

Agilent 4890 系列 气相色谱仪

安捷伦科技有限公司版权所有
© 2000

版权所有，未经书面许可，
不得擅自复制、修改和翻译
本书均为侵权，符合著作权
法者除外。

第一版，2000 年 4 月
代替部件号为 G2690-97000
的手册

美国印刷

安全说明

4890 气相色谱仪符合 IEC
(国际电子技术委员会) 要
求，安全级别一级。

本仪器的设计测试均符合认
可的安全标准，一旦 4890
的安全保护系统损坏，应立
即切断所有电源，使仪器避
免非正常的运行。

安全标志

本手册中包括用户应遵守、
以确保安全操作的安全说
明。

警告

提醒使用者注意可能造成人
身伤害的条件或可能的情
况。

注意

提醒使用者注意可能损坏仪
器或伤害人身的条件或可能
情况

- 

注意。详细信息参
见附加说明。
- 

指表面很热
- 

指危险电压
- 

指接地端
- 

指有放射性危险
- 

指有爆炸危险

目录

第 1 章 现场准备

介绍	2
环境条件	2
空间条件	2
电源条件	4
电压电源	4
电源线	4
气源条件	6
填充柱用气体	6
毛细管柱用气体	7
气体纯度	8
气源管道的安装	9
供气管线	10
钢瓶接头的类型和尺寸	10
两级减压阀	10
分子筛脱水管	11
脱氧管	11
管道螺纹连接	11
凹型接头连接	12

第 2 章 安装

介绍	14
装箱单检查	15
现场准备	16
冷却	16
气源连接：综述	17
气源与 4890 GC 的连接	18
气源与 4890D GC 的连接	20
主流量面板	20
辅助流量面板	22
更换限流器	24
气体管线连接	26
设置供气压力并检漏	29
连接低温冷却剂	30
供气检查	32

目录

电源线连接	33
电压及接地	33
开机	34
连接信号输出线	37
模拟信号输出线	38
仪器网络 (INET) 线	40
遥控启动 /4890 就绪电缆	42
遥控插座	43
GP-IB/RS-232 接口板信息	48
安装完成后的检查单	51
 第 3 章 测试样的分析	
FID, 分流进样	56
FID, 填充柱进样	58
TCD, 分流 / 不分流柱上进样	60
TCD, 填充柱进样	62
ECD, 分流进样	64
ECD, 填充柱进样	66

现场准备

第 1 章 现场准备

介绍

本章讨论 4890 系列气相色谱仪的现场安装准备，将讨论下列方面：

- 环境条件
- 电源条件
- 气源条件

4890 需要多种不同的配件，安捷伦科技化学分析消耗品手册描述了安捷伦科技公司能够提供的配件，你可从当地销售公司获得该手册。

环境条件

本仪器工作环境温度范围为 0~55 °C，相对湿度为 5%~95%。我们建议用户在操作者适宜的工作环境下使用仪器（稳定的环境温度和湿度），这样能得到最优化的仪器性能，延长仪器的使用寿命。

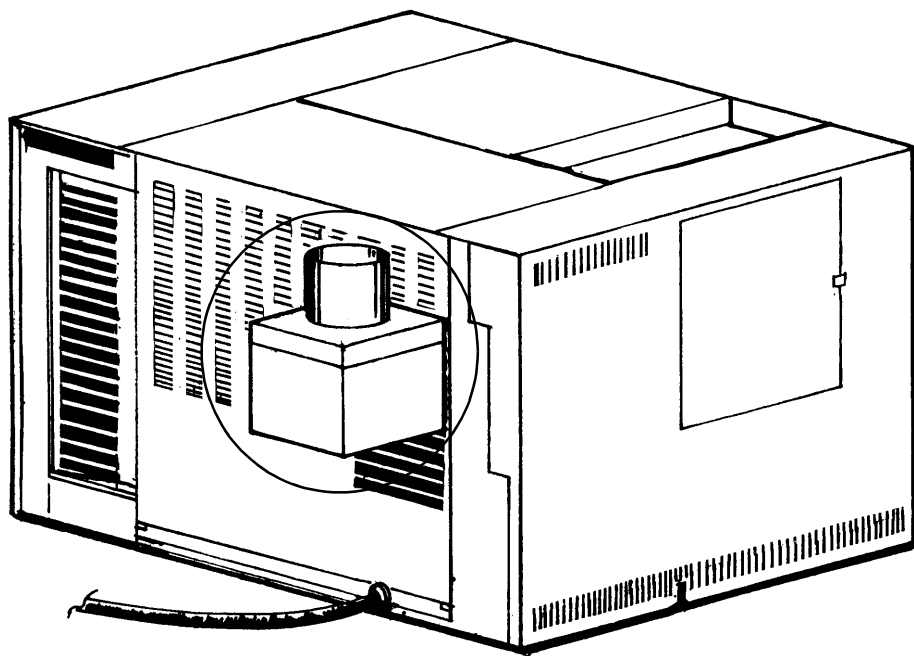
避免使用任何对材料和部件有腐蚀性的气体、液体或固体。

空间条件

4890 需要 56 cm 深，71 cm 宽的平整平台，并能够承受至少 41 kg 的重量。另外，仪器的背面必须留出 25 cm 以使柱箱排气（最高达 400 °C）。

4890 高约 50 cm，仪器上方必须保持整洁。仪器上方的架子或悬挂物将影响冷却。

若空间有限，使用转向器将促使柱箱冷却，它能改变排出气体的方向，使其离开仪器，也可连接一个排气管线系统，将气体排至通风橱或大楼外面带通风炉系统的排气口。



与 4890 相连接的其它仪器，如检测器，积分仪，进样器等，可能会需要另外的工作空间，请参阅有关手册。

电源条件

电压电源

色谱仪操作电压可以从下列选择其一，由用户选择订购。可选择的电源和电源线列于下页。

- 120 VAC 单相 (+5%, -10%), 48 — 66 Hz, 最大功率 2200VA。(要求 20 安培专用线)
- 200 VAC 分相 (+5%, -10%), 48 — 66 Hz, 最大功率 2200VA。(要求 15 安培专用线)
- 220/240 VAC 单相 (+5%, -10%), 48 — 66 Hz, 最大功率 2200VA。(要求 15 安培专用线)
- 220/240 VAC 分相 (+5, -10%), 48 — 66 Hz, 最大功率 2200 VA。(要求 15 安培专用线)

电源线

仪器面板和机箱必须通过符合 IEC 标准的三相电源线接地。当插入适当的插座后，为仪器提供电源和地线。必须检查插座地线是否正常接地。

4890 可选择的电源和电源线如下列所示。

选项	电源和电源线	
001 (标准)		120 V 单相 20A ，美国适用。
002		220 V 单相电源和电源线，欧洲和中华人民共和国适用。
003		220 V 单相电源和电源线，香港地区适用。
004		240 V 单相电源和电源线，英国适用。
005		240 V 单相电源和电源线，澳大利亚适用。
006		220 V 分相电源和电源线，欧洲适用。
007		240 V 分相电源和电源线，美国适用。
008		200 V 分相电源和电源线，日本适用。
031		220 V 单相电源和电源线，丹麦适用。
032		220 V 单相电源和电源线，荷兰适用。
033		240 V 单相电源和电源线，南非适用。

气源条件

填充柱用气体

根据检测器和对检测器性能要求选择载气。下表是指它们间的关系。一般来说，填充柱不需要尾吹气。

表 1-1 用于填充柱的载气

检测器	载气	注释
TCD	氦气 (He)	一般使用
	氢气 (H ₂)	最大灵敏度 (注 A)
	氮气 (N ₂)	氢气检测 (注 B)
	氩气 (Ar)	最大氢气灵敏度 (注 B)
FID	氮气 (N ₂)	最大灵敏度
	氦气 (He)	可选择的替换气
ECD	氮气 (N ₂)	最大灵敏度
	氩气 / 甲烷 (Ar/CH ₄)	最大动态范围

注 A: 比氦气的灵敏度大一些，灯丝的钝化作用会导致较大的漂移，这种现象直到钝化作用完全减小。对某些化合物情况会不同。

注 B: 用于分析氢气或氦气，对其它化合物会很大程度降低灵敏度（有些峰会成为负峰）。

毛细管柱用气体

毛细管柱分析时最好使用氢气，其次是氦气，最后是氮气。

当使用较高的载气流量时，这些检测器更适合用填充柱而不是毛细管柱。用毛细管柱时，使用尾吹气能保证检测器得到最佳灵敏度。对于不同的检测器和载气，应选择不同的尾吹气。

表 1-2 推荐用于毛细管柱的载气

检测器	载气	最佳尾吹气	第二选择
FID	氢气 (H ₂)	氮气 (N ₂)	氦气 (He)
	氦气 (He)	氮气 (N ₂)	氦气 (He)
	氮气 (N ₂)	氮气 (N ₂)	氦气 (He)
ECD	氢气 (H ₂)	氩气 / 甲烷 (Ar/CH ₄)	氮气 (N ₂)
	氦气 (He)	氩气 / 甲烷 (Ar/CH ₄)	氮气 (N ₂)
	氮气 (N ₂)	氮气 (N ₂)	与载气和参比气相同
	氩气 / 甲烷 (Ar/CH ₄)	氩气 / 甲烷 (Ar/CH ₄)	氮气 (N ₂)
TCD	氢气 (H ₂)	与载气和参比气相同	与载气和参比气相同
	氦气 (He)		
	氮气 (N ₂)		
	氩气		

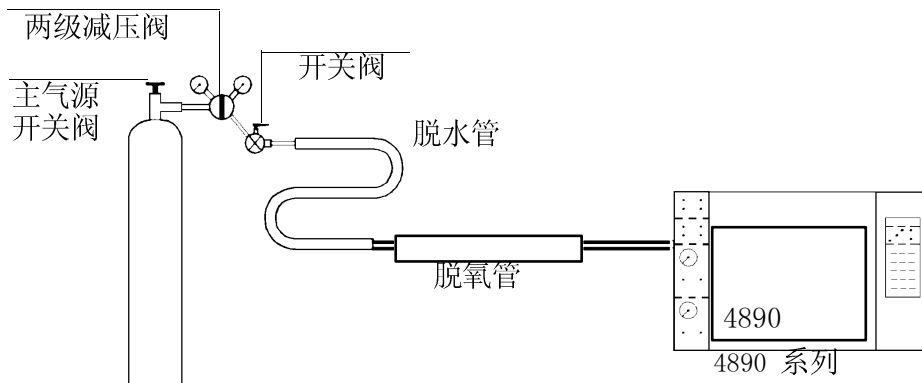
气体纯度

某些气体供应商提供仪器分析级或色谱级纯度的气体（供应商的叫法不同），这种级别的气体专门用于色谱分析，尽可能使用这种级别的气体。

表 1-3 建议使用的氣體純度

載氣和毛細管柱尾吹氣	
氦氣 (Ne)	99.9995%
氮氣	99.9995%
氫氣 (H ₂)	99.9995%
氬氣 / 甲烷 (Ar/CH ₄)	可獲得的最高純度
注意：對於 ECD，必須用 99.9995% 純度的氣體。	
檢測器參比氣	
氫氣 (H ₂)	99.9995%
空氣（干燥）	可獲得的最高純度

