序列日志（对于 OpenLab CDS ChemStation Edition）或日志（对于 MassHunter）中查找计算的循环时间。其中报告了由仪器计算的 4 个循环时间。如果使用浏览器界面，则检查序列日志。
- 5 理想的 **GC 循环时间**是循环时间平均值，加上 0.2 到 0.5 分钟。

还可以在不执行运行的情况下**估计 GC 循环时间**。通过加上 GC 柱箱程序持续时间和任何后运行程序的持续时间后，所得到的时间接近于实际循环时间。但是，程序升温和降温操作会使估计变得更加困难。对于加热区冷却（例如，柱箱或进样口冷却），应增加额外的时间。

在使用 MS 时，还应包括可能影响就绪状态的任何其他因素所需的额外时间。

还要考虑数据处理的时间。虽然在大多数情况下数据处理不是问题，但如果数据系统非常忙，则在样品之间需要额外的时间。

验证 GC 循环时间

重新运行三个或四个空样品瓶的序列。现在连续样品瓶之间应该没有增加的等待时间。HS 应该能够在就绪时开始进样，而无需等待 GC 准备就绪。

冷却板操作和技术指标

这部分介绍可选冷却板附件的特性和技术指标。该附件允许使用外部水浴来冷却顶空样品瓶。

温度

样品瓶架中的所有样品瓶位置均可冷却至 4 °C 或加热至 80 °C。

每个样品瓶位置的中心温度可以在冷却板传感器读数的 +1 到 -3 °C 范围内变化。

冷却源

根据您的实验室条件，可能需要将冷却源设置为低于所需温度设定值的温度值，因为冷却源和冷却板之间可能会发生冷却剂温度损失。

冷却剂

仅使用蒸馏水、乙二醇或丙二醇作为冷却剂。

水浴和泵技术指标

用于控制样品瓶温度的水浴和泵系统必须符合以下技术指标：

- 组分必须符合国家安全要求标准、适用于无人值守操作、持续操作，且可以针对高温保护进行控制。
- 建议的冷却剂温度范围是 4 到 80 °C。
- 如果您使用内置泵，则该泵必须适合于外循环液体，且适合连接外径为 1/4 英寸（6.35 毫米）管线或更大外径的管线。
- 如果使用压力泵，则必须将压力保持在 1.5 到 2.5 psi 的范围内。
- 如果使用抽吸泵，则泵的真​​空值不得超过 -4 psi。
- 典型的再循环冷却功率范围为 1000 到 2000 瓦。

冷凝水和环境条件

为避免冷凝水过多，请保持环境湿度低于 65%，环境温度低于 23 °C。如果任一值超过其限值，则会形成过多的冷凝水并导致排水溢出。

确保您的冷却板操作温度保持在 4 °C 以上。4 °C 或更低的温度可能会导致冷凝水结冰并可能出现排水问题。

如果在非空调环境中操作，请关闭冷却板源，或在不使用时将其温度提高到高于预期露点温度的值。

偶尔过量的冷凝水不会对您的仪器造成永久性损坏。如果冷凝水管理系统溢出，请尽快拔掉顶空的电源，并在使用前擦干受影响的区域。

5 HS 方法参数

冷凝水和环境条件

什么是 HS 序列?	50
序列、萃取模式和样品瓶盖穿孔	51
序列和通量	52
优先样品	53
方法序列操作	54
浏览器界面和数据系统序列操作	56
停止、终止或暂停运行的序列	57
样品瓶状态	58

使用 GC 的浏览器界面或 Agilent 数据系统可以创建和运行样品序列。本章介绍了在使用这些系统运行样品时对顶空序列的特殊注意事项，还介绍了 8697 HS 提供的、有助于优化通量的与序列相关的特性。

有关使用浏览器界面或数据系统创建序列和运行样品的信息，请参考其联机帮助系统。

什么是 HS 序列?

8697 顶空进样器的序列是要准备和进样的按顺序排列的一系列样品瓶，包括准备每个样品瓶所需的方法。

- 序列可跳过样品瓶位置。
- 序列可多次运行一个样品瓶。
- 序列不需要任何特定的样品瓶顺序。例如运行样品瓶 1、23、5、2、3 和 40 是有效的。

序列、萃取模式和样品瓶盖穿孔

在序列中，可以根据需要在任意数量的输入行中指定相同的样品瓶。HS 进样器处理样品瓶的方式取决于方法萃取模式和序列：

- **萃取模式是单次。**

使用单次萃取模式强制 HS 对每个样品瓶执行一次瓶盖穿孔、一次萃取和一次运行。如果相同的样品瓶出现在序列中的多个连续行中，或如果每个样品瓶的进样次数 > 1，此模式将使 HS 对序列每行或每个进样完全重新处理样品瓶。

- **萃取模式是多次。**

使用多次萃取模式可对每个样品瓶执行一次平衡循环、一次样品瓶穿孔以及一次或多次萃取，每次萃取将启动一个新的运行。不论萃取和运行次数如何，只对样品瓶穿孔一次。对于序列中使用同一个样品瓶的每个连续行，以及序列中指定的每个样品瓶的进样次数，HS 都会执行提取并启动运行。执行此样品瓶的最后一个连续序列行之后，样品瓶将返回到样品盘。如果同一个样品瓶随后出现在序列中，则它将被再次平衡和穿孔。

- **萃取模式是浓缩。**

使用浓缩萃取模式可对每个样品瓶执行一次平衡循环、一次样品瓶穿孔以及多次萃取（可能是进样）。通常，此模式需要某种样品浓缩捕集阱。（捕集阱可以是可选的外部设备，也可以是进样口，如 Agilent 多模式进样口。）HS 将对样品瓶穿孔并执行指定的萃取次数。每次萃取都将传输到样品富积的 GC 进样口（或捕集阱）。最后一次萃取后，将进样富积的样品，并且 HS 将启动 GC 运行。

如果序列指定每个样品瓶进行多次进样，样品瓶将停留在取样针上。GC 运行结束后，HS 将执行所需的萃取，然后启动下一次运行。最后一次运行启动后，样品瓶将返回到样品盘。

如果同一个样品瓶随后出现在序列中（但不是作为下一个样品瓶），则它将被再次平衡和穿孔。

另请参阅“[序列和通量](#)”。

序列和通量

HS 可通过检查在当前序列中指定的样品瓶的方法来优化通量。如果连续样品瓶具有相同的方法，HS 将检查样品的时间参数，然后计算将每个样品瓶放在加热箱中的最佳时间。此方法将使一次平衡的样品瓶的数量最大化。

使用不同方法的样品瓶只能在前面的样品离开加热箱后才会被处理。

有关详细信息，请参阅第 93 页上的“[优化通量](#)”。

优先样品

*优先样品*是要在当前运行的序列中的某些其他样品瓶之前立即运行的样品瓶。

浏览器界面和 Agilent 数据系统都提供了暂停和编辑运行序列的方法，以在其中插入新样品。将新样品放入任何未使用的样品盘位置。然后，暂停和编辑序列以包括新样品瓶。请参考浏览器界面和数据系统帮助，查看编辑运行序列的说明。

注意，不能编辑任何已经开始处理的样品。HS 将继续处理所有已经开始处理的样品瓶，然后再开始处理新样品瓶。如果新样品使用相同的方法，则可将其与正被处理的其他样品同时放入加热箱中。如果它使用不同的方法条件，则不会开始处理，直到所有之前的样品已从加热箱移出。

方法序列操作

当 HS 在序列期间遇到某些问题时，它可以跳过样品瓶，继续运行，暂停序列，终止所有处理，或等待直到系统变为就绪。在序列执行期间控制 HS 行为的设置称为*序列操作*。这些序列操作是方法的组成部分，因此，在执行序列操作期间，序列操作会因样品的不同而不同。使用序列操作可指定在遇到问题（如样品瓶体积不匹配、缺少样品瓶等类似问题）时 HS 应采取的操作。序列操作可灵活地处理相对较小的问题，并提供适合您工作流的关注级别。对于某些问题，您可以完全停止序列处理，而对于其他问题，则可以允许序列继续处理。GC 始终记录问题以及所采取的操作。

处理的序列问题类型

序列操作可对下面列出的问题进行逻辑序列控制。“**可用的操作**”中介绍了可能的操作。

样品瓶丢失：控制 HS 在样品盘中的预期位置中找不到样品瓶时的行为。

错误的样品瓶体积：当 HS 找到了样品瓶，但样品瓶的体积与方法中定义的样品瓶规格不一致时，控制 HS 行为。体积不匹配可能会改变分析结果，或指示样品瓶放置错误。要确定样品瓶体积，HS 将在样品瓶位于机械臂中时测量样品瓶高度。（这意味着 HS 无法区分 20 mL 和 22 mL 样品瓶。）

检测到泄漏：如果样品瓶的动态泄漏测试失败，控制 HS 行为。（只有在启用动态泄漏检查时才有意义。）

系统未就绪：当 HS 准备开始填充样品定量环但 GC 未准备好开始运行时，控制 HS 行为。当 HS 变为就绪时，它将检查 GC 是否就绪。如果 GC 已就绪，HS 将开始为进样循环填充样品定量环。如果 GC 未就绪，HS 将进行指定的操作。GC 未就绪可能指示方法中的 GC 循环时间参数较低、GC 计时中的正常差异或 GC 有问题。注意，在运行开始之前，如果 GC 不是就绪状态，则某些数据系统无法收集数据。

可用的操作

每个问题的可用的操作取决于序列问题的本质。（例如，您无法继续处理丢失的样品瓶，但可以跳过该样品瓶或终止序列。）

- **继续：**继续处理当前样品瓶和序列。
- **跳过：**跳过当前样品瓶，然后继续处理序列中的下一个样品瓶。当前样品瓶将立即返回到样品盘（如果合适）。系统将跳过该样品瓶的全部进样。
- **暂停：**暂停序列。将继续处理加热箱中的任何样品瓶，包括当前样品瓶（如果适用）。不会将其他任何样品瓶移至样品瓶加热箱。

