

# DANI HSS86.50

## 顶空进样器

## 操作手册

(仅供参考)

## 目 录

第一节	1-1
安全信息	1-2
安全标志	1-2
1. 总述	1-3
1.1 进样系统	1-3
1.1.1 样品盘	1-3
1.1.2 恒温炉	1-4
1.1.3 顶空气传输装置	1-4
1.2 程序编辑器	1-6
1.2.1 阀时间区	1-7
1.2.2 显示区	1-7
1.2.3 控制区	1-7
1.3 气体流路	1-10
1.3.1 气路	1-10
1.4 技术规范	1-12
第二节	2-1
2. 操作原理	2-1
2.1 操作总述	2-1
2.1.1 等待状态和样品瓶平衡	2-1
2.1.2 刺穿样品瓶隔垫和样品瓶加压	2-2
2.1.3 填充样品环	2-2
2.1.4 传送到气相色谱	2-3
2.1.5 结束阀循环和样品瓶复位	2-3
2.1.6 持续处理样品瓶	2-4
2.2 多重顶空抽提操作	2-8
2.2.1 多次刺穿隔垫	2-8
2.2.2 一次刺穿隔垫	2-8
第三节	3-1
3. 准备一个方法	3-1
3.1 参数	3-1
3.2 阀循环	3-4
3.2.1 设定阀循环时间和事件检查	3-5
3.3 最优化程序	3-6
3.3.1 最优化参数	3-6
3.4 默认方法	3-7
3.4.1 默认方法 1	3-7
3.4.2 默认方法 2	3-8
3.5 锁和开锁	3-8
3.6 编程示范	3-9
3.6.1 方法编辑示范	3-9
3.6.2 阀循环编辑示范	3-9
3.6.3 方法序列编辑示范	3-10

---

3.6.4	最优化程序编辑示范	3-12
3.6.5	多重顶空抽提编辑示范	3-13
第四节		4-1
4.	安装和启动	4-1
4.1	安装	4-1
4.1.1	环境要求	4-1
4.1.2	场地	4-1
4.1.3	气体供给	4-1
4.1.4	连接到气相色谱	4-2
4.1.5	电源连接	4-2
4.1.6	检漏测试	4-3
4.1.7	样品瓶体积设定	4-4
4.1.8	打开恒温炉	4-4
4.2	启动	4-5
4.2.1	电源供应	4-5
4.2.2	设定气体压力	4-5
4.2.3	检查程序	4-5
4.2.4	状态	4-6
第五节		5-1
5.	使用注意事项	5-1
5.1	温度	5-1
5.1.1	炉温	5-1
5.1.2	进样系统温度	5-1
5.1.3	传输管线温度	5-1
5.2	气体调节	5-1
5.2.1	载气流速	5-1
5.2.1	辅助气压力	5-2
5.3	平衡	5-2
5.3.1	恒温时间	5-2
5.3.2	摇晃	5-3
5.4	样品瓶密封	5-3
5.4.1	样品瓶密封隔垫	5-3
5.4.2	样品瓶密封	5-3
5.5	灵敏度, 准确性, 精确度	5-3
5.5.1	样品环大小	5-3
5.5.2	样品量	5-3
5.5.3	样品组分	5-4
5.5.4	多重顶空抽提	5-4
5.5.5	样品影响	5-4
5.5.6	添加剂	5-5
第6节		6-1
6.	用户维护	6-1
6.1	更换样品环	6-1



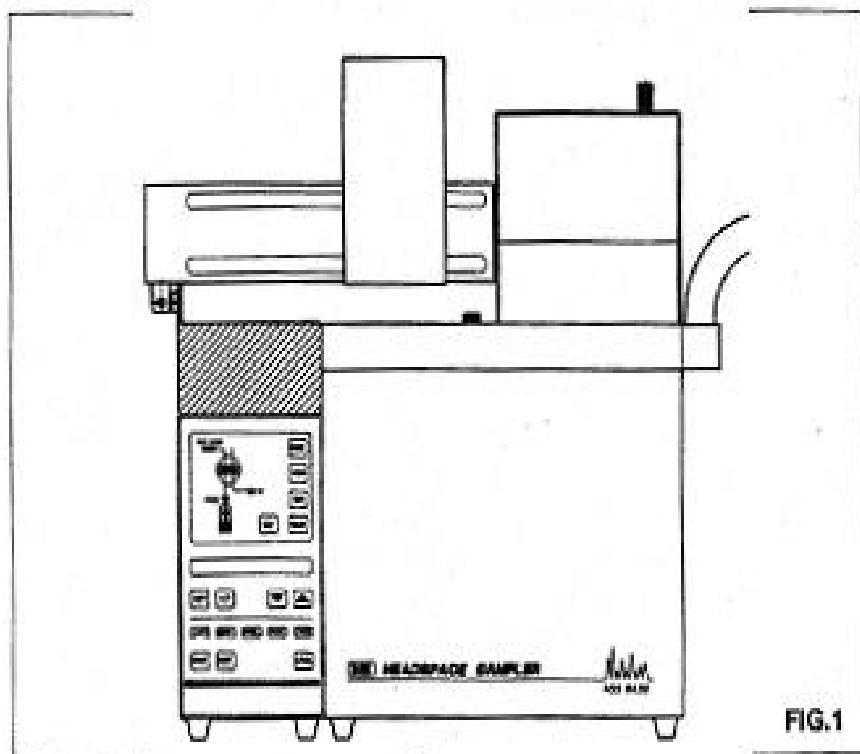
6.2	更换进样针	6-1
6.3	更换传输管线端口	6-1
6.4	蒸气清洗进样系统	6-2
第7节		7-1
7.	错误	7-1
7.1	自动诊断检查	7-1
7.2	电源错误	7-1
7.3	样品瓶复位错误	7-2
7.4	样品装载错误	7-2
7.5	样品瓶释放错误	7-3
7.6	硬件错误或电力不足	7-3
7.7	平衡炉移动错误	7-4
7.8	炉温错误	7-4
7.9	参数增加错误	7-4
7.10	上下移动错误	7-4
第8节		8-1
8.	外部通讯	8-1
8.1	连续通讯界面	8-1
8.1.1	参数传送	8-1
8.1.2	状态请求	8-2
8.1.3	实际值请求	8-2
8.1.4	阀时间传送	8-2
8.1.5	开始命令传送	8-4
8.1.6	重设命令传送	8-4
8.1.7	标识数字	8-4
8.2	BCD 输出	8-4
第9节		9-1
附录 A		9-1
静态机械测试		9-1
附录 B		9-2
移动夹位置		9-2
第10节		10-1
消耗品		10-1
其它		10-1
服务工具包和部件号		10-2



## 第一节

### DANI HSS86. 50

### 顶空进样器



顶空气相色谱是确定低挥发或不挥发样品中的挥发性组分的一种选择方法。  
本手册是对使用 DANI HSS86. 50 进样器的一般指导。它包含仪器安装和操作的指引和标准，  
也包含 HSS86. 50 维护和更换部件的信息。

## 信息

DANI 公司可能对本手册中内容随时修正而不预先通知。

DANI 公司对本手册中的错误或不正确使用本手册指示或仪器不负任何责任。

操作仪器前，建议操作人员认真阅读本手册。

## 安全信息

DANI HSS86.50 是符合 IEC 安全一级标准的仪器。

本仪器是根据认可的安全标准来设计和测试的。

对本仪器任何部件维修时应先断开交流电源。

万一样品瓶在恒温炉中破裂或溢出，再次使用前必须先干燥仪器。

## 安全标志

用户必须依照本手册的安全信息操作以确保安全。

注意

要求注意可能对用户造成伤害的环境或可能的状况。

警告

要求注意可能损害或破坏仪器或用户工作的环境或可能的状况。

---

## 1. 描述

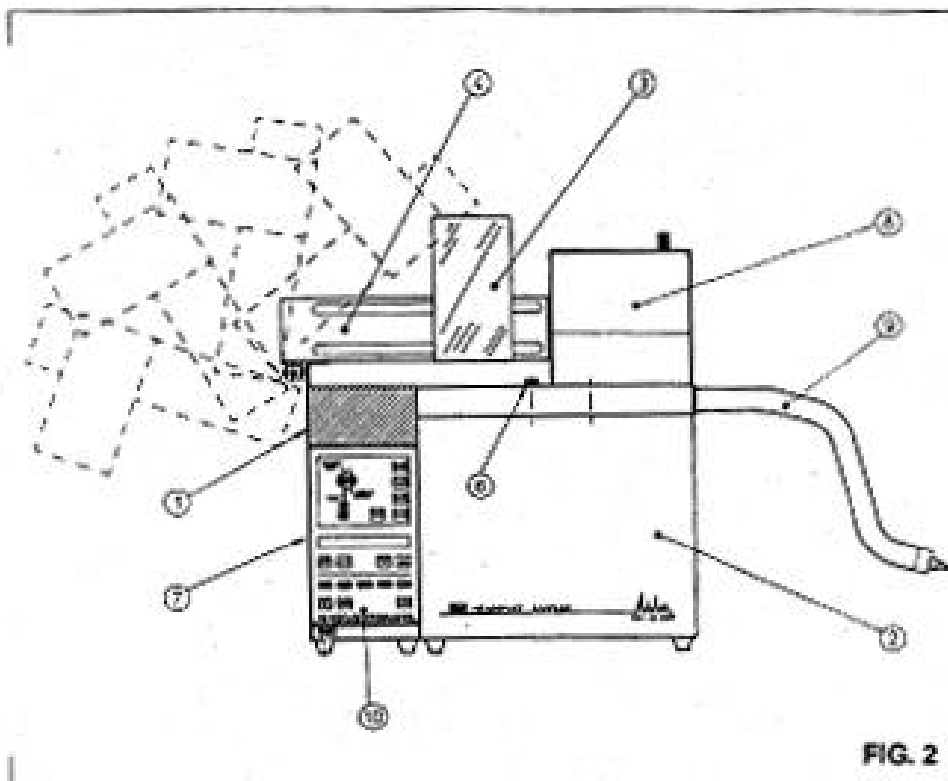
DANI HSS86.50 顶空进样器的简洁机箱(图. 1)包括有:

- 1.1 进样系统
- 1.2 编辑器
- 1.3 气体系统

### 1.1 进样系统

进样系统由三个主要装置组成(图. 2/3):

- 1.1.1 样品盘
- 1.1.2 恒温炉
- 1.1.3 顶空气传送装置



#### 1.1.1 样品盘

44 位样品盘位于机箱(1-图. 2)左边, 一条伸缩带, 被分成独立的位置, 通过直流马达驱动。样品盘可前后移动装载样品瓶。

### 1.1.2 恒温炉

恒温炉(2-图. 2)带六个样品瓶位旋转托盘, 最大操作温度 200℃, 1℃增量。样品瓶传送系统由支撑桥(4-图. 2/3)带一个机械手(3-图. 2)组成, 传送系统通过炉子顶部的进/出孔(5-图. 3)把样品瓶从样品盘放到恒温炉中。