气源管限的安装



通用管线连接图

连接气体管线时应注意：

- 建议尽量采用两级减压阀（而不用一级减压阀），可以减小气体压力的波动。
- 开关阀装在减压阀的输出接头上。
- FID 检测器必须有独立的空气气源，在与别的设备共用空气管线时，压力波动会影响检测器操作。
- 流量和压力控制设备要有至少 138 kPa (20 psi) 的压力差。气源的容量必须保证足够提供此压力。
- 如果辅助气流量面板没安装，建议将压力表装在仪器进样器接头之前，这样能测量仪器的供气压力而不是气源钢瓶的压力。（由于供气管线很细很长，两者的压力会有不同。）

供气管线

在 ECD 中不要用含二氯甲烷或其它氯代溶剂材料的管子，使用这种管子会提高基线和检测器噪声，这一现象直到这些成份被完全吹洗出系统才消失。

铜管经常会有油和其它加工时的润滑剂，必须清除后再用。除非使用 ECD 检测器，否则可先用二氯甲烷清洗，再用甲醇清洗。

根据气源和色谱仪间的距离及总的气体需求量选择管子直径。当气源与仪器很近时，3 mm (1/8 英寸) 的管子就够了。当距离大，或多台仪器由同一气体供气，或有很大的气体需求量（如 FID 的空气）时，必须用大直径的管子来减小压力损失。

切割管线时，要留有足够的余量，以适合仪器供气的需要。在供气源和仪器间，供气管线应足够长，确保即使挪动仪器时，管线也能连接到仪器的后面板上。

钢瓶接头的类型和尺寸

应咨询本地供应商，查询提供的钢瓶阀的类型和尺寸，CGA（压缩气体协会）对其进行了说明，根据 CGA 的号，选择需相应的减压阀。

减压阀

要通过两级减压阀可将较高的气源压力降至仪器所需的压力。这种两级减压调节可以合并在一个减压阀上，从而使用较短的管线与仪器相连，或者一级减压位于气源，二级减压位于仪器附近。无论何种方式，都应采用有不锈钢隔膜的高质量的减压阀。参见安捷伦化学分析消耗品手册。

分子筛脱水管

ECD 附有一 A 类分子筛脱水管。将其装于载气源和进样器接头之间。

载气中的水份会损坏色谱柱，我们建议无论何种检测器，所有的载气源都装脱水管，对检测器辅助气（尾吹气，氢气，空气）也是一样。

脱氧管

微量的氧气会损坏色谱柱，特别是毛细管色谱柱，并且也会降低 ECD 的性能。脱氧管可装在分子筛脱水管及进样器接头之间。

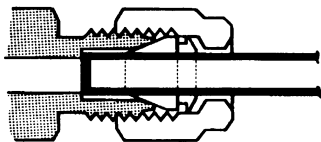
管线螺纹连接

尽量避免使用管线螺纹连接，如果必须要用，必须用聚四氟乙烯胶带密封。不要用管线涂料密封螺纹，这种混合物中含有挥发性成分，会污染管线。

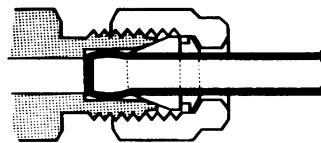
聚四氟乙烯胶带有两种等级，便宜的五金店等级的胶带中含有少量的挥发性物质，在大多数情况下是无害的，但对 ECD 有很大的影响（噪声，基线抬高，灵敏度降低和线性范围缩小）。仪器分析级的胶带没有这些挥发性物质，建议在色谱接头中使用较好等级的胶带。

凹型接头的连接

安装接头
管子插到底



用手拧紧
再用扳手拧紧



按图示安装。将管子尽量伸入接头内，用手拧紧，再用扳手拧紧（3 mm 管子拧 3/4 圈，6 mm 管子拧 1—1/4 圈）。

— 安装

第 2 章 安装

介绍

本章讨论 4890 气相色谱仪的安装。

- 检查装箱材料
- 仪器降温
- 连接气源
- 连接冷却装置
- 电源条件
- 信号输出线

装箱单检查

保留包装箱和里面的所有物品，直到确定物品不缺和仪器能正常运行。

根据装箱单检查物品，如果有不同，请与当地分销商联系。

现场准备

请参考第 1 章“现场准备”以便作适当的现场准备。

冷却

降温：仪器因空气对流而降温。空气通过侧板和仪器底部的通风口进入仪器，热空气从顶部，背面和侧面面板流出。因此任何会阻碍空气流动的物体都不能放在仪器的顶上或底下。

注意

为使用安全和便于降温，请在安装了盖板后再使用仪器。

柱箱冷却：热空气（最高达 450 °C）从柱箱后面的排气口排出。要求仪器后部至少有 25 cm 空间便于排出热空气。同时不要在仪器后部放任何东西，否则会被排出的热空气损坏。

警告

热敏感的物品（气瓶，化学物品，压力调节器）请不要放在热空气排出的通道上。同时，在仪器背面工作时要防止灼伤。

气源连接：综述

从气源到 4890 的连接是随不同的配置而不同的。

- 连接气源到标准配置的 4890 的操作过程见 18 页。
- 连接气源到 4890D 的操作过程见 20 页。

请参考相关的内容以进行合适的操作。

警告

因氢气易燃易爆，连接时须注意安全：确保连接时氢气被关闭。不连接的接头要用气帽盖上或用塞子塞上。

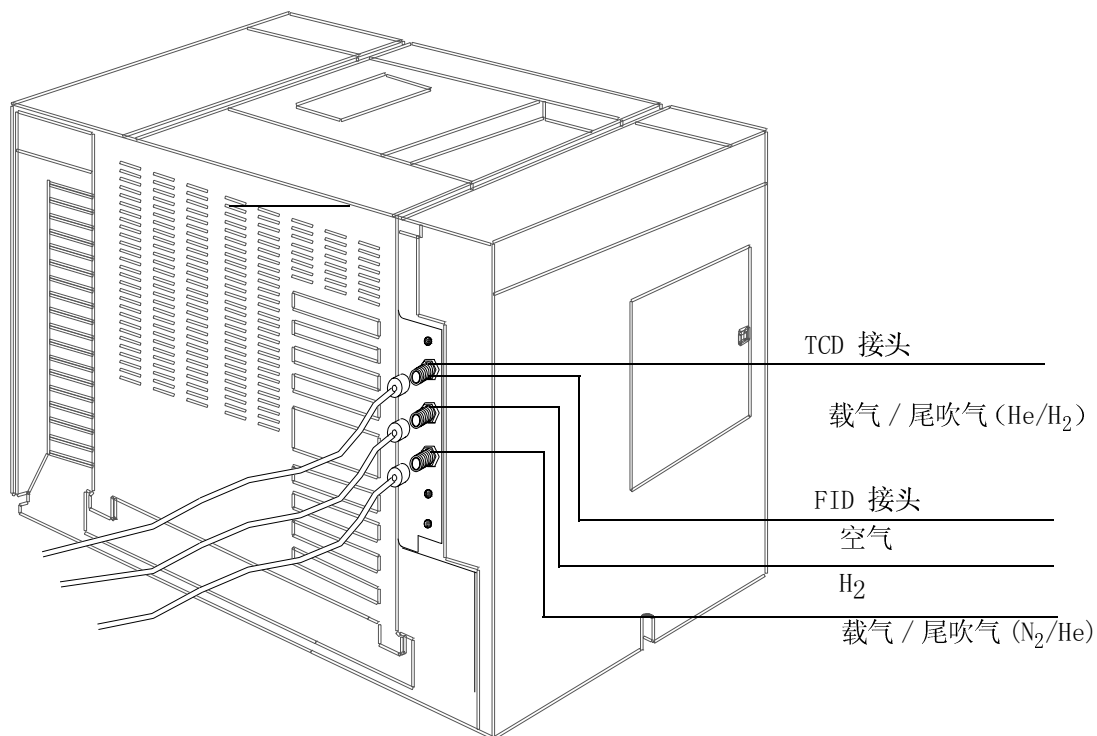
气源与 4890 GC 的连接（已装好辅助流量面板）

注：下面将描述从气源到标准配置的 4890 的连接。

- 如果要将气源与 4890D 相连，请参见 20 页。

标准 4890 GC 的背后有管型接头以供连接到气源。

1. 如下图，将气路管与仪器背后的接头相连。见表 2—1



气源 — 标准 4890 GC

2. 在完成连接后，调节气源的输出压，根据下表获得所需压力值。

表 2-1 气源 4890 GC

检测器	气源	气源压力 (psi)	预设压力 (psi)
FID	空气 (Air)	> 70	~40
FID	(H ₂)	> 50	~20
FID	载气/尾吹气 (N ₂ / He)	> 60	~60 (辅助气) ~8 (柱头)
TCD	载气 / 尾吹气 (He / H ₂)	> 70	~60 (辅助气) ~8 (柱头)

3. 检测所连的气路是否漏气，并将电源线连到仪器上。
4. 通过数据线将 4890 连接到数据处理设备，若使用 3395，请连接信号 1 和遥控线，然后将 3395 电源插上并打开电源开关（见 37 页和 42 页）。
5. 打开气源（出厂时气路已设置好），等待 30 分钟，以使气体将进样器、柱子和检测器中的氧气吹出。（注意：若在 TCD 和填充柱进样器上使用氢气，应将流量设为 35 品 psi）
6. 如果有 TCD，将仪器顶盖提起并除去 TCD 排气口上的黄帽。
7. 将 4890 GC 电源插上，等待氧气被吹出色谱仪后，再打开电源开关，4890 将自动进行自测。
8. 参照第 3 章的进样样品种和色谱操作条件，运行一个测试色谱。将测试色谱图与第 3 章所示的色谱图作比较，不要期望两者完全相同，因为使用的柱子、气体流量、进样条件和积分仪不同，因此色谱图也会有所不同。

气源与 4890 GC 的连接（未装好辅助流量面板）

注意：下面将描述从气源到 4890D 的连接。

- 如果你要将气源与标准配置的 4890 GC 相连接，请参见 18 页。气源连接到柱箱门左侧面的主流量面板或辅助流量面板上。所有气源接头都是 1/8 英寸内螺纹型接头。

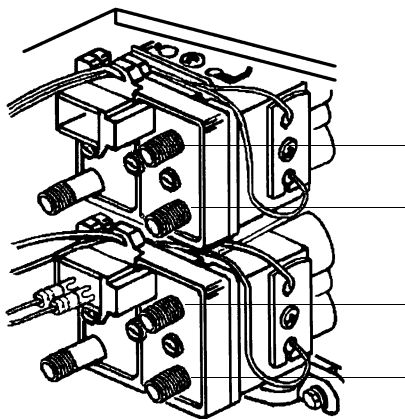
主流量面板

一般来说，每种气体连到主流量面板后的对应器件上。

- 载气连到进样器的质量流量控制器上。
- 毛细管柱尾吹气连到检测器的流量控制模块上。
- 检测器辅助气（FID 的氢气和空气，TCD 的参比气）也连到检测器的流量控制模块上。