从暂停恢复：按照 GC 触摸屏上（或浏览器界面中）的说明操作。

- **终止：**终止序列。HS 将停止所有样品瓶处理，包括当前样品瓶和所有其他样品瓶。从有问题的样品瓶开始，HS 会将所有样品瓶返回到样品盘。要恢复处理，请查看日志以确定哪个样品瓶有问题。解决该问题，然后创建新序列并重新开始。
- **等待就绪：**HS 将等待 GC 变为就绪状态。此设置会增加样品瓶在加热箱中的样品瓶平衡时间。HS 会在其日志中报告实际平衡时间。请注意，一旦 HS 开始填充样品定量环，HS 将开始进样，而不管 GC 是否就绪。此外，如果某些因素阻止 GC 变为就绪状态，HS 将等待。

注意

终止只会停止 HS。GC 和数据系统可以完成处理任何已进样的样品。

请注意，序列操作不会跳过其他可能存在的问题，如可能中断序列的硬件故障。

使用 MS 时

必须在 **GC 循环时间** 参数中包括 MS 溶剂延迟和其他因素所需的任何额外时间。

浏览器界面和数据系统序列操作

浏览器界面和 Agilent 数据系统可以提供用于处理意外事件的附加功能。这些功能显示为序列设置的一部分，并且因数据系统的不同而异。例如，浏览器界面和许多数据系统提供了处理序列中样品瓶丢失问题的设置。如果序列设置和 HS 方法中的设置发生冲突，HS 将使用在 HS 方法中设置的值来处理第 54 页上的“处理的序列问题类型”中列出的特定问题。

数据系统还提供了处理条形码读取器错误的方法。请参考数据系统的帮助以获取详细信息。

停止、终止或暂停运行的序列

您可以从 GC 触摸屏停止按钮或通过浏览器界面或数据系统运行序列的计算机与运行的序列进行交互。

在 GC 触摸屏上，按“停止”()。GC 显示屏将提示停止运行、停止序列或取消（不采取任何操作）。

- **停止运行：**立即结束当前运行并移动到序列中的下一个运行。序列的其余部分将正常完成。
- **停止序列：**立即结束当前运行并终止序列。加热箱中的所有样品瓶将通过冷却站返回到样品盘，系统将返回到空闲状态。

浏览器界面和数据系统提供三个选项来与运行的序列交互：

- **暂停序列：**HS 将完成已开始处理的任何样品，然后等待进一步指示。不会有新样品瓶进入加热箱。恢复后，序列将正常完成。

使用暂停时可以编辑序列。在编辑期间，可以根据需要更改还没有开始处理的样品列表，以插入新样品或进行任何其他更改。恢复后，HS 将开始处理序列中现在的下一个样品。

- **停止运行：**立即结束当前运行并移动到序列中的下一个运行。序列的其余部分将正常完成。
- **停止序列：**立即结束当前运行并终止序列。加热箱中的所有样品瓶将通过冷却站返回到样品盘，系统将返回到空闲状态。

请参考 GC 浏览器界面和数据系统的帮助，以获得有关其序列功能的详细信息。

样品瓶状态

使用 GC 触摸屏或浏览器界面状态栏显示运行序列的当前状态信息。GC 将显示：

- 加热箱温度
- 定量环温度
- 传输线温度
- 样品瓶流量
- 样品瓶压力
- 外部载气压力
- 样品瓶状态。这包括对样品瓶状态的实时监控：平衡、加压、萃取、进样、返回到样品盘。

安捷伦数据系统还提供样品瓶状态。

顶空设置	60
设置 > 配置 > 顶空	60
设置 > 校准 > 顶空	61
设置 > 服务模式 > 顶空	63
设置 > 计划程序：资源节省	63

本节介绍 GC 的设置下可用的设置和功能。

顶空设置

无论当前方法是什么，通常会应用**设置** (⚙️) 选项卡中可用的 HS 设置。如果对硬件进行了更改，应始终检查这些设置，并根据需要进行更新，例如，在更改样品瓶加压气体类型、传输线或样品定量环之后。

设置 > 配置 > 顶空

⚙️ > 配置 > 顶空

下表列出了 HS 配置设置。

设置	说明
进样口	选择连接到传输线的进样口。（设置可用于具有多个进样口的 GC。）
气体类型	样品瓶加压气体类型。
定量环体积	已安装的样品定量环的内部体积。
传输线类型	选择已安装的传输线类型，熔融石英或 DB-ProSteel。
传输线内径	传输线的内径 (μm)。
待机样品瓶流量	通常保留启用状态。待机 样品瓶流量 可在萃取之间以及空闲时间期间吹扫样品定量环和取样探针。如果使用 GC 资源节省功能，可减少此流量以节约样品瓶加压气体。缺省：20 mL/min。
启动时清除加热箱	如果启用，首次打开时 HS 将检查样品瓶加热箱中是否有样品瓶，并将找到的所有样品瓶返回到样品盘。
启用条形码校验和	如果有条形码读取器，则可用。某些条形码可能包含用于验证条形码读取是否正确的校验和值。当条形码包含校验和时可启用此设置。
识读码制	如果有条形码读取器，则可用。选择 所有 ，让条形码读取器检查所有可用的识读码制，或选择在样品瓶标签上使用的特定识读码制。请参阅下面支持的识读码制的完整列表。

条形码读取器可以读取以下类型（识读码制）的条形码：

- 标准 39 码
- 标准 128 码
- 矩阵 25 码
- 标准 25 码
- 交叉 25 码
- UPC A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC E

设置 > 校准 > 顶空

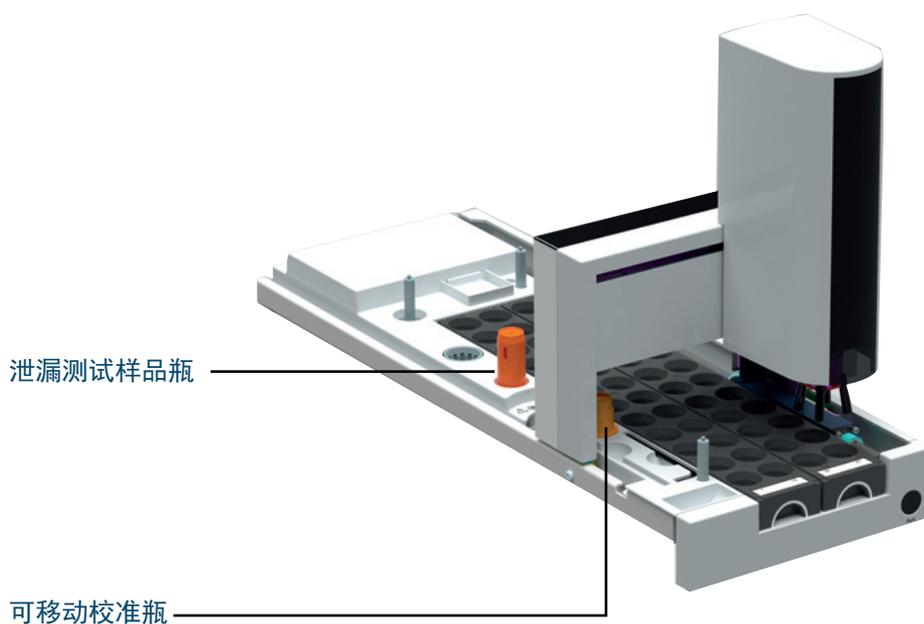
☉ > 校准 > 顶空

HS 为样品盘提供了校准程序，以确保对样品瓶进行最佳处理，并为气体流量传感器和压力传感器提供校准。

校准样品盘和机械臂

样品盘可能需要定期校准，以保持最佳性能。这种校准可确保机械臂和托架运动继续平稳地移动样品，没有样品瓶掉落。在 HS 安装后、更换机械臂垫片后或在自动故障排除或 EMF 计数器建议时校准样品盘。

- 1 开始之前，清空样品瓶加热箱和样品盘，以清除任何样品瓶。
- 2 确认可移动校准瓶和泄漏测试样品瓶各就其位。



- 3 转到 ☉（设置）> 校准 > 顶空，选择样品盘校准设置页面上的开始系统和样品盘校准。
- 4 选择出厂作为校准类型。按照提示进行操作。出厂校准将样品盘校准到主机，并校准样品盘上的所有样品瓶位置。

校准机械臂

机械臂由 HS 定期自动校准。要校准机械臂，需要泄漏测试样品和可移动校准瓶。

校准样品瓶加压 EPC

EPC 气体控制模块包含在出厂时已校准的流量和 / 或压力传感器。灵敏度（曲线的斜率）非常稳定，但零点补偿需要定期更新。

从 GC 触摸屏或浏览器界面更改校准设置或手动校准样品瓶加压气体 EPC 传感器：

- 1 选择 ☉（设置）> 校准 > 顶空，然后向下滚动到 EPC 校准设置。
- 2 选择所需传感器旁边的开启，以将其归零。

- 3 对于流量传感器：验证气体已连接并正在流动（打开）。
- 4 对于压力传感器：断开 HS 背后的供气管线连接。关闭该供气管线并不够；阀可能有点漏气。
- 5 重新连接在上一步骤中断开的任何供气管线，恢复操作流量。

