

厦门市宏业工程建设技术有限公司作业指导书	文件编号：XHYJ3c-04-F
Agilent682 型气相色谱仪	第 1 页 共 5 页
	年 月 日 第 次修订
	颁布日期：2009 年 07 月 01 日

1 概述

1.1 适用范围：适用于公共场所及室内环境中苯及 TVOC 含量的检测。

1.2 主要技术指标

1.2.1 柱箱操作温度：室温以上 4℃～425℃。

1.2.2 程序升温：升温速率为 0.1℃/min～75℃/min。

1.2.3 温阶：5 阶程序升温。

1.2.4 毛细管分流/不分流进样口：背压设计可以独立调节分流流量而不影响柱流量，柱头压力可以在 0～30psi 之间调节，最高操作温度为 400℃。

1.2.5 隔膜吹扫填充柱进样口：柱头压力范围为 0～100psi，内置隔膜吹扫流量为 1.5ml/min。

1.2.6 FID 最高操作温度：425℃。

1.2.7 最小检出限：<5pg 碳/sec，用 N₂ 作载气和 0.29mm 口径的喷嘴测丙烷。

1.2.8 线性动态范围：<±10%，10⁷ 用 N₂ 作载气和 0.29mm 口径的喷嘴。

1.2.9 采样速率：可达到 200HZ。

1.2.10 工作环境温度：5～40℃。

1.3 使用环境条件

1.3.1 环境温度：10℃-40℃。

1.3.2 环境湿度：≤80%RH。

1.3.3 大气压力范围：86kPa-106kPa。

2 操作步骤

2.1 分别打开氮气、氢气和空气钢瓶的开关阀。检查三个气瓶出口压力是否低于 0.3Mpa，否则应当及时更换该气瓶。

2.2 打开柱箱门，检查所安装的色谱柱与所分析的项目是否相符。

2.3 开机：按下 6820 主机右边底部的电源开关键，待发出两声嘀声并在显示器窗口显示“开机正常”后方可继续操作，否则停机待查。

2.4 设定流量

2.4.1 当使用毛细管柱（TVOC 分析）时，设定色谱柱（不分流进样）和分流放空流量：

2.4.1.1 确认主机左面通向 FID 检测器的氢气、空气、辅助气旋钮，处于“关”的位置。

厦门市宏业工程建设技术有限公司作业指导书	文件编号：XHYJ3c-04-F
Agilent682 型气相色谱仪	第 2 页 共 5 页
	年 月 日 第 次修订
	颁布日期：2009 年 07 月 01 日

2.4.1.2 按【柱箱】键，将温度设定为 50℃，等待温度稳定。

旋钮 设定气体	空气	氢气	辅助气		气体压 力调节 器	设定流量(ml/min)		设定压力(psi)	
			TVOC	苯		TVOC	苯	TVOC	苯
空气	开	关	关	关	开(上)	360-400		37-40	
氢气	关	开	关	关	开(中)	35-40	60-65	17	25
辅助气	关	关	开	关	开(下)	35	0	56-60	

2.4.1.3 以逆时针方向转动“总流量”旋钮，打开 N₂（载气）气流。

2.4.1.4 在检测器排气出口处接皂膜流量计（以下简称“流量计”）测柱流量。

2.4.1.5 用“总流量”旋钮（粗调）和“柱头压力”旋钮（细调）调节并测定柱流量，直至达到 2ml/min 为止。

2.4.1.6 把流量计接到“分流/不分流”放空出口处，用“总流量”旋钮调节进样口放空流量，测其值直至达到 15~20ml/min 为止。

2.4.2 当使用填充柱（苯分析）时，设定色谱柱流量：

2.4.2.1 确认通向 FID 检测器的氢气、空气、辅助气旋钮，处于“关”的位置。

2.4.2.2 将柱箱温度设定为 90℃，等待温度稳定。

2.4.2.3 在检测器出口处接上流量计，用“载气流量”旋钮调节并测定柱流量，直至达到 50ml/min 为止。

2.4.3 设定 FID 的氢气、空气、辅助气流量：

在保持柱流量（已确定）情况下，按表中要求将“关”的旋钮旋至关的位置后，方可转动“开”的旋钮调节压力（先）或流量（后），并在检测器出口测定流量直至设定值。

流量设定值= 测得的流量值 - 柱流量

2.5 设置分析方法

2.5.1 在电脑桌面上打开 Cerity QA-QC 图标，进入色谱工作站系统。

2.5.2 首次使用工作站系统，应对色谱分析方法（包括色谱条件、数据处理参数等）进行设置并保存。

2.5.3 TVOC 分析方法的设置：

厦门市宏业工程建设技术有限公司作业指导书	文件编号：XHYJ3c-04-F
Agilent682 型气相色谱仪	第 3 页 共 5 页
	年 月 日 第 次修订
	颁布日期：2009 年 07 月 01 日

2.5.3.1 点击打开“方法”视窗，点击“简要信息”选项，点击“创建”，在“选择操作”多选框中选定“创建新方法”。在“新方法名”文本框中输入“TVOC 分析法”，按“确定”键。

2.5.3.2 点击“采集”选项，进入“进样口参数”窗口，先确认前进样口的加热温度为关，然后在后进样口界面中将加热温度设为开，温度值设为 220℃，进样模式设为“不分流”模式。