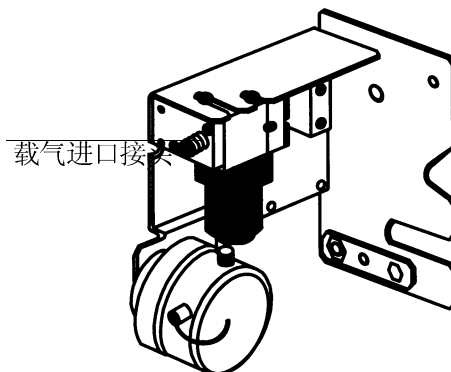
安装 气源与 4890 GC 的连接（未装好辅助流量面板）

检测器流路组合块



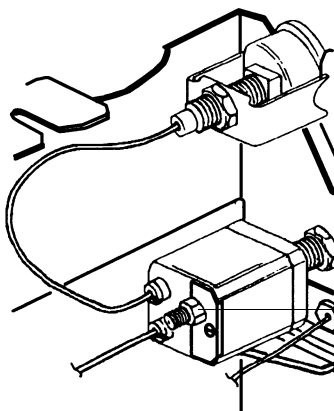
检测器气体
进口接头

可编程冷柱头毛
细管柱进样流路模块



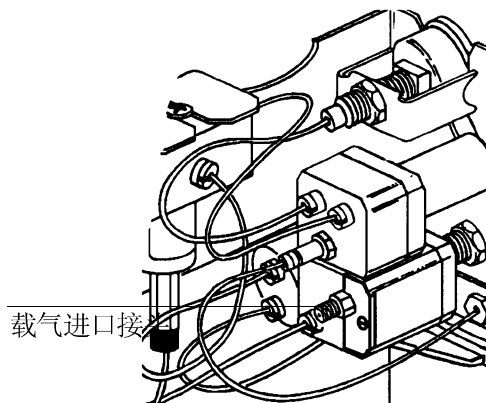
载气进口接头

填充柱
进样流路模块



载气进口
接头

分流 / 不分流
进样流路模块



载气进口接

后视图，主流量面板

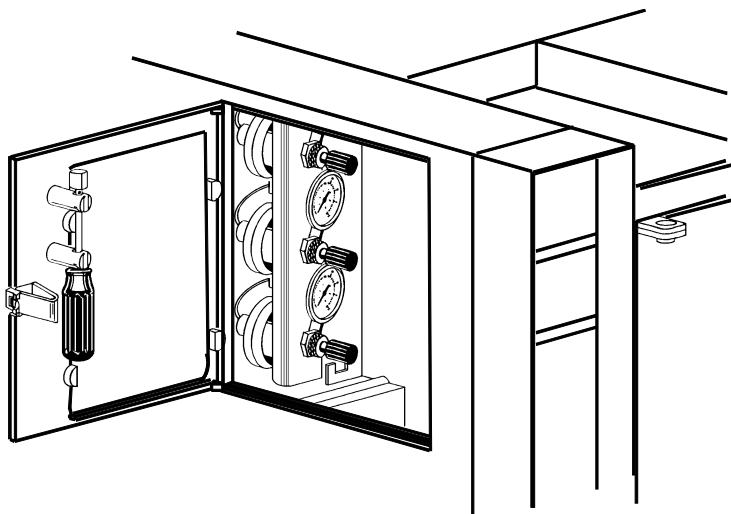
安装

气源与 4890 GC 的连接（未装好辅助流量面板）

辅助流量面板

下图为辅助流量面板连接图，将气源管线连接在各压力调节器和相应的总流量控制器或流量组合块之间，同时将气源连接至压力调节器上。

如果不需要将气源直接与进样器的质量流量控制器或检测器的流量组合块相连



接，跳过此节到“设定气源压力并检漏”部分。

辅助流量面板

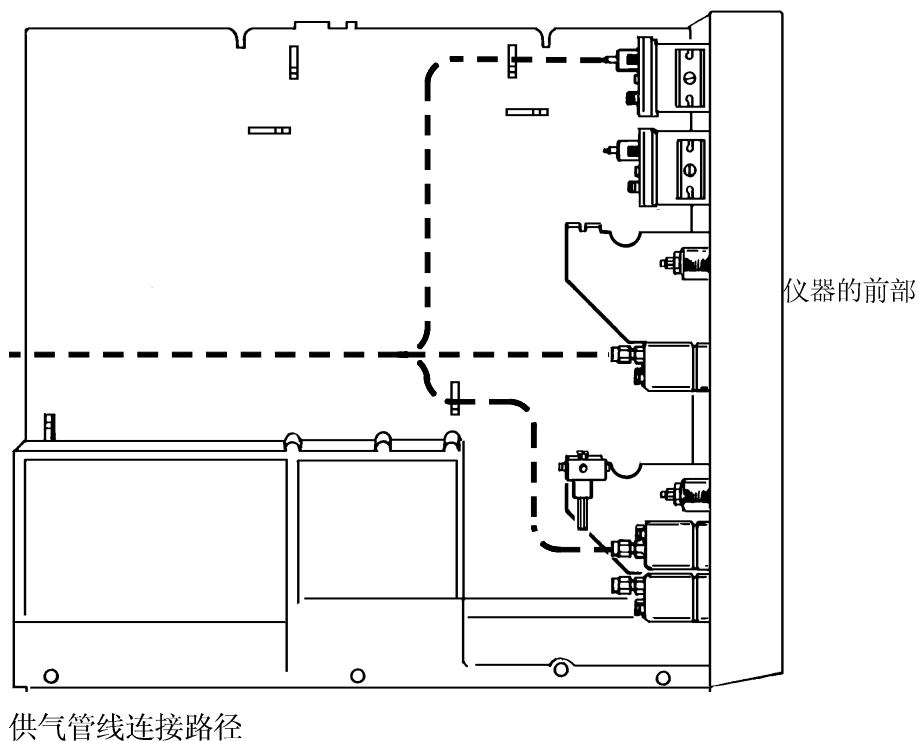
相应面板安装完成后，在连接气源管线和接头前，应注意：

1. 确保要连接的气源是关着的。
2. 拧松左侧面板底部边缘上的两个螺丝，将面板轻轻向后拉并提起，将左侧面板移开。

3. 连接气源时，将连接管连接至正确的流量控制器或流量组合块上。将管线沿着柱箱壁上的凹槽，以确保管线紧贴柱箱。

若没有填充柱进样器，可跳过这一部分，直接看下一节的“气体管线连接”部分。

4. 用于填充柱进样器的流量控制器含有一个流量范围在 $0 \sim 20 \text{ ml/min}$ 的稳流阀。在随机附件包中有一个备用的稳流阀，范围在 $0 \sim 110 \text{ ml/min}$ 之间。若分析所用的流量大于 20 ml/min ，按照下页的说明更换稳流阀。也可以通过增加气源压力来获得高流量。参见操作手册中第 4 章 *进样系统流量的设置* 部分。



更换稳流阀

需要下列工具：11 mm（7/16 英寸）扳手，平头螺丝刀，镊子以及需用的稳流阀。

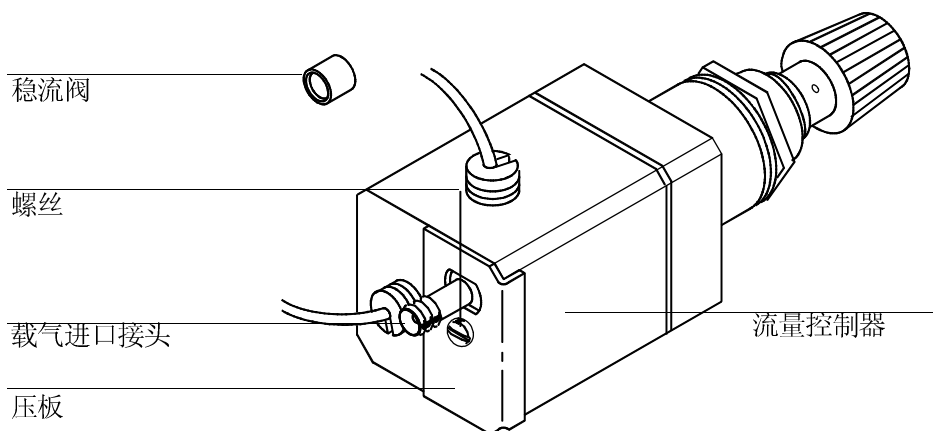
若气体与仪器已连接好，先将载气气源关闭，并用 11 mm（7/16 英寸）扳手将气体连接管从载气进口接头断开。

1. 从下表中选择需要的稳流阀，这些稳流阀用于填充柱和吹扫填充柱进样器系统（标准流量控制器部件号：19362—60565）。在随机附件包中有一备用的流量范围在 0 ~ 110 ml/min 之间的稳流阀（部件号：19362—60535）。

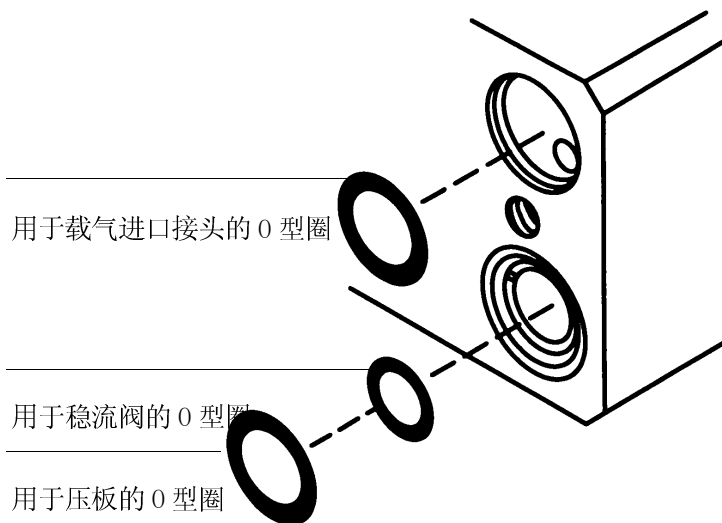
部件号码	流量范围 (ml/ min)	供气压力 *	彩点标记
19362-60515	0 至 20	50	红和紫
19362-60525	0 至 60	50	蓝和紫
19362-60535	0 至 110	50	绿和紫
19362-60545	0 至 400	50	黑和紫
19362-60555	0 至 750	50	黄和紫
* 注：以氦气（He）为基准			

