

**Хемилюминесцентные
детекторы азота
(8255 S) и серы
(8355 S) Agilent**

Руководство пользователя



Agilent Technologies

Примечания

© Agilent Technologies, Inc. 2016

В соответствии с действующим в США законодательством и международными нормативно-правовыми актами по охране авторских прав, никакая часть этого документа не может быть воспроизведена в какой-либо форме и какими-либо средствами (в том числе с помощью электронных ресурсов хранения и поиска, а также посредством перевода на иностранный язык) без предварительного письменного разрешения компании Agilent Technologies, Inc.

Каталожный номер

документа

G3492-91001

Издание

Издание первое, май 2016 г.

Отпечатано в США или Китае

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA (США)

安捷伦科技（上海）有限公司

上海市浦东新区外高桥保税区

英伦路 412 号

联系电话: (800) 820 3278

Гарантия

Приведенная в этом документе информация предоставляется на условии «как есть» и может быть изменена без уведомления в следующих редакциях. В наибольшей степени, допускаемой действующим законодательством, компания Agilent отказывается от всех гарантий, явных или подразумеваемых, относительно данного документа и приведенной в нем информации, включая, среди прочего, подразумеваемую гарантию товарного состояния и пригодности для конкретных целей. Компания Agilent не несет ответственности за ошибки в этом документе, а также за случайный или косвенный ущерб, возникший в связи с предоставлением, исполнением либо использованием данного документа или любых приведенных в нем сведений. Если между компанией Agilent и пользователем заключено отдельное письменное соглашение, содержащее условия гарантии, которые связаны с приведенными в этом документе условиями и противоречат им, приоритетными будут условия гарантии, приведенные в отдельном соглашении.

Предупреждения о безопасности

ВНИМАНИЕ!

Надпись «ВНИМАНИЕ!» предупреждает об опасности. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к повреждению прибора или потере важных данных. Выполнение инструкций, следующих за надписью «ВНИМАНИЕ!», допустимо только при полном понимании и соблюдении указанных требований.

ОСТОРОЖНО

Надпись «ОСТОРОЖНО» предупреждает об опасности. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к серьезным травмам или представлять угрозу для жизни. Выполнение инструкций, следующих за надписью «ОСТОРОЖНО», допустимо только при полном понимании и соблюдении всех указанных требований.

Содержание

1 Начало работы

Руководства, информация, инструменты и места, где их можно найти	8
Информация о безопасности	8
ГХ: руководства, инструменты и онлайн-справка	8
Пользовательские приложения	10
Возможности для обучения	13
Обзор Детекторы ХДС 8355 S и ХДА 8255 S	14
Обзор установки и первый запуск	18

2 Описание системы

Технические характеристики	20
ХДС 8355 S	20
ХДА 8255 S	20
Расчет МПО	21
Принцип работы	22
ХДС	22
ХДА	23
Описание основных компонентов	24
Блок горелки	24
Генератор озона	26
Реакционная ячейка и фотоэлектронный умножитель (ФЭУ)	27
Модули ЭКД	27
Вакуумный насос	27
Фильтр для удаления озона	27
Фильтр для удаления масла	27
Переходник для ПИД (дополнительно)	28
Охладитель ХДА	28

3 Работа с клавиатурой

Клавиша детектора	30
Клавиша состояния	31
Клавиша Info (информация)	32
Общие клавиши для ввода данных	33
Клавиши для сохранения методов	34

Загрузка метода	34
Сохранение метода	35
Клавиша режима обслуживания	36
Вспомогательные клавиши	37
Конфигурация	37
Журналы обслуживания и системных событий	38

4 Работа

Введение	40
Вариант отдельной установки	40
Установка параметров	41
Параметры и диапазоны значений	41
Стабильность и отклик детектора	42
Стандартные рабочие условия	43
Корректировка рабочих условий	44
Запуск	45
Выключение	46
Датчики потока и давления	47
Датчики скорости потока	47
Датчики давления	47
Настройка функции автоматического обнуления потока	47
Условия для обнуления датчика	48
Обнуление выбранного датчика потока или давления	48
Автоматическая настройка детектора	49
Выходной сигнал	50
Типы сигналов	51
Значение	51
Аналоговые сигналы	51
Методы	53
Загрузка метода	53
Сохранение метода	53
Экономия ресурсов	54
Расписание	54
Методы сна	54
Настройка экономии ресурсов на детекторе	55

5 Обслуживание

График обслуживания	60
Мониторинг чувствительности детектора	61
Расходные материалы и запасные части	62
ХДС в разобранном виде	65
ХДА в разобранном виде	66
Метод обслуживания детектора	67
Подсоединение колонки к детектору	68
Замена внутренней керамической трубы (ХДС)	71
Замена кварцевой трубы (ХДА)	74
Проверка масла в вакуумном насосе	78
Добавление масла в вакуумный насос	79
Замена масла в вакуумном насосе	81
Замена фильтра для озона	83
Смена фильтра масляных паров	84
Очистка внешней части детектора	85
Калибровка датчиков потока и давления	86

6 Устранение неполадок

Устранение неполадок детектора	88
Таблица устранения неполадок	89
Индикатор состояния	93
Сообщения детектора	94
Утечки	95
Утечки озона	95
Утечки водорода	95
Утечки окислителя	96
Проверка на наличие утечек водорода и окислителя	96
Неполадки электропитания	97
Отсутствие питания	97
Неполадки генерации озона	98
Коксование	99
Повреждение водородом	100

Загрязненные газы 101

7 Проверка работоспособности

О хроматографической проверке	104
Подготовка к хроматографической проверке	105
Подготовка виал для проб	106
Проверка работоспособности ХДС	107
Проверка работоспособности ХДА	113

1

Начало работы

Руководства, информация, инструменты и места, где их можно
найти [8](#)

Обзор Детекторы ХДС 8355 S и ХДА 8255 S [14](#)

Обзор установки и первый запуск [18](#)

В данной главе представлено общее описание
хемилюминесцентного детектора серы (ХДС) Agilent 8355 S
и хемилюминесцентного детектора азота (ХДА) Agilent
8255 S, а также сведения о том, где можно найти полезную
информацию и инструменты, например руководства по
работе с ГХ, калькуляторы потока и т. д.



Руководства, информация, инструменты и места, где их можно найти

В этом руководстве описывается порядок работы с хемилюминесцентным детектором серы (ХДС) Agilent 8355 S и хемилюминесцентным детектором азота (ХДА) Agilent 8255 S. Здесь также приводятся рекомендации по эксплуатации, процедуры технического обслуживания и способы устранения неполадок. Инструкции по установке см. в разделе «Обзор установки и первый запуск» на стр. 18. Информацию о подготовке места для установки нового ХДС или ХДА см. в документе *Agilent Руководство по подготовке рабочего места*.

Кроме этого, Agilent предлагает другие руководства, пособия и справочные системы, которые позволяют в индивидуальном режиме обучаться работе с текущим ассортиментом ГХ. Такая информация о ГХ общего характера потребуется при установке и эксплуатации детектора. В соответствующих разделах ниже приводится описание и место расположения этой информации.