要将 EPC 传感器重置为其出厂校准，请转到 （设置）> 校准 > 顶空，然后在 EPC 部分下，选择该传感器的重置。

校准辅助压力传感器

EPC 气体控制模块包含在出厂时已校准的流量和 / 或压力传感器。灵敏度（曲线的斜率）非常稳定，但零点补偿需要定期更新。

从 GC 触摸屏或浏览器界面更改校准设置或手动校准辅助压力传感器：

- 1 选择 （设置）> 校准 > 顶空，然后向下滚动到 EPC 校准设置。
- 2 选择所需传感器旁边的开启，以将其归零。
- 3 对于辅助压力传感器：断开 HS 背后的供气管线连接。关闭该供气管线并不够；阀可能有点漏气。
- 4 重新连接在上一步骤中断开的任何供气管线，恢复操作流量。

要将此 EPC 传感器重置为其出厂校准，请转到 （设置）> 校准 > 顶空，然后在 EPC 部分下，选择该传感器的重置。

泄漏率校准过程

虽然这种情况非常罕见，但某些溶剂在加热到高于其沸点的温度时会膨胀，从而产生动态压力变化，这种变化很难在典型的 HS 动态泄漏测试的时间尺度上进行精确量化。与通过延长压力平衡时间的方法参数来降低样品通过量相比，解决溶剂膨胀问题更好的方法是在给定的一组条件下校准报告的泄漏率。

使用用户样品瓶泄漏测试（请参阅第 34 页上的“使用用户样品瓶泄漏测试验证封盖是否正确”）自动确定给定方法和样品的适当泄漏率阈值。

也可以手动计算泄漏率阈值。如果已经分析了至少三个样品瓶并报告了一致的动态泄漏测试泄漏率，则可以执行下面的泄漏率校准程序。

- 1 验证系统无泄漏。

转到诊断 > 诊断测试 > 顶空，然后选择限制和压力衰减测试。使用泄漏测试样品瓶（部件号 G4511-20180）和 Agilent 高级绿色隔垫（部件号 5183-4759）运行测试。确保仪器的温度与分析方法的设定值相同。

该程序从系统泄漏测试开始，以确保当系统没有溶剂时没有检测到泄漏。

- 2 校准泄漏率。
 - a 如果限制和压力衰减测试通过，则使用所需的分析方法分析包含在分析运行期间使用的溶剂的六个样品瓶。
 - b 记录六个样品瓶的泄漏率，然后计算其平均值和标准偏差。将 HS 方法中输入的用于相关分析的通过 / 失败泄漏率设置为平均泄漏率加上三倍的标准偏差。

表 7 显示的示例说明应将分析方法的方法泄漏率限值更改为 1.840 mL/min。

表 7 计算方法泄漏率限值的示例

样品瓶	泄漏率 (mL/min)
1	1.403
2	1.352
3	1.621
4	1.458
5	1.541
6	1.623
一般	1.500
标准偏差	0.114
3 * 标准偏差	0.341
平均值 + (3 * 标准偏差)	1.840

设置 > 服务模式 > 顶空

⊗ > 服务模式 > 顶空

顶空服务模式列出了各种配置、热、气路、电子和其他设置和传感器的当前值和实际值。

也可以执行恢复出厂设置。通常，除非绝对必要，否则不要执行恢复出厂设置。恢复出厂设置会清除存储在 HS 中的所有自定义设置，从流量校准到仪器序列号。

恢复出厂设置将：

- 清除维护和事件日志。
- 清除固件更新历史记录。
- 清除当前 HS 配置和校准。
- 清除 EMF 跟踪数据和设置。
- 记录恢复出厂设置。
- 重新启动 HS。

设置 > 计划程序：资源节省

⊗ > 计划程序

HS 使用 GC 的资源节省功能，并且对包含休眠和唤醒方法的 GC 功能进行了扩展，以包括 HS 方法参数。因为 HS 在方法中添加了许多新参数，所以可使用其中一些参数来节省气体和能源。然而，大多数 HS 设置与休眠方法无关，因为它们只在准备样品时使用。在设置休眠方法时考虑以下 HS 参数：

- **待机样品瓶流量：**如果需要可减少。Agilent 不建议关闭该流量，因为该流量可保护样品定量环和取样探针不受大气污染。
- 在不活动期间，可以降低加热箱、样品定量环和样品瓶加热箱的温度。

7 设置

设置 > 计划程序：资源节省

8697 顶空进样器的工作原理

- HS 如何处理样品瓶 66
- HS 如何平衡样品瓶 67
- HS 如何对样品瓶加压 68
- HS 如何填充样品定量环（萃取样品） 70
- HS 萃取和进样类型 71
- HS 如何减少残留 74

本章介绍 8697 顶空进样器背后先进的理论。这些信息适合方法开发人员使用。

HS 如何处理样品瓶

图 17 显示 HS 处理样品瓶的工作流程。

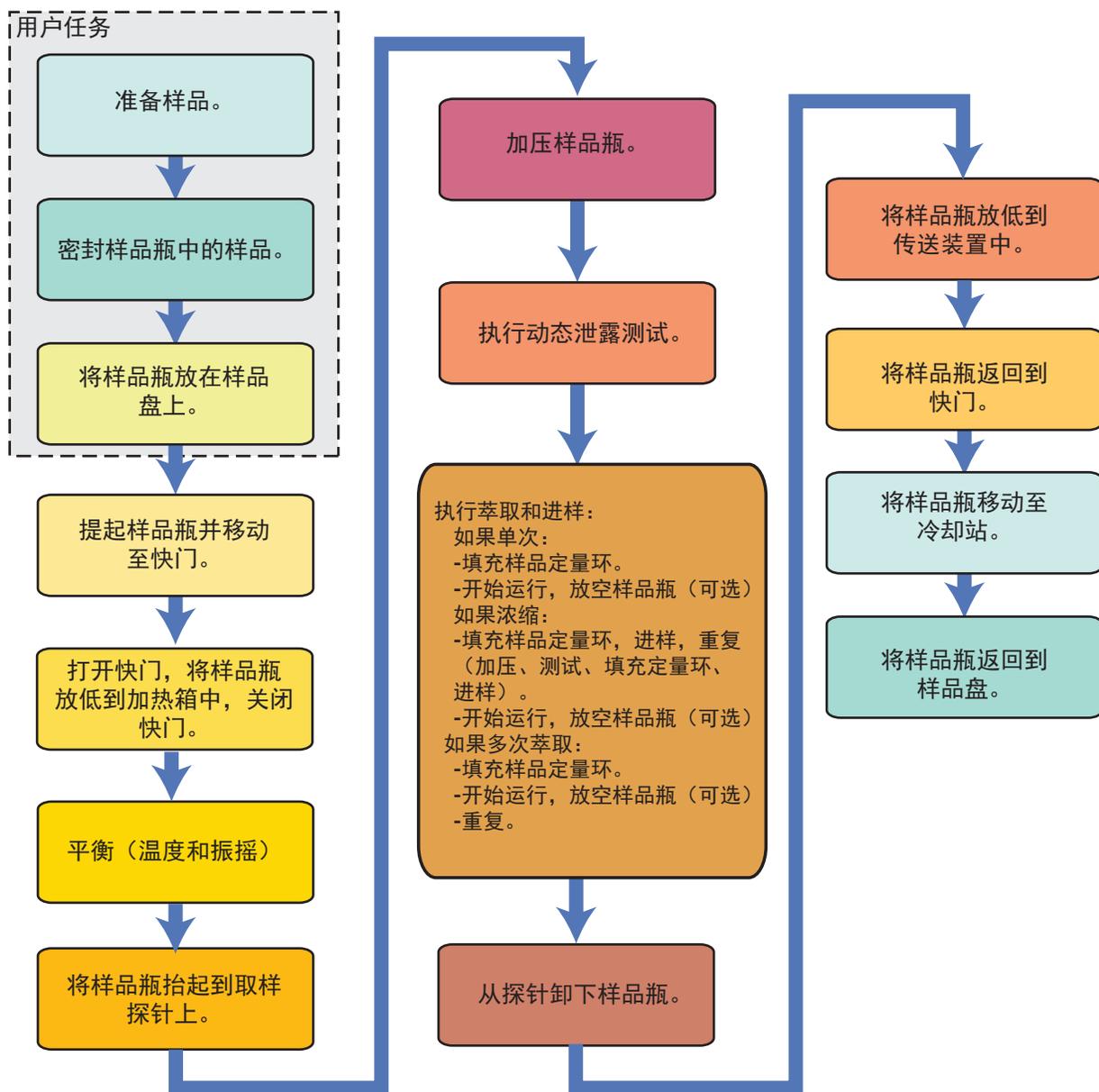


图 17. 8697 HS 样品瓶处理流程

HS 如何平衡样品瓶

带样品盘的 8697 HS 有一个样品瓶加热箱，可在高达 300 °C 的温度下平衡最多 12 个样品瓶。此外，加热箱可用 9 种不同的加速级别振摇样品瓶。只要序列样品瓶采用相同的方法，HS 就会确定连续的样品何时可以装入加热箱以提高通量，然后自动装入这些样品。无论是萃取模式还是定量环填充模式等，HS 都可以对通量进行优化。

HS 如何对样品瓶加压

HS 提供多种技术来对样品瓶进行加压。除了简单地加热样品瓶，这可能会在样品瓶中产生足够的内部压力，HS 还可以提供额外的气体以帮助进行萃取。这种气体来自 HS 后面板上的**样品瓶压力接头**，并且可以不同于将样品移到色谱柱上的载气。虽然缺省的样品瓶加压方法通常已经足够，但在某些应用中，其他技术可能会有用。请参阅下面的**图 18**。

