

Markes 热托附(TD)现场培训教材

Agilent科技有限公司

网站: www.agilent.com

用户免费电话: 800 820 3278

用户免费传真: 800 820 1182

用户培训中心电话: 021-23017500

用户培训中心传真: 021-63403197

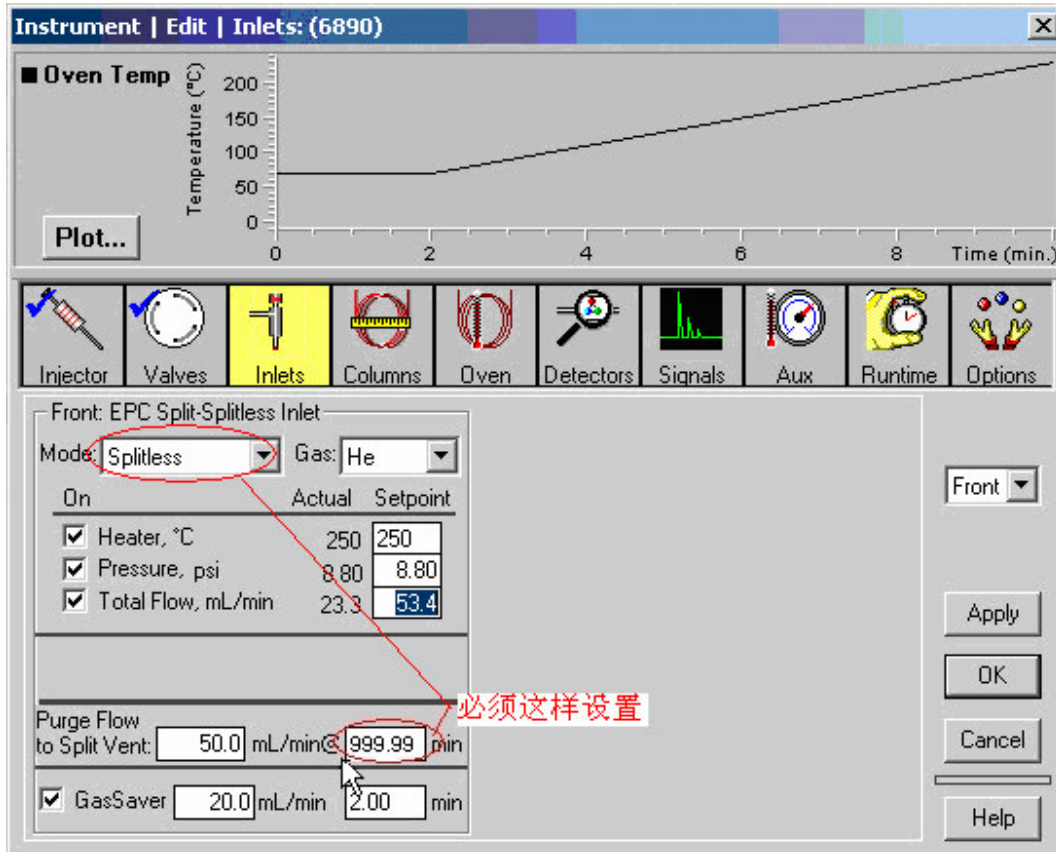
用户培训中心网站: <http://lscs-china.com.cn>

目 录

一、注意事项:	3
二、Unity 软件的启动	4
三、Unity 软件的一些常用快捷按钮	6
1. Set Gas Flows  及 Split Flow	6
2. Heat Trap 	7
3. Exchange Split Tube 	8
4. Show Carrier Schematic 	9
5. Load Method 	9
6. Check for Leaks 	10
四、Method 的建立	12
五、Method 的运行	14
六、附录: 如何配置仪器	15

一、注意事项：

1. 载气的纯度必须大于99.9995%。由于热托附（TD）会富集气体里的痕量组分，所以一定要保证气体的质量，TD对载气的要求比GC或GC/MS更高。
2. 驱动气动阀和冷却Cold Trap的气体（氮气或空气），其露点（Dew Point）必须在-35℃以下。否则在Cold Trap处可能会结冰。其输出压力应该在50psi。
3. 新的或者放置了一段时间的Sample Tube和Cold Trap应该经过老化后再使用。老化好的Tube应该马上使用，或者隔绝空气密闭保存。
4. 根据所运行的样品量的多少，每隔半年到一年更换一次Split Tube。
5. 每种Sample Tube和Cold Trap都附带一份说明书。请一定要保管好，上面有包括如何老化该种类的Tube和Cold Trap的重要参数以及可操作的温度范围等。
6. 在GC的Inlet设置上，进样模式永远设为Splitless，Purge Flow to Split Vent的时间设为999.99min。如下图：



Front: EPC Split-Splitless Inlet

Mode: **Splitless** Gas: He

On	Actual	Setpoint
<input checked="" type="checkbox"/> Heater, °C	250	250
<input checked="" type="checkbox"/> Pressure, psi	8.80	8.80
<input checked="" type="checkbox"/> Total Flow, mL/min	23.3	53.4

Purge Flow to Split Vent: 50.0 mL/min @ **999.99** min

GasSaver 20.0 mL/min @ 2.00 min

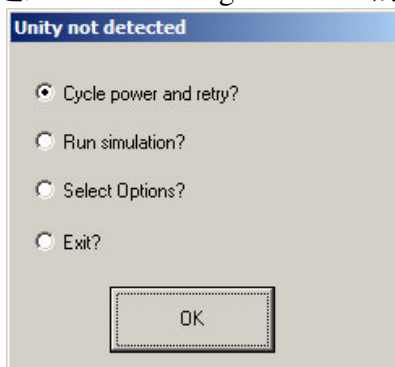
必须这样设置

二、Unity 软件的启动

先打开电脑，然后打开Unity的电源，双击桌面上的Unity图标或者从Start > Program > Unity启动Unity软件。



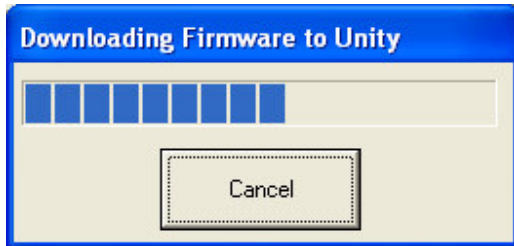
系统会提示“Detecting Unity Please Wait”，如果软件可以成功和 Unity 通讯，就会进入 Downloading Firmware 的界面；否则，就会出现下面的提示：