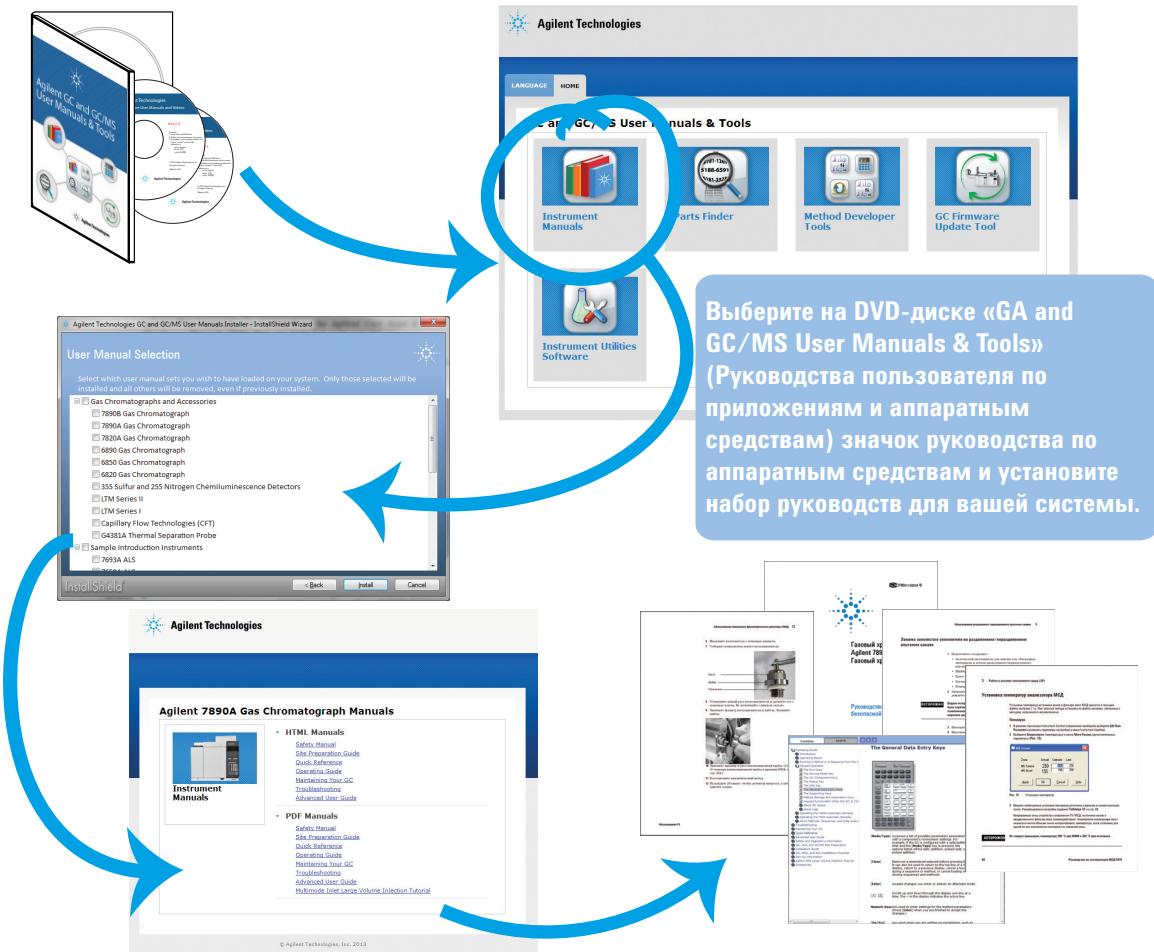
Информация о безопасности

Прежде чем продолжить, ознакомьтесь с информацией о безопасности и регулятивных нормах в *руководстве «Информация и инструкции по безопасности» для хемилюминесцентных детекторов 8355, 8355 S и 8255, 8255 S*.

ГХ: руководства, инструменты и онлайн-справка

Компания Agilent предоставляет несколько обучающих руководств, содержащих информацию об установке, эксплуатации, обслуживании и устранении неполадок текущего ассортимента систем ГХ. Эти руководства можно найти на DVD-дисках Agilent *«Инструменты и руководства пользователя ГХ и ГХ/МС»*, которые входят в комплект поставки ГХ.

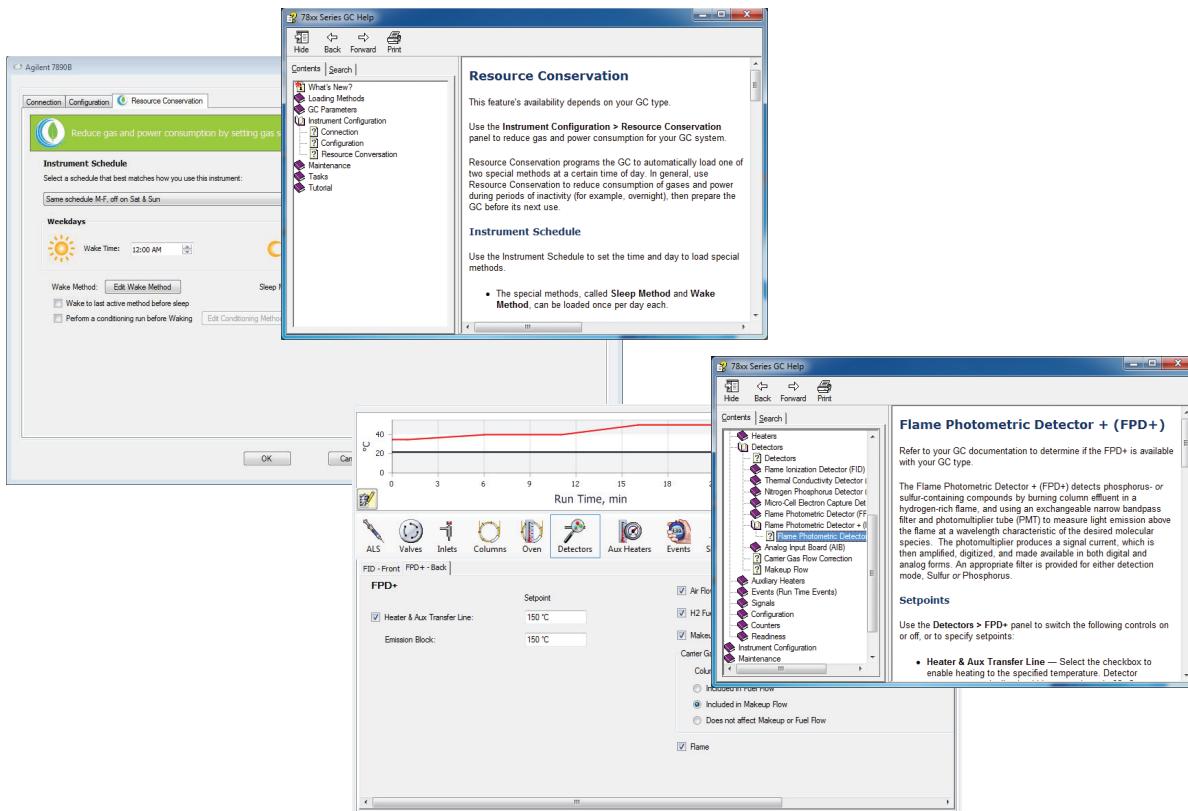
Установка руководств поможет сделать работу более удобной, поскольку можно будет устанавливать необходимые руководства на выбранном вами языке. Можно устанавливать версии в форматах HTML и PDF.



Онлайн-справка

Дополнительно к руководствам по аппаратным средствам система обработки данных ГХ также содержит обширный набор справочных материалов в Интернете с подробными сведениями, стандартными задачами и обучающими видео по использованию программного обеспечения.

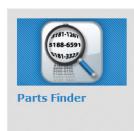
1 Начало работы



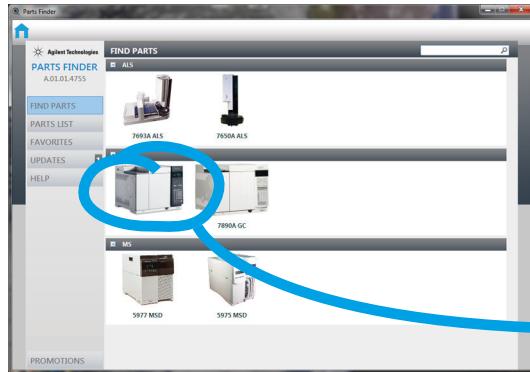
Пользовательские приложения

В дополнение к руководствам по аппаратным средствам вы также сможете найти несколько пользовательских приложений на DVD-диске «Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools». Ниже перечислены доступные приложения, например система поиска деталей, средство обновления микропрограмм ГХ, а также различные инструменты для разработки методов.