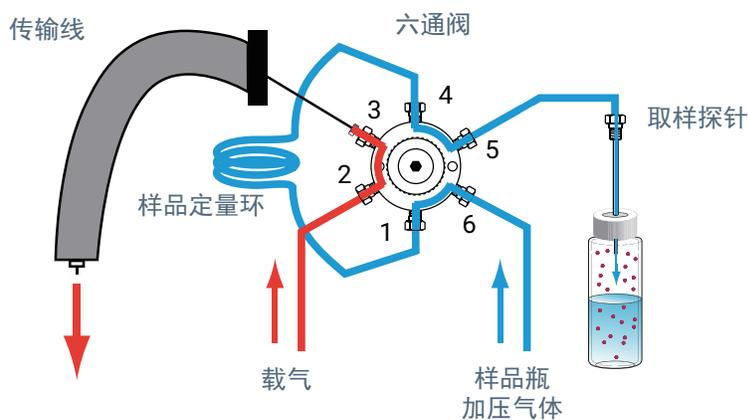


图 18. 对样品瓶加压

恒定流量

这是缺省样品瓶填充模式。在这种模式下，HS 将载气以指定的流量流入样品瓶中，直到样品瓶内的压力达到填充压力设定值。HS 将在保持时间内保持此压力。保持时间结束后，样品定量环填充将开始。

压力

在这种模式下，HS 将尽快填充样品瓶以达到目标填充压力设定值，然后将此压力保持指定的保持时间。保持时间结束后，样品定量环填充将开始。

恒定体积

在这种模式下，HS 将使用指定体积的载气对样品瓶加压，然后将结果压力保持指定的保持时间。如果您需要计算样品瓶或样品定量环中样品和载气的确切摩尔量，则该模式很有用。

动态泄漏检查

缺省情况下，HS 将在样品瓶加压后执行泄漏检查。在取样针上时，HS 可以通过检查样品瓶中的压力衰减来确定样品瓶是否泄漏。HS 将记录泄漏测试结果，并提供一系列操作，使您能够处理（例如，跳过或终止）泄漏的样品瓶。

动态泄漏测试所需的时间等于压力平衡时间 + 0.02 分钟。

HS 如何填充样品定量环（萃取样品）

样品瓶加压并稳定后，HS 将执行指定的萃取。六通阀将进行切换，允许加压的样品通过样品定量环排出。在满足指定的条件后，定量环被认为已填充。请参阅下面的图 19。

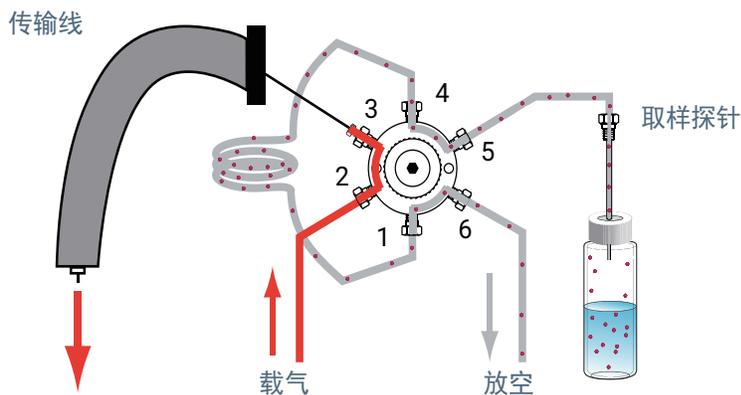


图 19. 填充样品定量环

HS 提供两种模式来填充样品定量环，即缺省和自定义。

缺省定量环填充模式

在这种情况下，HS 将以指定的速率减小样品瓶到样品定量环的压力，直到样品瓶压力下降到已知值。HS 将根据当前 HS 配置和方法数据来计算最终定量环压力和平衡时间。

自定义定量环填充模式

在这种情况下，您可以指定定量环填充速率、最终定量环压力和平衡时间。

HS 萃取和进样类型

8697 HS 可在每个样品瓶中萃取和注入一次或多次样品。HS 提供了萃取类型的选择，这是一项高级功能。图 20 显示了进样循环期间的基本流路，其中样品定量环中的样品被吹扫到 GC 中。

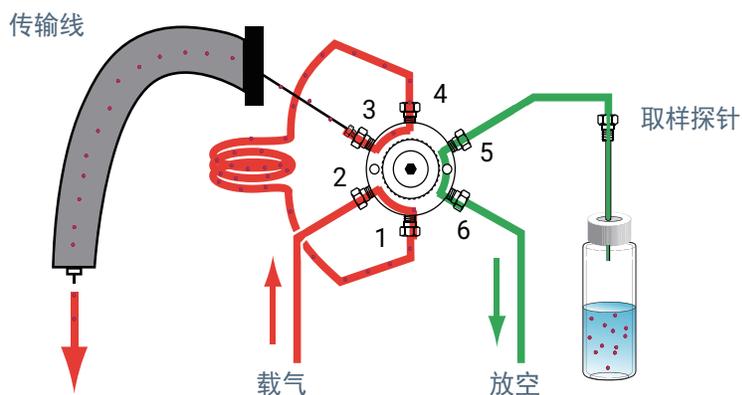


图 20. HS 进样循环

注意，样品瓶加压气体流量始终由 HS 控制。载气流量始终由 GC 进样口 EPC 模块控制。

有关 HS 进样器中流路的示意图，请参考图 21。

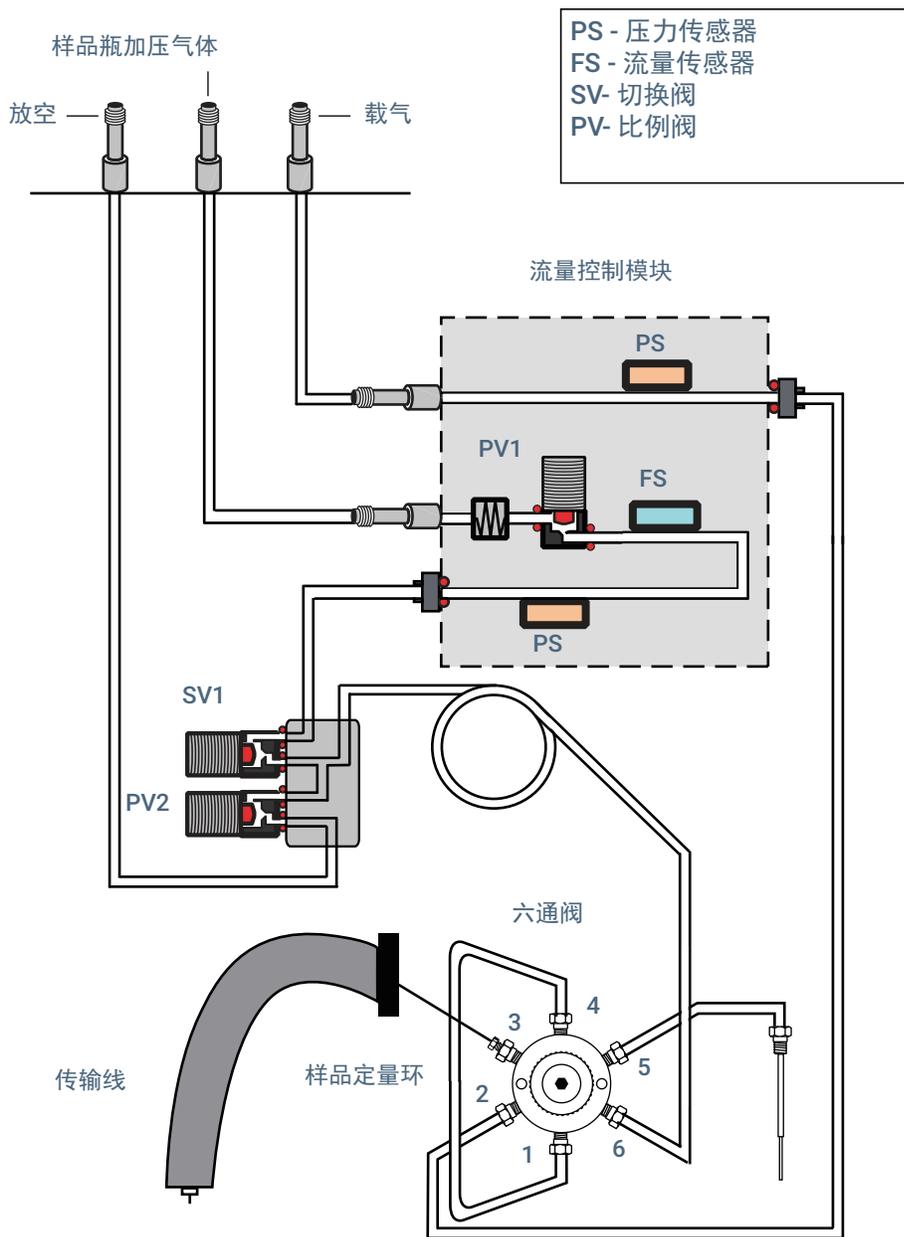


图 21. HS 进样器流量

单次萃取

在这种模式下，HS 对每个样品瓶盖穿孔执行一次萃取和一次进样。样品瓶平衡后，HS 将检查系统是否就绪。如果系统已就绪，或就绪序列操作继续进行，HS 将对样品瓶盖穿孔。HS 将根据方法参数对样品瓶加压并从中萃取样品。请参阅图 18 和图 19。在任何样品定量环平衡后，HS 六通阀将切换到进样位置，HS 将注入样品，然后 HS 向 GC 发送开始命令。与此同时，HS 将从样品瓶排出残留压力（可选）。进样时间结束后，六通阀将返回到其原来的位置。从取样针中取出样品瓶并返回到传送装置，然后返回到样品盘中。

多次顶空萃取

在这种模式下，HS 使用一次样品瓶盖穿孔来执行多次萃取和进样。请参阅图 19 和图 20。样品瓶平衡后，HS 将检查系统是否就绪。如果系统已就绪，或就绪序列操作继续进行，HS 将对样品瓶盖穿孔。HS 将根据方法参数对样品瓶加压并从中萃取样品。样品定量环出口将关闭。样品瓶保留在探针上。在任何样品定量环平衡后，HS 六通阀将切换到进样位置，HS 将注入样品，然后 HS 向 GC 发送开始命令。与此同时，HS 将从样品瓶排出残留压力（可选）。进样时间结束后，六通阀将返回到其原来的位置。样品瓶保留在探针上。当 GC 循环时间结束时，HS 将再次检查系统是否就绪。如果系统已就绪，或就绪序列操作继续进行，HS 将执行下一次加压、萃取、进样并开始运行。该过程将一直重复，直到执行了所有萃取和进样为止。