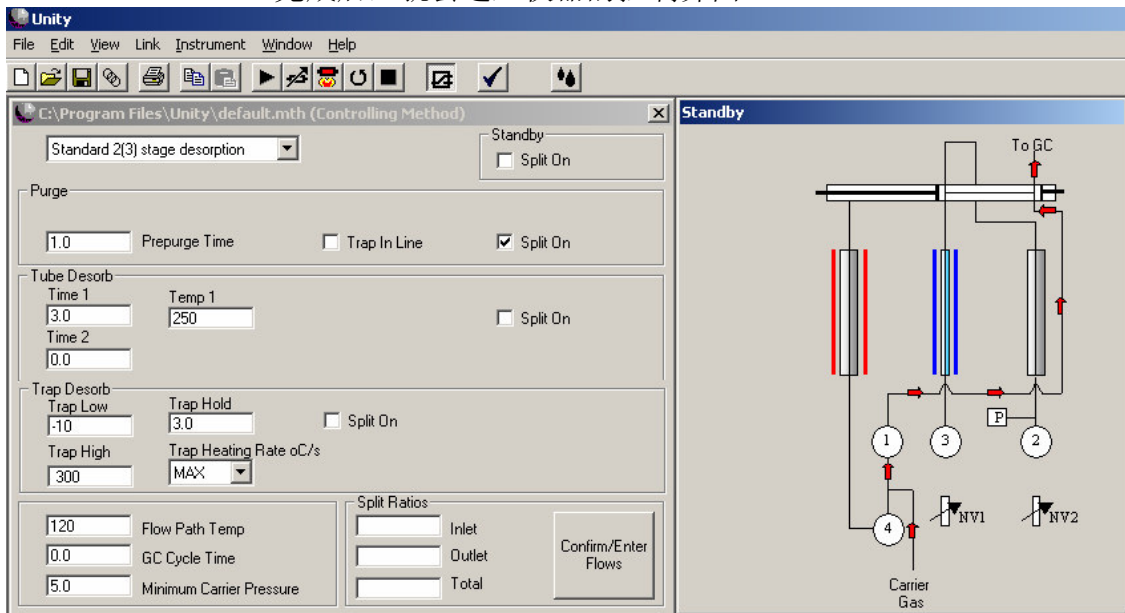
可以选择“Select Options”，进入下面的步骤来查看软件的配置仪器是否正确（[配置步骤见附录](#)）如果是仪器的电源没有打开或通讯失败，可以重新打开仪器的电源，然后选择“Cycle power and retry”，重新尝试。

软件会把Unity的Firmware下载到该模块上去，这一步骤会花费比较长的时间。

在Unity电源打开而没有连接软件之前，该模块的状态指示灯是红色的；当软件和Unity建立通讯，正在downloading Firmware的时候，指示灯是桔黄色的；当Firmware成功Download到该模块后，指示灯变为绿色。在downloading Firmware过程中，桌面上会显示下面的界面：