2. 拧松流量控制阀压板上的螺丝，限流器和载气进口铜接头都通过该压板与块体相连。将螺丝、压板、载气进口接头放在旁边，将在第五步时重新安装。

气源与 4890 GC 的连接（未装好辅助流量面板）



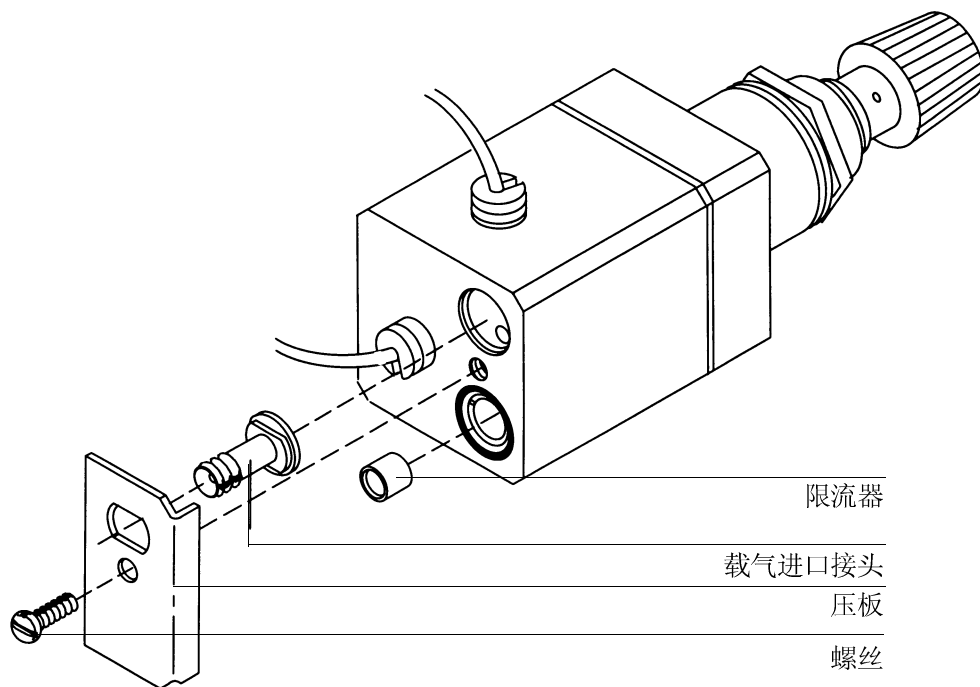
3. 用镊子将稳流阀从流量控制器上移去。
4. 装入需要的稳流阀，确保三个 O 型圈都已装入。



5. 重新将载气进口铜接头和压板装入流量控制器块体中。

安装
气源与 4890 GC 的连接（未装好辅助流量面板）

6. 重新将连接压板与块体的螺丝装上，为防止漏气，应确保螺丝拧紧。



7. 重新连接载气，将载气压力调节至 50~60 psi。检漏

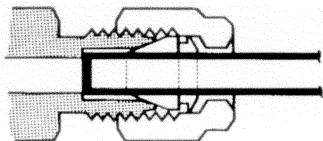
气体管线连接

按图所示，将管子尽量伸入接头内，用手拧紧（不用扳手），再用扳手拧紧（3 mm 管子拧 3/4 圈，6 mm 管子拧 1-1/4 圈）。

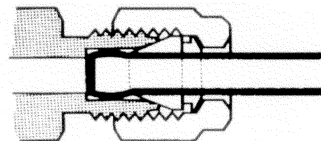
安装

气源与 4890 GC 的连接（未装好辅助流量面板）

安装接头
管子插到底



用手拧紧，
再用扳手拧紧



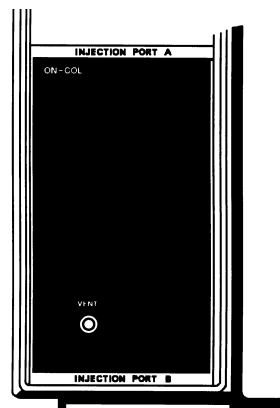
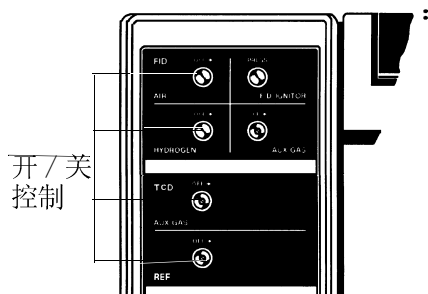
- 载气：管子连至相应的流量控制器接头（标有 IN）。
- 毛细管尾吹气：对于 FID 管子连到流量组合块中标有 FID-AUX 的接头上，对于 TCD 或 ECD，连到标有 TCD-AUX 的接头上。
- FID 的氢气和空气：管子连到流量组合块中标有 FID-HYD 和 FID-AIR 的接头上。
- TCD 的参比气：管子连到流量组合块中标有 TCD-REF 的接头上。

一旦连接完成，必须进行初始压力设置和检漏操作。

安装 气源与 4890 GC 的连接（未装好辅助流量面板）

检测器

可程序升温的
冷柱头毛细管柱进样器



填充柱:
进样器
Inlet:

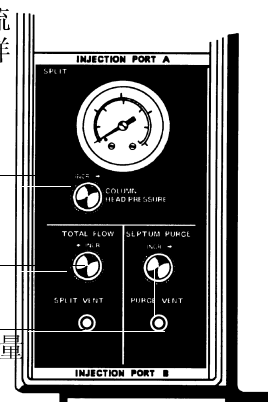
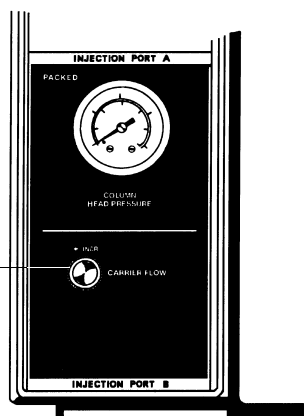
分流 / 不分流
毛细管柱进样
流量模块

总流量
控制阀

柱头压力

总流量控制

隔膜清洗流量



4890 流量控制（典型）

设置供气压力并检漏

在供气管子连好后，必须检查所有接头的气密性。完成下列步骤，设置或改变初始气源压力。

1. 在 4890 流量面板上：
 - a. 关闭所有检测器的开关阀（顺时针）和毛细管柱尾吹气开关。
 - b. 轻轻关闭进样器流量控制器（顺时针）。
2. 在气源上执行下列步骤：
 - a. 打开气源。
 - b. 根据下列方法设置供气压力。
 - c. 注意：推荐的压力数值是仪器所需压力。如果管子太长或太窄，或同一气源供多台设备使用，气源的压力并不代表仪器上的压力。
- 任何通过本机压力调节器连到仪器的气体，将其压力设置成至少比本机压力调节器的压力高 69 kPa (10 psi)。
- 对于载气，为得到 207 kPa (30 psi) 的柱头压力，将进入流量控制器的气源压力设置为 345 kPa (50 psi)。如果要得到更高的柱头压力，气源压力至少应比所需柱头压力大 138 kPa (20 psi)。
- 对于毛细管柱的尾吹气，将与检测器尾吹气 (Aux) 开关阀连接的供气压力设置到 276 kPa (40 psi)。

安装

设置供气压力并检漏

- 对于 TCD 参比气，设置连接参比气开关阀的气源压力为 276 kPa （40 psi）。
- 对于 FID，设置连接氢气和空气开关阀的气源压力分别为 103 kPa （15psi） 和 276 kPa （40 psi）。

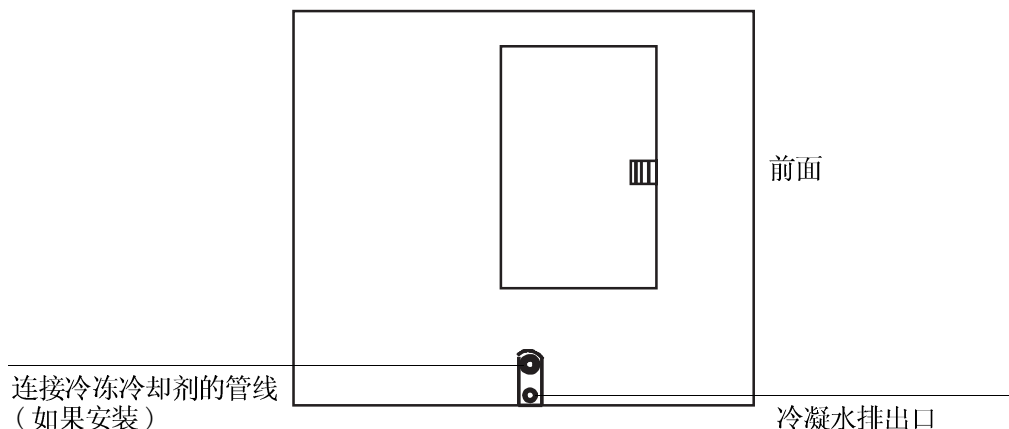
注意：FID 最佳氢气和空气流量（由气源压力决定）的设定取决于载气流量（毛细管柱应用时应加上毛细管柱尾吹气流量）。这里所示压力为试漏时用，对于 FID 的应用可能不正确。

3. 用适当的试漏液从钢瓶接头开始，到仪器的接头，测量每个接头的气密性。
4. 对漏气的接头，拧紧后再测。
5. 当所有的接头都经过验证后，重新装上侧面板，确保所有供气管线都沿着仪器背后的出口槽放置，然后继续安装。

连接低温冷却剂

通过仪器左下方边缘附近的槽口连接冷冻进样阀（如果安装的话）的接头。一条供冷却剂排出的沟就在这个槽口的下面。

拧开左面板下方的两个螺丝，取下左面板，然后向仪器的后方移动，并提起面板。



左视图

必须根据安装的冷却装置，使用适当的冷却剂：液态二氧化碳或液氮。如要使用不同的冷却剂，则要换掉整个冷却装置。（附件 19239A 用于液态二氧化碳，附件 19239B 用于液氮）。

使用液态二氧化碳作冷却剂——将一根 3 mm 长的不锈钢管连到进样阀侧面的铜接头上，使用两把扳手，一把固定住阀上的接头，另一把将管子拧紧。

盛 CO₂ 的容器必须装有一个内部的喷管，以确保提供的是液体而不是气体。将管子与容器上的排出接头相连。不要使用调节器，因为汽化和冷凝过程会发生在调节器上而不是柱箱内。

容器和进样阀之间的管子不需要隔热。

使用液氮作冷却剂 —— 将一根 1/4 英寸的铜管连接到冷冻进样阀。使用两把扳手，一把固定住阀上的接头，另一把将管子拧紧。

阀和液氮之间的连接接头，必须要隔热，而且越短越好。这样液体而不是气体将进入到进样阀。用于冰箱和空调上的泡沫是很合适的隔热材料。隔热材料应放得越多越好。

注意

液氮钢瓶上装有一个安全减压阀以防止压力过高，压力设置应在 138 至 207 kPa （20 至 30 psi）之间。过低的压力可能造成冷凝不够，过高的压力可能造成降温失控，并损坏柱箱及里面的东西。

