

AOC6000 进样针的安装维护的注意事项

谯应召

(青岛科技大学山东化工研究院, 山东济南 250014)

摘要: AOC6000 自动进样器日常操作的进样针安装维护过程中, 色谱工作者需要对进样针的状态、进样针位置、进样口位置进行检查或校准。并且在更换进样针过程中需要对色谱系统的控制软件进行对应的设置, 期间需要使用自动进样器的控制终端, 其操作步骤较为繁琐, 需要注意的技术细节较多, 对于一般用户而言存在一定程度的困难。本文对进样针安装维护过程中的常见注意事项进行说明, 希望对该型号自动进样器的用户和色谱维修工作者给出一定程度的帮助。

关键词: 自动进样器; 进样针; 安装; 维护

中图分类号: O657.7+1

文献标识码: B

岛津 AOC-6000 自动进样器日常使用中, 安装/更换进样针和日常使用过程中需要注意的问题。

1 液体进样针安装和日常使用中需要注意的问题

1.1 进样针状态检查

安装进样针之前, 需要检查进样针的状态是否良好。包括进样针筒内是否有明显污染物; 推拉进样针活塞确认是否运行顺畅, 无明显阻滞、干涩甚至活塞因污染或锈蚀发生无法推拉的情况; 进样针是否存在泄漏问题; 进样针的针头是否存在部分或者完全堵塞的情况, 如图 1 所示。

如果存在进样针状态不良, 建议进行清洗或者更换。对于普通的 10 μ L 进样针, 可以将进样针活塞拔出, 用合适的溶剂清洗, 并使用滤纸擦拭活塞, 如图 2 所示。进样针筒内部的污染物可以考虑使用合适溶剂清洗, 如图 3 所示。

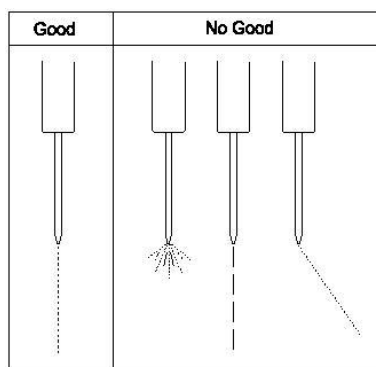


图 1 进样针头状态确认



图 2 擦拭活塞



图 3 清洗进样针内部

1.2 进样针型号的选择

AOC-6000 建议使用原装进样针和耗材，不同厂家的进样针具体尺寸和针头部分的强度存在差异，不建议代用其他品牌的进样针，AOC-6000 常用的 10uL 进样针产品部件号为 225-19744-03，如图 4 所示。如果使用其他部件号（进样体积不同）的进样针，需要在进样器手柄中（PAL Terminal）输入正确的进样针部件号。

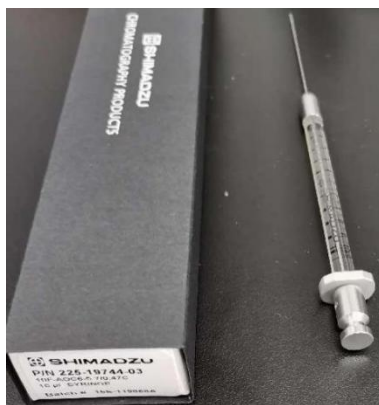


图 4 进样针型号

AOC-6000 的升级型号为 AOC-6000Plus，该型号进样针的活塞顶面部分设计有自动识别电子元件，自动进样针安装完成后，自动进样器系统可以自动识别进样针部件号，无需手工输入。

使用 AOC-6000Plus 自动进样器时，色谱工作者需要注意保持进样针活塞顶面部分的清洁与干燥，避免导致自动进样器系统识别错误或者不能识别进样针现象。

1.3 安装操作时的注意事项

由于 AOC-6000 液体进样针活塞杆材质较软，容易发生移动。色谱工作者在安装进样针时，需要注意将注射器活塞对正活塞固定器，否则可能会造成活塞固定器不能准确识别进样针。

色谱工作站安装并固定好自动进样器之后，建议将注射器活塞顶部抬起，至自动进样器活塞固定器内部，然后再点击 PAL Terminal 的下一步按钮。

1.4 位置检查

进样针安装完成之后，建议通过 PAL Terminal 的操作，检查确认 GC 进样口、样品瓶、溶剂瓶和废液瓶的位置，确认所有位置定位准确。

2 顶空进样针安装和日常使用中需要注意的问题

2.1 气源压力设置

使用顶空进样时，AOC-6000 自动进样器需要连接氮气钢瓶（普通氮气即可满足使用要求），用以清洗进样针，避免发生进样残留和不同样品之间发生交叉污染问题。

氮气钢瓶减压阀压力建议调节至 0.1MPa（避免调节过高的气源压力），顶空进样器背面的二级减压阀压力调节至 0.05Mpa 左右。

2.2 顶空进样针状态检查

类似液体进样针的操作，色谱工作者需要进行进样针的检查。确认顶空进样针无针头堵

塞、针体泄漏、活塞运行流畅。可以手工抽拉注射器，确认无较大阻力。堵住顶空针头侧面开孔，试图拉动进样针活塞，确认进样针无泄漏问题；将针头浸没入水中，推动活塞，确认气体可以顺畅流出，确认进样针无堵塞问题。