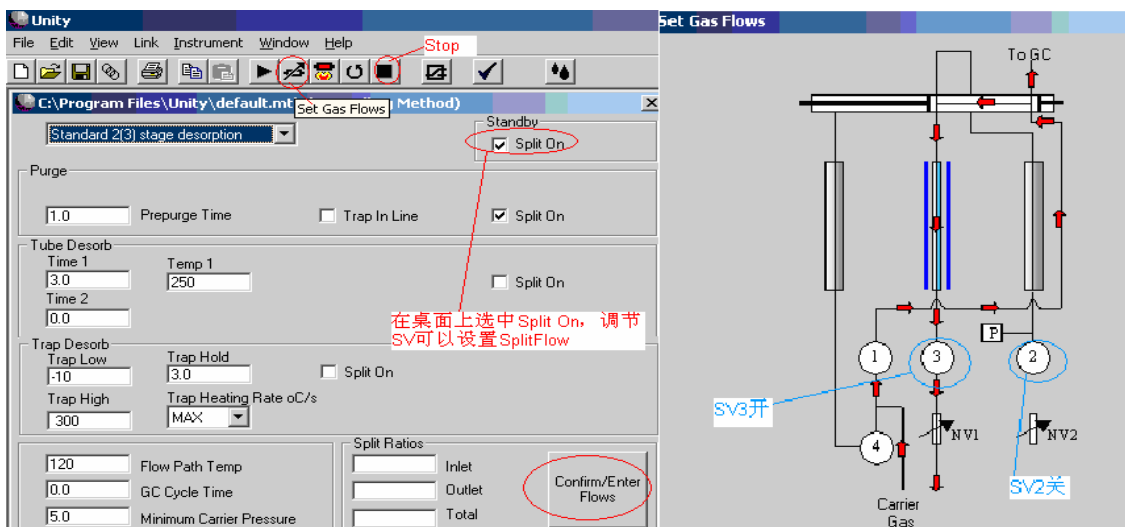
Firmware Download完成后，就会进入仪器的控制界面。



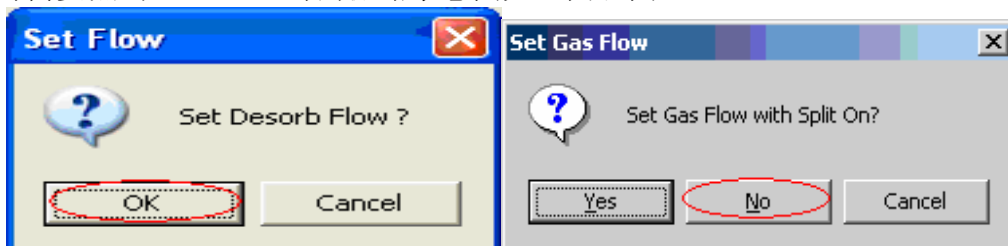
三、Unity 软件的一些常用快捷按钮

1. Set Gas Flows 及 Split Flow

如果需要设置Desorb Flow，点击下面左图的Set Gas Flows按钮(或通过菜单 Instrument > Set Gas Flow)。



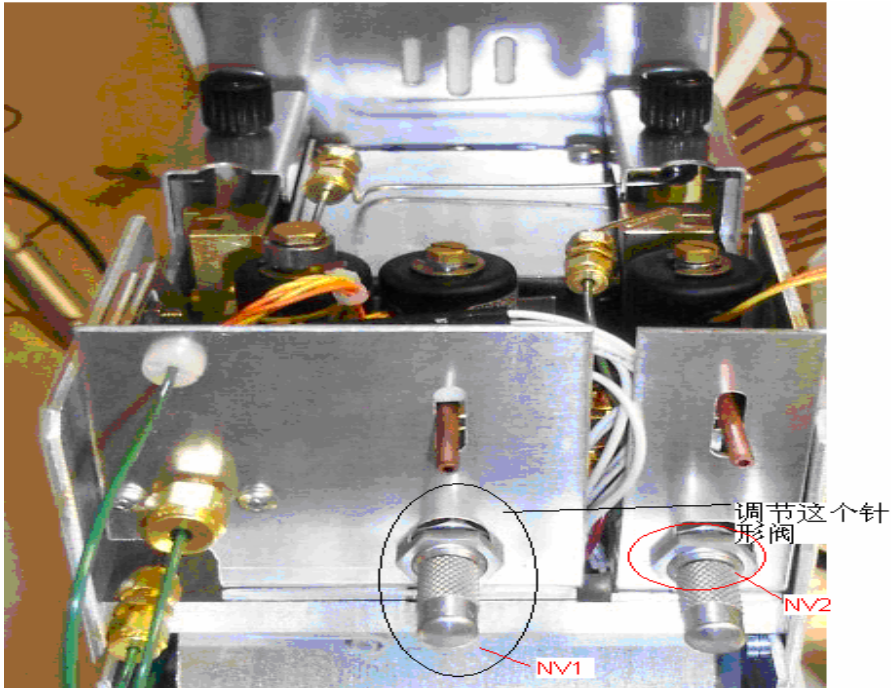
就会出现下面左边的对话框，点击OK。有的版本是出现下面右边的对话框，这时需要点击“NO”。这时的流路示意图见上面右图。



现在可以调节NV1的针形阀到流量约为50mL/min，见下图。结束后按停止按钮结束。（流量通过GC的控制面板上相应Inlet的Total Flow来确定）

注意：在针形阀位置不变的情况下，Desorb Flow和GC所用的柱头压有关系。柱头压越大，流量就越大。所以如果GC的方法中柱头压改变的话，需要重新调节Desorb Flow到50mL/min。（Split Flow亦如此）

Unity在Standby状态下，选中软件界面中的Split On，调节NV2来控制分流流量，通过GC的控制面板上相应Inlet的Total Flow可以确定分流流量。

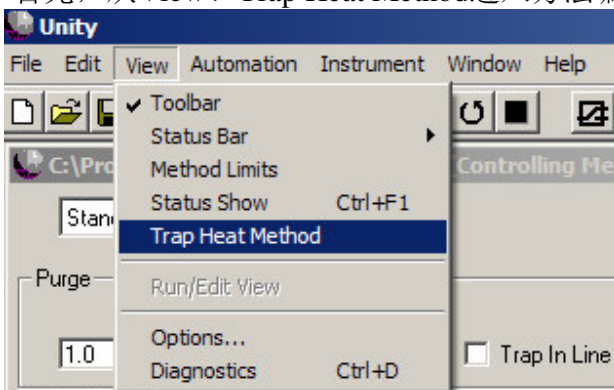


2. Heat Trap

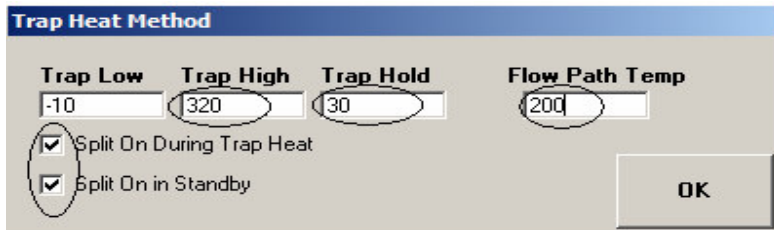
这个按钮是直接加热或老化Cold Trap的方法。但是我们不推荐使用这个方法老化cold trap。我们建议用户直接使用Standard 2(3) Stages Desorption方法来老化Cold Trap。这在Method建立部分会另有描述。

Heat Trap的使用方法如下：

首先，从View > Trap Heat Method进入方法编辑窗口



在Trap Heat Method的编辑窗口，Trap High和Trap Hold的设置按照随Cold Trap附带的说明来设定。为了保证老化的效果，我们一般会把Flow Path Temp设为比较高的温度（如200度），把Split On选项都选中，并且设定比较大的Split Flow。




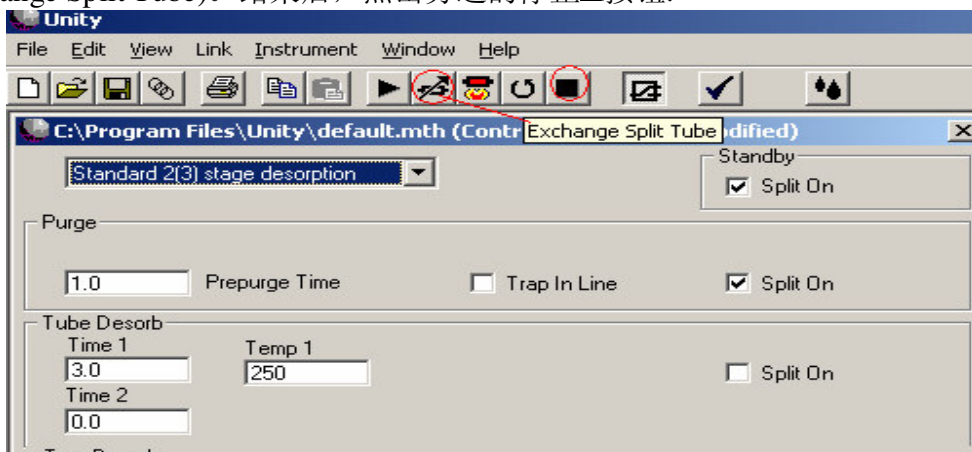
方法编辑完成后，点击 ，(或Instrument > Trap Heat)，弹出下面的窗口