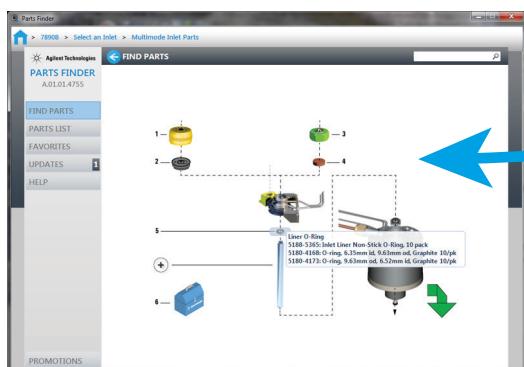
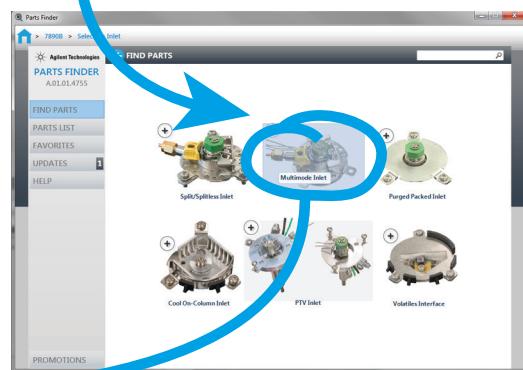
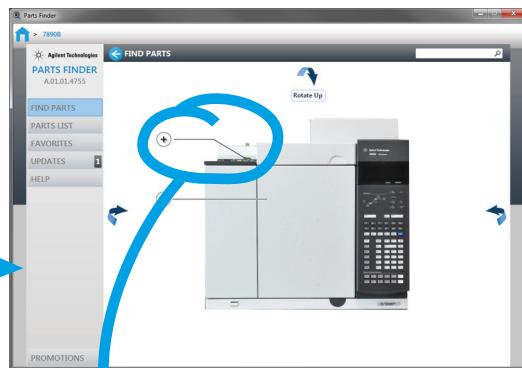




Установите программу Parts Finder для быстрого поиска заменяемых и расходных деталей путем нажатия изображений инструмента.



Вместо того, чтобы пролистывать каталог или руководство, можно быстро нажимать на фотографии и иллюстрации для поиска необходимых компонентов инструмента (например, определенный тип впускного канала или детектора, ионного источника или лотка пробы), а затем переходить к необходимым деталям.



Программа Parts Finder не только экономит время при заказе деталей, но и самообновляется через Интернет, таким образом вы всегда сможете получить доступ к последнему списку деталей для всех своих инструментов.

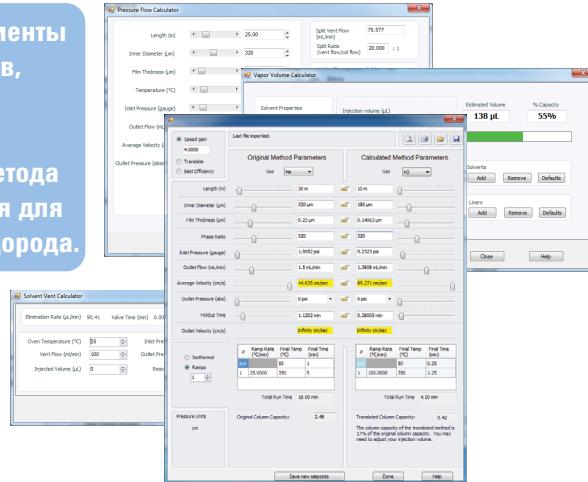
1 Начало работы



Установите средство обновления микропрограмм ГХ для установки последней версии микропрограммного обеспечения ГХ и систем проб.



Установите инструменты разработки-методов, такие как Method Translator, с целью преобразования метода газа-носителя гелия для использования водорода.



Возможности для обучения



Компания Agilent разработала курсы для клиентов с целью обучения использованию ГХ, чтобы клиенты могли максимально увеличить продуктивность работы, изучая все важные функции новой системы:

Чтобы подробнее узнать о курсах и возможностях обучения, перейдите на страницу <http://www.agilent.com/chem/education> или свяжитесь по телефону с местным торговым представителем Agilent.

Обзор Детекторы ХДС 8355 S и ХДА 8255 S

На Рис. 1–Рис. 5 показаны элементы управления, части и компоненты ХДС 8355 S и ХДА 8255 S, которые используются или доступ к которым осуществляется во время установки, эксплуатации и обслуживания.



Рис. 1 Вид спереди, автономные детекторы (ХДС и ХДА)