通过翼形螺钉(6-图. 2/3)可以打开炉上部盖子, 如 4.1.6 所描述。

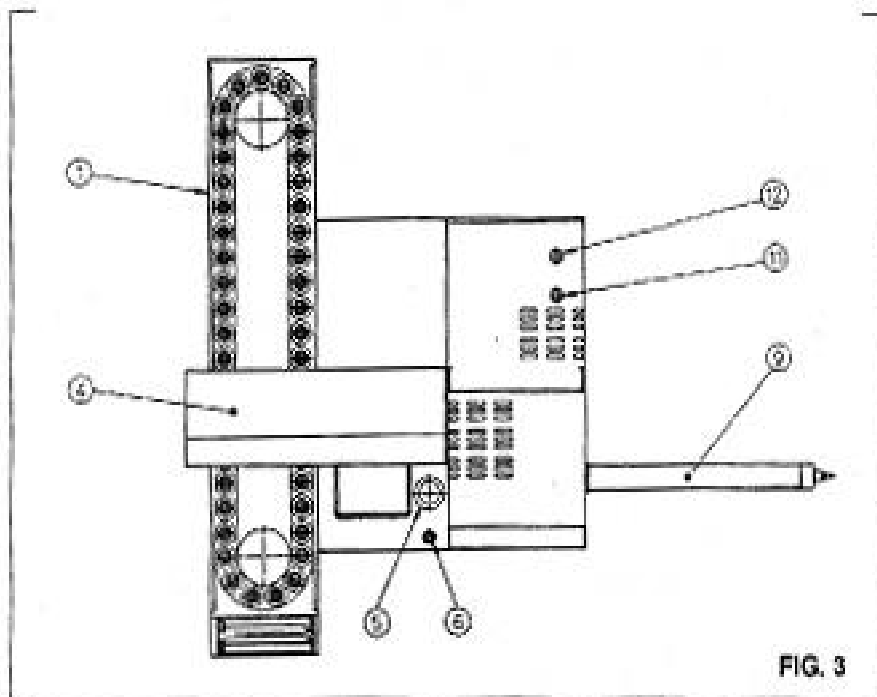
在样品平衡过程中, 可以摇晃样品瓶。移开左边后部的面板可以接触到线路板。

### 1.1.3 顶空气传送装置

顶空气传送装置是基于“阀”和“定量环”系统, 并内置于绝热盒中(8-图. 2)。进样针, 由切换阀和样品环组成顶空气传送系统, 最高控制和操作温度 200℃, 1℃增量。86.50 到气相色谱的传输管(9-图. 2/3)为可加热管, 顶空气传送系统和传输管被加热防止样品冷凝。在仪器底部靠左边是程序编辑面板(10-图. 2)。

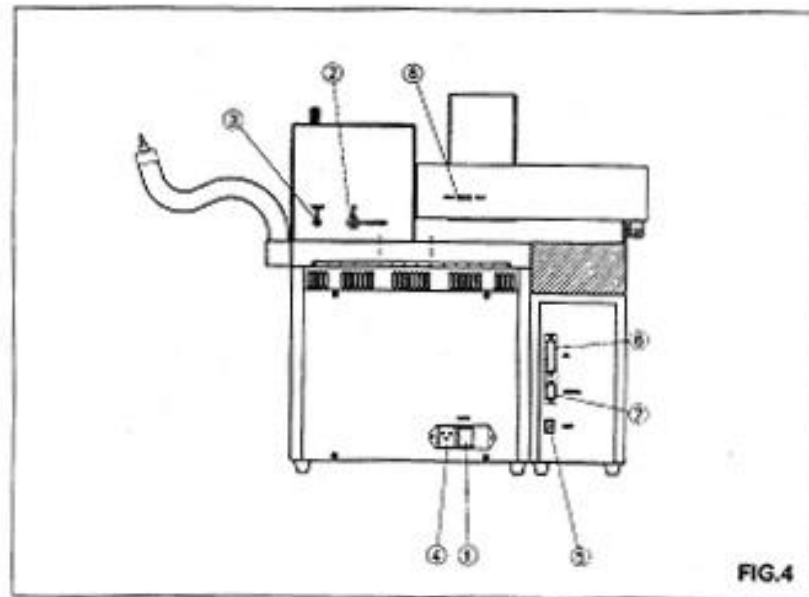
#### 在机箱顶部有:

- 载气压力调节旋钮(11-图. 3)
- 辅助气压力调节旋钮(12-图. 3)





在箱子的后部有：



- 主开关
- 气体入口
- 排放阀出口
- 电源线插口
- 远程操作电缆线插口
- BCD 输出
- 连续通讯接口
- 不同样品瓶体积选择器

## 1.2 编辑器

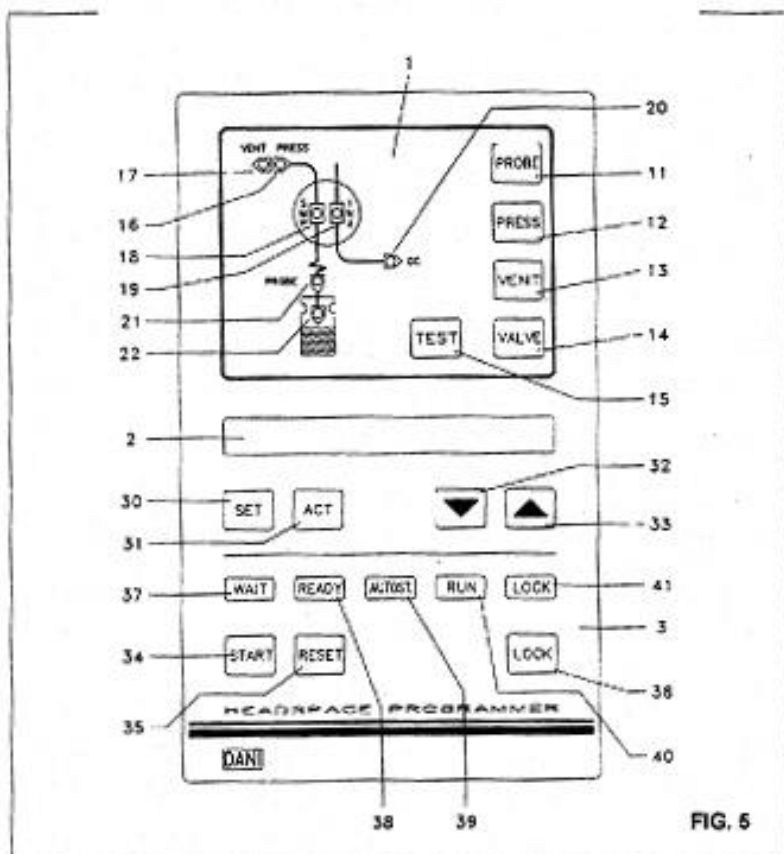
充分由微处理器提供对进样系统的完全控制。参数(温度, 平衡时间, 同一样品重复分析次数等), 操作功能(摇晃, 方法序列, 重复, 等)和所有操作步骤的阀时间表(加压, 进样, 排放等)都存储在方法中, 共可存储 4 种方法。

整个面板(图. 5)被分为 3 个区域:

### 1.2.1 阀时间区

### 1.2.2 显示区

### 1.2.3 控制键区



### 1.2.1 阀时间区

操作人员可以在阀时间(1-图. 5)区设定一个分析循环中的阀动作。

- “PROBE” 键(11-图. 5)，用于开始和停止阀时间操作，表示针刺进和拔出样品瓶。
- “PRESS” 键(12-图. 5)，用于改变加压阀状态。
- “VENT” 键(13-图. 5)，用于改变排放阀状态。
- “VALVE” 键(14-图. 5)，用于改变切换阀状态。
- “TEST” 键(15-图. 5)，用于确认阀时间的设定。

简易面板表示实际的阀状态，如相关指示灯亮(16-17-18-19-20-21-22 图. 5)

### 1.2.2 显示区

显示区可显示 16 位数字和字母

### 1.2.3 控制区

控制区(3-图. 5)有 7 个键和 5 个状态灯。

- “SET” 键(30-图. 5)，用于滚动被选择运行分析循环的参数，按此键，显示下述操作参数：

- 1 - **METHOD** : 1 位，范围 1-4；选择操作方法。
- 2 - **OVEN TEMP.** : 3 位，范围 0-200℃；设置恒温炉操作温度。
- 3 - **MANIFOLD TEMP.** : 3 位，范围 0-200℃；设置进样系统操作温度
- 4 - **TUBE TEMP.** : 3 位，范围 0-220℃；设置传输管温度
- 5 - **INCUB. TIME** : 3 位，范围 0-300min；设置任一样品在炉中平衡时间。
- 6 - **SAMPL INTERV.** : 2 位，范围 2-99min；选择进样间隔时间。应大于 GC 分析时间。
- 7 - **FIRST VIAL N.** : 2 位，范围 1-44，选择第一个运行的样品瓶位置。
- 8 - **LAST VIAL N.** : 2 位，范围 1-44，选择最后一个运行的样品瓶位置。
- 9 - **SAMPLE REPEAT** : 2 位，范围 1-10，选择同一样品瓶重复进样次数。
- 10 - **SINGLE PUN.** : 同一样品瓶多次进样时，是否一次刺穿样品瓶隔垫，选择 YES 或 NO。
- 11 - **SHAKING** : 选择样品瓶在平衡时是否摇晃。三种模式供选择：NO(无)，SOFT(低速)或 FAST(快速)。
- 12 - **METHOD SEQ.** : 4 位，范围 0000-4444；选择不同操作方法运行样品。
- 13 - **TRAY POS.** : 4 位，范围 1-44；样品盘中最先运行的样品位置。
- 14 - **CAROUSEL POS.** : 2 位，范围 1-6；炉中最先运行的样品位置。

- “ACT” 键(31-图. 5)用于显示下述参数的实际值：

- 1 - **ACT. OVEN** : 3 位，显示实际炉温。
- 2 - **ACT. MANIF** : 3 位，显示顶空气传送系统实际温度。
- 3 - **ACT. TUBE** : 3 位，显示传输管实际温度。
- 4 - **CARR. PRESS** : 4 位，显示载气实际压力(bar)。
- 5 - **AUX PRESS** : 4 位，显示辅助气实际压力(bar)。
- 6 - **I. S.** : 12 位，显示样品瓶在炉中实际位置。6 对数字表示，炉中

6 个样品位置对应样品瓶在样品盘位置。

例如：如 1 号样品瓶放于炉中位置 1，其它位置空，则显示数值：<010000000000>

又例如：

<020000000000>2 号样品瓶在位置 2，其它位置空。

<010200000000>1 号样品瓶在位置 1，2 号样品瓶在位置 2，其它位置空。

<000010110000>10 号样品瓶在位置 3，11 号样品瓶在位置 4，其它位置空。

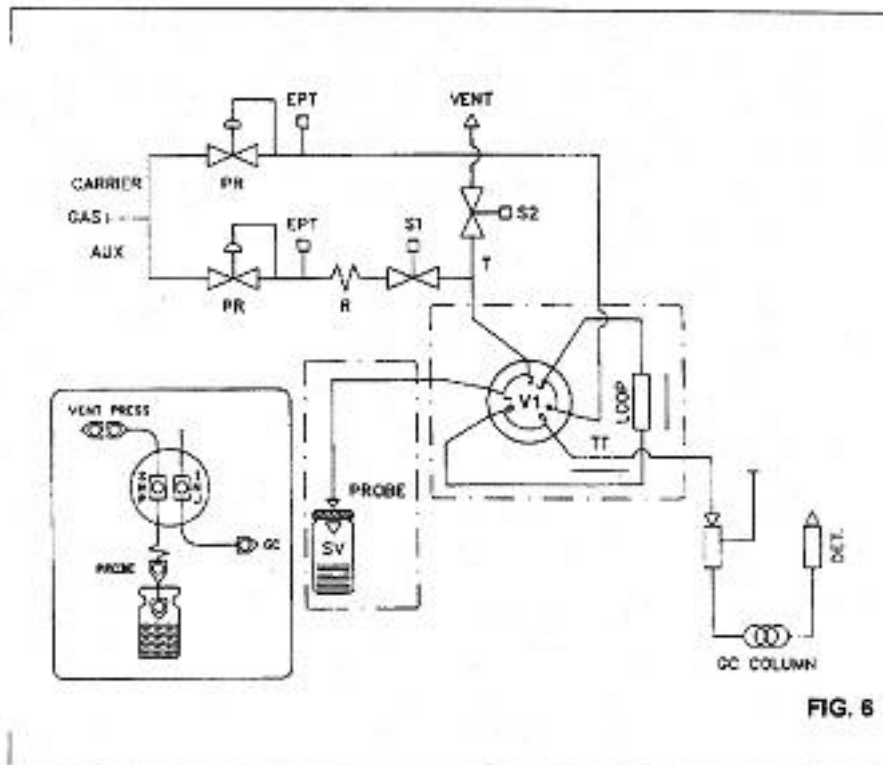
<394041424344>39-40-41-42-43-44 号样品瓶分别在位置 1-2-3-4-5-6。