不必选Wait for GC Ready Before Heating，然后点击Yes，系统就会按照设定的条件运行。

3. Exchange Split Tube


如果要更换Split Tube，点击下面的“Exchange Split Tube”按钮(或Instrument > Change Split Tube)。结束后，点击旁边的停止  按钮。

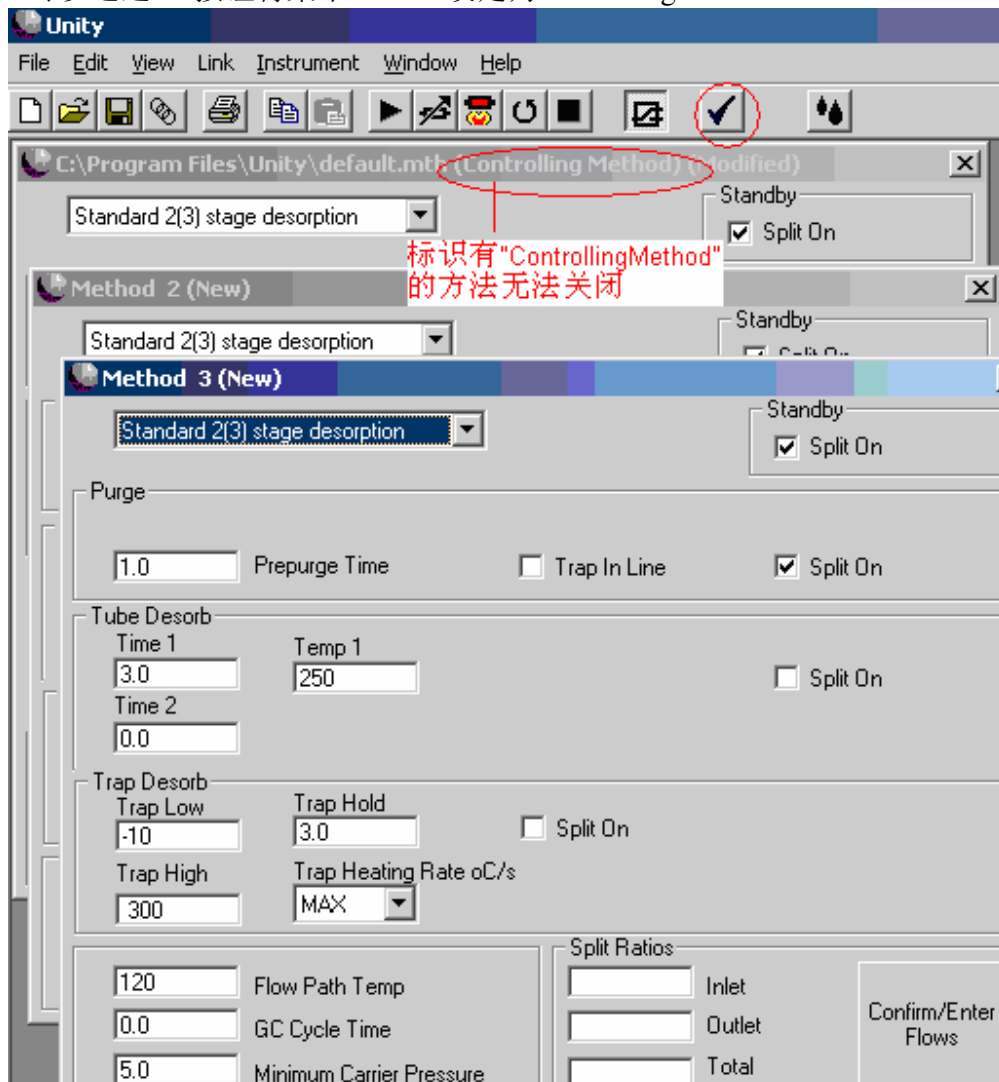


4. Show Carrier Schematic


点击这个图标，仪器的流路示意图会显示在软件窗口的右侧，再点击一次，该示意图就会隐藏。

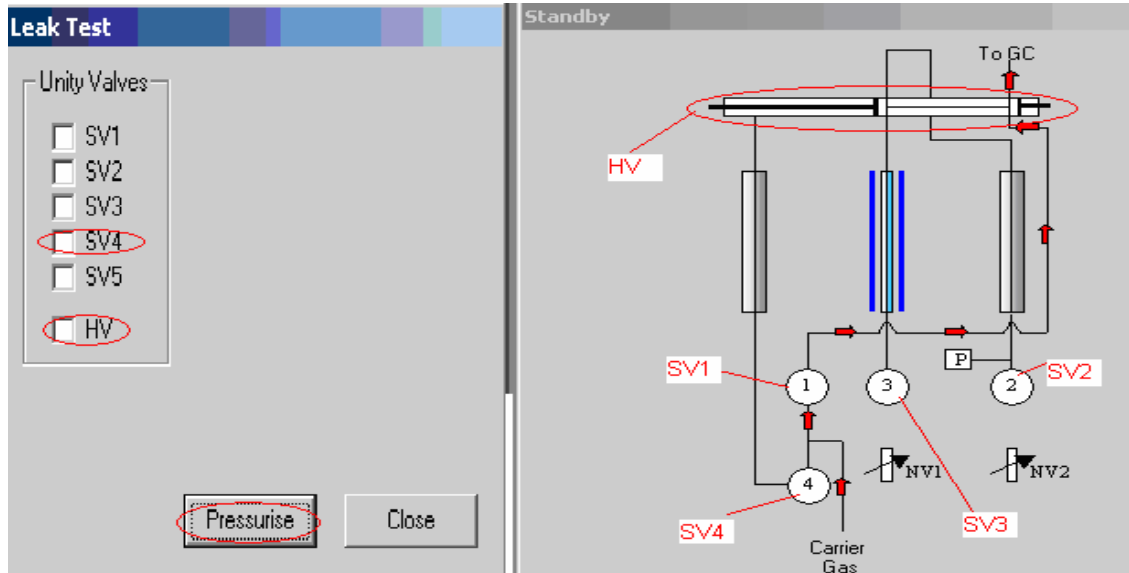
5. Load Method

在Unity软件内，可以同时打开很多Method，但是，只能有一个而且只有一个Method是controlling Method。Controlling Method不能关闭，其他Method可以随时关闭。可以通过  按钮将某个Method设定为controlling Method。