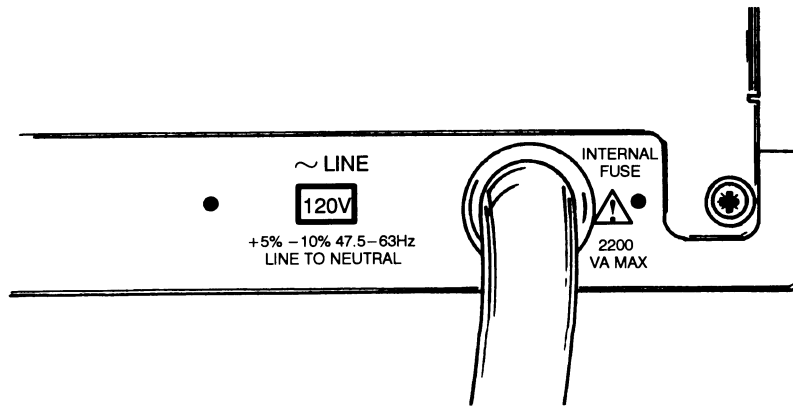
应使用合适的接头来连接管子和提供液氮的装置。

供气检查

完成以下步骤来进行管子和气源的连接：

1. 在连接前必须关闭气源。不连的接头必须用气帽盖上。
2. 将管子穿过柱箱壁上的槽口，并连接到合适的流量控制器或流量组合块上。
3. 选择合适的接头。
4. 给系统供气。
5. 补偿仪器与气源间的压力差。
6. 每个连接处检漏。
7. 安装降温冷却气装置（如果有的话）。

电源线连接



电源线电压标记

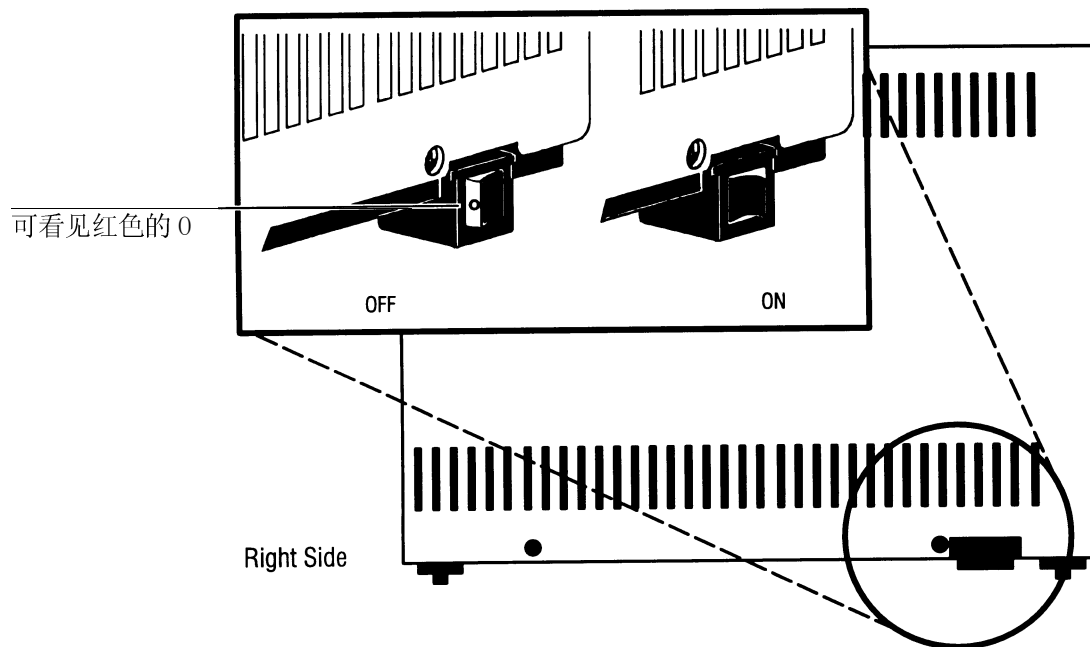
电压及接地

仪器的电源电压和频率标记在仪器背面。操作电压必须符合仪器订购时选择的电压。

为安全起见，仪器面板和机箱通过符合国际电子技术委员会（IEC）要求的三相电源线接地。

安装 电源线连接

本仪器必须使用合理接地的插座，在插入电源前，必须确保插座接地良好。

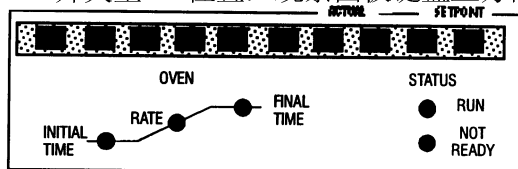


主板上的开关位置

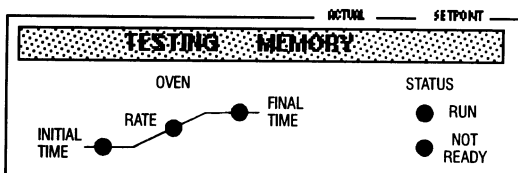
在将主机安置在合适的位置后，检查电源开关，确保其在关的位置上（应能够看到开关上的红色 0），然后再接好电源线。

开机

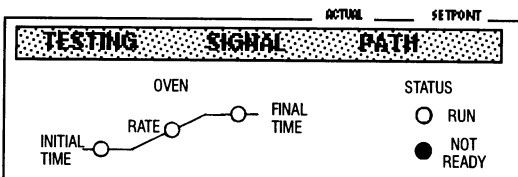
1. 检查确定主机电源开关在 OFF 的位置上，将 4890 与电源相连，打开电源开关至 ON 位置，观察面板键盘上方的显示区。



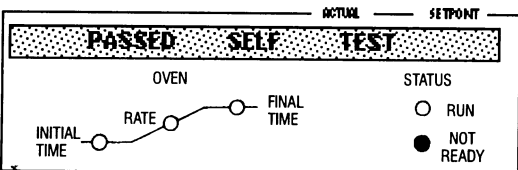
测试显示器的元器件：所有的液晶显示和 LED 器件都亮。



进行 4890 内存测试。



进行 4890 自检，除“NOT READY”外的 LED 灯关闭。



这一信息指明重新上电后自检过程的正常完成，用户设定值生效。

除“NOT READY”外的 LED 灯关闭。

通电后正常的整机自检

2. 自检程序运行，大约需 30 秒。
自检成功后，显示“通过自检测试”。
3. 当显示“通过自检测试”后按 [OVEN TEMP] 以检查键盘是否有效。此时立刻显示当前柱温状态。

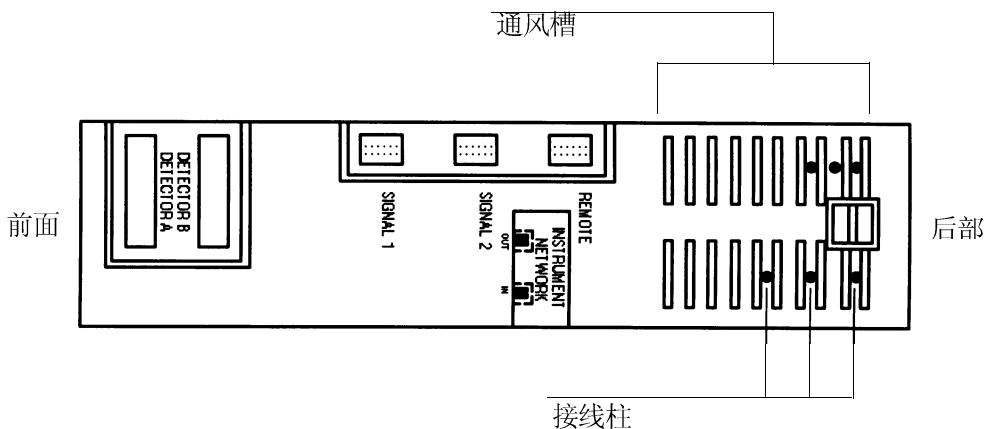
安装
电源线连接

		ACTUAL	SETPOINT
OVEN	TEMP	34	OFF

首次上电时的显示内容

连接信号输出线

4890 所有信号线的末端都有一个插头，将信号线连到仪器右侧顶部的插座上。打开右侧顶部面板（将后沿抬高），安装信号线。



信号连接线插座的位置

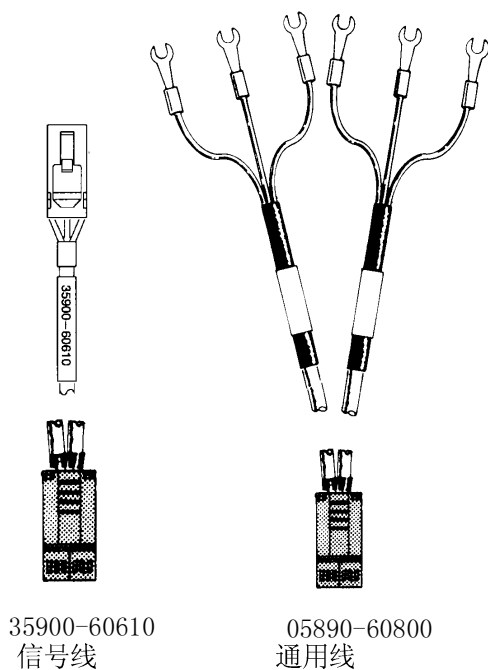
在连接线插座区域的后部有两组绕线柱，连接线在离开仪器前应绕过或穿过这些柱子。

注意

电缆线不要靠近柱箱排气口或仪器顶部，因为高温会损坏电缆模拟信号输出线。

模拟信号输出线

下面的图和表格列举了一些信号线，这些线可以将 4890 的模拟输出通道（有多种 DC 信号，最大 +1V 或 +1mV）连到记录仪，积分仪或计算机的 A/D 转换器。如果安装了第二个输出通道，则还需要一根信号线。



可选的模拟信号输出线

注意，通用线包含两根独立的信号线，它们的一端合在一起成为一个共同的、单一的阴性插头，插在 4890 上。其中一根标记为 1 mV，另一根标记为 +1 V 输出。一般来说，+1 V 的线用来连接积分仪或 A/D 转换器，1 mV 的线用来连接记录仪。

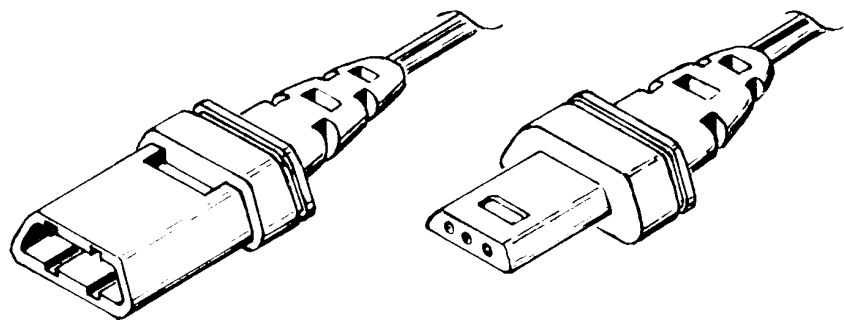
部件号	典型应用	长度	接头类型
35900-60610	至 3394/5/6 积分仪	2 m	边缘插座： 3394/5/6 积分仪， 1 V 输入
05890-60800	通用	2 m	铲型接线片
注：上述信号线属于 +1 V 信号线。1 mV 铲型信号线部件号为 05890-60800.			