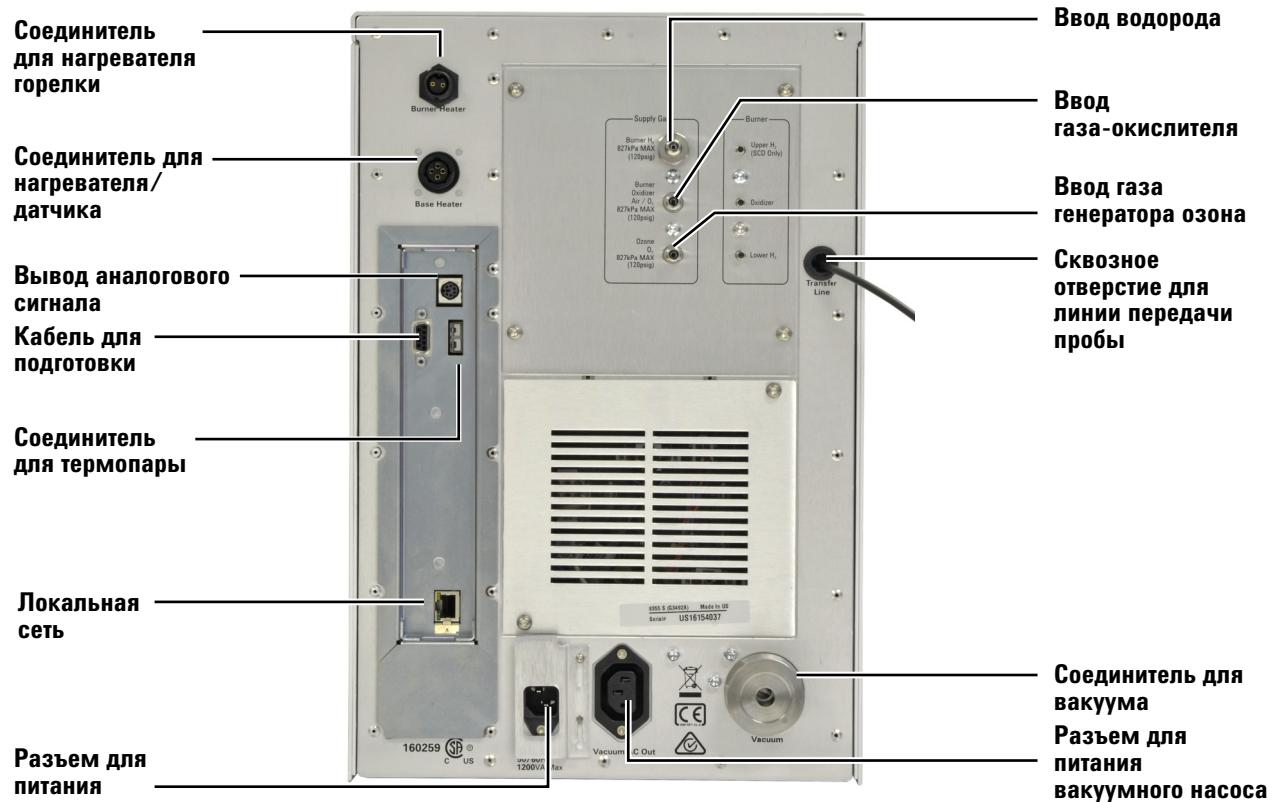


Рис. 2 Вид автономного детектора сзади

1 Начало работы

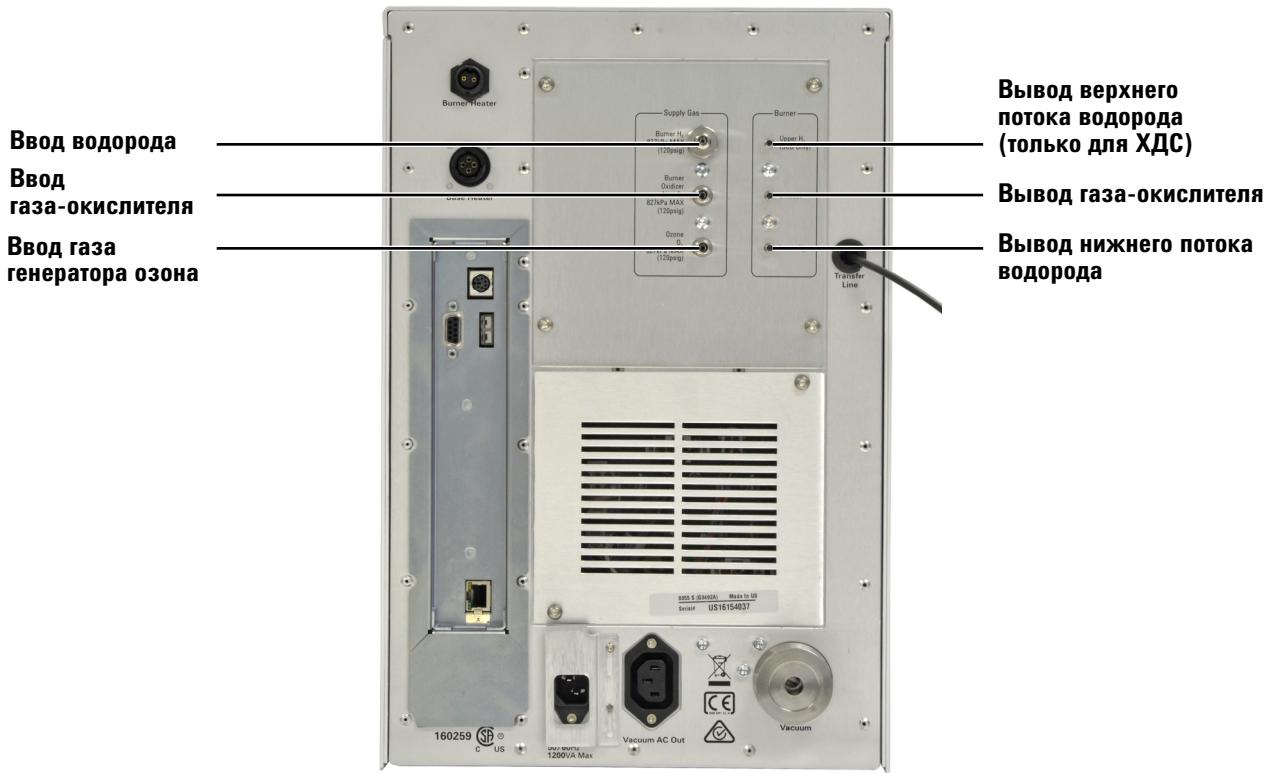


Рис. 3 Точки подключения газа к автономному детектору

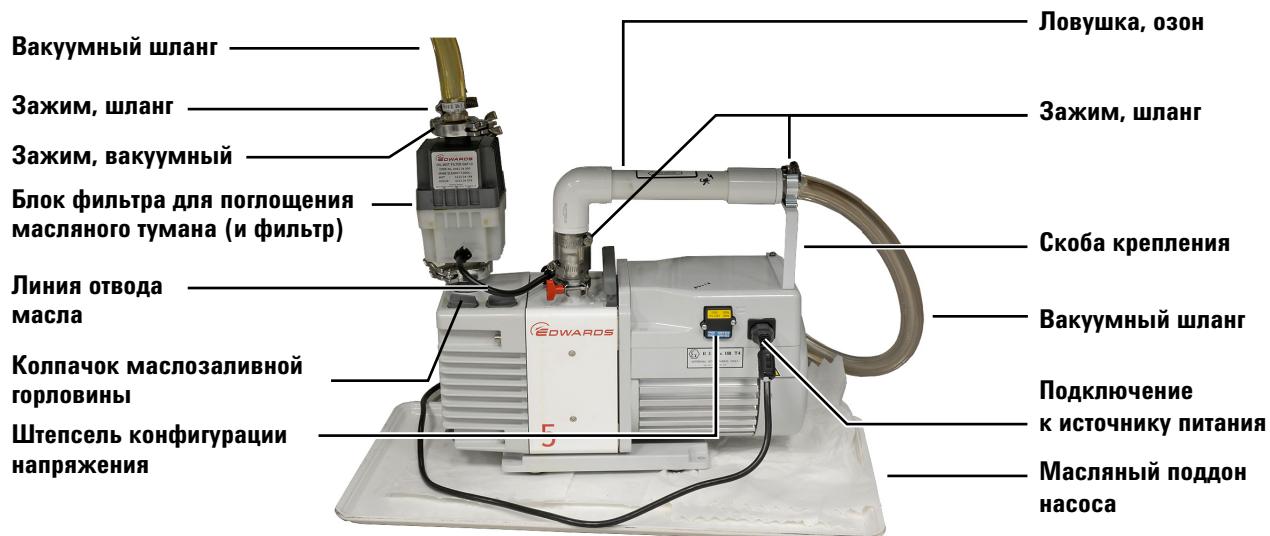


Рис. 4 Вакуумный насос RV5

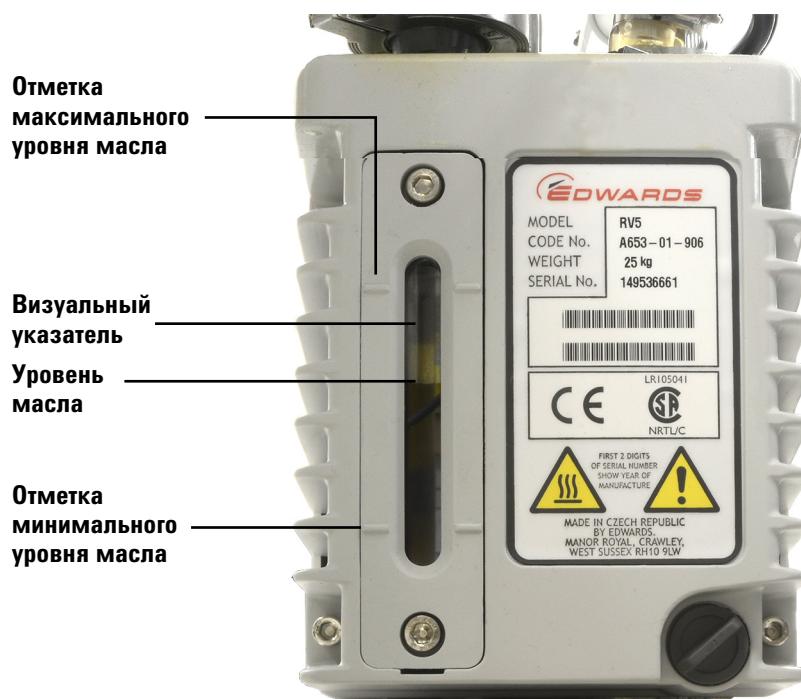
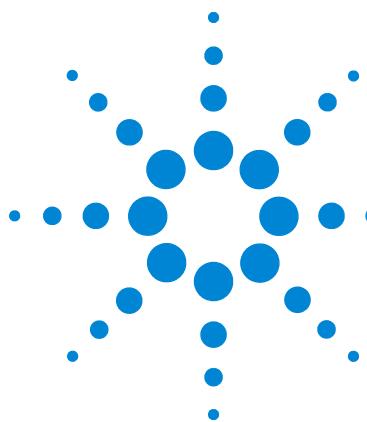


Рис. 5 Указатель уровня масла вакуумного насоса RV5

Обзор установки и первый запуск

Ниже приведен обзор процесса установки. Установку и обслуживание детектора могут выполнять только обученные компанией Agilent специалисты.