最后的萃取和进样完成后，从取样针中取出样品瓶并返回到传送装置，然后返回到样品盘中。

浓缩顶空萃取

使用此模式可以在 GC 中浓缩样品。通常，此模式需要某种样品浓缩捕集阱。（捕集阱可以是可选的外部设备，也可以是进样口，如 Agilent 多模式进样口。）请参阅图 20 和图 21。

样品瓶平衡后，HS 将检查系统是否就绪。如果系统已就绪，或就绪序列操作继续进行，HS 将对样品瓶盖穿孔。HS 将根据方法参数对样品瓶加压并从中萃取样品。样品瓶保留在探针上。在任何样品定量环平衡后，HS 六通阀将切换到进样位置，HS 将样品注入 GC。HS 不会向 GC 发送开始命令。进样时间结束后，六通阀将返回到其原来的位置。样品瓶保留在探针上。样品瓶可以放空（在进样时）或保持加压状态。HS 对方法中指定的每次萃取重复加压、萃取、进样和可选的样品瓶放空。在最后的浓缩进样过程中，HS 将向 GC 发送开始信号。HS 将放空样品瓶（可选），将其从探针取出，并将其返回到传送装置，然后返回到样品盘中。

放空样品瓶残留压力

无论执行哪种类型的萃取，HS 都可以将用过的样品瓶的残留压力从 HS 后面板的放空口排出。这种放空操作可以防止带有潜在有害物质的加压样品瓶留在样品盘或实验室中。这种放空操作发生在每个当前序列输入的进样时间内。您可以禁用此功能。

在执行浓缩萃取时，您可以使用一个额外参数：您可以在浓缩萃取之间以及在最后进样期间放空样品瓶。

HS 如何减少残留

8697 HS 提供两个特殊功能来减少残留。

- 在每个样品瓶之后，HS 用高流量的样品瓶加压气体吹扫样品定量环和取样探针，如方法中所定义的那样。这称为**吹扫流量**，您可以控制流量和吹扫时间。
- 在每个序列之间，HS 用连续、低流量的样品瓶加压气体吹扫样品定量环和取样探针。这称为**待机流量**。您可以控制流量。

方法开发

概述	76
考虑样品和基质	77
考虑 GC 进样口	80
调用类似方法	81
编辑新方法	82
开发和改进方法	87
优化通量	93
对新方法进行设置	94
执行空白运行	95

本章提供有关方法参数的详细信息。这些信息可帮助方法开发人员使用 8697 顶空进样器的功能改进方法的性能。

概述

图 22 显示开发顶空进样器方法的典型工作流程。

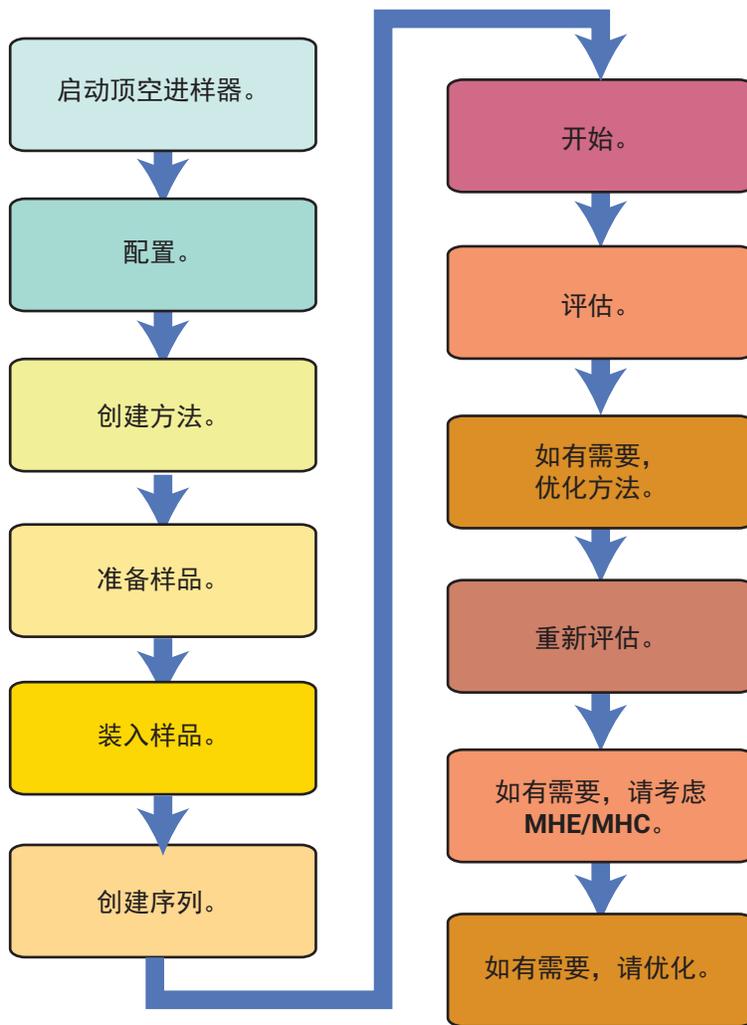


图 22. 方法开发流程

本章介绍使用 8697 HS 的可用方法参数和方法特性来创建和优化方法的技术。还介绍了所有可用的方法参数，并讨论了各种参数如何影响分析。

考虑样品和基质

开发方法的第一步是了解样品和基质。

顶空分析理论

描述顶空理论的方程式源于与蒸汽压、分压以及溶液上方分析物的蒸汽压与溶液中分析物浓度之间的关系有关的三个物理定律。

道尔顿分压定律指出，一种理想混合气体的总压等于混合物中每种气体的分压之和。

亨利稀释溶液定律指出，在恒定温度下，溶解在给定类型和体积的液体中的给定气体量与该气体与该液体平衡时的分压成正比。

拉乌尔定律指出，溶质在顶空体积中的分压与溶质在溶液中的摩尔分数成正比。

样品分析物在顶空体积中的浓度由质量平衡给定：

$$C_0 V_L = C_G V_G + C_L V_L$$

其中：

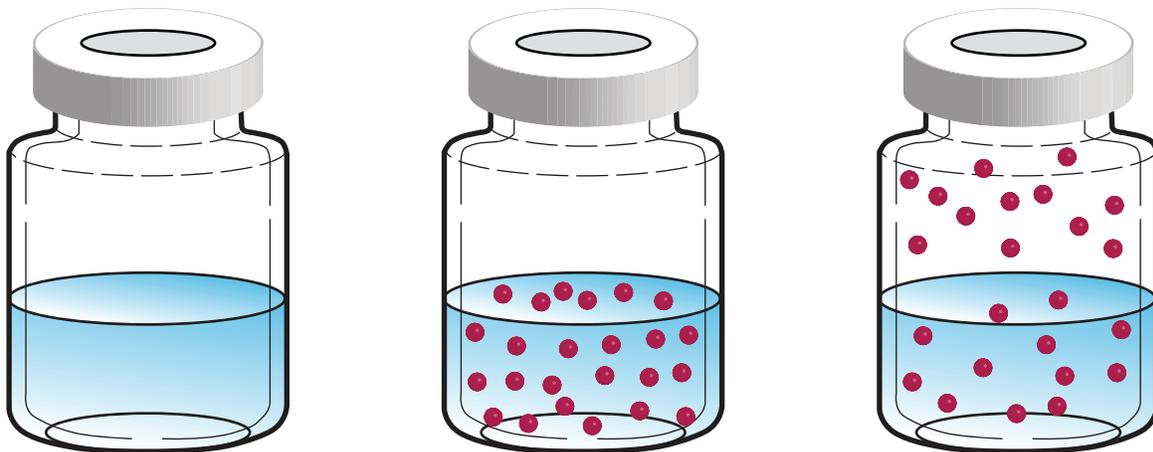
C_G 是顶空中分析物的浓度

C_0 是原样品中分析物的
浓度

V_G 是样品瓶中气体的体积

V_L 是样品体积

K 是分配系数（或分布系数），
 C_L/C_G 处于平衡状态时 V_G/V_L



重排后得到:

$$C_G = \frac{C_0}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

其中:

K 是分配系数 (或分布系数),
 C_L/C_G 处于平衡状态时

V_G/V_L 也称为相比

该方程式表明两个要点:

- 要获得一致的结果, 比率 V_G/V_L 必须保持不变。这意味着样品量和样品瓶体积需要保持相同。
- 分配系数 K 越小, 样品蒸汽在顶空体积中的浓度就越大。
- V_G/V_L 比率越小, 目标挥发性物质在顶空体积中的浓度就越大

K 和相比的影响

顶空体积中分析物的浓度取决于许多因素, 包括: 样品量、样品中分析物的原始浓度、可用顶空体积、温度和样品瓶中的总压。有些因素可以在样品和基质中进行操作, 而另一些因素可以使用顶空进样器进行控制。

控制 K

在优化顶空分析时, 首先考虑溶剂的分配系数。下表列出了在 25 °C 时几种常见溶剂的 K 值。

分析物	溶剂	K (25 °C)
甲苯	癸烷	~3000
甲苯	水	~4
乙醇	癸烷	~60
乙醇	水	~5000
乙醇	水, Na ₂ SO ₄ 饱和	~300