1. 将信号线插头插到 “SIGNAL1” 或 “SIGNAL 2” 的阳性插座上。
2. 将信号线的另一端插到相关的设备上，如果要接铲型接线片，直接接到设备上。注意下列颜色代码：

白（WHITE） + （高）
黑（BLACK） （低）
橙（ORANGE） 地
3. 将信号线从信号线连接区的后部引出，盖上顶板。

仪器网络（INET）线

如果安装了选配件 552，则 4890 可被当成仪器网络（INET）的一部分，能自动进行色谱仪、积分仪、自动液体进样器，阀等的操作。下图显示了该选配件所需的电缆线。

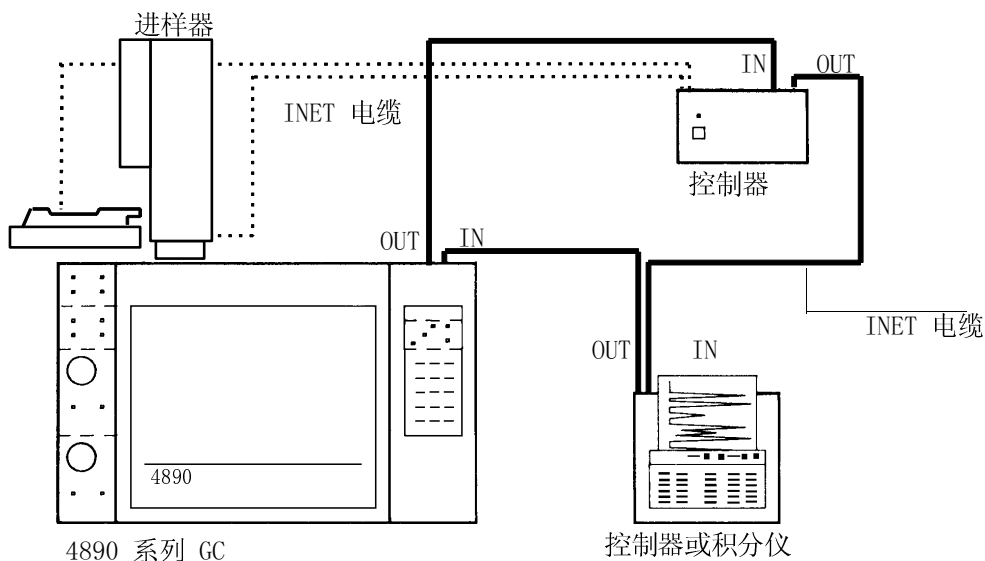


仪器网络通讯线

注意：建立一个完整的通讯环路，总需要两根线。

仪器网络通讯线		
部件号	长度	接头类型
82167D	5 m	HP-IL

在仪器网络通讯中的每一个设备都必须一个接一个地连接起来，形成一个环路，也就是说一个设备上的 INET OUT 端，必须连接在另一个设备的 INET IN 端上，环路必须是连续的，而且所有的设备都应该打开，否则环路就不能正常工作。



典型的仪器网络系统

安装仪器网络通讯线

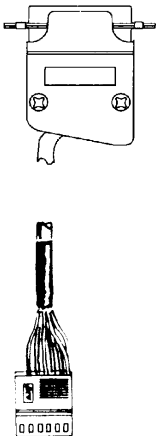
1. 在 4890 的顶部找到 INSTRUMENT NETWORK 的 IN （仪器网络输入）以及 OUT （输出）插座，（见本节中 “信号连接线插座的位置”）。
2. 在环路中其它设备上找到 INET IN/OUT （仪器网络输入 / 输出）插座。
3. 4890 的 OUT 端与环路中下一个设备的 IN 端之间用网络电缆连接。
4. 用电缆连接 4890 的 IN 和环路中上一个设备的 OUT 端。

对于仪器网络系统，环路中各仪器之间的通讯只能通过 INET 电缆，若有能力，可在 4890 和仪器网络控制器之间安装一个遥控开 / 关电缆（见下一节），但这不能与 INET 电缆同时连接。

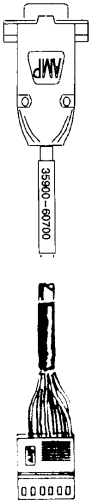
遥控启动 / 4890 就绪电缆

当 4890 程序运行开始时，遥控功能可同时开启积分仪或数据系统，并提供“准备就绪”信息。

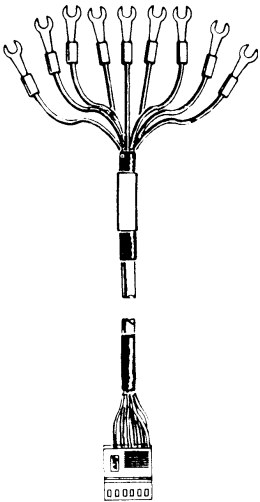
针号	颜色
1	绿
2	棕
3	蓝
5	灰
6	紫
7	橙
8	黑
9	黄
12	红



03394-60600



35900-60700



05890-61080
 通用型

遥控启动 /4890 就绪电缆

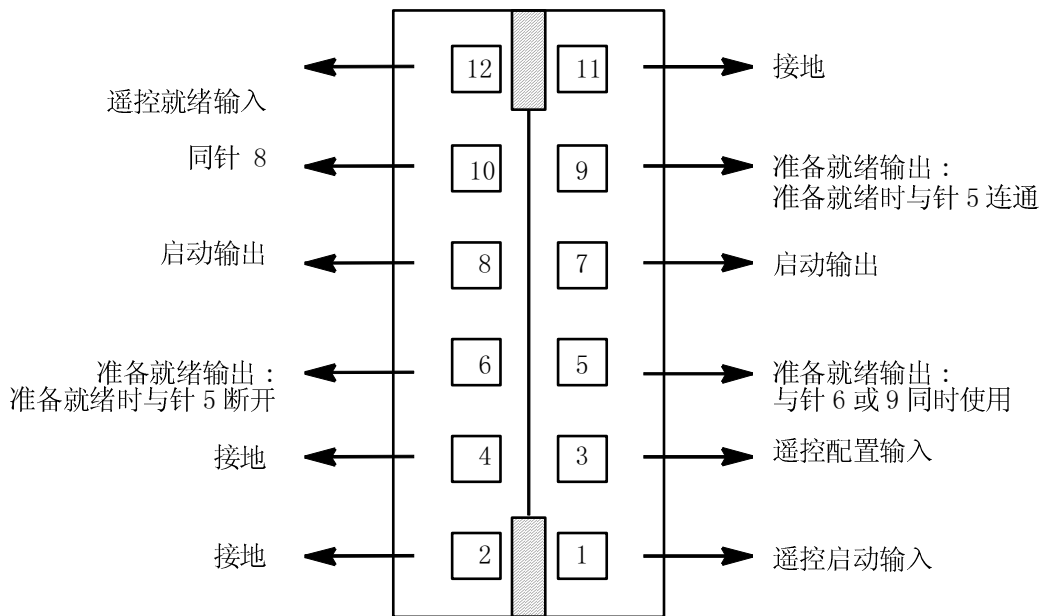
可用的遥控启动 /4890 就绪电缆

部件号	用途	长度
03394- 60600	3395/6 积分仪	2 m
35900- 60700	35900 B/C/D/E	2 m
G1290- 60567	7694 A/E & 19395A H S	2 m
05890- 61080	通用型	2 m

遥控插座

12 针的遥控插座根据不同的连线具有不同的功能。下图定义各针的功能。

从 4890 顶部和前部看



有效功能，遥控插座 J2

表 2-2 有效功能，遥控插座

功能	说明
针 1 遥控启动输入	<p>TTL 输入，脉冲触发继电器闭合（>5msec 脉宽）</p> <ul style="list-style-type: none">• 开始柱箱温度• 当程序完成或按 STOP 时，运行结束
针 2 接地	接地
针 3 遥控配置输入	<p>TTL 输入，继电器闭合或针 3 对地短接</p> <ul style="list-style-type: none">• 如果针 3 和 4 不短接，仪器的 START 键启动柱箱温度程序并对“启动输出”继电器发出触发脉冲，（针 7 和 8，针 9 和 10）。• 如果针 3 和 4 短接，START 键只触发继电器（针 7 和 8，针 9 和 10），但不启动柱箱温度程序。柱箱温度程序通过脚 1 和 2（遥控制启动输入）或仪器网络启动。
针 4 接地	
针 5 和 6 或 针 5 和 9 准备就绪输出	<ul style="list-style-type: none">• 单刀双掷继电器的两种状况，“就绪”由触点的开（针 5 和 6）或关（针 5 和 9）来触发。当满足下列条件时，发出“就绪”信号。• 4890 不处于运行状态。• 柱箱温度开启并到达设定点。• 柱箱达到平衡时间。• 所有打开的加热区达到温度设定值。• 所有定义到信号输出通道上的检测器为开（on）。• 若使用仪器网络（INET），网络中的其它设备均已“准备就绪”。• 没有“出错”信息。 <p>继电器触点参数：3 W，0.25 A，28 VDC 最大阻性负载，1.2 ms 颤动。</p>

表 2-2 有效功能，遥控插座（续）

功能	描述
针 7, 8 和 10 启动输出	<p>针 7 为常开继电器的一端，针 8 和 10 为另一端。当发生下列情况时，产生一个 5ms 的触发信号，启动输出：</p> <ul style="list-style-type: none">• 当（START）按下时，针 3 和 4 未短接。• 当柱箱温度启动时，针 3 和 4 短接。 <p>继电器触发参数：10 W，0.5 A，200 VDC 最大阻性负载，0.4 ms 颤动。</p>
针 11 地	接地
针 12 遥控就绪输入	<p>TTL 输入，外部设备未准备好，继电器由外部设备触发关闭（连接针 11 和 12）。</p> <ul style="list-style-type: none">• 如果外部设备未准备好，则显示“系统未就绪”并且 4890 “未就绪”指示灯点亮。未就绪状态也会传送至仪器网络（若使用）。• 断开针 11 和 12，则表示外部设备就绪。

不同的功能方便使用者设计系统，例如：

- 在针 1 和 2 之间装一按钮开关，能从远处启动 4890。例如在手动进样时，若在进样区域有遥控启动开关，则能减少进样与启动仪器的时间差。

另一方面，连接针 1 和 2 能使积分仪或记录仪具有遥控启动功能，可遥控启动 4890。

- 同样，当 4890 开始分析时，能很方便地自动启动积分仪或记录仪。针 7 和 8（或 7 和 10）可用于远程启动有遥控功能的积分仪或记录仪。

- 注意：当按 4890 上的 START 键时，针 7 和 8（或 7 和 10）总是连接的。

- 当按 START 键时，柱箱温度程序的情况由针 3 和 4 决定：

如果 3 和 4 不短接，柱箱温度程序立即开始。

如果 3 和 4 短接，柱箱温度程序直到针 1 和 2 连通后才开始。

如果针 3 和 4 短接，4890 的 START 键可启动远处设备，但并不同时启动本身的柱箱温度程序。

例如：这样可建立一个积分仪，自动进样器。进样控制器的自动操作系统。将针 3 和 4 短接，当按 4890 START 键时，针 7 和 8（或 7 和 10）立即连通触发进样控制器进样。