- 1 Разместите детектор на столе. Снимите защитные колпачки.
- 2 Подготовьте участок крепления детектора.
- 3 Распакуйте вакуумный насос. Снимите заглушки. Установите фильтр для удаления масла и балласт.
- 4 Установите вакуумный насос.
- 5 Подготовьте детектор.
- 6 Дождитесь охлаждения термостата, канала ввода и других нагреваемых зон ГХ до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C). Отключите ГХ.
- 7 Проверьте характеристики питания.
- 8 Установите блок горелки.
- 9 Подключите линии подачи газов.
- 10 Подключите линии подачи газов для детектора.
- 11 Подсоедините кабели и провода детектора.
- 12 Подсоедините кабели к ГХ и детектору.
- 13 Подключите питание.
- 14 Установите колонку.
- 15 Включите питание детектора.
- 16 Настройте детектор.
- 17 Создайте метод проверки и проверьте правильность работы.



2

Описание системы

Технические характеристики 20

Принцип работы 22

Описание основных компонентов 24

В данной главе представлены стандартные эксплуатационные характеристики и описан принцип работы Детекторы ХДС 8355 S и ХДА 8255 S.



Технические характеристики

В этом разделе приведены опубликованные технические характеристики нового детектора, установленного в новом ГХ Agilent и используемого в стандартных лабораторных условиях. Эти технические характеристики относятся к проверочной пробе Agilent.

ХДС 8355 S

Технические характеристики

Минимальный предел обнаружения (МПО), стандартный	< 0,5 пг (S)/с (2x уровень шума в системе обработки данных Agilent по стандарту ASTM)
Линейность	$> 10^4$
Селективность	$> 2 \times 10^7$ отклик S/отклик C ²
Точность * и стабильность	< 2 % ОСО за 2 часа < 5 % ОСО за 24 часа
Обычное время перехода от комнатной температуры до 800 °C	10 мин

* Как правило, определяется на основе одного цикла каждые 30 минут, на протяжении 24 часов. Например, за 24-часовой отрезок времени могут выполниться 48 повторяющихся циклов.

ХДА 8255 S

Технические характеристики

Минимальный предел обнаружения, стандартный	< 3 пг (N)/с (2x уровень шума в системе обработки данных Agilent по стандарту ASTM)
Линейность	$> 10^4$
Селективность	$> 2 \times 10^7$ отклик N/отклик C
Воспроизводимость площади	< 1,5 % ОСО за 8 часов < 2 % ОСО за 18 часов
Обычное время перехода от комнатной температуры до 900 °C	10 мин

Расчет МПО

Требования к МПО определяются с использованием специальных комплектов Agilent для проверки ХДС и ХДА.

Чувствительность, как правило, определяется следующим образом:

$$\text{Чувствительность} = \frac{\text{площадь пика}}{\text{количество}}$$

Минимальный предел обнаружения (МПО) рассчитывается по следующей формуле:

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{шум}}{\text{чувствительность}}$$

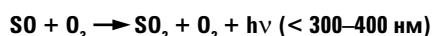
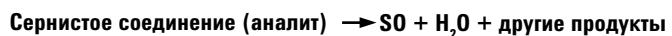
где шум – это шум по стандарту ASTM, данные о котором получены от системы обработки данных Agilent.

Принцип работы

Хемилюминесцентные детекторы ХДС и ХДА детектируют целевые молекулы путем их поэтапного химического преобразования в возбужденные молекулы, испускающие свет. Испускаемый свет преобразовывается в электрический сигнал с помощью фотоэлектронного умножителя (ФЭУ). В каждом из детекторов пробы вступают в предварительные реакции с окислителем (воздух в случае ХДС и кислород в случае ХДА) и водородом в сильно нагретой области реакции (горелка) при пониженном давлении с образованием SO или NO в дополнение к другим продуктам, таким как H_2O и CO_2 . Продукты реакции затем поступают в реакционную камеру в отдельном модуле детектора. Здесь они смешиваются с озоном (O_3), полученным из кислорода с помощью генератора озона. O_3 вступает в реакцию с SO или NO, в результате чего образуется SO_2^* и NO_2^* соответственно. Реакционная ячейка работает при давлении около 4–7 торр. Эти молекулы, обладающие высокой энергией, возвращаются в основное состояние путем хемилюминесценции. Испускаемый свет фильтруется и фиксируется фотоэлектронным умножителем (ФЭУ). Уровень получаемого электрического сигнала пропорционален количеству SO_2^* или NO_2^* , образовавшемуся в реакционной ячейке. Проба выходит из реакционной ячейки, проходит через фильтр для удаления озона, затем через вакуумный насос и выпускается наружу.

ХДС

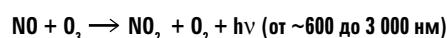
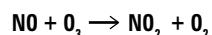
В ХДС используется хемилюминесценция (вызывающая свечение реакция), возникающая в результате реакции озона сmonoоксидом серы (SO), который образуется при горении аналита:



За счет разницы давления, создаваемой вакуумным насосом, продукты горения переходят в реакционную ячейку, куда также поступает избыточный озон. Свет ($h\nu$) который образуется в результате последующей реакции, проходит оптическую фильтрацию и фиксируется с помощью чувствительного к синим лучам фотоэлектронного умножителя. Полученный сигнал усиливается для отображения или передачи в систему обработки данных.

ХДА

В ХДА используется хемилюминесценция от реакции озона с окисью азота, полученного в процессе горения. Реакция окиси азота с озоном приводит к образованию электронно возбужденной двуокиси азота, которая испускает свет (хемилюминесценция) в красной и инфракрасной области спектра. Этот поток света прямо пропорционален количеству азота в пробе:



Свет ($h\nu$), получаемый в результате химической реакции, проходит оптическую фильтрацию и фиксируется с помощью ФЭУ. Охладитель снижает температуру ФЭУ, что необходимо для уменьшения теплового шума и измерения инфракрасного излучения. Сигнал ФЭУ усиливается для отображения или передачи в систему обработки данных.

Описание основных компонентов

Блок горелки

Блок горелки устанавливается сверху ГХ в области детектора. В нем предусмотрен фитинг для подсоединения колонки.

В случае ХДС горелка имеет две нагреваемые зоны – одну в основании, вторую в верхней части блока. В основании горелки элюат колонки при высокой температуре смешивается с потоком нижнего водорода и воздухом. Полученное водородное пламя вызывает горение элюата. В процессе горения компонентов с низкой концентрацией образуются обычные продукты сгорания, включая SO_2 в случае серосодержащих соединений. Эти продукты поступают в верхнюю часть керамической трубы, где при еще большей температуре смешиваются с потоком верхнего водорода, в результате чего SO_2 преобразовывается в SO .

На Рис. 6 показана схема потоков в блоке горелки ХДС.