- “√” 和 “^” 键，用于改变参数值。
  - “START” 键，用于启动分析循环。
  - “RESET” 键，用于恢复程序循环到开始点。
  - “LOCK” 键，用于锁键盘，避免运行过程中误改数值。
  - “WAIT” 灯，当 86.50 没有准备好启动分析循环时灯亮。它表示恒温炉温度没有达到设定值。
  - “READY” 灯，当 86.50 准备好开始分析循环时灯亮。
  - “AUTOSTART” 灯，如果 86.50 等待达到设定的炉温时灯亮，达到设定温度时自动开始分析循环。当处于等待状态时按 “START” 键，此时 “WAIT” 灯和 “AUTOSTART” 灯亮。
  - “RUN” 灯，当 86.50 运行分析循环时灯亮。
  - “LOCK” 灯，当锁住 86.50 键盘时灯亮。
-

### 1.3 气体流路

HSS86.50 进样系统如图 6，由“阀”和“定量环”装置组成，它可以把样品瓶中的已知量气相精确注进气相色谱中。

#### 1.3.1 气路



从进气口进入气体被分为两路：

- **载气** 包括压力调节器 (PR-图. 6)，输出口接到切换阀的接口 4 (V1-图. 6)
- **辅助气** 包括一个压力调节器，限流器，输出接到电子阀 “PRESS” (S1-图. 6)。接着通过一个 T 形接头 (T-图. 6) 到电子阀 “VENT” (S2-图. 6) 和到切换阀接口 2 (V1-图. 6)

两路气体的压力值由两个电子压力传感器 (EPT-图. 6) 提供在显示屏上读出。

气路系统也包括：

- 电驱动六通切换阀 (V1-图. 6)。
- 1ml 定量环 (LOOP-图. 6)，定量顶空气样品，连接到气体切换阀接口 3-6。
- 静态的进气针，连接到气体切换阀接口 1。
- 传输管线 (TT-图. 6)，连接到切换阀接口 5 和 GC 进样口。
- 进气针，气体切换阀和定量环组成进样系统，进样系统，传输管线和恒温炉中的样品瓶 (SV-图. 6) 都可以控制温度。

## 1.4 技术规范

DANI HSS86.50 顶空进样器

### 样品瓶

样品瓶数	: 44
样品瓶材料	: 中性玻璃
样品瓶体积	: 20ml 10ml (配有适配器)
样品瓶隔垫	: 聚四氟乙烯涂上丁烯橡胶 : 聚四氟乙烯涂上硅橡胶
样品瓶铝圈	

### 恒温炉

温度范围	: 高于室温 15°C 至 200°C 1°C 增量
精确性	: 整个范围的 0.5%
稳定性	: ±0.5°C
加热	: 通过强制空气电力加热

### 进样系统

温度范围	: 高于室温 15°C 至 200°C 1°C 增量
精确性	: 整个范围的 0.5%
稳定性	: ±0.5°C
加热	: 电子加热
进样阀	: MV65/106HT, 6 通阀
进样环	: 1ml 体积, 镍管 : 3ml 体积, 镍管(可选)
传输管线	
温度	: 高于室温 15°C 至 220°C 1°C 增加
精确性	: 整个范围的 2.0%
稳定性	: ±0.5°C
加热	: 电子加热

### 恒温炉样品盘

样品瓶数	: 6 位
摇晃	: 低速, 马达步幅: 100 步/sec : 快速, 马达步幅: 200 步/sec

### 程序编辑器

微处理器	: 8bit
控制键	: START, RESET, LOCK, SET, ACT, UP, DOWNR,
操作灯	: WAIT, READY, AUTOSTART, RUN, LOCK
阀时间键和相关灯	: PROBE, PRESS, VENT, VALVE, TEST

### 显示器

16 位数字和字母显示屏

### 气体控制

载气:

- 带数字压力读数的压力调节器(对部件号.0310.100 001 和部件号. 0310.100 002)
- 带数字压力读数的流量调节器(对部件号.0310.100 003)

辅助气

- 带数字压力读数的压力调节器(对所有版本)

### **控制界面**

RS232 系列通讯

样品数字 BCD 输出

### **控制信号**

远程启动输出

### **自动诊断测试**

RAM

ROM

炉温探针

阀温探针

传输管温探针

载气压力:

辅助气压力

### **电力要求**

电源	: 220V (±10%), 50Hz, 600VA 110V (±10%), 60Hz, 600VA
保险丝	: 3. 15AT, 250V (220V) : 6. 30AT, 250V (115V)

### **尺寸和重量**

尺寸 : 42W×47.4H×61.7D cm

重量 : 32Kg

---

## 第二节

### 2. 操作原理

#### 2.1 操作总述

当打开仪器开关时，样品盘移到开始位置，把样品放到靠近机械手的1号样品位。

同时，加热恒温炉，进样系统和传输管达到设定的温度值。

在此过程中，等待灯亮。当“准备”灯亮时，可以启动样品瓶运行。

如果在准备灯没有亮起前按“开始”键，当恒温炉达到设定温度时循环将自动开始，在这种情况下“自动开始”灯亮。

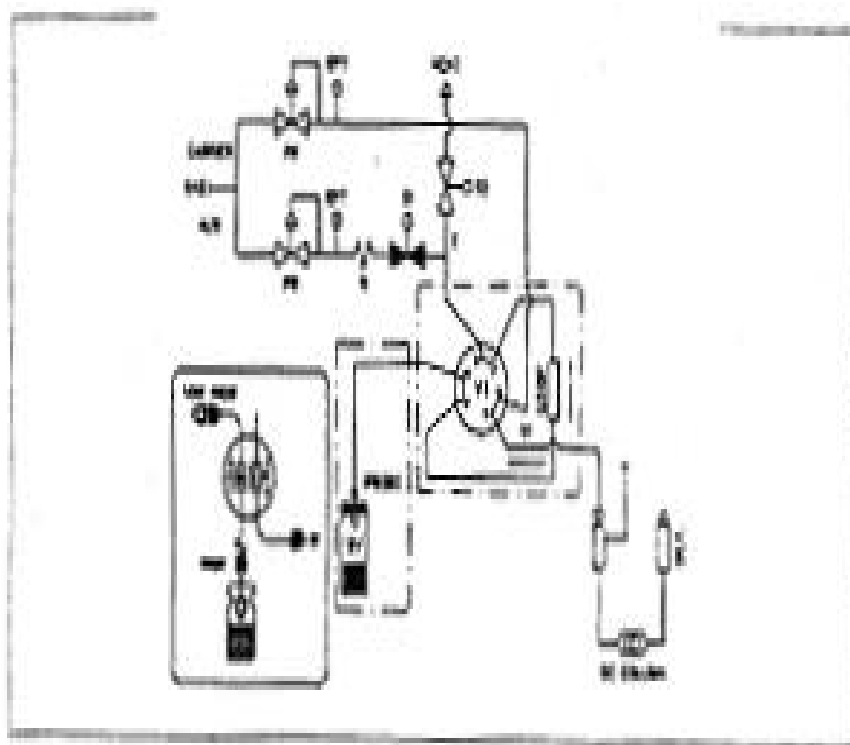
#### 注

进样系统和传输管温度不影响“等待”灯和“准备”灯的状态。

#### 2.1.1 等待状态和样品瓶平衡

S1 加压阀打开，辅助气通过 V1 阀，样品环和进样针。同时，载气通过 V1 阀流进 GC 进样口。

开始时，第一个样品瓶从样品盘进到恒温炉 1 号样品位，平衡时间开始。此时可以进行摇晃操作。

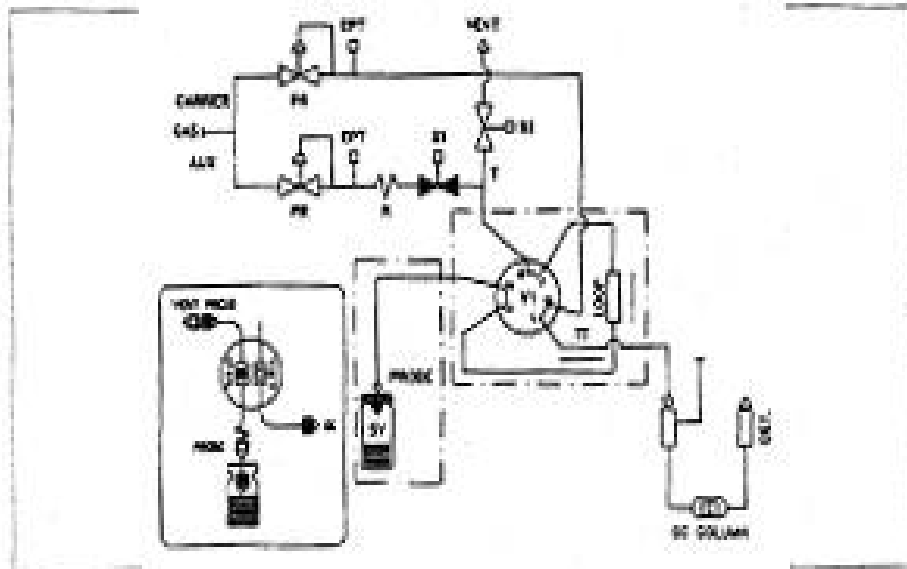




### 2.1.2 刺进样品瓶隔垫和样品瓶加压

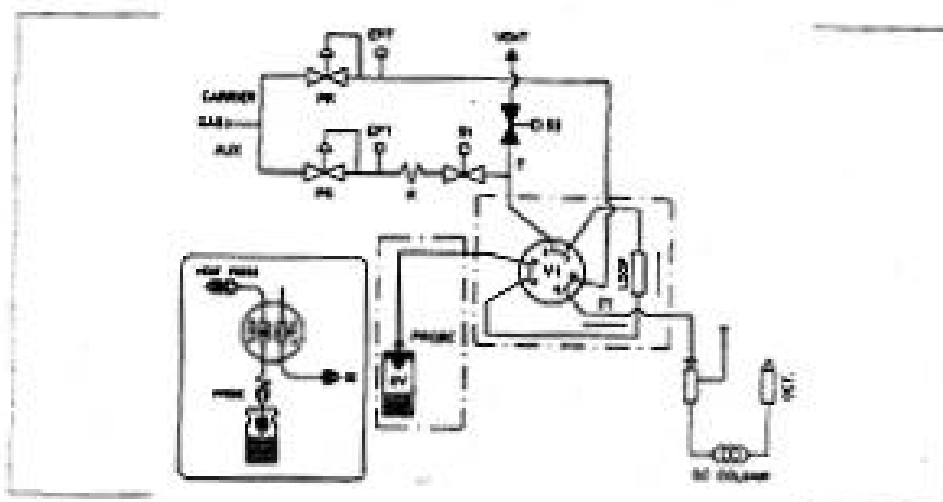
在平衡时间最后，如激活了摇晃，则摇晃停止；样品瓶移到进样针位置并被提起；S1 加压阀关闭，进样针刺进样品瓶 15mm。

在编辑的时间里，激活 S1 加压阀，样品瓶将被加压。通常设加压时间为 10 秒，这是使样品瓶中获得正压力所必须的。



### 2.1.3 填充样品环

加压后，通过打开 S2 排放阀，顶空气将充满样品定量环，有部分通过排放出口排到大气中。可通过短时间激活 S2 排放阀，5-10 秒，使定量环中的压力与样品瓶达到平衡。也可以选择延长 S2 排放阀打开时间到 10-15 秒，使定量环中的压力与大气压力达到平衡。