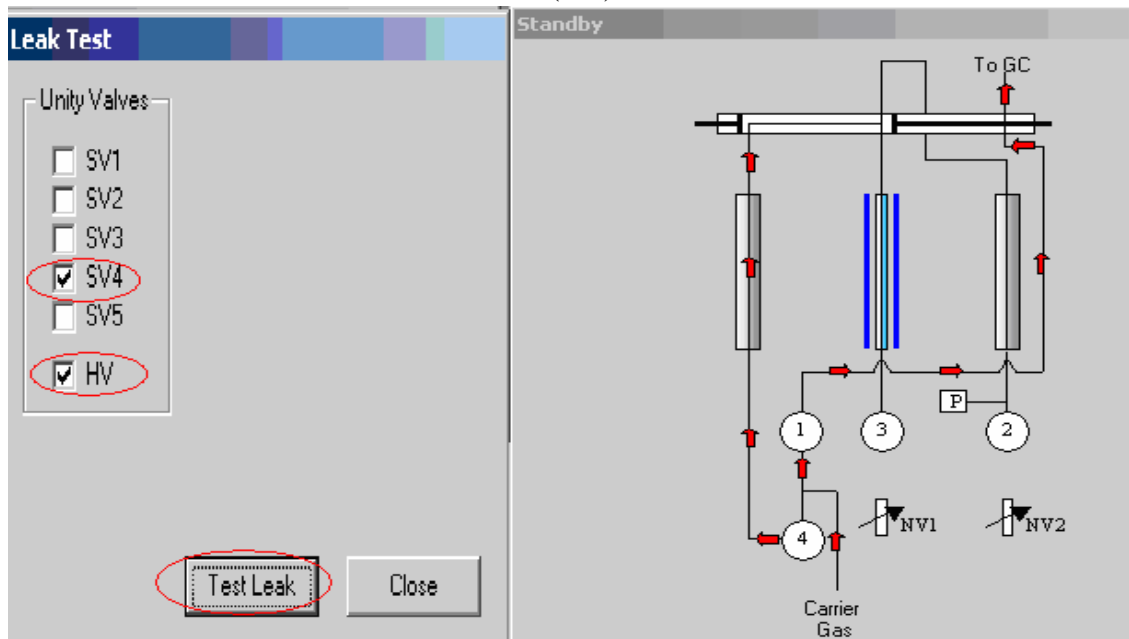


6. Check for Leaks

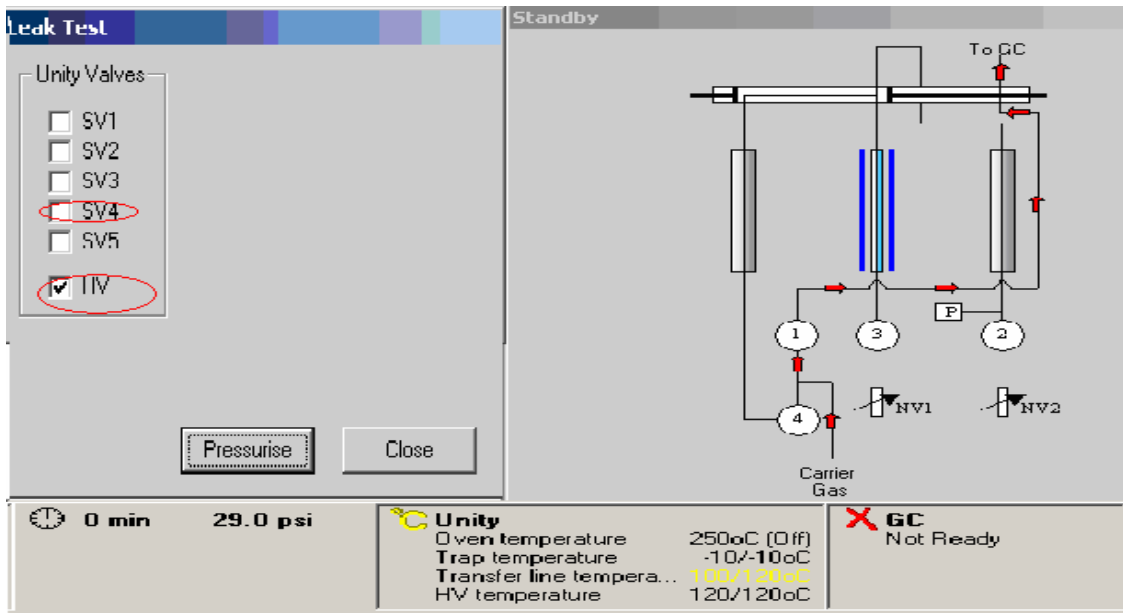
点击 ，会出现下面的界面。相应的流路示意图在右侧。这时加热阀(HV)和SV2，SV4阀都是关闭的。



然后点击上图的Pressurise，这时加热阀(HV)和SV4阀会打开，见下图。



等压力平衡一段时间，再点击上图的TestLeak，这时HV打开，但是SV4和SV2阀关闭，如下图。观察窗口底部的状态条，注意压力的变化，看是否存在泄漏。如果在30秒内压力下降超过5%，我们认为系统存在泄漏。