进样后，进样控制器同时触发积分仪开始积分，并启动 4890 的柱箱温度程序。（通过针 1 和 2）。

- 若 4890 由远程设备启动，就能很方便地指出仪器是否准备就绪。4890 的“就绪”状态，可通过针 5 和 6 的连通，或通过针 5 和 9 的断开来达到。

根据远程设备的要求选择针对。

- 相反，通过针 11 和 12 可向 4890 反映远程设备的工作状态。如果针 11 和 12 短接，远程设备“未就绪”，在 4890 上，“未就绪”指示灯亮。按 CLEAR 后，显示“not ready”（外部设备未就绪），该状态也可反映到仪器网络系统（若使用）。

例如：在自动操作系统中，积分设备或计算设备在运行结束后需要有一定的时间来处理和打印数据才能开始下次运行。

- 注意没有遥控结束功能。当按 STOP 键，或完成了柱箱温度程序后，4890 结束当前的运行。相连的积分仪或记录仪必须分别通过手动或其本身的时间事件表来结束运行。

GP-IB/RS-232 接口板信息

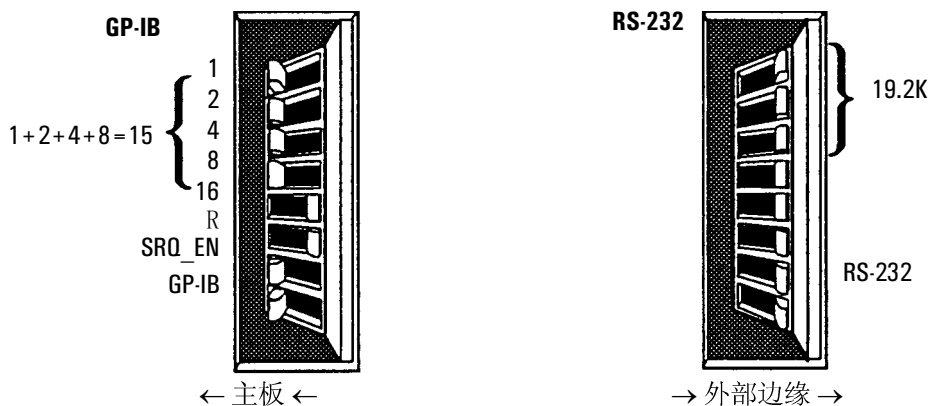
将仪器的右顶盖和右侧板卸下。

在 GP-IB/RS-232 接口板上找到 8 位拨动开关 S1。注意每个拨动开关有两个位置，向内拨（拨向主板）和向外拨（拨向接口板边缘）。

最下面一个拨杆决定 GP-IB 或 RS-232 方式，该拨杆向外拨，表明是 RS-232 方式。根据配置确定底部拨杆的方向。

若希望用 GP-IB 方式（底部拨杆向内拨），必须设定最上面的 5 个拨杆的位置以确定 GP-IB 的地址。例如，若上部的拨杆向内拨，表示 1，若向外拨，表示 0。如果上部 4 个拨杆均向内拨（而第 5 个拨杆向外拨），则 GP-IB 地址为： $1+2+4+8$ 或 15。根据上述方法设置所需的 GP-IB 地址。

当使用 GP-IB 方式时，第 7 只拨杆开关应向内拨，除非主控计算机有特殊要求。



若希望用 RS-232 方式（底部拨杆向外拨），最上面的三个拨杆必须设定以确定波特率。根据下表确定拨杆位置（注意：ON 表示拨杆向外拨）。

波特率	150	300	600	1.2K	2.4K	4.8K	9.6K	19.2K
拨杆 1	OFF	ON	OFF	ON	OFF	ON	OFF	ON
拨杆 2	OFF	OFF	ON	ON	OFF	OFF	ON	ON
拨杆 3	OFF	OFF	OFF	OFF	ON	ON	ON	ON

虽然仪器网络（INET）以后可能要用到 HP-IL 线（部件号：82167-60002），但是目前该线用于连接接口板的输出和输入。这样将使它的发射部分发出的信息通过回路回到接收部分以进行最初的测试。

安装仪器的侧面板：

1. 将仪器电源线插入电源，打开仪器电源开并。
2. 当仪器显示“测试信号通道”时，按下 CLEAR 键，直到出现“用户测试选择 0.7”为止。
3. 按数字键“0”，将显示仪器中所装的 RS-232/GP-IB 接口板的版本号。
4. 然后按数字键“3”。当接口板的仪器网络（INET）部分有效并且 HP-IL 线连在输出及输入口之间时，按“3”将显示“HPIL 环路合格”。
5. 测试 4 将检验所选的接口类型和地址或波特率。按数字键“4”将显示所选择的 RS-232 波特率或 GP-IB 地址。若所显示的接口板类型、地址或波特率不正确，关闭仪器电源，重新设置接口板上的 S1 拨动开关位置。

6. 当显示的接口板、波特率或地址正确，按数字键 7 可重新启动系统，并使用所输入的新参数。

显示将提示你按 ENTER 键。当按了 ENTER 键后，仪器将进行标准自测，新输入的参数将进入内存。

测试 1, 2, 5, 和 6 用于故障的自诊断。

测试 1 — 存储器快速测试，显示“测试通过 0000”。这种快速测试器用来检查对 256 页 1K 存储器是否可读写，是按页来测试的。

测试 2 — 存储器慢速测试（约 15 分钟）。显示屏开始显示“0”，然后显示“页面：000，通过：000”，页面号为 0~255。显示数值为当前测试的 1K 区域的页号。当 256 页均经过测试后，测试会重新从 0 页开始。

注意必须先完成测试 4 — GP-IB 地址或 RS-232 波特率测试，然后才可以做测试 5 和测试 6。

测试 5 — GP-IB 通讯测试，显示被 GP-IB 收到的字符，同时送出 GP-IB/RS-232 的用户测试 <CRLF>。送出和收到的速度约每秒 3 个字符，超时可能是个问题。

测试 6 — RS-232 通讯测试，传送 GP-IB/RS-232 用户测试 <CRLF>，每秒约 3 个字符，显示屏上显示 RS-232 上收到的字符（速度不论）。

如果使用仪器网络（INET），将环路电缆连接好；如果不用仪器网络（INET），将 INET 电缆留在原来的地方。

将适用 GP-IB 或 RS-232 电缆连至接线板上。

将所有的面板和顶盖放回原处。

安装完成后的检查单

- ☐ 仪器的气源是否连好？
- ☐ 所有气源的接头是否通通检漏测试？
- ☐ 输出信号线是否连好？
- ☐ 仪器电源是否已插上？

有关柱的安装和操作信息，参见 4890 系统列操作手册。

安装
安装完成后的检查单

测试样的分析

第 3 章 测试样的分析

本章包含了典型的测试样品的色谱图，也是仪器性能的一般说明。

这里假设仪器和正确的测试色谱柱都已安装好，并且了解了一般键盘的控制功能（温度控制，定义信号输出等），理解了进样器和检测器特殊的操作信息。

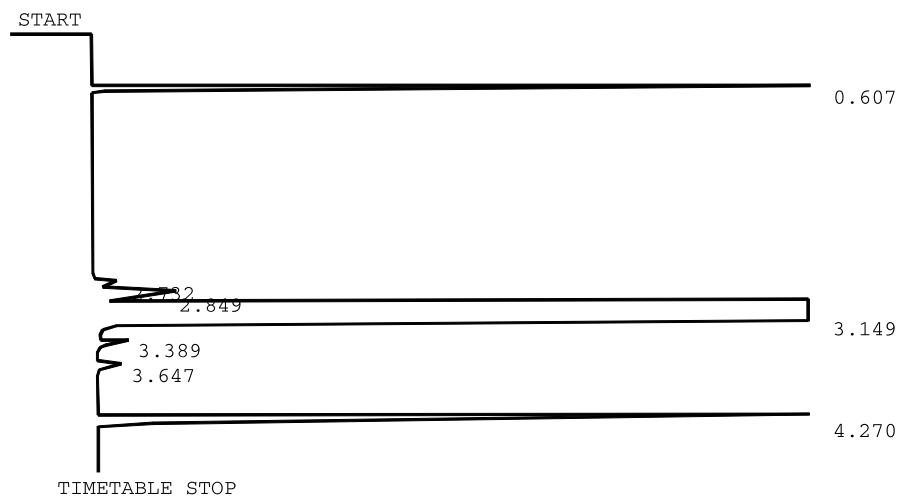
注意：在操作条件中所列的进样量并不是指总的绝对进样量，只是标准 $10\ \mu\text{l}$ 注射器上的读数。对于加热的进样器，实际的样品量还要加上另外的 $0.4 - 0.7\ \mu\text{l}$ ，这是从注射器针管中挥发出的样品量。对于专用的柱上进样器（不加热）则注射器上的推杆位置能更准确地代表真实进样量。

也请注意以下的操作过程和结果只说明进样器和检测器系统工作正常，但并不一定适合测试系统性能指标的极限值。

FID， 分流进样

信号范围	压力 (psig)		气流	流量 (mL/min)
	输入 GC	流量面板		
氦气	100	90	载气	14.7
			尾吹气	19.7
氢气	60	15		29.6
空气	60	40		396
			分流出口	200.6
			隔膜清洗	4.7
柱头压力	6 psig			
色谱柱	19095J-321, [(5%) - 二苯基 - (95%) - 二甲基硅酮共聚物]15 m × 0.53 mm × 1.5 μm			
样品	1 μl 0.1% 正癸烷和 0.1% 正十六烷，溶剂正十烷			
柱箱初始温度	100 °C			
初始时间	0			
速率	20 °C /min			
终温	180 °C			
终温时间	2			
检测器温度	250 °C			
进样器温度	200 °C			
信号范围	1			

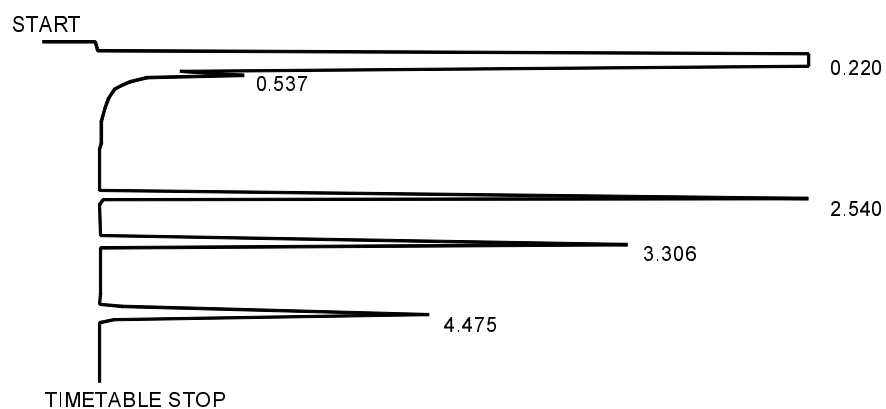
测试样的分析
FID, 分流进样



FID， 填充柱进样

气体	压力 (psig)		气流	流量 (mL/min)
	输入 GC	流量面板		
氦气	100	80	载气	20.1
氢气	60	16		33.8
空气	60	44		401
柱头压力	10 psig			
色谱柱	19095J-321, (5%) - 二苯基 - (95%) - 二甲基硅酮共聚物, 15 m × 0.53 mm × 1.5 μm			
样品	1 μl, n- C14 n-C15、n-C16 各 0.03% , 溶剂正己烷			
柱箱初始温度	110 °C			
初始时间	1.5			
速率	15 °C /min			
终温	150 °C			
终温时间	3			
检测器温度	250 °C			
进样器温度	200 °C			
信号范围	8			