2.5.3.3 进入“柱箱参数”窗口，在“加热器”文本框中，加热器设为开，初始温度设为 50℃；在“柱箱温度梯度”文本框中，“初始”栏的温度设为 50℃，保持时间设为 5min，“梯度 1”栏的升温速率设为 5℃/min，最终温度设为 220℃，保持时间设为 5min，“梯度 2”栏的升温速率设为 0。

2.5.3.4 进入“检测器参数”窗口，在“前检测器”界面，将“温度”和“电位计”打勾，温度值设为 250℃。

2.5.3.5 点击“分析”选项，再点击“积分”和“初始设定”选项，分别将斜率灵敏度、峰宽、面积截除、峰高截除设为 2.000、0.050、0.800、0.200。

2.5.3.6 点击“输出”选项，在“报告规格”窗口中，选定“外标报告”。

2.5.3.7 上述操作完成后，按“保存”。在“方法列表”框中显示的时间就是“TVOC 分析法”设定或修改的最新时间。

2.5.4 苯分析方法的设置：

2.5.4.1 同 2.5.3.1，将“TVOC 分析法”改为“苯分析法”。

2.5.4.2 同 2.5.3.2，只不过先确认后进样口的加热温度为关，将前进样口的“温度”设为开，温度值设为 150℃。

2.5.4.3 同 2.5.3.3，只不过将初始温度设为 90℃，保持时间设为 7min，“梯度 1”栏的升温速率设为 0。

2.5.4.4 同 2.5.3.4，只是温度值设为 150℃。

2.5.5.5 同 2.5.3.5，只是将斜率灵敏度、峰宽、面积截除、峰高截除设为 5.000、0.080、1.000、1.000。

2.5.5.6 同 2.5.3.6。

2.5.5.7 同 2.5.3.7。

2.6 方法下载：点击“仪器”视窗，再点击“状态”选项，单击“下载”。在方法选择框中选定已设置的“TVOC 分析法”或“苯分析法”，按“确定”键。这样，进样口、柱箱和检测器的参数值已自动设定到主机上。

厦门市宏业工程建设技术有限公司作业指导书	文件编号：XHYJ3c-04-F
Agilent682 型气相色谱仪	第 4 页 共 5 页
	年 月 日 第 次修订
	颁布日期：2009 年 07 月 01 日

2.7 检测器（FID）点火：待检测器温度上升至 150℃时，分别将主机左边的“氢气”和“空气”旋钮旋至“开”的位置，按下【点火】键。要确定火焰是否点燃，用凉的表面光亮的物体（如镜子或镀铬板手）放在 FID 出口处。如有凝结的水雾出现，表示火焰已经点燃。

2.8 注册样品：点击“样品”视窗，再点击“编辑”选项，在“样品注册”框中分别输入样品名、适用的分析法和操作者姓名，单击“注册样品”。

2.9 进样：按【前检测】键，待“输出”值低于 20（检测 TVOC）或 30（检测苯）且基本稳定不变时，表明基线已走平。用 1ml 气密性注射器自 100ml 针筒取出 1ml 气体样品，垂直且迅速插入进样口隔垫，直插到底。用右手食指快速压入推杆后，将进样针快速垂直拔出，同时按【开始】键，此时“运行”指示灯亮。

2.10 点击“仪器”视窗，点击“实时绘图”选项，在电脑上可看到真实的在线色谱图。当样品分析完成时，点击“样品”视窗，选定已完成的样品名，单击“结果”、“报告”次级视窗就可查看积分结果和报告内容。

2.11 关机

2.11.1 将主机左面的“氢气”、“空气”和“辅助气”旋钮旋至“关”的位置。

2.11.2 2 分钟后，退出电脑工作站。在主机面板上依次按【柱箱】、【前进样】或【后进样】、【前检测】键，分别将其中的温度值设为 30℃、100℃或 150℃、120℃。

2.11.3 待柱箱、进样口和检测器温度均下降至设定值，关闭主机电源。

2.11.4 关闭氢气、空气和氮气钢瓶开关阀。

3. 维护与保养

3.1 操作前应检查气源压力是否符合要求，气路连接管接头是否漏气。

3.2 对于隔膜吹扫填充柱进样口，用针进样 8 次需更换新隔垫；对于毛细管分流/不分流进样口，用针进样 15 次需更换新隔垫。

3.3 进样口玻璃衬管三个月清洗一次，O 形圈三个月更换一次，分流孔板和垫圈四个月清洗一次。

3.4 FID 检测器内部喷嘴和收集极使用一段时间后会沉积脏物，脏物会降低灵敏度，导致色谱噪声和毛刺，应定期（一般为三个月）拆下进行超声波清洗或更换新备件。

3.5 停机时间在一周以内，不必关电源，只将检测器、进样口和色谱柱温度降至 30℃，降低载气（N₂）流量，使色谱柱不断通入 N₂ 以节约能源和保护色谱柱。

厦门市宏业工程建设技术有限公司作业指导书	文件编号：XHYJ3c-04-F
Agilent682 型气相色谱仪	第 5 页 共 5 页
	年 月 日 第 次修订
	颁布日期：2009 年 07 月 01 日

- 3.6** 长时间（半个月）停用色谱仪，需拆下色谱柱并用废旧隔垫堵住柱的两端，同时用堵头密封进样口柱接头和 FID 柱接头。
- 3.7** 检测中若发现异常情况，应立即停止操作并通知设备维修人员。
- 3.8** 仪器设备应按照检定周期检定，合格后方可使用。