Leak Test

Standby

Unity Valves

- SV1
- SV2
- SV3
- SV4
- SV5
- TIV

Pressurise Close

Carrier Gas

To GC

0 min 29.0 psi

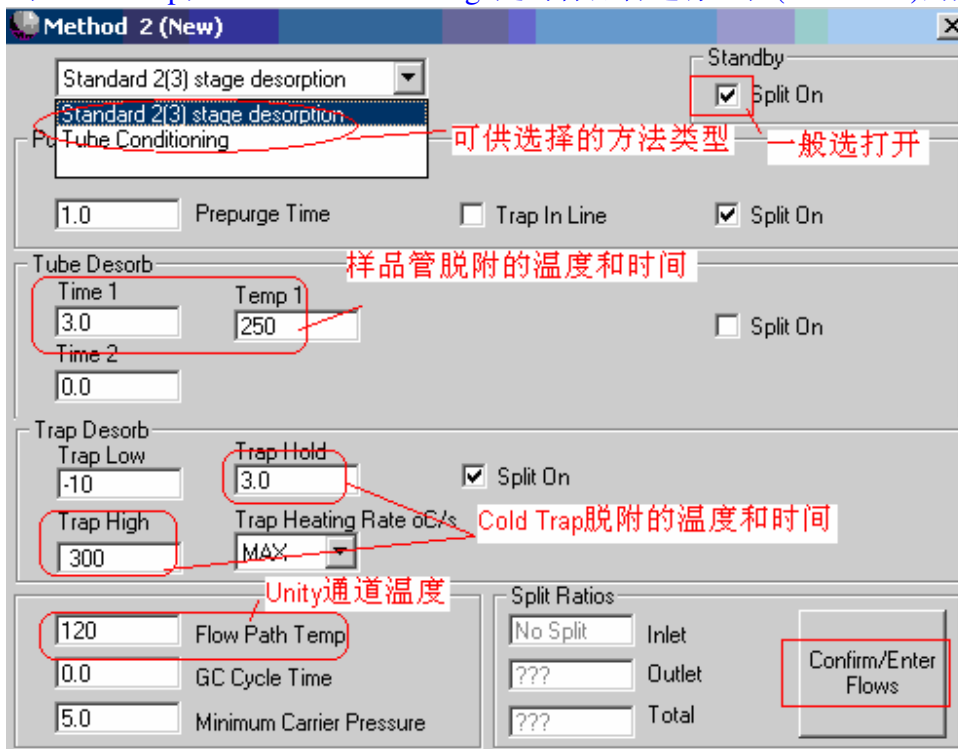
Unity
Oven temperature 250°C (Off)
Trap temperature -10/-10°C
Transfer line tempera... 100/120°C
HV temperature 120/120°C

GC Not Ready

Leak Test完成后，点击Close关闭该窗口，仪器回到Standby状态。

四、Method 的建立

可以通过File > New > Method来建立新的方法。并且可以通过下拉菜单选择要建立什么样的方法，“Stand 2(3) stage desorption”是用来分析样品的方法，也可以用来老化Cold Trap；“Tube Conbditioning”是对样品管进行老化(Condition)的方法。



Method 2 (New)

Standard 2(3) stage desorption

Standard 2(3) stage desorption
Tube Conditioning

1.0 Pre-purge Time

Trap In Line

Split On

Tube Desorb

Time 1: 3.0

Temp 1: 250

Time 2: 0.0

Trap Desorb

Trap Low: -10

Trap High: 300

Trap Hold: 3.0

Trap Heating Rate oC/s: MAX

Flow Path Temp: 120

GC Cycle Time: 0.0

Minimum Carrier Pressure: 5.0

Split Ratios

No Split Inlet

??? Outlet

??? Total

Confirm/Enter Flows

可供选择的方法类型

一般选打开

样品管脱附的温度和时间

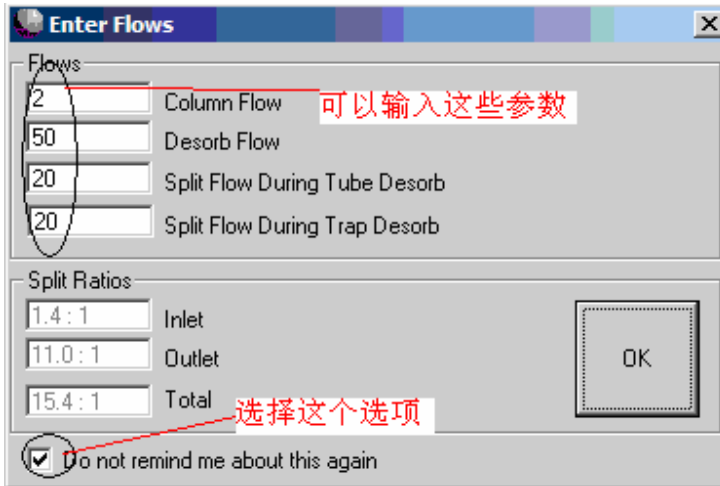
Cold Trap脱附的温度和时间

Unity通道温度

注意：

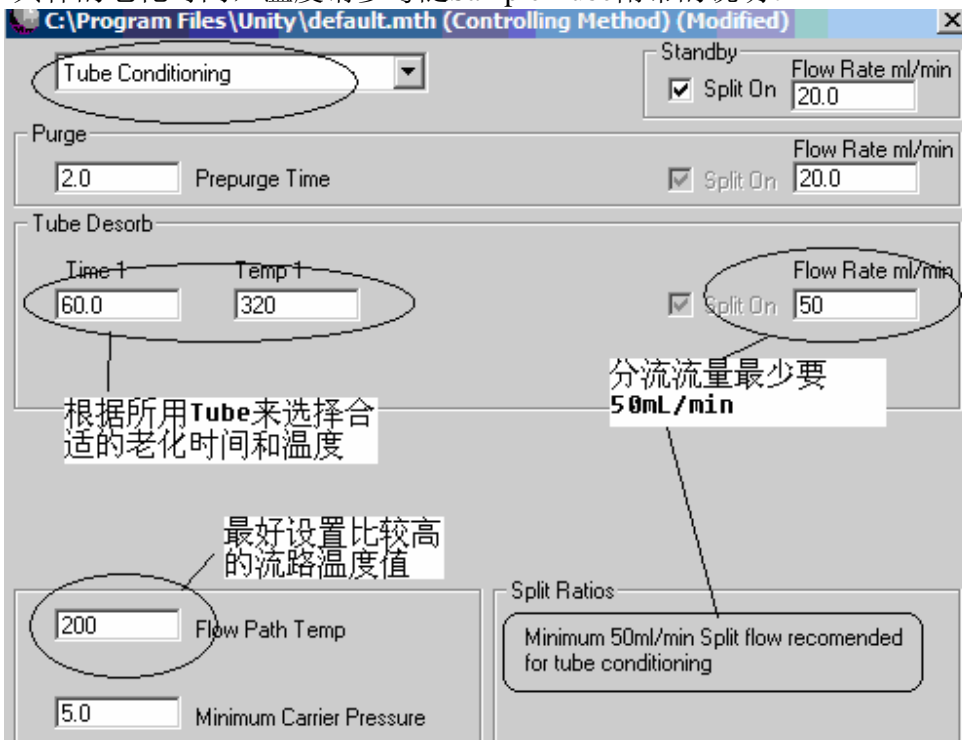
1. Tube Desorb的温度和时间，以及Trap Desorb的温度和时间，根据所采用的方法或要分析的物质而定，每种Tube和Cold Trap可以使用的最高温度以及condition的温度，请参考随Tube和Cold Trap所附的说明。
2. 我们一般把Desorb流量设为50mL/min左右。Split流量的大小，以及是否分流，根据用户的方法要求或者样品浓度来定。
3. 如果使用分流模式，还可以选择是只在Trap Desorb时分流，还是在Tube Desorb阶段也分流。一般情况下，如果只选择只在某一个阶段分流的话，我们推荐在Trap Desorb的时候分流。这样可以得到更好的峰形和更高的灵敏度。
4. 如果要老化Cold Trap，我们建议建立一个Standard 2(3) Stage Desorption的方法，根据Cold Trap附带的说明来确定老化的温度(Trap High)和时间(Trap Hold)。然后运行方法即可老化Cold Trap。
5. 可以点击上图的Confirm/Enter Flows来输入各个流量的数值，如下图。但是请注