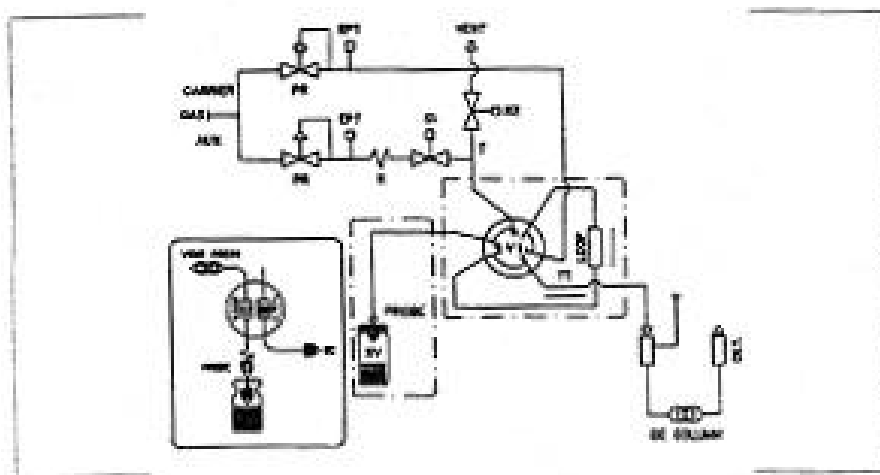


### 2.1.4 传送 GC

激活 V1 阀使定量环切换到载气传输管路上，载气通过定量环和传输管路进到 GC 进样口。

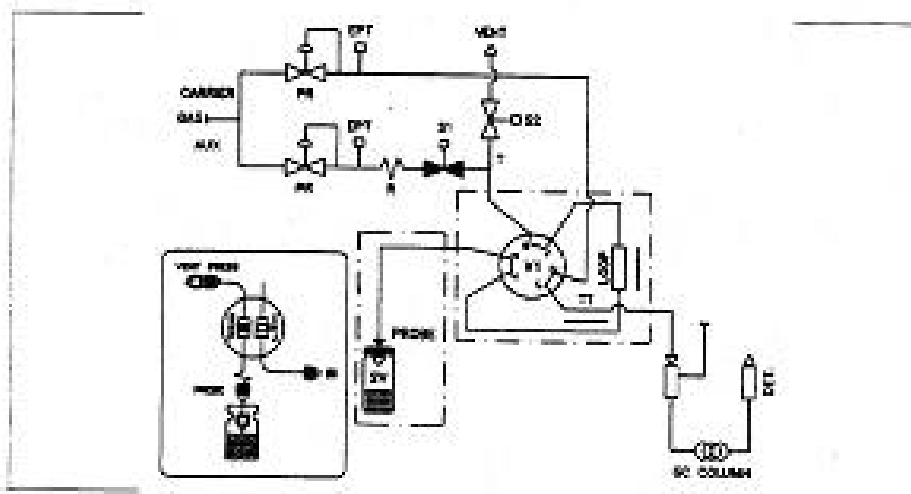
此段持续时间与进入 GC 进样口的总流量相关。例如，如果安装的填充柱流量为 30ml/min, 则传送定量环中 1ml 气相所需时间为 2 秒。

通常设定 GC 进样时间为 10 秒。



### 2.1.5 阀循环结束和样品瓶复位

样品瓶被放回最初位置。恒温炉中的样品盘旋转把样品瓶带到进/出口孔, 样品瓶通过进/出口孔被推出恒温炉, 机械臂把样品瓶带回原来样品盘中位置。S2 排放阀被激活 30 秒吹扫排放管路, 阀循环回复到等待位置。



### 注意

当分析有毒样品时，应在顶空气排放口加装适当的过滤罩吸收有毒化合物。

## 2.1.6 持续运行样品瓶

为了在 GC 运行过程中获得相同的平衡间隔，样品瓶被陆续放进恒温炉并在进样后被放回原来位置。

编辑器具有自动优化分析间隔，重复次数，平衡时间的功能，使运行所有样品所需时间最小化。

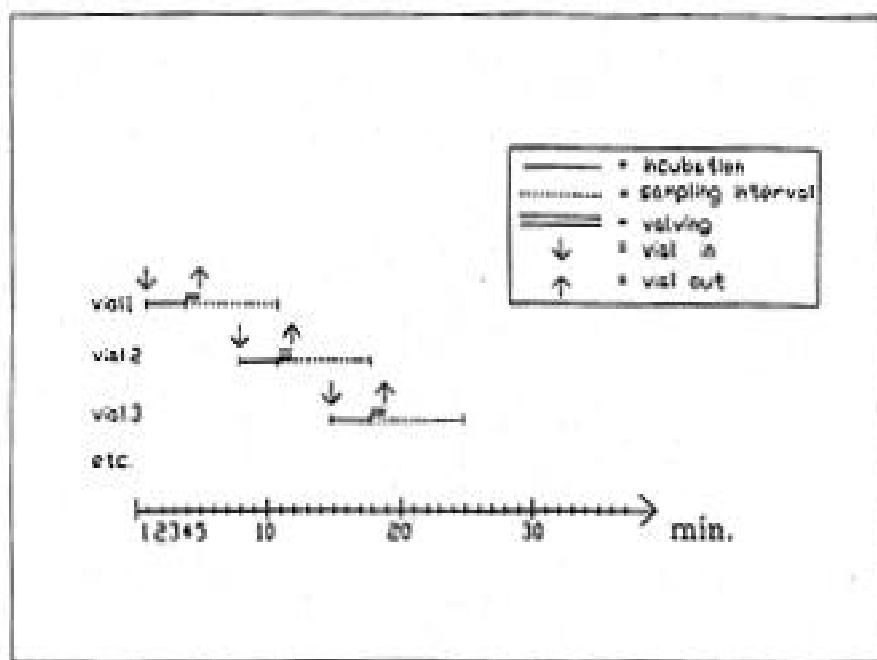
编辑器在任一进样循环进行时开始下一个样品瓶的平衡。

当平衡时间大于进样间隔(乘以重复次数)时，有时几个样品瓶会都在平衡炉中。详见下述 6 个例子，包含了所有不同的可能情况。

### 例 1: 平衡时间 < 进样间隔

平衡时间=3      进样间隔=7      样品重复次数=1

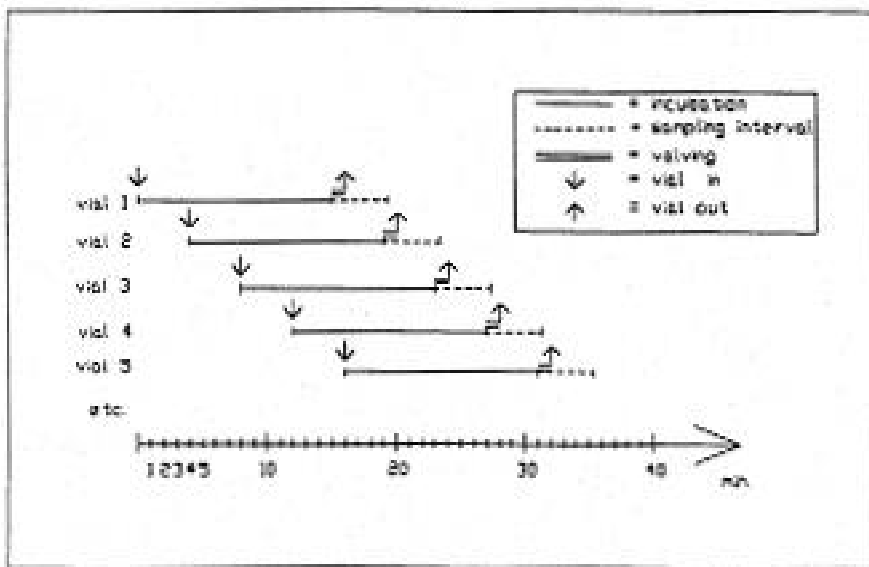
**注:** 通过设定的这些参数，多重平衡时间对此没有任何优势。



**例 2: 进样间隔 < 平衡时间 < 6 \* 进样间隔**

平衡时间=15                  进样间隔=4                  样品重复次数=1

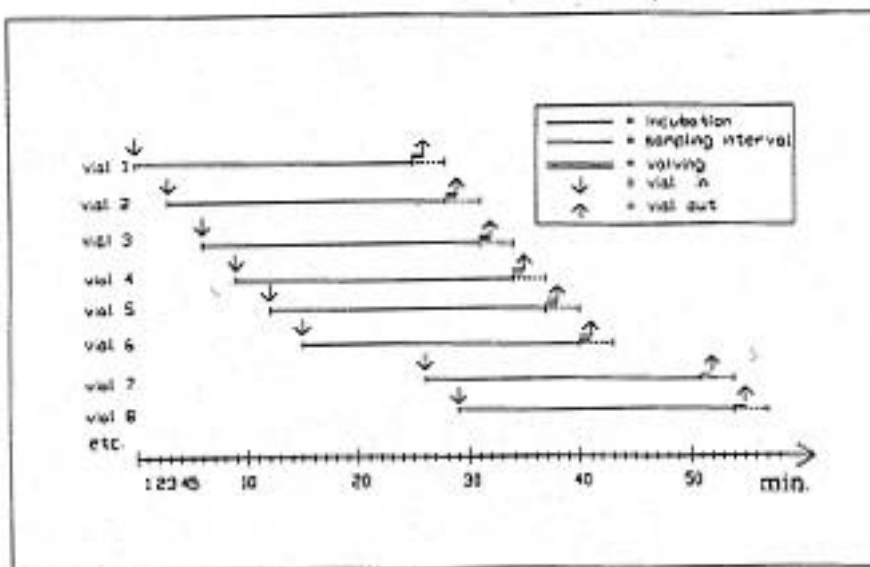
**注:** 通过设定的这些参数, 多重平衡时间可以获得最大的优势(批样品运行时间最少)



**例 3: 进样间隔 < 平衡时间 > 6 \* 进样间隔**

平衡时间=25                  进样间隔=3                  样品重复次数=1

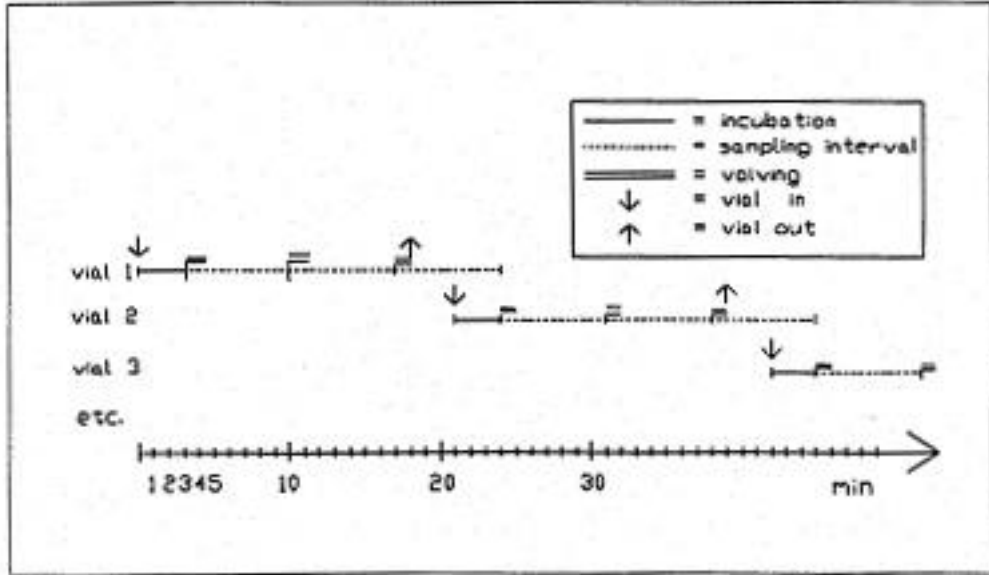
**注:** 通过设定的这些参数, 只有在样品数少于或等于 6 时获得最大的优势(批样品运行时间最少)