2.3 顶空进样针安装操作

进样针需要安装到位，进样针活塞与针座同轴，活塞抽拉测试，当活塞下降至末端，与针座之间无阻挡现象。与液体进样针相似，顶空进样器的活塞同样存在容易摆动而与活塞固定器产生不同轴问题。安装进样针时，固定进样针体之后，需要将活塞上拉至活塞固定器之内。

AOC-6000Plus 自动进样器可以自动识别顶空进样针，需要注意保持进样针活塞顶面的清洁。

2.4 顶空进样针的温度设定

顶空进样针温度建议高于顶空样品温度，并且分析方法温度应当与待机温度相同，以缩短多次进样之间的等待时间。

避免分析过程中发生频繁的进样针温度升高和降低现象，以避免进样针发生漏气。当分析样品较多和采用多种不同分析方法时，建议采用固定的进样针温度。例如多个分析方法中顶空样品温度为 40、60、80 度，那么顶空进样针温度可以考虑统一固定为 90 度。

顶空进样针的待机温度需要设定为与分析方法中温度相同，待机温度可以在 PAL Terminal 上用键盘设定。旋转滚轮选中 HS1（顶空进样针）并 enter 进入设定界面，修改待机温度，并选择“执行待机温度加热”。

顶空样品加热器 agitator 的设定温度原则相同，待机时的温度应当与分析方法中温度设定值相同。

2.5 进样针位置检查

进样针安装完毕之后，需要通过 PAL Terminal 的操作，进行气相色谱仪进样口位置、顶空瓶位置、agitator（顶空样品加热器）位置的检查，确认各部件定位准确。

3 SPME 进样针安装和日常使用中需要注意的问题

3.1 气源压力设置

顶空 SPME 的操作过程中，需要使用氮气源用以清洗/老化 SPME 萃取头，避免目标组分残留和不同样品之间的交叉污染。氮气压力和纯度的设置要求与顶空进样器相同。

3.2 进样针的安装注意事项

根据分析要求，选择合适的萃取头。一定要选用 AOC-6000 的原装耗材，不同厂家的萃取头存在细微的外形差异，不可以代换使用。否则可能造成萃取头或者进样针体的损坏。

SPME 进样针安装时需要谨慎操作以避免损伤萃取头。不使用的萃取头应当存放于清洁环境下。

气相色谱仪进样口衬管应当采用专用的顶空/SPME 衬管。

3.3 温度设定原则

SPME 各部件温度的设定原则与顶空进样器相似。

使用顶空 SPME 方法时，需要设置 Agitator（样品加热器）和 Conditioner（老化箱）的温度，待机温度数值应当与分析方法中的数值相同，以提高分析效率。

3.4 各部件位置检查

进样针安装完毕之后，需要通过 PAL Terminal 的操作，进行气相色谱仪进样口位置、顶空瓶位置、Agitator（样品加热器）位置和 Conditioner 位置的检查，确认其定位准确。

4 进样口的注意事项

4.1 进样垫和衬管

色谱工作者一定要避免将进样垫过分旋紧，避免损伤进样针。更换新进样垫之后，建议手执进样针扎入进样口测试的方法，确认一下进样垫的状态良好。

气相色谱仪进样口衬管应当采用专用的顶空/SPME 衬管，气化死体积较小，容易获得尖锐的色谱峰。

色谱工作站维护进样口之后，有可能造成进样口的微小位移。那么维护进样口之后，一定要检查进样口的位置是否正确，避免损坏进样针，如图 5 所示。



图 5 进样口位置检查

5 样品瓶、溶剂瓶和废液瓶的注意事项

5.1 使用原装耗材

避免使用其他品牌的样品瓶、溶剂瓶和废液瓶，避免造成进样器定位不准确乃至进样针损坏问题。

液体进样时，样品瓶内液面高度至需要距离瓶底 4mm 左右，否则可能会造成进样不出峰问题。如果用户制备的样品量较少，可以考虑使用尖底样品瓶或者使用内插管。

对于 SPME 进样，样品瓶垫的选择较为重要，不良的瓶垫（一般硬度过高）可能容易导致萃取头或顶空进样针头损坏。

5.2 各部件位置检查

更换样品架或者样品瓶之后，建议执行瓶位置检查和 Agitator 位置检查，保证位置准确。

5.3 进样针的吹扫和老化

使用顶空进样时，分析方法中需要设定合适的吹扫时间（Flash time），以避免组分残留或者不同样品之间的交叉污染。

使用 SPME 进样时，分析方法中需要设置合适的萃取头老化温度和时间（conditioning time），以避免组分残留或不同样品间的交叉污染。

6 GCMSsolution 的同步操作

更换不同类别进样针之后（例如从液体进样针更换为顶空进样针），需要执行 GCMSsolution 色谱质谱数据工作站的同步操作，否则可能会造成不能进样的问题。

点击 GCMSsolution 实时分析部分的助手栏中的“系统配置”图标，双击“AOC-6000”图标，在弹出的 AOC-6000 参数中，点击“config”和“同步”，如图 6 所示。

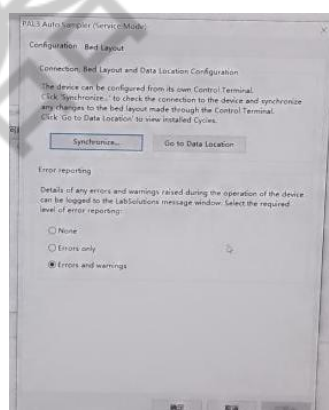


图 6 同步操作

7 小结

简述 AOC-6000 自动进样器更换进样针操作中的注意事项。