在较高的温度下, K 会降低。在 40 °C 时, 乙醇在水中的 K 值约为 1350。在 80 °C 时, K 值降低到约 330。

从表中可以看出, K 也取决于分析物和基质。注意乙醇 - 水体系与 Na₂SO₄ 饱和的类似体系相比较的 K 值变化。

因此，为了提高顶空体积中分析物的浓度，可以对样品进行加热。如果需要，考虑更换溶剂（如果可能），或考虑添加无机盐，以降低溶剂 K 值。

提高灵敏度的另一个因素是相比， V_G/V_L 。回想一下汽相浓度方程式：

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

当 K 值较小时，降低相比将使分析物在顶空体积中的浓度更高。8697 可以使用各种样品瓶。选择样品瓶和样品量，以使分析物的浓度更高。

当 K 值较大时，降低相比会导致较小的增益。

控制相比

提高灵敏度的另一个因素是相比， V_G/V_L 。回想一下汽相浓度方程式：

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

当 K 值较小时，降低相比将使分析物在顶空体积中的浓度更高。8697 可以使用各种样品瓶。选择样品瓶和样品量，以使分析物的浓度更高。

当 K 值较大时，降低相比会导致较小的增益。

考虑 GC 进样口

通常，进样口的选择由可用的 GC 决定。但是，请注意，对于分析柱直接进入顶空进样器六通阀的进样口类型，分析柱的整个长度不是在 GC 柱箱中。峰形会改变。

对于任何进样口类型，HS 仅支持没有修改的分流进样口模式。支持不分流进样口模式，但进样口 EPC 模块需要更新固件（PID 常数）。

调用类似方法

在开始一个新方法时，可从一个类似样品类型的方法开始。

如果使用 Agilent 数据系统，软件将提供新建方法向导和转换向导。新建方法向导使用溶剂类型列表（包括自定义值）为液体和固体基质提供了安全起始温度和其他参数。向导还会考虑分析物沸点。

编辑新方法

在调用类似方法后，可根据需要针对新样品对其进行编辑。本节介绍主要设置，以下各节介绍萃取模式和其他设置。

温度

转到方法 > 顶空，滚动到温度设置，然后输入样品瓶加热箱、样品定量环和传输线温度所需的值。

表 8 温度参数

参数	注释
加热箱	从比溶剂沸点低 15 °C 的加热箱温度开始。
定量环	从与加热箱温度相同的温度开始。为了防止样品凝结，样品定量环和阀不能低于加热箱温度。
传输线	从比加热箱温度高 15 °C 的温度开始。为了防止样品凝结，传输线的温度不能低于样品定量环和阀的温度。

时间

转到方法 > 顶空，滚动到时间设置，然后输入 HS 使用的时间参数所需的值。

表 9 时间参数

参数	注释
GC 循环	运行后 GC（或 GC/MS）系统返回到就绪状态所需的总时间。请参阅《操作》指南中的 确定 GC 循环时间 。
样品瓶平衡	样品瓶在加热箱中达到温度平衡的时间，包括任何振摇时间。一般情况下，如果预计时间未知，则至少从 15 分钟开始。
进样持续时间	将样品从样品定量环通过传输线吹扫到 GC 中所分配的时间。缺省进样时间为 0.50 分钟。

在确定通量时，HS 将使用这些参数。对一系列样品而言，最重要的值是 **GC 循环时间**。如果过短，样品将在 GC 或 GC/MS 就绪之前准备好。根据序列操作设置，这可能会导致样品终止或意外结果。如果 **GC 循环时间** 过长，通量可能会降低，但至少 HS 会按照方法保持样品处理。

此外，HS 在将样品瓶装入加热箱时还要考虑其他时间。这些时间包括：

- 所有加热区达到稳定温度的 30 秒等待时间
- 某些操作的固定等待时间，如样品盘移动、传送装置移动和提升器移动
- 阀切换的固定等待时间
- 其他内部处理时间

HS 将考虑所有这些时间，以及方法设定值的顺序，以确定处理样品瓶的最有效方案。

样品瓶和定量环

转到方法 > 顶空，然后滚动到样品瓶和定量环设置。

表 10 样品瓶和定量环参数

参数	注释
样品瓶体积	选择样品瓶体积，10 mL、20 mL 或 22 mL。
振摇值	有 9 个振摇级别。请参阅样品瓶振摇。直接输入值（1 到 9），或输入 0 以禁用它。浏览器界面将显示每个级别的样品瓶的频率（振摇次数 / 分钟）和加速度。

填充模式

转到方法 > 顶空，然后滚动到填充模式设置。注意，可用的设置取决于填充模式。

表 11 填充模式参数

参数	注释
样品瓶填充模式	<ul style="list-style-type: none">• 缺省：恒定流量• HS 确定如何填充样品定量环。 有关详细信息，请参阅“对样品瓶加压”。
样品瓶填充压力	用于进样的目标样品瓶压力。 <ul style="list-style-type: none">• 样品瓶的压力必须足够高，才能通过样品定量环传输样品。• 对于某些样品，在平衡过程中产生的压力足以进行顶空进样。• 请勿超过任何样品瓶压力限值。• 避免设置低于平衡过程中产生的压力的值。 有关详细信息，请参阅“对样品瓶加压”。
样品瓶填充流量	如果平衡后样品瓶自然内部压力与目标压力之间的变化很小，应避免大流量。有关详细信息，请参阅“对样品瓶加压”。
填充体积	只有将填充模式设置为恒定体积时才可用。用于对样品瓶加压的气体的特定体积。
压力平衡时间	在样品瓶加压过程中分配给样品瓶平衡压力的时间。缺省时间为 0.50 分钟。

表 11 填充模式参数 (续)

参数	注释
定量环填充模式	<ul style="list-style-type: none">• 如果使用缺省, HS 将为其他定量环参数选择合理的值。• 如果使用自定义, 则其他定量环参数将变为启用状态以进行编辑。有关详细信息, 请参阅“填充样品定量环”。
定量环阶升速率	在自定义模式下, 当样品瓶压力和定量环压力之间的差别很小时, 应避免使用高流量。缺省值: 20 psi/min。
最终定量环压力	在自定义模式下, 设置最终样品定量环压力。在缺省模式下, 将显示最终压力。有关详细信息, 请参阅“填充样品定量环”。
定量环平衡	在自定义模式下, 缺省值为: 0.05 min。

放空和吹扫

在样品瓶之间，HS 将吹扫取样探针、样品定量环和排气口。请参阅图 23。缺省吹扫流量是 100 mL/min，持续 0.5 分钟。

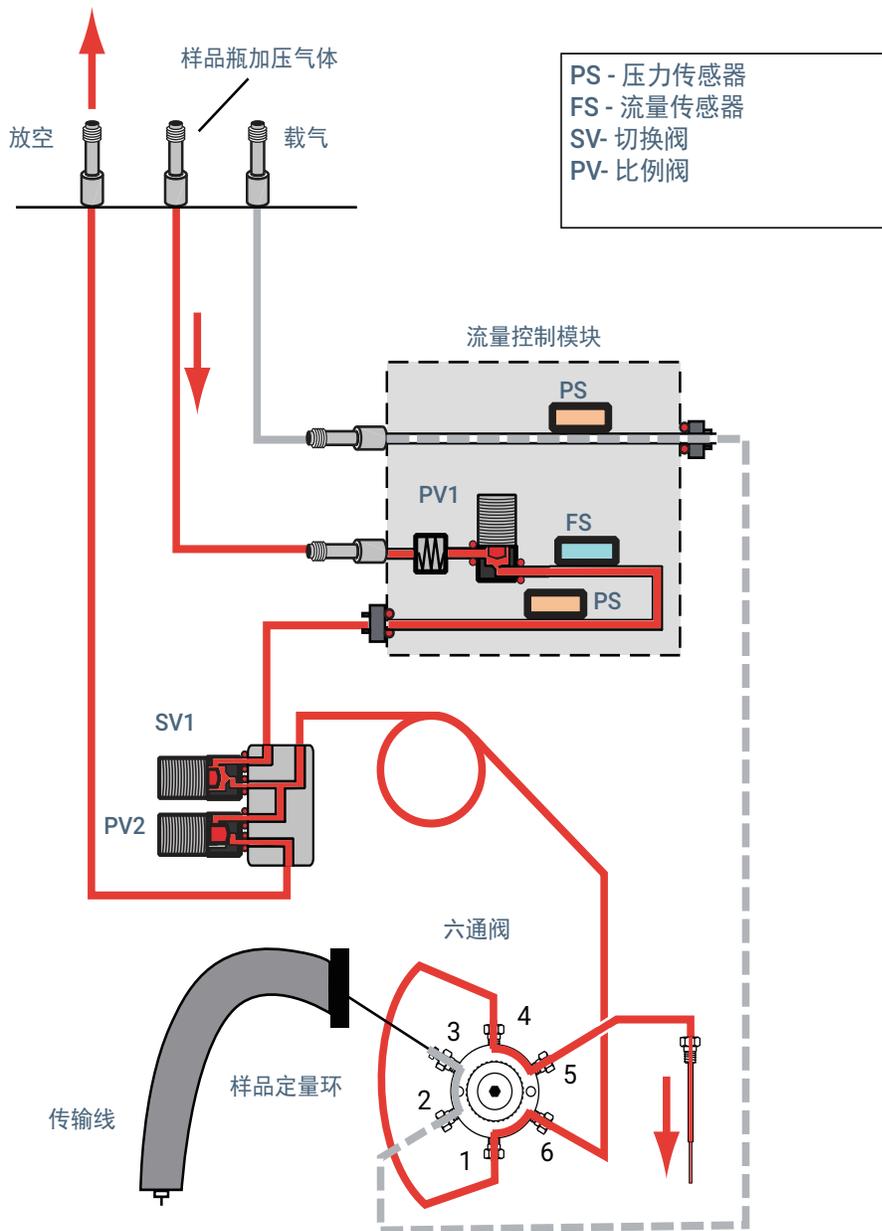


图 23. 吹扫时间期间的流路

要设置放空和吹扫参数，请转到方法 > 顶空，然后滚动到放空和吹扫设置。只有在使用除单次以外的萃取模式时，这些参数才适用。对于单次萃取，在进样循环期间总是放空样品瓶压力。