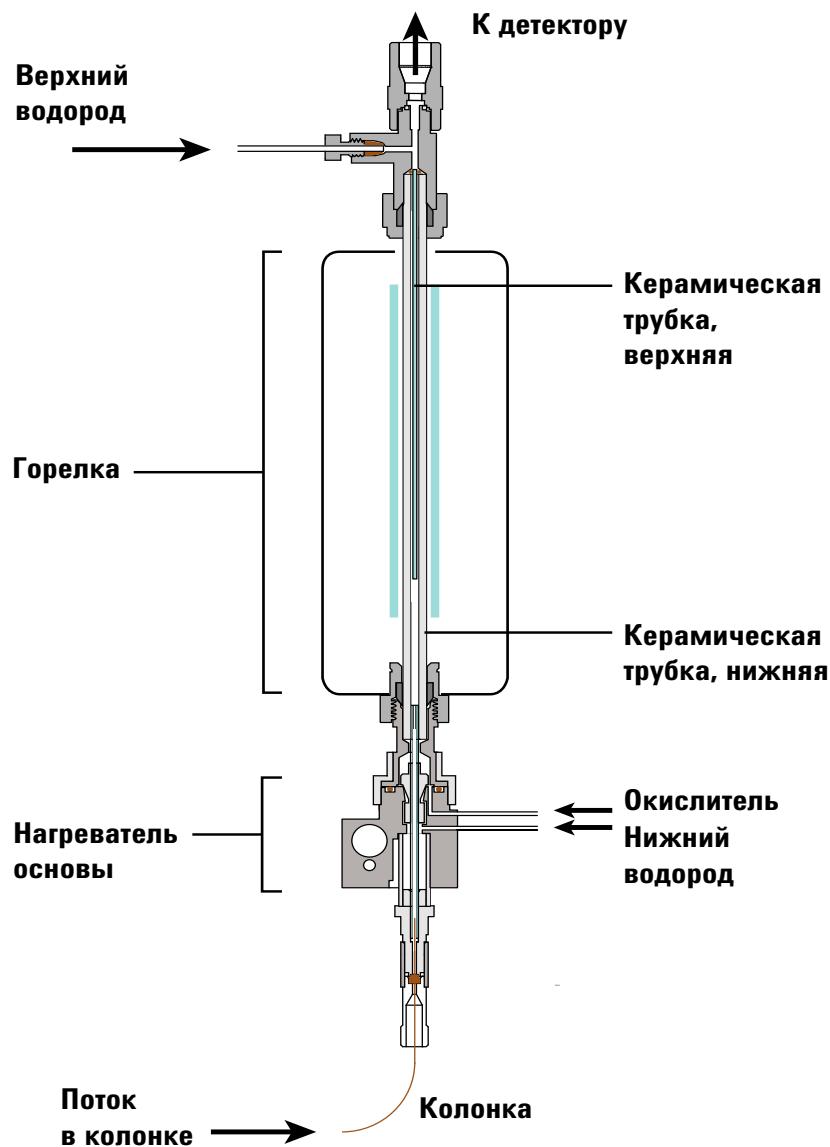


Рис. 6 Потоки ХДС

В случае ХДА горелка имеет две нагреваемые зоны – одну в основании, вторую в верхней части блока. В основании горелки элюат колонки при высокой температуре смешивается с водородом и воздухом. Полученное водородное пламя вызывает горение элюата. В процессе горения компонентов с низкой концентрацией образуются обычные продукты сгорания, включая NO_2 в случае азотсодержащих соединений. Эти продукты поступают в верхнюю часть кварцевой трубы с катализатором, где при высокой температуре NO_2 преобразовывается в NO .

На Рис. 7 показана схема потоков в блоке горелки ХДА.

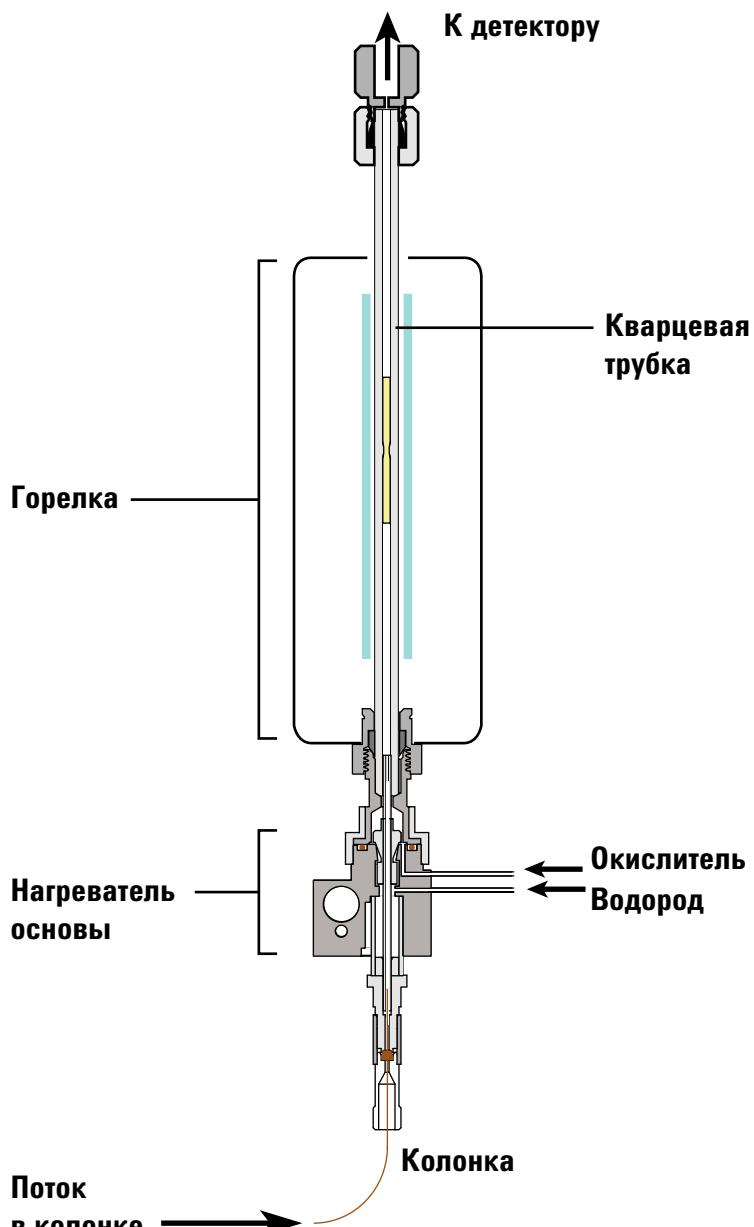


Рис. 7 Потоки ХДА

Генератор озона

Генератор озона производит озон, который затем вступает в реакцию с SO или NO в реакционной ячейке, в результате чего образуется SO_2^* и NO_2^* соответственно. Эти молекулы, обладающие высокой энергией, возвращаются в основное состояние путем хемилюминесценции.

Детектор регулирует давление подаваемого озона для поддержания фиксированного потока из генератора озона.

Реакционная ячейка и фотоэлектронный умножитель (ФЭУ)

Генератор озона подает озон в реакционную ячейку. Озон вступает в реакцию с SO или NO, в результате чего образуется SO_2^* и NO_2^* соответственно. Когда молекулы в процессе хемилюминесценции возвращаются в основное состояние, фотоэлектронный умножитель образует ток, пропорциональный интенсивности испускаемого света. С помощью полосового фильтра детектор настраивается для обнаружения либо серы, либо азота.

Модули ЭКД

Для управления потоками водорода, окислителя (воздух или кислород) и газа для генератора озона (кислород) в детекторе используются два модуля электронного контроля давления.

Вакуумный насос

Двухступенчатый роторный масляный вакуумный насос создает в реакционной ячейке рабочее давление от 3 до 10 торр. Вакуум обеспечивает перенос в реакционную ячейку продуктов горения из горелки и озона из генератора озона. Кроме того, вакуумный насос уменьшает гашение в результате безызлучательных соударений молекул в реакционной ячейке.