意，这里输入只能为了便于看到各个数值以及分流比的大小，输入数值的大小或输入与否并不会影响仪器的分析结果，因为这里仅仅是显示一个数值而已，不能够控制仪器。




我们可以通过下拉菜单选择Tube Conditioning来建立Sample Tube老化的方法。见下图。

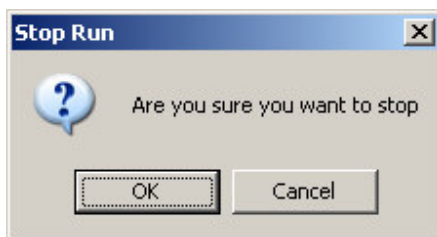
具体的老化时间，温度请参考随Sample Tube附带的说明。



五、Method 的运行

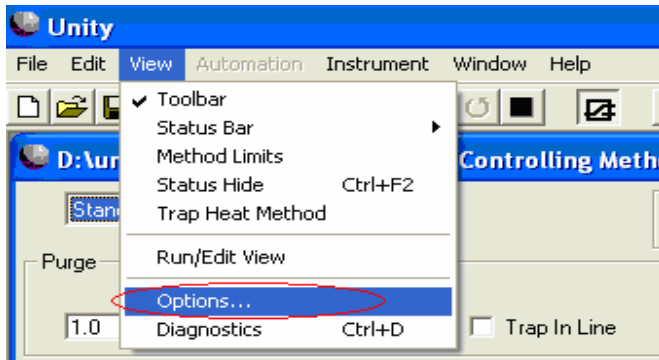
点击快捷按钮  或从 Instrument > Run 来运行。

在运行过程中，可以点击  来结束，会出现下面的窗口，点击OK，Unity停止运行，回到Standby状态。

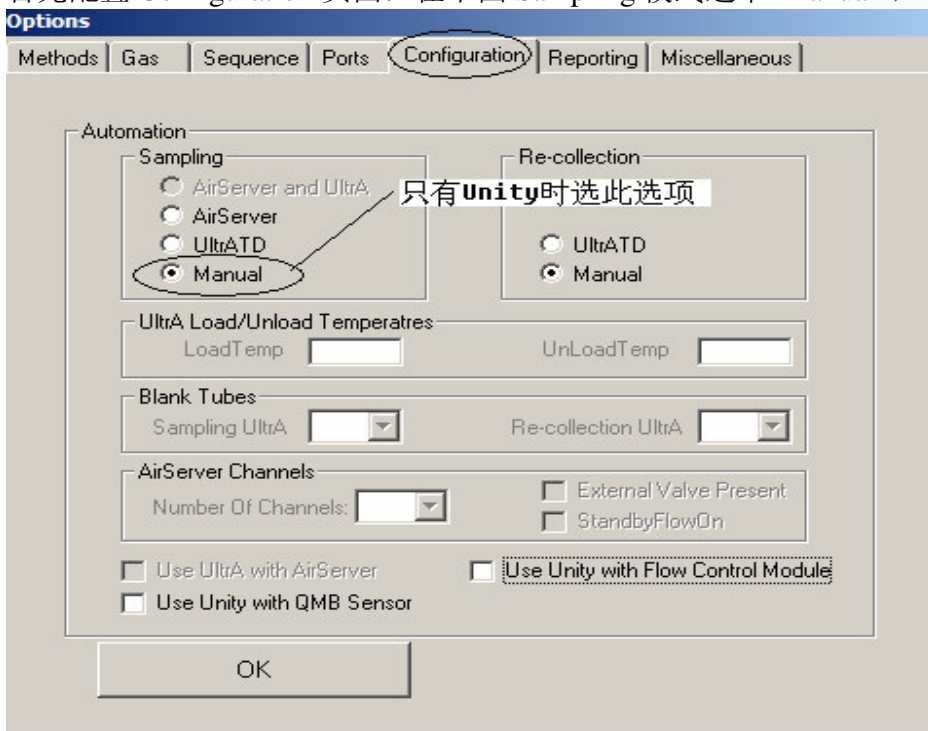


六、附录：如何配置仪器