表 12 放空和吹扫参数

参数	注释
在最后一次萃取操作之后放空样品瓶压力	在开始 GC 运行的进样循环期间，将放空样品瓶残留压力。将对样品瓶重新加压以进行下次萃取。
在萃取操作之间放空样品瓶压力	选择在每次萃取之间放空样品瓶压力。将对样品瓶重新加压以进行下次萃取。
吹扫流量模式	缺省： HS 使用 100 mL/min 的样品瓶加压气体流量吹扫样品定量环、排气口和取样探针 1 分钟。 自定义： 输入吹扫流量和时间。 关闭： 不建议使用。HS 不会在样品之间进行吹扫。
吹扫流量	在样品瓶加压过程中分配给样品瓶平衡压力的时间。缺省进样时间为 0.50 分钟。
吹扫时间	为吹扫取样探针、定量环和出口分配的时间。

如果有残留，可尝试增加吹扫流量或吹扫时间，以清除系统中任何残留的样品蒸汽。

注意，HS 通常在吹扫时间的前半部分吹扫取样探针（包括样品定量环）并放空，然后关闭放空阀，只吹扫取样探针（和样品定量环）。如果吹扫时间是 0.1 至 0.2 分钟，前 0.1 分钟将吹扫排气口和取样探针，剩余的时间只吹扫探针。如果吹扫时间少于 0.1 分钟，HS 将在整个时间内同时吹扫取样探针和排气口。

其他参数

除上述参数外，其余顶空进样器方法参数将在下面各章节进行讨论：

- 萃取模式
- 动态泄漏检查
- 方法参数摘要
- 方法序列操作
- 使用参数增量

如果使用可选的条形码读取器，则从触摸屏的**设置**下设置所使用的条形码类型。请参阅第 60 页上的“**设置 > 配置 > 顶空**”。在浏览器界面上，这些设置显示在**方法 > 配置 > 顶空**下方。

开发和改进方法

本节介绍如何使用各种 8697 HS 功能改进方法。它提供了有用的提示和背景信息，可帮助您使用 HS 开发方法。这不是对顶空色谱的一般性讨论，而是帮助您使用 8697 HS 达到最佳效果的信息收集。

使用参数增量

初始方法的目标是安全地获得结果 — *任何* 结果。一旦确定了一种安全萃取足以供 GC（或 GC/MS）分析的样品的方法，下一步通常是经验确定平衡温度、时间和振摇级别，提供满足您需求的最佳优化。

为此，可使用 HS 的参数增量功能。参数增量功能可在连续运行中以设定的量增加加热箱温度、样品瓶平衡时间或样品瓶振摇级别。

要使用参数增量，请执行以下操作：

- 1 使用浏览器界面打开 GC 的连接。
- 2 转到方法选项卡并调用所需方法。
- 3 滚动到其他（方法开发）。
- 4 启用您想在后续运行中增加方法设置吗？
- 5 选择温度、样品瓶振摇或样品瓶平衡。
- 6 输入适当的参数。有关详细信息，请参阅下面的“加热箱温度”、“样品瓶平衡时间”或“样品瓶振摇级别”。
- 7 保存此方法。
- 8 确定所需的样品瓶数。
 - 该参数将递增，直到超过指定的上限。（有关示例，请参阅表 13。）
 - 将范围除以增量并向上四舍五入。
- 9 准备样品瓶并将其装入样品盘（或传送装置）中。
- 10 使用参数增量方法创建一个序列来运行每个样品瓶。
- 11 开始序列。
 - HS 将开始序列，每次运行一个样品瓶，并随着每次循环增加所选参数，直到它超过任何一个参数的指定上限。
 - 使用状态显示查看当前方法参数。当 HS 为每个新样品瓶增加方法参数时，新值显示为设定的温度、时间或振摇级别。

加热箱温度

当增加加热箱温度时，考虑下列事项：

- 高温通常会改善峰面积。
- 请勿超过溶剂（或分析物）沸点。
- 增加温度可以提高通量。
- 所有加热区以相同的速率增加。如果加热区达到（或将超过）其最高温度，它将对任何剩余的样品瓶保持其最高温度。例如，假设起始加热箱温度为 175 °C，传输线温度为 200 °C，样品定量环温度为 190 °C。如果按 10 °C 递增，在第五次运行时，样品定量环温度应为 230 °C，而加热箱温度应为 215 °C。由于会超过样品定量环的最高温度，所以在第五次和第六次运行时温度保持在 225 °C。请参阅下面表 13 中的示例。

表 13 在每个步长 10°C 的参数增量期间的示例温度（以 °C 为单位）

加热箱	传输线	样品定量环
175	200	190
185	210	200
195	220	210
205	230	220
215	240	225
225	250	225

- 在这种情况下，样品瓶将连续运行。没有重叠，因为每个样品瓶的加热箱温度不同。
- 请勿输入超过样品盘中可用样品瓶数量的系列。

样品瓶平衡时间

当增加样品瓶平衡时间时，考虑下列事项：

- 如果升高温度可能会引入比分析物更多的溶剂或使样品降解，则增加平衡时间。
- 在这种情况下样品瓶可以重叠。
- 请勿输入超过样品盘中可用样品瓶数量的系列。

样品瓶振摇级别

当增加样品瓶振摇时间时，考虑下列事项：

- 在这种情况下，样品瓶必须连续运行，因为每个样品瓶的振摇级别不同。
- 振摇对高 K 值分析物、大量液体样品和更粘稠的液体样品产生的影响最明显。

样品瓶体积

HS 使用机械臂或在将样品瓶装入取样探针时确定样品瓶体积。

样品瓶振摇

HS 以 9 个级别振摇加热箱中的样品瓶。输入 **0** 可禁用振摇，或输入 **1** 到 **9**，9 表示最高振摇级别。

在给定的加热箱温度下，更高的振摇级别会增加面积计数。

样品定量环体积

始终配置正确的样品定量环体积。HS 根据配置的样品定量环体积来控制某些操作参数，如样品定量环填充。

在检测限执行痕量分析时，较大的定量环很有用。

当直接连接到 GC 色谱柱时，小定量环有助于实现峰保真度。

对样品瓶加压

如第 10 页上的“**使用阀和定量环进行静态顶空进样**”中所述，HS 对样品瓶加压，然后通过样品定量环将样品瓶放空到大气。HS 可以控制通过定量环的气体传输速率，样品瓶内初始柱头压力以及进样结束时样品瓶内的残留压力。

- 为了获得更多可重复的结果，请确保样品瓶中含有足够的压力，以便对样品定量环进行多次吹扫。如果样品瓶在热平衡过程中产生的压力低于 70 kPa (10 psi)，则可以考虑增加额外的气体来提高压力。如果样品瓶压力较低，可能会导致重复性问题或峰面积较低（由于到达样品定量环的样品不足）。
- HS 可使用 3 种不同模式对样品瓶加压。使用适合样品的样品瓶加压模式。
- 设置目标样品瓶压力，使其高于在热平衡过程中产生的压力。（否则，您会意外地放空样品！）

恒定流量

这是缺省的样品瓶加压模式，适用于大多数分析。HS 使用固定流量将样品瓶加压到指定级别。这样可以减少对样品瓶的“振摇”。

- 如果样品瓶压力变化不大，应避免大流量。
- 使用此模式时，可以使用自定义样品定量环填充选项。

压力

在这种模式下，HS 将样品瓶尽可能快地加压到目标级别。这种模式重复了在早期 Agilent 顶空进样器（G1888 和 7694）上使用的过程。使用此模式时，可以使用自定义样品定量环填充选项。

恒定体积

在这种模式下，样品瓶产生了自然内部压力。HS 进样器随后将固定体积的气体插入样品瓶中。在这种情况下，最终样品瓶的实际压力是未知的，因为它取决于初始压力和增加的气体体积的压缩因子。

由于样品瓶内部压力是未知的，这种模式排除了使用高级样品定量环填充选项。HS 将确定用于填充样品定量环的最佳设置。

当确切的摩尔量很重要时，这种模式很有用。

当使用这种模式时，可能会出现样品瓶压力不足的情况。如果进样后最终样品瓶压力低于 1 psi（约 7 kPa），当样品定量环 / 样品瓶压力达到 1 psi 时，HS 将停止进样。

填充样品定量环

HS 提供两种模式来填充样品定量环：**缺省**和**自定义**。在**自定义**模式下，您可以通过设置最终样品定量环（样品瓶）残留压力和填充样品定量环的阶升速率来控制用于填充定量环的样品瓶压力。

无论使用哪种模式，在填充样品定量环之前，都应该产生或增加足够的样品瓶压力。填充定量环依赖于样品瓶和定量环（放空到大气）之间的压差。请参阅图 24。在初始样品瓶压力非常低的情况下，例如 7 kPa (1 psi)，您将更多地依赖扩散而不是气流来将样品传输到定量环。结果将会受到影响。