Фильтр для удаления озона

Химическая ловушка между выходом детектора и вакуумным насосом удаляет озон, преобразовывая его в двухатомный кислород. Непреобразованный озон сокращает срок службы насоса.

Фильтр для удаления масла

В роторном масляном вакуумном насосе используется частично открытый газовый балласт, способствующий удалению воды, которая образовалась в горелке и попала в насос. Благодаря открытому газовому балласту и относительно высокой скорости потока газов испарившееся в насосе масло может выбрасываться из выхлопа насоса. В целях минимизации потери масла на выхлоп насоса установлен фильтр для удаления масла, который улавливает испарившееся масло и возвращает его в масляной резервуар насоса.

Переходник для ПИД (дополнительно)

Горелка ХДС, как правило, устанавливается непосредственно на термостат ГХ как самостоятельный детектор. Однако для некоторых видов анализа требуется параллельное обнаружение углеводородных компонентов с использованием единственной колонки без разветвления. Для таких случаев Agilent предлагает дополнительный переходник ПИД, с помощью которого блок горелки крепится на ПИД, что позволяет одновременно получать хроматографические результаты от ПИД и ХДС. При использовании только ХДС 100 % элюата колонки проходит через горелку к детектору. В режиме одновременного обнаружения около 10 % выходящих газов ПИД направляется в горелку через ограничитель, что приводит к снижению чувствительности ХДС приблизительно в отношении 1/10 в сравнении с сигналом, получаемым при использовании только ХДС.

Охладитель ХДА

В ХДА используется охладитель Пельтье, который снижает температуру ФЭУ, что, в свою очередь, уменьшает шум. ФЭУ при этом охлаждается по отношению к комнатной температуре. Высокая температура в лаборатории может привести к высокой температуре ФЭУ. Колебания комнатной температуры могут привести к колебаниям температуры ФЭУ.

Поскольку минимальный предел обнаружения (МПО) определяется на основании шума и отклика, эффективность охладителя может влиять на МПО. В зависимости от комнатной температуры охладитель может не обеспечивать достаточно низкую температуру ФЭУ, в результате чего вырастет шум ХДХ и, соответственно, увеличится МПО.

Поскольку эффективность охладителя зависит от комнатной температуры в лаборатории и температуры внутри детектора, заданное значение охладителя не влияет на готовность детектора. Цикл ГХ может начаться независимо от того, удалось ли охладителю снизить температуру до заданного значения.

3

Работа с клавиатурой

- Клавиша детектора **30**
- Клавиша состояния **31**
- Клавиша Info (информация) **32**
- Общие клавиши для ввода данных **33**
- Клавиши для сохранения методов **34**
- Клавиша режима обслуживания **36**
- Вспомогательные клавиши **37**

В этом разделе описываются основные процедуры работы с клавиатурой Детекторы ХДС 8355 S и ХДА 8255 S Agilent.



Клавиша детектора

Эти клавиши используются для установки значений температуры, давления, потока, скорости и других рабочих параметров метода для детектора.

Чтобы отобразить текущие параметры, нажмите клавишу **[Det]** (Детектор) или **[Analog Out]** (Аналоговый выход). Информация может отображаться более чем на трех строках. Для просмотра дополнительных строк при необходимости используйте клавиши прокрутки.

Для изменения параметров прокрутите до требуемой строки, внесите изменения и нажмите **[Enter]** (Ввод).

Для отображения контекстной справки нажмите **[Info]** (Информация). Например, если нажать **[Info]** (Информация) на элементе заданного значения, будет показано приблизительно следующее: Enter a value between 0 and 350 (Ведите значение между 0 и 350).

[Det] (Детектор) Контролирует условия эксплуатации детектора.

[Analog Out] (Аналоговый выход) Контролирует уменьшение диапазона и смещение нуля.



Клавиша состояния

Отображает информацию о **готовности, неготовности и ошибках**.

Порядок отображения элементов в списке окна [**Status**] (Состояние) можно изменить. Может потребоваться, например, выводить наиболее часто проверяемые параметры в первых трех строках, чтобы не требовалось прокручивать до них. Для изменения порядка пунктов списка **Status** (Состояние) выполните следующее.

Нажмите [**Config**] (Настройка конфигурации). Прокрутите список до пункта **Status** и нажмите клавишу [**Enter**] (Ввод).

Прокрутите до заданного значения, которое нужно показать первым, и нажмите [**Enter**] (Ввод). Теперь это заданное значение будет отображаться в начале списка.

Прокрутите до заданного значения, которое нужно показать вторым, и нажмите [**Enter**] (Ввод). Теперь это заданное значение будет отображаться вторым в списке.

Продолжайте выполнять описанные выше действия, пока элементы списка не будут расположены в необходимом порядке.



Клавиша Info (информация)

Используется для отображения справки по отображаемому в данный момент параметру. В других случаях при нажатии клавиши [Info] (Информация) отображаются определения или действия, которые необходимо выполнить.



Общие клавиши для ввода данных

[Mode/Type]
(Режим/Тип) Используется для доступа к списку доступных параметров, связанных с нечисловыми значениями для компонента.

[Clear] (Очистить) Используется для удаления неправильно введенного заданного значения до нажатия клавиши **[Enter]** (Ввод). Может также использоваться для возврата к первой строке при многострочном экране, возврата к предыдущему экрану, отмены функции во время выполнения метода либо отмены загрузки или сохранения методов.

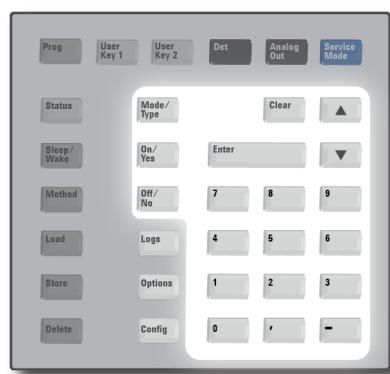
[Enter] (Ввод) Используется для подтверждения введенных изменений или выбора альтернативного режима.



Используется для прокрутки списка на экране вверх и вниз по одной строке. Активная строка отмечена символом <.

Числовые клавиши Используются для ввода значений параметров метода. Нажмите **[Enter]** (Ввод) после завершения, чтобы подтвердить изменения.

[On/Yes]
(Вкл./Да)
[Off/No]
(Выкл./Нет) Эти клавиши используются для установки параметров, таких как включение насоса, включение высокого напряжения.



Клавиши для сохранения методов

Эти клавиши используются для загрузки и сохранения методов локально на детекторе. Они не могут использоваться для доступа к методам, которые хранятся в системе обработки данных Agilent.

[Load] (Загрузить) Используются совместно для загрузки и сохранения методов на детекторе. Например, для загрузки метода **[Store]** (Сохранить) нажмите **[Load]** (Загрузить) **[Method]** (Метод) и выберите в списке один из методов, сохраненных в ГХ.

[Delete] (Удалить) Используется для удаления методов.

[Sleep/Wake] (Сон/пробуждение) Детектор сохраняет график, используя время встроенных часов, а также два специальных метода под названиями SLEEP (Сон) и WAKE (Пробуждение). Для получения дополнительной информации см. [«Экономия ресурсов»](#) на стр. 54.



Загрузка метода

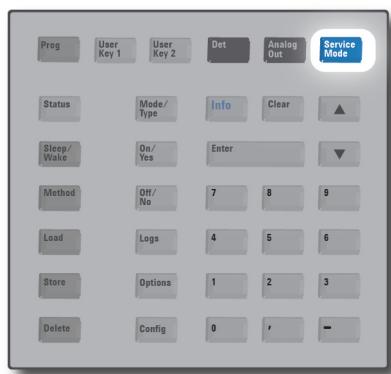
- 1 Нажмите **[Load]** (Загрузить).
- 2 Нажмите **[Method]** (Метод).
- 3 Введите номер метода, который требуется загрузить.
- 4 Нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да), чтобы загрузить метод и заменить активный метод. Также можно нажать **[Off/No]** (Выкл./Нет), чтобы вернуться в список сохраненных методов без загрузки метода.