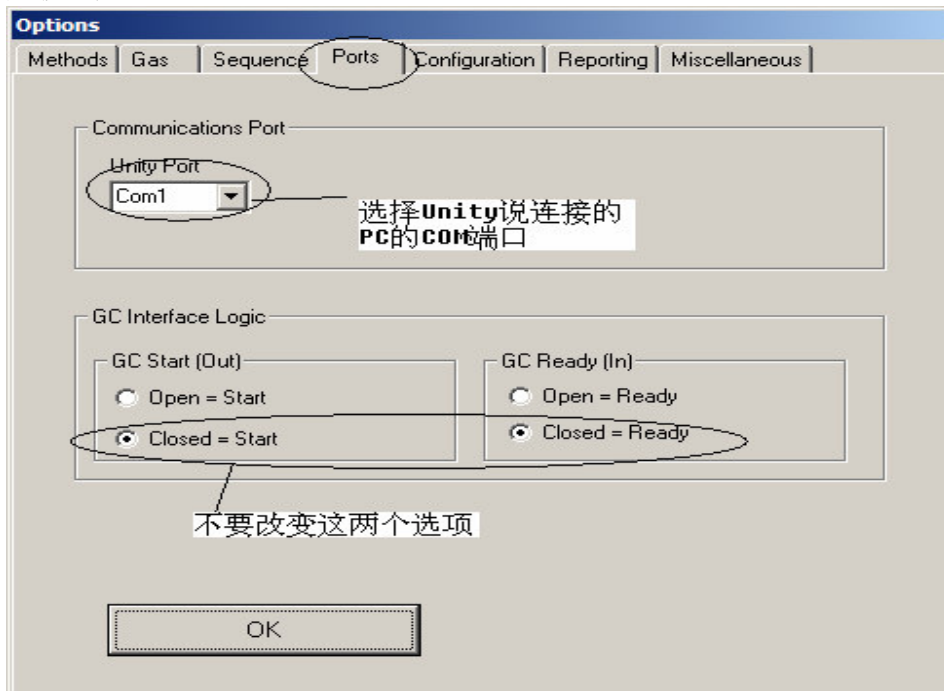
从View > Options，进入仪器配置界面：



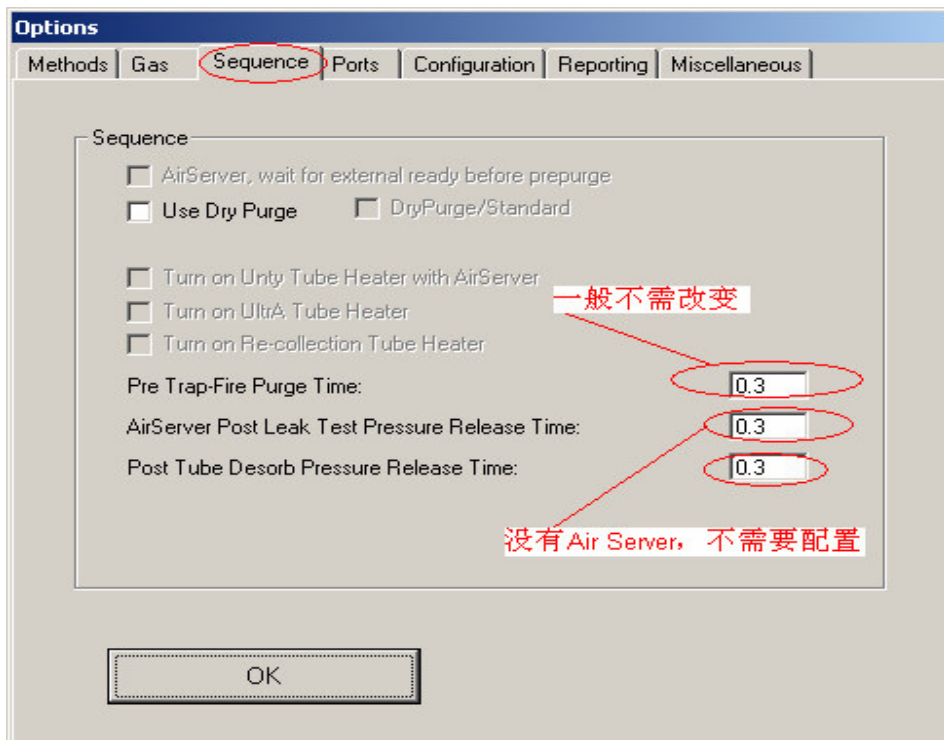
首先配置 Configuration 页面：在下图 Sampling 模式选中“Manual”，



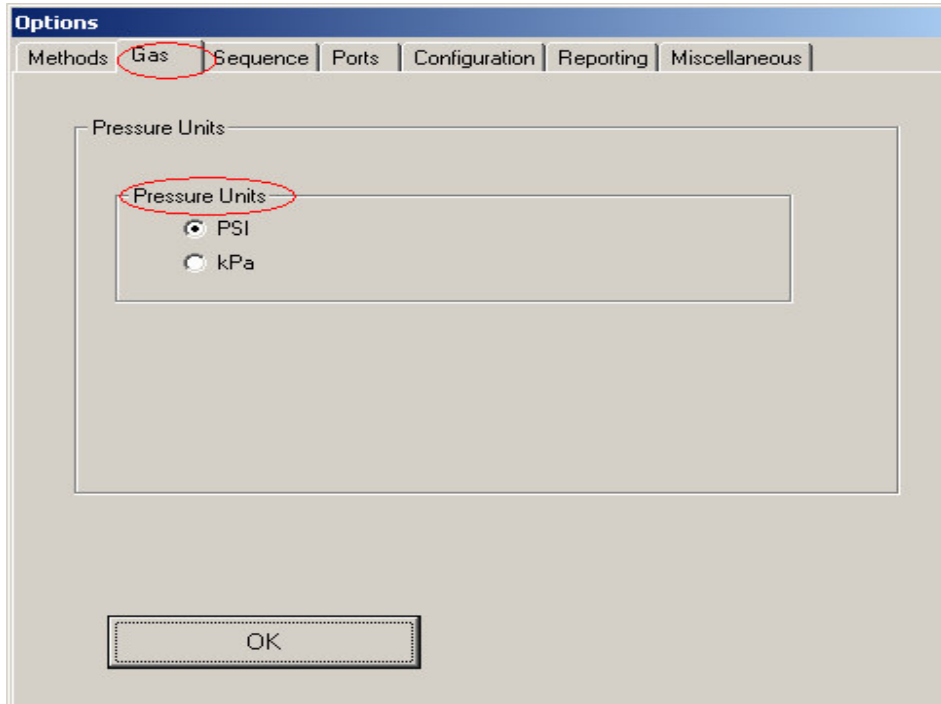
然后配置 Ports 页面，选择 Unit 通讯所用的 COM 端口，并选择 Unity 触发 GC 的开关模式。



如果使用玻璃的 Sample Tube，建议在 Sequence 页面将 Post Tube Desorb Pressure Release Time 设定为默认值 0.3；如果使用金属的 Sample Tube，这个值可以设置为零。



然后在 Gas 页面设置自己喜好的压力单位。



然后按 OK 完成设置。软件会提示重新启动，重新启动后，就会按照刚才的配置运行。