**例 4: 平衡时间 < 进样间隔**

平衡时间=3                  进样间隔=7                  样品重复次数=3

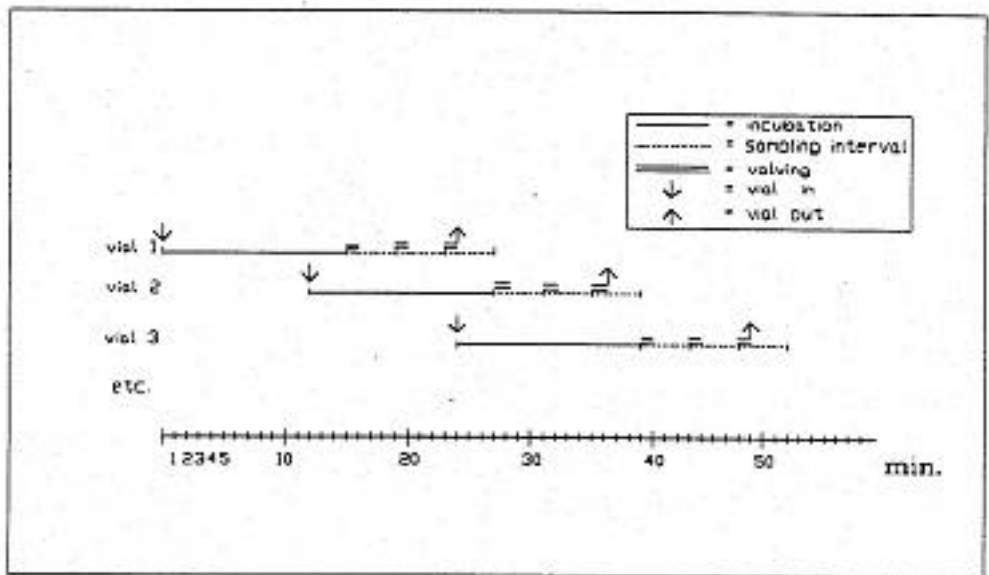
**注:** 参见例 1



**例 5: 进样间隔 < 平衡时间 < 6 \* 进样间隔 \* 样品重复次数**

平衡时间=15                  进样间隔=3                  样品重复次数=3

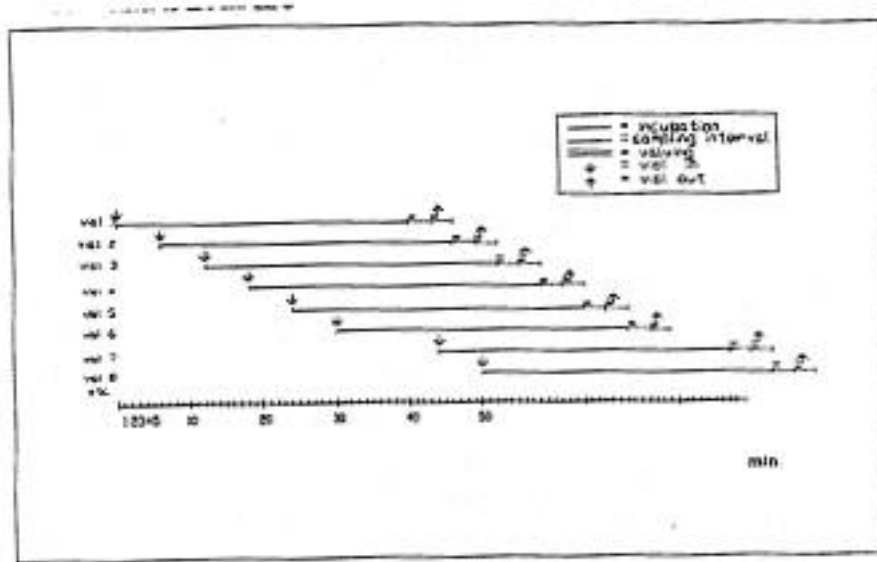
**注:** 参见例 2



**例 6: 进样间隔 < 平衡时间 > 6 \* 进样间隔 \* 样品重复次数**

平衡时间=40            进样间隔=3            样品重复次数=2

**注:** 参见例 3



## 2.2 多重顶空抽提(MHE)操作

DANI HSS86.50 可以自动运行多重顶空抽提(MHE)，同一样品多至 10 次进样。

多次进样可以两种不同的模式来进行：

- 每次进样时都刺穿样品瓶隔垫(多次刺穿)
- 只是一次刺穿样品瓶隔垫(一次刺穿)。

### 2.2.1 多次刺穿

样品瓶隔垫在每次进样时都被刺穿，阀循环运行与通常操作相同。

在每次进样后样品瓶没有从炉中回复到最初位置，而是保持在原位直到对该样品瓶最后一次进样结束。

### 2.2.2 一次刺穿

当对于所有的进样隔垫只被刺穿一次的时候，阀循环的不同如下所述：在 GC 进样时间结束后，S1 加压阀和 S2 排放阀关闭，在下次阀循环的加压步骤开始前没有流量(没有加压，没有排放)。

为了优化顶空分析，建议在 GC 进样阶段设置“中间排放”，操作如下：

- 在 GC 进样前半段时间打开 S1 加压阀并关闭 S2 排放阀使样品瓶加压。
  - 在 GC 进样后半段时间关闭 S1 加压阀并打开 S2 排放阀使样品瓶压力降低。
-

## 第三节

### 3. 准备一个方法

一个完整的方法包含所有相关参数值(温度, 进样间隔时间, 平衡时间, 等)和阀动作。本节内容请参照图. 5。

#### 3.1 参数

使用 SET 键显示设定操作。

- 1 按“SET”(30): 在显示屏上出现最后一个使用的方法数。
- 2 使用“^”和“v”键选择正确的方法数; 数值会在显示屏上出现。
- 3 连续再次使用“SET”键, 所有参数依次出现在显示屏上。
- 4 使用“^”和“v”键分别输入需要值, 可供选择的参数序列如下:

##### 1- METHOD:

有四个可供选择的方法和四个相应最优化程序, 所选方法包含所有已设参数值。86.50 内存中有两个不变的默认方法, 优化程序和默认方法见节 3.3 和 3.4 所述。

##### 2- 炉温:

恒温炉温度最高可设为 200℃, 最小操作温度由室温决定 (室温+15℃)。

按“SET”键直到“OVEN TEMP”出现在显示屏上, 再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定炉温。

---



### 注意

不要提高炉温到高于样品瓶中溶剂的沸点，高于溶剂沸点会使样品瓶中压力增加，结果在样品瓶盖造成泄漏或样品瓶破裂。高温也会提高样品组分间的不必要的相互作用。

#### 3- 气体传输系统温度

气体传达室输系统温度最高可设为 200℃，最小操作温度由室温决定（室温+15℃）。按“SET”键直到“MANIFOLD TEMP”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定气体传输系统温度。

#### 4- 传输管温度

传输管温度最高可设为 200℃，最小操作温度由室温决定（室温+15℃）。按“SET”键直到“TUBE TEMP”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定传输管温度。

#### 5- 平衡时间

平衡时间表示任一样品瓶在进样前放入恒温炉的时间（以分钟计），设定范围为 1-300。按“SET”键直到“INCUB. TIME”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定平衡时间。

#### 6- 进样间隔

进样间隔表示两次进样间的时间（以分钟计），可选间隔时间为 2-99 分钟。按“SET”键直到“SAMPL. INTERV.”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定进样间隔。

#### 7- 第一个样品瓶位置

表示第一个被运行的样品瓶位置，可选范围为 1-44。按“SET”键直到“FIRST VIAL N.”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定第一个被运行的样品瓶位置。此值的设定与最后一个样品瓶位数值相关连，不可能设置该值大于最后一个样品瓶位置。

#### 8- 最后被运行的样品瓶位置

表示最后被运行的样品瓶位置，可选范围为 1-44。按“SET”键直到“LAST VIAL N.”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定最后被运行的样品瓶位置。此值的设定与第一个样品瓶位数值相关连，不可能设置该值小于第一个样品瓶位置。

#### 9- 样品重复进样次数

样品重复进样次数表示同一样品瓶需进样次数，可设范围为 1-10。按“SET”键直到“SAMPLE REPEAT”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键分别输入需要值来设定。

#### 10- 一次刺穿：

当设定样品重复次数>1 时，此选项设定是一次刺穿隔垫，不是多次刺穿隔垫。按“SET”键直到“SINGLE PUN”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键选择“YES”或“NO”设定是刺穿模式。

#### 11- 摇晃：

表示样品瓶在平衡过程中是否需要摇晃，有两种摇晃模式：低速和快速。

#### 12- 方法序列：

方法序列表示运行批量样品的的方法顺序，通过此参数可以根据所设定的不同温度或闷时间等来运行样品，设定范围为 0000-4444。

按“SET”键直到“METHOD SEQ”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键设定所需要的值。

#### 13- 样品盘位置

表示靠近机械臂的样品盘位置，用于移动样品盘，可选为 1-44。  
按“SET”键直到“TRAY POS.”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键移动所需样品瓶到该位置。

#### 14- 恒温炉内样品盘位置

恒温炉内位于进/出口孔下方的位置，可用于移动恒温炉内样品盘，可选为 1-6。  
按“SET”键直到“CAROUSEL POS.”出现在显示屏上，再使用“^”和“v”键移动样品瓶到所需要的位置。

#### 注

- 1) 当设定样品重复次数>1 时，方法中所指平衡时间将被认为只是每一样品瓶第一次进样的平衡时间，对于后续的进样，样品瓶将会相对于进样间隔时间平衡，而不是所设定的平衡时间。
- 2) 只有当设定进样重复次数>1 时，才出现 SINGLE PUN 选项。
- 3) 当选取 SINGLE PUN. YES 时，不能激发摇晃操作。
- 4) 当选取 SINGLE PUN. YES 时，恒温炉温度和气体传输系统温度必须设置相同。
- 5) 总的进样循环时间必须小于进样间隔。

### 3. 2 阀循环

阀循环描述了通过 86.50 把样品瓶中的气相传输到气相色谱柱中的机械操作过程。循环事件的不同步骤可以通过专门的按钮来单独编辑。

**PROBE** (11), **PRESS** (12), **VENT** (13), **VALVE** (14) 键具有双重功能。

第一次按功能被激活，再按该键功能被解除。

激活该功能后，使用“^”和“v”键输入激活时间。

第一次按该功能键，显示屏显示功能为开，并显示相应的时间，相应灯亮。

要解除该功能，必须输入解除时间和再次按该功能键：显示屏显示该功能关和相应的时间，相应灯灭。

阀动作将会在两个事件间持续。

#### **PROBE 键**

此键用于激活和解除针刺进样品瓶，按此键开始 (PROBE IN) 和结束 (PROBE OUT) 一个阀循环，所有的阀循环都包含在此两个事件之间。

当第一次按“PROBE”时，阀循环时间显示为 6 秒钟，这是针刺进样品瓶前必须的时间。

#### **PRESS 键**

---

此键激活和解除样品瓶加压，如果要设置加压开始时间为第 10 秒，则必须按住“^”键直到显示 10，则“PRESS”键被激活，这时相应灯亮。如要为此设置更长的时间，则按住“^”键直到所需要的数值；接着必须解除“PRESS”键，这时相应灯灭，并存储设定值。

### **VENT 键**

此键激活和解除顶空气从样品瓶转移到定量环。如果要设置排放开始时间为第 20 秒，则必须按住“^”键直到显示 20，则“VENT”键被激活，这时相应灯亮。如要为此步设置更长的时间，则按住“^”键直到所需要的数值；接着必须解除“VENT”键，这时相应灯灭，并存储设定值。