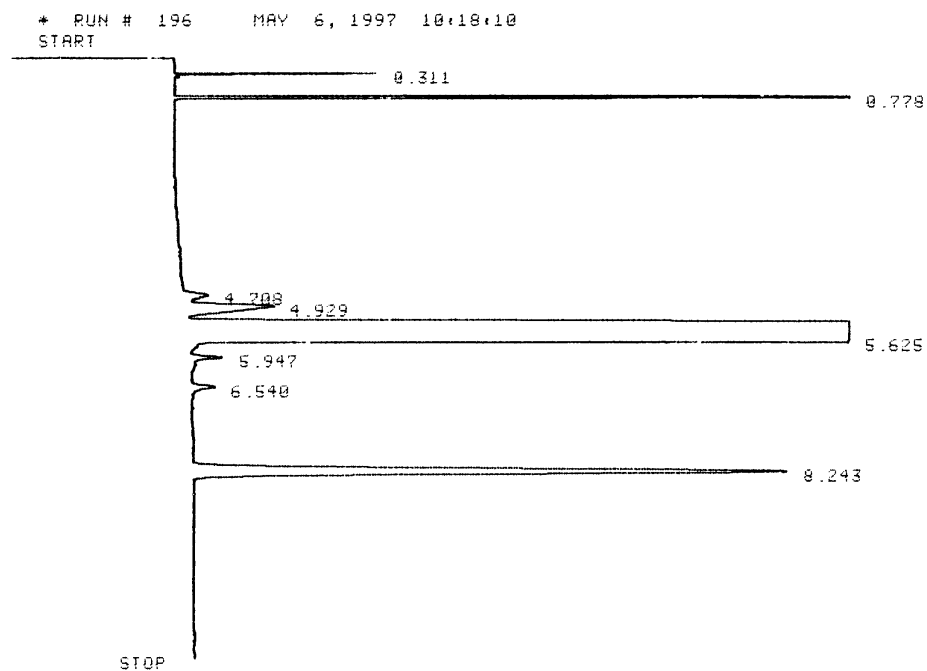
测试样的分析
FID， 填充柱进样



TCD， 分流 / 不分流柱上进样

压力 (psig)				
气体	输入 GC	流量面板	气流	流量 (mL/min)
氦气	100	90	载气	14.7
			尾吹气	10.3
			参比气	36.5
			分流出口	200.6
			隔膜清洗	4.7
柱头压力		6 psig		
色谱柱		19095J-321, (5%) - 二苯基 - (95%) - 二甲基 硅酮共聚物, 15 m × 0.53 mm × 1.5 μm		
样品		1 μ l , n-C10 和 n-C16 各 0.03% , 溶剂 n- C14		
柱箱初始温度		100 °C		
初始时间		1		
速率		10 °C /min		
终温		150 °C		
终温时间		4		
检测器温度		300 °C		
进样器温度		250 °C		
信号范围		0		

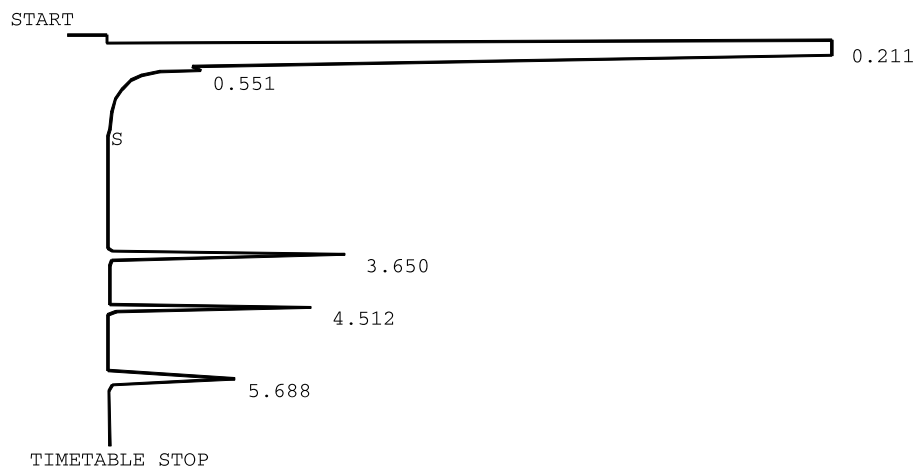
测试样的分析
TCD, 分流 / 不分流柱上进样



TCD，填充柱进样

压力 (psig)				
气体	输入 GC	流量面板	气流	流量 (mL/min)
氦气	100	40	载气	20.3
			尾吹气	1.8
			参照气	30.8
			隔膜清洗	1.8
柱头压力		9 psig		
色谱柱		19095J-321, [(5%) - 二苯基 - (95%) - 二甲基硅酮共聚物]15 m × 0.5 3mm × 1.5 μm		
范围		0		
样品		3μl , n-C14、n-C15、n-C16 各 0.03%, 溶剂正己烷		
柱箱初始温度		110 °C		
初始时间		1.5		
速率		15 °C /min		
终温		150 °C		
终温时间		4		
检测器温度		300 °C		
进样器温度		250 °C		
信号范围		0		

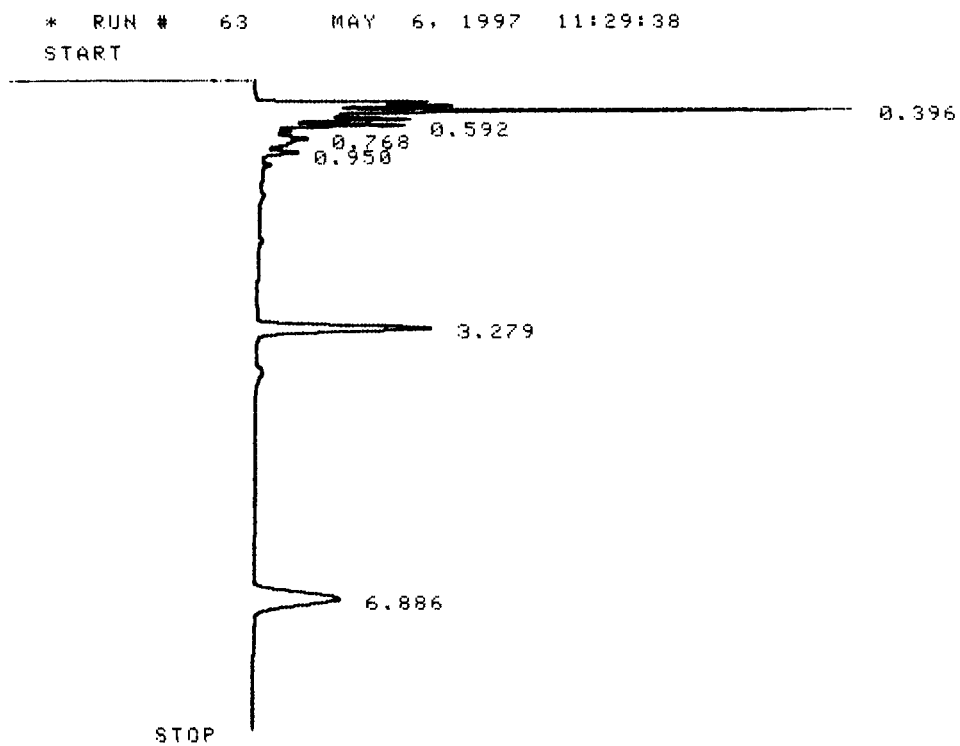
测试样的分析
TCD，填充柱进样



ECD， 分流进样

压力 (psig)		气流	流量 (mL/min)
气体	输入 GC		
氦气		载气	15 ?
氮气		尾吹气	60 ?
		分流出口	60 ?
		隔膜清洗	5 ?
柱头压力			
色谱柱	19095J-321, [(5%) - 二苯基 - (95%) - 二甲基硅酮共聚物], 15 m × 0.53 mm × 1.5 μm		
样品	1 μl, 33 pg/μl 六六六和艾氏剂, 溶剂异辛烷		
柱箱初始温度	170 °C		
初始时间	N/A		
速率	—		
终温	—		
终温时间	—		
检测器温度	300 °C		
进样器温度	200 °C		
信号范围	0		

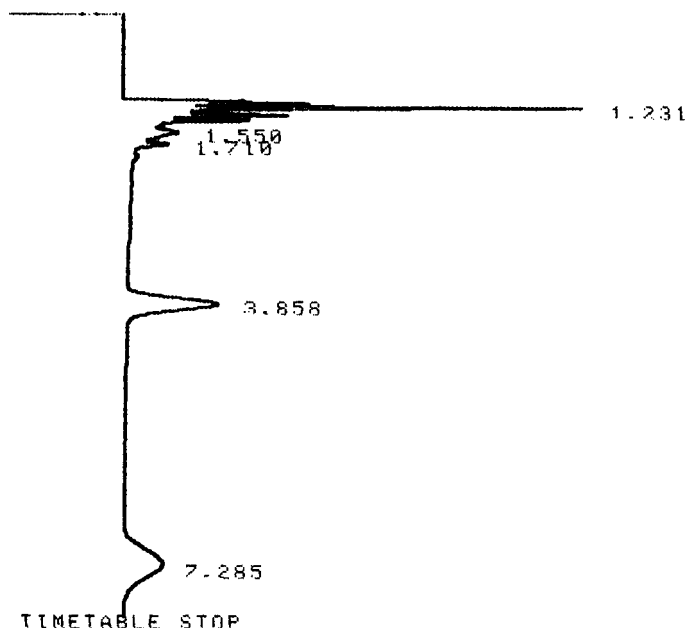
测试样的分析
ECD, 分流进样

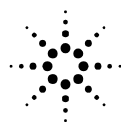


ECD，填充柱进样

压力 (psig)		气流	流量 (mL/min)
气体	输入 GC		
氮气		载气	30 ?
		尾吹气	30 ?
		隔膜清洗	1 至 2
柱头压力			
色谱柱	19095J-321, [(5%)-二苯基-(95%)-二甲基硅酮共聚物], 15 m × 0.53 mm × 1.5µm		
样品	1µl , 六六六和艾氏剂各 33pg/µl, 溶剂异辛烷		
柱箱初始温度		160 °C	
初始时间		N/A	
速率		—	
终温		—	
终温时间		—	
检测器温度		300 °C	
进样器温度		200 °C	
信号范围		2	

测试样的分析
ECD, 填充柱进样





Agilent Technologies

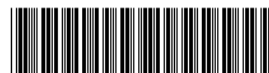


本书的印刷纸可回收



本产品可回收

安捷伦科技有限公司
美国印刷，2000 年 4 月



G2690-97007