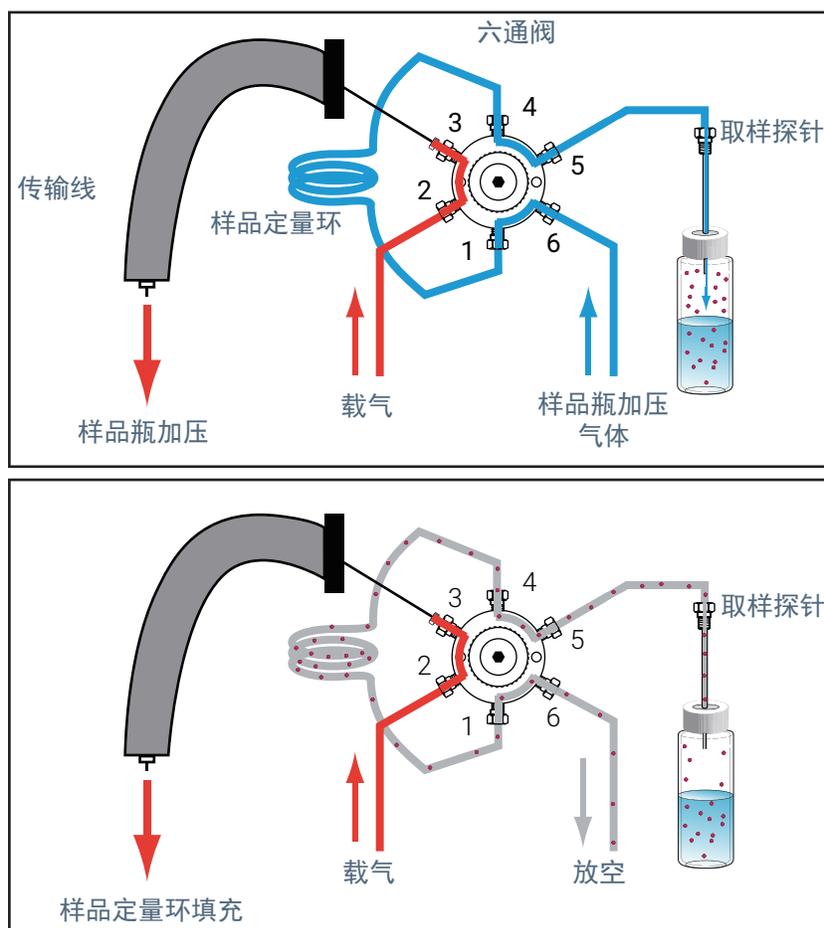


图 24. 样品定量环填充

要使好的可重复的样品传输到定量环中，应形成或增加足够的样品瓶压力。

如果从较低的初始样品瓶压力 (< 70 kPa/10 psi) 开始，应尝试增大样品瓶压力。如果结果或重复性提高，则没有足够的压力填充样品定量环。

缺省

这种模式应该足以进行许多分析了。根据初始样品瓶压力（除了使用**恒定体积**样品瓶加压模式外，该压力是已知的），HS 将计算填充样品定量环的最佳流量和最终样品瓶压力。HS 将从样品瓶填充样品定量环，调整流量，直到使用样品至少吹扫样品定量环一次。

如果初始样品瓶压力较低，HS 将进行调整。

- 在 NTP 下，最终样品瓶压力不能低于 1 psi (6.9 kPa)。
- 在使用恒定体积样品瓶填充模式时，可能会出现样品瓶压力不足的情况。如果进样开始时的样品瓶压力导致最终样品定量环 / 样品瓶压力低于 1 psi (~7 kPa)，HS 将在样品定量环 / 样品瓶压力达到 1 psi 时停止进样。

HS 如何计算缺省样品定量环填充参数：HS 在计算缺省样品定量环体积时考虑了样品瓶体积和大气条件。

样品瓶体积	绝对压力	阶升速率
10 mL	最终压力 - 2/3 初始压力	40 psi/min
20 mL	最终压力 - 5/6 初始压力	20 psi/min

仪器上显示的 NTP 压力是绝对压力 - 1 个标准大气压。

自定义

在这种模式下，您可以设置定量环填充的速率，最终样品定量环压力，以及定量环填充后达到平衡的时间。如需要，请参考图 24。

定量环阶升速率：从样品瓶到定量环的压力衰减速率。如果您怀疑在定量环填充过程中丢失了过多的样品，则可降低流量。

最终定量环压力：由于样品定量环和样品瓶是相连的，这也是最终样品瓶压力。HS 不能在样品瓶上抽真空。

- 一般情况下，设置大于 7 kPa (1 psi) 的值。
- 最终压力应提供足够的压力降（从初始值降低），以确保填充样品定量环。
- 如果设置为 **0**，HS 将控制样品定量环填充，直到样品定量环（和样品瓶）压力达到 1 psi（约 6.9 kPa）。然后放空阀将完全打开。HS 此时不会控制进样系统。当相对于大气的压力达到 0 时，放空阀将关闭。使用此设置可能无法提供可重复的结果。
- 如果设置为 0 和 1 psi (6.89 kPa) 之间的值，则会显示警告。HS 尝试将放空控制到此值，但可能会造成重复性或样品的损失。

定量环平衡：设置样品定量环在填充之后稳定的时间。

可能存在的问题

- 如果使用较小的样品定量环，并且峰面积很小，则表明可能对定量环进行过度吹扫。如果在给定的样品条件和定量环体积下，样品瓶初始压力和最终压力之间的差别太大，则可能会有太多的样品流过定量环到达排气口。尝试降低样品瓶压力或减小初始压力和最终压力之间的差别（这样可以减少顶空体积吹扫到样品定量环的时间）。
- 如果使用较大的样品定量环，而峰面积很小，则表明可能没有将足够的样品吹扫到定量环中。尝试增大样品瓶压力或设置较低的定量环最终压力（这样可以增加顶空体积吹扫到样品定量环的时长）。

萃取模式

有三 (3) 种可用的萃取模式：**单次、多次和浓缩**。有关 HS 对每种模式的操作的详细描述，请参阅第 51 页上的“**序列、萃取模式和样品瓶盖穿孔**”。

单次萃取

在这种模式下，HS 将平衡样品瓶，将其穿孔一次，填充样品定量环（一次“萃取”），然后开始运行，同时将样品注入 GC。

如果在一个序列中样品瓶出现多次，则会完全重新处理该样品瓶（无论是在独立模式下，还是使用 Agilent 数据系统）。

多次萃取

多次萃取模式的两种典型用途是动力学研究和校正。

注意，在萃取过程中只对样品瓶盖穿孔一次。

浓缩萃取

此模式对于痕量分析很有用，在此分析中，样品在被吹扫到 GC 色谱柱上之前，会累积在 GC 进样口或其他捕集阱中。这种模式需要使用多模式进样口或其他类型的捕集阱。

优化通量

HS 可自动管理其计时，使提交给它进行处理的样品的通量实现最大化。开始序列后，它将比较对每个样品瓶使用的方法，然后确定如何及何时将每个样品瓶放入加热箱中，使 GC 运行之间的任何停机时间达到最短。它根据以下条件进行分析：

- HS 计时参数（等待时间、平衡时间等）
- 所输入的 GC 循环时间的准确度
- 序列中使用同一方法的连续样品瓶的数量
- 每个方法之间 HS 参数中的差异
- 实际 GC 运行时间和所输入的 HS 参数（如载气流量或压力程序）的值之间的任何差异

HS 通量分析不考虑其他 GC 设置，如 GC 柱箱温度或进样口温度变化。HS 无法将 MS 溶剂等待时间或 GC 运行完成后发生的其他外部事件计算在内。如果这些类型的计时问题变得很重要，则必须在 **GC 循环** 参数中包括它们。例如，假设对进样口的温度进行编程。在下次运行之前，进样口必须冷却下来。这需要一些时间，在此期间，GC 为“未就绪”状态，HS 可能在加热箱中有样品。如果冷却时间过长，样品保留在 HS 加热箱内的时间也会过长，这会触发**系统未就绪**序列操作。在这种情况下，您可能需要考虑增加 **GC 循环**。

可能使通量增加的做法：

- 对使用类似的 HS 加热箱温度和振摇的样品进行归组
- 对样品进行排列，以避免加热，然后冷却 HS 加热箱。以增加 HS 加热箱温度的顺序分析样品。

可能使通量降低的做法：

- 在序列中输入更改 HS 加热箱或振摇参数的连续行。
- 输入需要 HS 加热箱冷却，然后加热，然后再冷却的连续序列行。

对新方法进行设置

虽然 HS 可以运行包含许多方法的序列，但在单个 HS 序列中使用的所有方法必须具有以下共同点：

- 相同的样品定量环体积
- 相同的气体类型

所有其他参数，包括样品瓶体积，对于序列中的样品可以不同。

任何需要不同样品定量环体积或气体类型的样品都不能与另一种方法的样品同时运行。安装必需的硬件并重新配置 HS。

执行空白运行

在开发方法之后始终执行几次空白运行。使用空白检查是否有残留。如果发现残留，则解决它。请参阅《故障排除》手册。

9 方法开发
执行空白运行

HS 早期维护反馈 98

本章介绍顶空进样器的早期维护反馈功能。

HS 早期维护反馈

HS 向 GC 的 EMF 功能添加了一些计数器，可在触摸屏或浏览器界面的**维护 > 顶空**中找到。下面的**表 14**列出了 HS 跟踪的消耗品，以及 HS 用于跟踪消耗品的事件的类型。例如，HS 通过计算进样循环次数来跟踪传输线的使用情况。

表 14 8697 计数器

项	计数器
机械臂垫片	样品盘机械臂移动次数
顶空开启时间	仪器正常运行时间
顶空运行次数	进样循环次数
探针	进样循环次数
样品定量环	进样循环次数
六通阀转子	进样循环次数
六通阀	进样循环次数
传输线	进样循环次数
样品盘校准	仪器正常运行时间
放空管	进样循环次数
放空阀	进样循环次数

在开始序列之前，GC 将检查 HS EMF 计数器以确定可用的使用寿命。如果运行序列将导致一个 EMF 计数器触发服务警告，则 GC 将显示一条警告消息，但不会阻止序列运行。

设置、重置或禁用 HS EMF，就像 GC 上的任何其他 EMF 一样。有关使用 EMF 的详细信息，请参考 GC 帮助。