### **VALVE 键**

此键激活和解除顶空气从定量环转移到气相色谱柱。如果要设置转移开始时间为第 30 秒，则必须按住“^”键直到显示 30，则“VALVE”键被激活，这时相应灯亮。如要为此步设置更长的时间，则按住“^”键直到所需要的数值；接着必须解除“VALVE”键，这时相应灯灭，并存储设定值。

### **注**

- 1) 在使用按键编辑顺序时，该功能还没有实际发生。
- 2) 在阀循环没有完成以前不要再次按“PROBE”键
- 3) 可以编辑不同的事件在同一时间运行。
- 4) 在一个阀循环中，任一事件可以被编辑 9 次。
- 5) 不可能设置阀循环时间大于进样间隔时间。

#### **3.2.1 检查所输入阀循环时间和事件**

按“TEST”键（15）可以检查输入的阀循环时间和事件。每一步所设定时间显示在显示屏上，从简易面板上的灯可以看到相应的不同步骤。（16-17-18-19-20-21-22）。

假如有如下阀时间：

PRESS10 秒（开始时间 10 秒-结束时间 20 秒）

VENT10 秒（开始时间 10 秒-结束时间 30 秒）

VALVE10 秒（开始时间 10 秒-结束时间 40 秒）

解释所显示的数值

第一次按“TEST”显示“10”，“PRESS”灯亮。

第二次按“TEST”显示“20”，“VENT”灯亮。

第三次按“TEST”显示“30”，“GC”灯亮。



### 3.3 最优化程序

任一方法都能与最优化程序相联合。

在最优化程序中所选的参数值在确定的样品连续进样时自动地以一定量递增。

最优化的增加量是可以选择的。

可以分别最优化两个参数：

- 恒温炉温度
- 平衡时间

#### 3.3.1 最优化参数

输入最优化程序，操作如下：

- 使用 SET 键（30-图.5）调用方法项。
- 使用“^”和“√”键滚动方法项直到出现 OPT.METHOD X，X 表示需要优化参数的方法数。
- 使用 SET 键滚动方法参数。

最后显示下述选项，选择最优化程序：

**MODE (模式):**                    可以优化炉温或平衡时间。如果要优化炉温或平衡时间则用

---

“^”和“v”键选取“OVEN TEMP”或“INCUB. TIME”。

**STEP AMOUNT (步长量):** 选取参数的步长量, 范围为 1-99 (炉温为 1°C 增量, 平衡时间为分钟), 用“^”和“v”键选取所需要的值。

### 注

- 1) 一次只能优化一个参数。
- 2) 在运行过程中不能更改“炉温”, “平衡时间”, “模式”, “步长量”。
- 3) 方法中的“样品重复次数”, “一次刺穿”和“方法序列”在相应优化程序中被限制。
- 4) 在优化程序结束后, 增加参数的最后一个值被保存在相应方法中。
- 5) 假若对于连续增加使优化的参数超出可能设定的最大值时, 会在显示屏上出现错误信息 (见 7.9)。

## 3.4 默认方法

86.50 有四个操作方法, 当打开仪器开关时自动召回最后一个使用的方法。也可得到两个固定参数设置的方法:

- 默认方法 1
- 默认方法 2

这些方法包含了固定的参数, 可供不熟悉顶空操作的用户作为方法指南。

### 3.4.1 默认方法 1

默认方法 1 包括有下述参数:

炉温.	50°C
气体传输系统温度	70°C
传输管温度	70°C
平衡时间	5min
进样间隔	5min
第一个样品瓶位置	1
最后一个样品瓶位置	44

---

样品重复次数	1
摇晃	NO
方法序列.	0000

阀循环如下:

PRESS: 9 秒, 10 秒钟开始, 19 秒钟停止

VENT: 9 秒, 20 秒钟开始, 29 秒钟停止

VALVE: 9 秒, 30 秒钟开始, 39 秒钟停止

默认方法可安载到任何可设定的方法中, 操作如下:

- 用 SET 键(30-图. 5) 召回方法项
- 使用 “^” 和 “√” 键(32, 33-图. 5) 选择需要装载默认方法 1 的方法数。
- 同时按住 LOCK 和 VENT 键(36, 13-图. 5), 则显示下列信息:

**RESTORE DEFAULT  
FOR METHOD X**

X 表示需装载默认方法的方法数。

这时默认值被装载入操作方法中。

当第一次打开电源开关时, 默认值为存储在 86. 50 内存中的值。

### 3. 4. 3 默认方法 2

默认方法 2 包括有下述参数:

炉温.	60°C
气体传输系统温度	75°C
传输管温度	75°C
平衡时间	15min
进样间隔	5min
第一个样品瓶位置	1
最后一个样品瓶位置	44
样品重复次数	1
摇晃	NO
方法序列.	0000

阀循环如下:

PRESS: 9 秒, 10 秒钟开始, 19 秒钟停止

VENT: 9 秒, 20 秒钟开始, 29 秒钟停止

VALVE: 9 秒, 30 秒钟开始, 39 秒钟停止

默认方法 2 可装载到任何可设方法中, 安装操作如下:

- 用 SET 键(30-图. 5) 召回方法选项
- 使用 “^” 和 “√” 键(32, 33-图. 5) 选择需要装载默认方法 2 的方法数。
- 同时按住 LOCK 和 VALVE 键(36, 14-图. 5), 则显示下列信息:

**RESTORE DEFAULT 2  
FOR METHOD X**

X 表示需装载默认方法 2 的方法数字。

---

这时默认方法 2 被装载入操作方法中。

### 3.5 锁和开锁

按“LOCK”键（36-图.5），相应灯（41-图.5）亮，此状态下不能改动设定的参数。只能激活“START”，“TEST”和“RESET”键。

同时按住“LOCK”（36-图.5）和“PRESS”（12-图.5）键开锁，“LOCK”灯（41-图.5）灭，此时整个键盘可被激活。

### 3.6 编程示范

#### 3.6.1 编辑方法示范

设定方法 1 并在下述条件下运行 10 个样品：炉温 5 0 °C—气体输送系统 7 5 °C—传输管温度 1 7 0 °C—GC 分析时间 8 分钟—平衡时间 2 0 分钟，低速摇晃。

用“SET”键调用所需参数，用“^”和“v”键输入设定值。

方法	输入 1
炉温.	输入 050
气体传输系统温度	输入 075
传输管温度	输入 170
平衡时间	输入 020
进样间隔	输入 08
第一个样品瓶位置	输入 01
最后一个样品瓶位置	输入 10
样品重复次数	输入 01
摇晃	输入低速

---

方法序列. 输入 0000

### 3.6.2 阀时间编程示范

编辑一个典型阀循环过程如下:

(样品瓶加压 10 秒, 填充定量环 5 秒, 传送到 GC20 秒)。

**一按 “PROBE” .**

针刺进样品瓶隔垫; 相应灯 (22) 亮, 显示 “PROBE IN” 0006 。

**一按 “PRESS” .**

加压步骤开始; 显示 “PRESS ON 0006” ; 相应灯 (16) 亮。用 “^” 和 “v” 键输入 16; 加入 10 秒。

**一按 “PRESS” .**

加压步骤结束; 显示 “PRESS OFF 0016” ; 相应灯 (16) 灭。用 “^” 和 “v” 键输入 17; 加入 1 秒。

**一按 “VENT” .**

压力平衡步骤开始; 显示 “VENT ON 0017” ; 相应灯 (17) 亮。用 “^” 和 “v” 键输入 22; 加入 5 秒。

**一按 “VENT” .**

压力平衡步骤结束; 显示 “VENT OFF 0022” ; 相应灯 (17) 灭。用 “^” 和 “v” 键输入 23; 加入 1 秒。

**一按 “VALVE” .**

开始传送到气相色谱; 出现 “VALVE ON 0023” ; 相应灯 (19 和 20) 亮。用 “^” 和 “v” 键输入 4 3 ; 加入 2 0 秒。

**一按 “VALVE” .**

结束传送到气相色谱; 出现 “VALVE OFF 0043” ; 相应灯 (19 和 20) 灭。用 “^” 和 “v” 键输入 44; 加入 1 秒。

**一按 “PROBE” .**

针从样品瓶中抽出; 出现 “PROBE OUT” ; 所有灯恢复到等待状态, 整个阀循环结束。

如 3.2.1 节所述操作 TEST 键, 确认设定正确。

### 3.6.3 编辑方法序列示范

例 1

设定方法序列, 在下述不同条件下运行一批 1 0 个样品:

- 方法 1: 炉温 60°C, 气体进样系统温度 70°C, 传输管温度 170°C。
- 方法 2: 炉温 75°C, 气体进样系统温度 85°C, 传输管温度 170°C。
- 方法 3: 炉温 90°C, 气体进样系统温度 100°C, 传输管温度 170°C。
- 平衡时间 15 分钟, 进样间隔 8 分钟和每个样品瓶重复三次。
- 用 “SET” 键调用所需参数, 用 “^” 和 “v” 键输入设定值。

**输入第一个方法**

方法	输入 1
炉温.	输入 060
气体传输系统温度	输入 070
传输管温度	输入 170
平衡时间	输入 015



进样间隔	输入 08
第一个样品瓶位置	输入 01
最后一个样品瓶位置	输入 10
样品重复次数	输入 03
一次刺穿隔垫	输入 N0
摇晃	输入快速
方法序列.	输入 1 2 3

如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

### 输入第二个方法

方法	输入 2
炉温.	输入 075
气体传输系统温度	输入 085
传输管温度	输入 170
平衡时间	输入 015
进样间隔	输入 08
第一个样品瓶位置	输入 01
最后一个样品瓶位置	输入 10
样品重复次数	输入 03
一次刺穿隔垫	输入 N0
摇晃	输入快速
方法序列.	输入 1 2 3

如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

### 输入第三个方法

方法	输入 3
炉温.	输入 090
气体传输系统温度	输入 100
传输管温度	输入 170
平衡时间	输入 015
进样间隔	输入 08
第一个样品瓶位置	输入 01
最后一个样品瓶位置	输入 10
样品重复次数	输入 03
一次刺穿隔垫	输入 N0
摇晃	输入快速
方法序列.	输入 1 2 3

如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

现在准备运行此程序，按 START 键后，10 个样品瓶将按所设定的程序运行。

### 例 2

设定 2 批 5 个样品，每个样品必须在不同炉温，不同气体传输系统温度和平衡时间下运行的一个方法序列。

- 方法 1：炉温 60℃，气体进样系统温度 60℃，传输管线温度 150℃，平衡时间 10 分钟

- 方法 2：炉温 85℃，气体进样系统温度 85℃，传输管线温度 150℃，平衡时间 20 分钟
- 用“SET”键调用所需参数，用“^”和“v”键输入设定值。

### 输入第一个方法

方法	输入 1
炉温.	输入 060
气体传输系统温度	输入 060
传输管温度	输入 150
平衡时间	输入 010
进样间隔	输入 30
第一个样品瓶位置	输入 01
最后一个样品瓶位置	输入 05
样品重复次数	输入 01
摇晃	输入 N0
方法序列.	输入 1 2

如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

### 输入第二个方法

方法	输入 2
炉温.	输入 085
气体传输系统温度	输入 085
传输管温度	输入 150
平衡时间	输入 020
进样间隔	输入 30
第一个样品瓶位置	输入 06
最后一个样品瓶位置	输入 10
样品重复次数	输入 01
摇晃	输入 N0
方法序列.	输入 1 2

如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

按 S T A R T 键后，样品瓶将按所设定的程序运行。

## 3.6.4 优化程序编辑示范

### 例 1

运行 5 个确定样品，从 10 到 50 分钟之间，以 10 分钟为增量，确定最佳平衡时间。在此条件下设定方法 1：炉温 50℃-气体进样系统温度 75℃-传输管温度 170℃，低速摇晃—GC 分析时间 20 分钟

用“SET”键调用所需参数，用“^”和“v”键输入设定值。

优化方法	输入 01
炉温.	050
气体传送系统温度	075
传输管温度	170
平衡时间	输入 010
进样间隔	20
第一个样品瓶位置	01

最后一个样品瓶位置 05  
 摇晃 低速  
 模式 设定平衡时间  
 步长量 输入 1 0  
 如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

## 例 2

运行 4 个确定样品，从 50 °C 到 80 °C，以 10 °C 为增量，确定最佳平衡温度。方法 2 中设定条件：气体进样系统温度 100°C-传输管温度 170°C-平衡时间 10 分钟-GC 分析时间 15 分钟

用“SET”键调用所需参数，用“^”和“v”键输入设定值。

优化方法 输入 0 2  
 炉温. 输入 050  
 气体传输系统温度 100  
 传输管温度 170  
 平衡时间 010  
 进样间隔 15  
 第一个样品瓶位置 01  
 最后一个样品瓶位置 04  
 摇晃 NO  
 模式 设定炉温  
 步长量 输入 1 0  
 如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

### 3.6.5 多重顶空抽提 (MHE) 编程示范

#### 例 1

设定方法 1 运行 4 个样品。

在 MHE 程序中每个样品瓶要求进样三次；每次进样都刺穿样品瓶隔垫（多次刺穿）。设定下述操作条件：炉温 50°C-气体进样系统温度 75°C-传输管温度 170°C-平衡时间 15 分钟，低速摇晃-GC 分析时间 15 分钟

用“SET”键调用所需参数，用“^”和“v”键输入设定值。

方法 输入 1  
 炉温. 输入 050  
 气体传输系统温度 输入 75  
 传输管温度 输入 150  
 平衡时间 输入 015  
 进样间隔 输入 15  
 第一个样品瓶位置 输入 01  
 最后一个样品瓶位置 输入 04  
 样品重复次数 输入 0 3  
 一次刺穿隔垫 输入 NO  
 摇晃 输入低速  
 方法序列 输入 0000  
 如 3.2 节所示输入操作事件阀循环。

## 例 2

设定方法 2 运行 3 个样品

每个样品瓶进样三次运行 MHE 程序；每个样品瓶的隔垫只被刺穿一次（单次刺穿）。  
设定下述操作条件：炉温 75℃-气体进样系统温度 75℃-传输管温度 150℃—平衡时间 15 分钟，低速摇晃—GC 分析时间 15 分钟

用“SET”键调用所需参数，用“^”和“√”键输入设定值。

方法	输入 2
炉温.	输入 075
气体传输系统温度	输入 075
传输管温度	输入 150
平衡时间	输入 015
进样间隔	输入 15
第一个样品瓶位置	输入 01
最后一个样品瓶位置	输入 03
样品重复次数	输入 03
一次刺穿隔垫	输入 YES
摇晃	输入 NO
方法序列	0000

设定有中间排放的阀循环操作事件（见 2.2.2 节），操作如下。

（样品瓶加压 10 秒， 填充定量环 10 秒， 中间排放传输到 GC10 秒）。

### 一按“PROBE”。

针刺进样品瓶隔垫；相应灯（22）亮， 显示“PROBE IN” 0006 。

### 一按“PRESS”。

加压步骤开始；显示“PRESS ON 0006”；相应灯(16)亮。用“^”和“√”键输入 16；加入 10 秒。

### 一按“PRESS”。

加压步骤结束；显示“PRESS OFF 0016”；相应灯(16)灭。用“^”和“√”键输入 17；加入 1 秒。

### 一按“VENT”。

压力平衡步骤开始；显示“VENT ON 0017”；相应灯(17)亮。用“^”和“√”键输入 27；加入 10 秒。

### 一按“VENT”。

压力平衡步骤结束；显示“VENT OFF 0027”；相应灯(17)灭。用“^”和“√”键输入 28；加入 1 秒。

### 一按“VALVE”。

开始传输到气相色谱；出现“VALVE ON 0028”；相应灯(19 和 20)亮。

### 一按“PRESS”。

中间加压步骤开始；显示“PRESS ON 0028”；相应灯(16)亮。用“^”和“√”键输入 33；加入 5 秒。

### 一按“PRESS”。

中间加压步骤结束；显示“PRESS OFF 0033”；相应灯灭。

### 一按“VENT”。

中间压力平衡步骤开始；显示“VENT ON 0033”；相应灯(17)亮。用“^”和“√”键输入 38；加入 5 秒。

### 一按“VENT”。

中间压力平衡步骤结束；显示“VENT OFF 0038”；相应灯灭。

**一按“VALVE”.**

结束传输到气相色谱; 出现“VALVE OFF 0038”, 相应灯(19 和 20)灭。用“^”和“v”键输入 39; 加入 1 秒。

**一按“PROBE”.**

针从样品瓶中抽出, 出现“PROBE OUT”, 所有灯恢复到等待状态, 整个阀循环结束。如 3.2.1 节所述操作 TEST 键, 以确认正确设定。

**本节包括安装和设定 DANI HSS86.50 的内容。**

## **4.1 安装**

### **4.1.1 环境要求**

为发挥 DANI HSS86.50 最佳性能和使用寿命推荐在感觉舒适的环境（相对恒温和恒湿环境）。

接触腐朽性物质（气体、液体和固体）会对 HSS86.50 所用材料造成影响应尽量避免。

### **4.1.2 场地**

只是对于 HSS86.50，一个 75cm 长，50cm 宽没有阻碍，并可承受 35KG 重量的实验台就足够了。

HSS86.50 大约 48cm 高，上述要求台面上部应没有遮盖物或其它障碍物，如有障碍物会影响仪器顶部的打开，也可能影响冷切。

HSS86.50 传输管长度为 80cm(100cm 可选)，因此进样器和 GC 间的距离必须适合。

### **4.1.3 气体供应**

如前气体流路所述，因进入 HSS86.50 气体用作色谱柱的载气，所以仪器需要高纯气。

对于顶空分析载气的选择主要由所用进样口的类型和检测器决定。

把载气连接到仪器后部面板的载气入口接头上，最大允许输入压力 4bar。

#### **注意**

**在 DANI HSS86.50 中不要使用氢气作载气，氢气潜在引起爆炸的危险。**

### **4.1.4 连接到气相色谱**

---

---

把传输管(9-图. 2/3)插入你的G C进样口, 关闭来自G C气路提供的载气, 这样安装后柱子的载气全部只由 86. 50 提供。

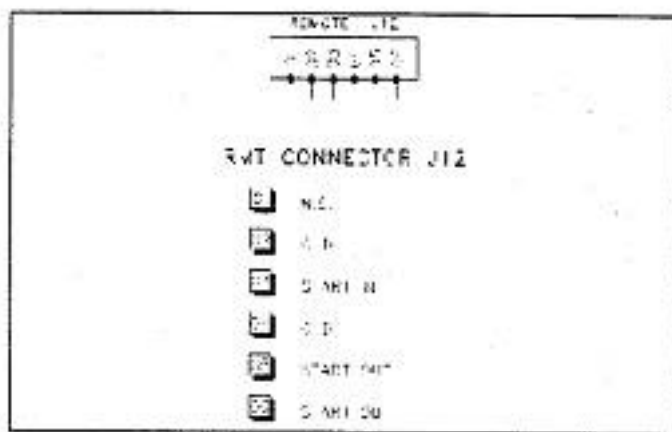
### **注意**

为避免传输管的机械阻塞, 在传输管插入G C进样口前先移开隔垫固定器, 把传输管插入预先穿孔的隔垫上, 再把带有传输管的隔垫固定在G C进样口上。

连接遥控电缆到对应接头上, 与G C连接如下:

- 橙黄色电缆与G C信号接头 Start in 相连。
- 棕色电缆与G C信号接头G N D 相连

遥控输出接头如下图所示。



### **注意**

为了解确保恒定的平衡时间, 不要给 86. 50 连接远程开始输入信号。一个远程开始输出是唯一允许的操作。

#### **4. 1. 5 电源连接**

DANI 顶空进样器配置适合在下述任一电压供应条件下操作:

220V (±10%), 50Hz, 600VA

1150V (±10%), 60Hz, 600VA

实际电压见仪器后部标签所注。

### **注意**

**为保护用户, DANI HSS86. 50 已据国际电工委员会的要求通过电源三脚接头接地。**

把三脚电源接头插入相应插槽(4-图. 4)中。

### **注意**

**DANI HSS86. 50 必须在适当的接地情况下操作以保持接地保护功能, 必须确认使用了正确的接地插座。**

#### **4. 1. 6 检漏**

---

86.50 仪器的气路在工厂时已经过测试不能够漏气。

建议在安装或更换气路元件（如：更换定量环）时进行检漏测试。

86.50 仪器可以按下述方式自动进行检漏测试：

- 1- 把一个密封样品瓶放在样品盘中 1 号位置。
- 2- 用一个隔垫放到传输管金属端塞住传输管 (9-图. 3)
- 3- 打开 HSS86.50 按住 START 键 15-20 秒。

自动诊断测试最后, 显示 “LEAK TEST”

仪器载入样品瓶并把针刺入隔垫, 这时显示 “VIAL LOADED”。

在此情况下只能通过按相应键对控制加压, 排出和阀切换 (12, 13, 14-图. 5), 其它功能键都不能操作。

4- 操作相应压力调节器 (11, 12-图. 4) 设定辅助气和载气压力为 1bar, 实际压力值可以操作 “ACT” 键 (31-图. 5) 显示。

5- 等待线路加压 5 分钟。

6- 关闭辅助气和载气控制器。

7- 等待 1 分钟: 如果仪器密封, 显示器上的压力读数保持恒定。

如果压力下降使用电子测漏器找出漏气的地方。

### **注意**

**避免使用肥皂水。**

检漏测试最后, 通过按 START 键 (34-图. 4) 样品瓶回复到最初位置。如果要进一步检漏测试, 再次按 START 键, 将装载新的样品瓶。

退出 “检漏测试” 设定, 必须关闭 86.50。

“检漏测试” 设定可以单独进行加压, 排放和阀切换; 因此可以在任一步进行独立的检查。如:

- a) 检查 “VENT” 操作, 确认排放线路是否堵塞。
- b) 检查 “VALVE” 操作, 确认正确传送到色谱柱。

#### **4.1.7 设定样品瓶体积**

86.50 标准配置运行 20ml 样品瓶, 使用适配器可以用 10ml 样品瓶。必须把适配器放进样品盘和恒温炉中, 注意两种适配器的不同。

### **注意**

**不要同时使用 10ml 和 20ml 样品瓶。**

恒温炉中适配器可以通过进/出口孔 (5-图. 3) 放进炉中, 操作人员可如 3.1 节所述通过炉样品盘位置参数转动炉中样品盘, 也可如下节所述打开恒温炉放进适配器。

注意必须使适配器孔向上放入恒温炉中, 在改变样品瓶体积时, 必须相应把支撑臂 (4-图. 2/3) 后部对应的体积选择器 (8-图. 4) 拨到对应位置。

### **注意**



**只有当使用由 DANI 公司提供的样品瓶时，DANI 公司才能保证仪器正确的功能。**

#### 4.1.8 打开恒温炉

通过举起机械臂(4-. 2/3)到如图. 2 所示位置，松开翼形螺钉(6-. 2/3)，可以打开恒温炉盖。

直立铁杆上可以恒温炉盖保持在上端位置。

恒温炉内样品盘有 12 个位置和 6 个位置两种。

#### 注

- 1) 当恒温炉盖打开位于上端时，炉底部的风扇自动失效。
- 2) 要激活风扇必须盖上恒温炉盖，并打开直立铁杆上的微型开关。

### 4.2 启动

#### 4.2.1 电源供应

打开 86. 50 机箱后侧的主开关(1-图. 4)。

HSS86. 50 将如 7. 1 节所述运行自动诊断测试。

在自动诊断最后，显示下述内容：

**“IDENT. N. X”**

**“BEEP ON or OFF”**

— “IDENT. N. X” 只有当 HSS86. 50 连接外部计算机时才用到。

— “BEEP ON/OFF” 用于按键时允许或限制反馈声。

当 BEEP 出现在显示屏上时，按“^”键改变 BEEP 状态（ON 或 OFF）。

#### 注

**当 BEEP 为 OFF 时，也限制了警报声(见 7. 4, 7. 5, 7. 7, 7. 8 节)。**

#### 4.2.2 设定气体压力

通过载气压力调节旋钮(11-图. 3)设定载气压力，达到气相色谱柱需要的流量。

按“ACT”键(3 1-图. 5)到”CARR. PRESS.”出现，在显示屏上读出实际压力值。

通过辅助气压力调节旋钮(11-图. 3)设定载气压力到需要值。

按“ACT”键(3 1-图. 5)到”AUX. PRESS.”出现，在显示屏上读出实际压力值。

#### 4.2.3 检查程序

1. -按“SET”键(3 0-图. 5)调出方法数，用“^”和“v” (3 2, 33-图. 5)键设定参数；设定数值出现在数字显示屏上，并可以进行方法操作。

2. -按“SET” (3 0-图. 5)键检查所有参数值。

3. -按“TEST”键(17-图. 5)检查事件时间。

#### 4.2.4 状态

有四种可能的情况:

##### **第一种状态：“等待”**

恒温炉没有达到设定的温度值，相应灯(37-图. 5)亮。

##### **第二种状态：“准备就绪”**

恒温炉已达到设定的温度值，可以按 START 键(34-图. 5)激活循环，相应灯(38-图. 5)亮。

##### **第三种状态：“自动开始”**

恒温炉还没有达到设定的温度值，当达到设定值后自动开始运行。当 86.50 处于等待状态时按 START 键(34-图. 5)时就会出现这种情况，相应灯(38, 39-图. 5)亮。

##### **第四种状态：“运行”**

仪器正在运行分析，并显示:

V××RPT××000.00

当针刺进样品瓶时，V××表示正在运行的样品瓶数字，RPT××表示样品重复的次数，时间表示开始阀循环所剩时间等。相应灯(40-图. 5)亮。

#### **注**

- 1) 运行状态下，所有参数都可激活；被限制的参数只有：“METHOD”，“OVEN TEMPERATURE”，“METHOD SEQ”，阀循环。
- 2) 如果在运行过程中更改了任何参数，86.50 将即时更新程序，剩余样品瓶按新设定运行。
- 3) 使用“ACT”键(31-图. 5)可以显示参数实际值，在调用不同参数前实际压力值将一直显示。
- 4) 运行过程中，可以操作“ACT”键(31-图. 5)直到显示“I.S.”时看到在炉中样品瓶的位置。
- 5) 在运行过程中按“RESET”键(35-图. 5)，86.50 恢复到最初状态。

## 5. 使用注意事项

假若操作人员非常熟悉顶空进样器和气相色谱的操作, 本节将帮助用户优化顶空样品分析的条件。下述讨论到的是非常基本的, 因此要求读者对各种可变参数多做实验, 多看有关顶空气相色谱的资料。本节最后提到了一些参考文献。

### 5.1 温度

#### 5.1.1 炉温

样品平衡温度极大地影响分析物在顶空气中的浓度。总的来说, 增加炉温, 进入气相色谱的分析物量和方法的灵敏度都增加。

确保安全操作和满足所需分析的灵敏度前提下炉温尽可能高以获得最好的结果。

#### 5.1.2 进样系统温度

应设定进样系统温度稍高于炉温以获得最高的准确度

#### 5.1.3 传输管温度

应设定传输管温度等于或高于进样系统温度。

### 5.2 气体调节

#### 5.2.1 载气流速

应设定一个足够高的载气流速把顶空样品吹出样品定量环。例如: 当使用填充柱时, 正常产生峰宽时间为大 15s, 载气把样品吹出定量环的时间大约为 10s, 对于 1ml 定量环要求载气流速为 6ml/min, 这是不造成峰扩展的最小载气流速。同样条件下对于 3ml 定量环的最小流速是 18ml/min。

对于毛细柱除出峰时间为 1s 外, 其它情况与填充柱相同。因此要求最小流速大于 60ml/min 以避免峰扩展。

大流量将影响柱容量和分流比: 明显地, 分流率越高, 分流比越高, 结果灵敏度越低。这就是为什么要求载气流速只要足够吹扫样品定量环。

#### 5.2.2 辅助气压力

辅助气压力用于把样品气相传送到样品定量环中。理想状况为设定足够的压力刚好把气相填满定量环。太高的压力会结果使顶空气体被稀释。

可以按下述方法优化辅助气压力:

- 1 在所需炉温平衡样品。
  - 2 测量样品瓶中的压力把连接针压力表的进口 (压力表与注射器针相接) 插入样品瓶隔垫。
  - 3 读出样品顶空压力, 可以从压力表上看出加热对样品瓶的影响。
-

- 4 设定辅助气压力稍高于（例如大于 0.2bar）压力表读数, 这是能够使用的最低辅助气压力设定值。
- 5 运行一系列的样品, 每一样品辅助气压力都高于前一个样品。
- 6 得出样品峰面积对辅助气压力图, 使用在步骤 4 中峰面积最大的辅助气压力。

**注:** 此优化程序只对特定炉温分析特定样品时才有效。

## 5.3 条件

### 5.3.1 平衡时间

样品瓶中的组分应在所需炉温中充分平衡。

在某一炉温中平衡样品的时间可能需要几个小时, 平衡时间是样品粘度的函数。增加平衡时间运行一系列样品, 并得出峰面积和炉平衡时间图, 以确定最佳平衡时间。当峰面积达到稳定状态的时间为最佳平衡时间。(HSS86.50 可以自动运行最优化程序, 见 3.3 节)

### 5.3.2 摇晃

在某些情况下, 特别是对于复杂样品, 在平衡时间中摇晃样品瓶可以大大的减少样品平衡时间; 也可以稍稍提高灵敏度。

## 5.4 样品瓶密封

### 5.4.1 样品瓶密封隔垫

推荐使用 PTFE 面隔垫, 确认在密封样品瓶做空白实验时得到平坦色谱图。

可以使用两种 PTFE 面隔垫:

-D 20 BUT/PTFE

-D 20 SIL/PTFE

D20 BUT/PTFE 隔垫用丁烯橡胶制成具温度限制, 最大操作温度是 120℃。对于更高平衡炉温度推荐使用 D20 SIL/PTFE。

### 5.4.2 样品瓶密封

样品瓶盖不良密封可能造成泄漏, 这经常是产生分析错误的重要原因。把铝盖卡到样品瓶上以后, 试着旋转铝盖检查样品瓶盖是否拧紧。如果很容易旋转, 重新再卡紧。盖子应完全不能旋转或要花好大劲才能使它旋转。

## 5.5 灵敏度, 准确性, 精确度

### 5.5.1 样品定量环大小

工厂已在进样器上安装 1ml 样品定量环对于大多数情况已足够, 与所有型号柱子相配备。然而选择 3ml 的样品定量环可以用于提高灵敏度, 特别是当使用填充柱分析

时大体积定量环不会造成峰扩展。

### 5.5.2 样品量

顶空分析的液体样品量为样品瓶容量的 25-75%。

### 5.5.3 样品组分

制备较准标准液反映样品组分是顶空分析的一个主要问题。

使用内标法或标准加成法或双重顶空抽提检查因样品组分造成的不准确性。

**注：**

内标物的人化学和物理性能必须与样品一致或尽可能相近。

### 5.5.4 多重顶空抽提

多重顶空抽提是用于静态顶空的一种定量方法。可用作对不均匀样品，固态样品或复杂液体样品的较准方法。多重顶空抽提是对顶空样品的一种阶梯气体抽提。每一抽提步骤都在样品和顶空气间达到平衡状态。在这条件下分析物在顶空气中的浓度以指数方式减少。如果一直抽提到最后，某一组分在每一分析步骤所得到的总峰面积与组分在样品中的总含量相一致，与组分在样品相和气相的分布无关，因此消除了样品组分的影响。多重顶空抽提与其它抽提程序一样严格遵循对数函数规律。实际上，如果把连续抽提面积的对数与分析次数作图可以得到一条线性曲线。考虑到这种关系，因此不必要进行抽提到最后。甚至只要 2 次通过递归计算就可以推算出总的面积值。通过计算与样品相同条件下进行多重抽提的已知标准量，可以建立峰面积对样品量的关系。

### 5.5.5 样品影响

存在一些可测的与顶空分析相关的影响，在大多数情况下这种影响不能超过 0.5%。建议运行一批样品从较稀到浓样品或在高浓样品和较稀样品间运行空白样品。

### 5.5.6 添加剂

提高顶空分析的一种重要手段是加入一种可以减少分析物在样品中溶解度的物质，使更多的组分转移到顶空气中。

对于多数的溶液，可以加入一种无机盐作为添加剂获得“盐析”效果。这种技术常用于各种极性分析物溶液中，可以极大地提高分析物的灵敏度。

---

## 第 6 节

### 6. 用户维护

本节包含 HSS86.50 维护信息，虽然部分维护是免费的，因部件的安装或损坏，必须定期进行下述操作。

#### 6.1 更换进样定量环

松开进样器盖子（8-图.2）左右两边的四颗螺丝钉，移开盖子。

从阀箱与绝热材料一起移开不锈钢盒子。

样品定量环直接连接在进样阀上，被一个铝制圆筒形支撑架固定在进样系统上。

用 7mm 扳手移开和安装样品定量环的两端和支撑架。

务必在盖上盒子前进行检漏测试。

#### 6.2 更换进样针

松开进样器盖子（8-图.2）左右两边的四颗螺丝钉，移开盖子。

从阀箱与绝热材料一起移开不锈钢盒子。

进样针位于进样系统中方形铝块中，通过镍管和六角形接头与进样阀相连。

先用 7mm 扳手移开螺帽，接着移开六角形接头，进样针将与六角形接头一起被提起。

更换进样针，确保拧紧接头，盖上盒子前进行检漏测试。

#### 6.3 更换传输管端

用 7mm 扳手可移去传输管端，务必在把传输管插入到 GC 进样口前对接头检漏。

#### 6.4 蒸汽清洗进样系统

进样管路经常流过惰性气体，这就意味着在“正常”进样过程中大部分的污染物都被冲洗干净。

然而，系统可能被不能冲掉的组分所污染。在这种情况下建议用蒸汽冲洗进样器。

在这个程序中，干净的水被注入到密封的样品瓶中。样品瓶被加热到高于沸点产生压力，用加压蒸汽吹扫污染进样管线。

#### **注意**

**由于爆炸的危险和溶剂可能污染流路系统，因此只能用水进行蒸汽冲洗。**

程序如下：

---

1. 加热炉温到 125℃。
2. 加热进样系统和传输管温度到 150℃。
3. 设定辅助气压力为 1bar。
4. 在 20ml 进样瓶中充入 10ml 干净水。
5. 使样品瓶平衡 15min, 不要摇晃。

**注意**

**当水温达到 100℃或更高时, 样品瓶中压力将增加。在此程序中要使用新的, 小心密封的样品瓶。样品瓶破裂或不正确密封, 如打破或盖子不能承受压力都可能造成受伤。**

6. 设定阀循环如下:

PROBE IN	:0006	
VENT ON	:0007	打开排放阀排出蒸汽。
PRESS ON	:0009	打开加压阀帮助从系统吹扫蒸汽。
PRESS OFF	:1000	关闭加压阀停止吹扫气。
VENT OFF	:1001	关闭排放阀。
PROBE OUT	:1002	结束清洗程序。
  7. 开始运行。
  8. 在蒸汽清洗 5-10min 后需要把蒸汽吹出管路。
  9. 用一个空瓶运行一个额外的循环结束清洗程序。把一个空样品瓶放到系统中, 重复程序。
-