Сохранение метода

- 1 Убедитесь, что параметры настроены правильно.
- 2 Нажмите [**Method**] (Метод).
- 3 Прокрутите список до метода, который необходимо сохранить, и нажмите [**Enter**] (Ввод).
- 4 Нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да), чтобы сохранить метод и заменить активный метод. Также можно нажать [**Off/No**] (Выкл./Нет), чтобы вернуться в список сохраненных методов без сохранения метода.

Клавиша режима обслуживания

Используется для настройки функции Early Maintenance Feedback (предварительное уведомление об обслуживании) и для доступа к проверкам на наличие утечек в канале ввода выбранного типа. С помощью этой клавиши можно получить доступ к параметрам, предназначенным для обслуживающего персонала. Так как эти расширенные параметры при неправильном использовании могут привести к проблемам, не пользуйтесь ими без специального указания. Клавиша используется для доступа к функциям и параметрам обслуживания, служебным счетчикам и средствам диагностики GX.



Чтобы просмотреть скорость потока озона, нажмите, **[Service Mode]** (Режим обслуживания). Прокрутите список до пункта **Diagnostics** (Диагностика), нажмите **[Enter]** (Ввод), а затем выберите **Diag 03 Generator** (Диагностика генератора озона).

Вспомогательные клавиши

С клавиатуры доступны три журнала: журнал циклов выполнения, журнал обслуживания и журнал системных событий.

- | | |
|--|--|
| [Logs] (Журналы)
[Options]
[Config] | Доступ к журналу обслуживания и журналу системных событий. Информацию в этих журналах можно использовать для соответствия стандартам Good Laboratory Practices (GLP).
Используется для доступа к параметрам калибровки, обмена данными и дисплея на приборе. Прокрутите до требуемой строки и нажмите [Enter] (Ввод) для доступа к связанным записям.
Доступ к детектору для настройки конфигурации и установкам времени. |
| [Prog]
[User Key1]
[User Key2] | Используется для программирования последовательности нажимаемых клавиш — обычно с целью выполнения определенных операций.
Нажмите [Prog] (Программирование) и [User Key 1] (Пользовательская клавиша 1) или [Prog] (Программирование) и [User Key 2] (Пользовательская клавиша 2), чтобы записать до 21 нажатия клавиш в виде макроса. |



Конфигурация

Не учитывать готовность=

Чтобы не учитывать готовность элемента, нажмите **[Config]** (Конфигурация), прокрутите список до пункта **Detector** (Детектор) и нажмите **[Enter]** (Ввод). Прокрутите до пункта **Ignore Ready** (Не учитывать готовность), нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да) и установите значение **True** (Истина).

Установка времени и даты

- 1 Нажмите **[Config]** (Конфигурация), прокрутите до пункта **Time** (Время) и нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 2 Выберите **Time zone (hhmm)** (Часовой пояс(ччмм)) и введите разницу местного времени с GMT, используя 24-часовой формат.
- 3 Выберите **Time (hhmm)** (Время (ччмм)) и введите местное время.
- 4 Выберите **Date (ddmmyy)** (Дата (ддммгг)) и введите дату.

Журналы обслуживания и системных событий

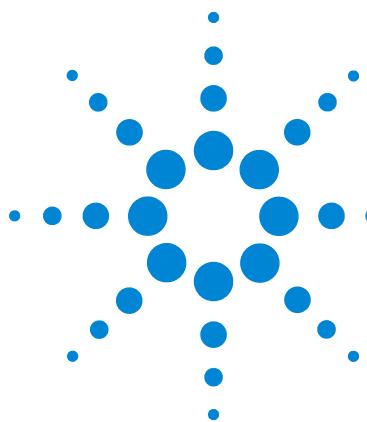
С клавиатуры доступны два журнала: журнал циклов выполнения и журнал системных событий. Для доступа к журналам нажмите **[Logs]** (Журналы), перейдите к нужному журналу и нажмите **[Enter]** (Ввод). На экране отобразится количество записей, содержащихся в журнале. Список можно прокручивать.

Журналы обслуживания

Журнал обслуживания содержит записи, внесенные системой, когда какой-либо из определенных пользователем компонентов достигает предельного значения. Запись журнала обслуживания содержит описание счетчика, его текущее значение, наблюдаемые предельные значения и информацию о том, какое из предельных значений было достигнуто. Кроме того, в журнал записывается каждая задача пользователя, связанная со счетчиком, включая восстановление, включение или отключение наблюдения, а также изменение предельных значений или единиц (циклы или длительность).

Журнал системных событий

Журнал системных событий записывает значительные события, произошедшие во время работы детектора. Некоторые из этих событий также отображаются в журнале циклов, если они действуют во время цикла.



4 Работа

- Введение 40
- Установка параметров 41
- Стабильность и отклик детектора 42
- Стандартные рабочие условия 43
- Корректировка рабочих условий 44
- Запуск 45
- Выключение 46
- Датчики потока и давления 47
- Автоматическая настройка детектора 49
- Выходной сигнал 50
- Методы 53
- Экономия ресурсов 54

В данной главе описан порядок использования детекторов ХДС 8355 S и ХДА 8255 S. Приведенная здесь информация предполагает, что пользователь знает, как работать с клавиатурой и дисплеем детектора. Дополнительные сведения см. в онлайн-справке системы обработки данных и документации прибора на DVD-дисках Agilent *«Инструменты и руководства пользователя ГХ/МС и ГХ»*.



Введение

Вариант отдельной установки

Для доступа к рабочим параметрам используйте переднюю клавиатуру детектора ХДС 8355 S или ХДА 8255 S.

Параметры и сведения, доступные через клавиатуру детектора, позволяют выполнить следующие действия.

- Установка температуры, потоков и типов газа.
- Включение последовательности.
- Сохранение методов.

Установка параметров

В этом разделе приведены допустимые значения для параметров ХДА и ХДС. Их достаточно для выполнения широкого ряда самых разнообразных задач, а также для разработки методов. Важные сведения о соотношении между заданными значениями см. в разделе «[Корректировка рабочих условий](#)» на стр. 44.

Параметры и диапазоны значений

В таблице ниже перечислены доступные параметры детектора.

Таблица 1 Параметры и диапазоны значений для ХДС 8355 S и ХДА 8255 S

Параметр	Диапазон, ХДС	Диапазон, ПИД-ХДС	Диапазон, ХДА
Метод			
Температура основания	125–400 °C	125–400 °C	125–400 °C
Температура горелки	100–1000 °C	100–1000 °C	100–1000 °C
Температура охладителя (только для ХДА)*			Вкл./Выкл.
Нижний поток водорода	5–25 мл/мин	—	1–25 мл/мин
Верхний поток водорода (только для ХДС)	25–100 мл/мин	25–100 мл/мин	—
Поток окислителя	25–150 мл/мин	5–100 мл/мин	4–80 мл/мин
Поток генератора О3	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.
Мощность генератора О3	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.
Вакуумный насос	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.

* Работа охладителя (для ФЭУ) зависит от текущей температуры внешней среды детектора. Фактическая температура охладителя не влияет на готовность детектора. См. «[Охладитель ХДА](#)» на стр. 28.

Стабильность и отклик детектора

Время, необходимое для стабилизации системы, зависит от типа анализа, чистоты системы, наличия активных точек и других факторов.

- После запуска имеющейся системы обычно следует подождать минимум 10 минут, прежде чем приступать к сбору данных в этой системе.
- Если установлена новая горелка или новые керамические трубы, переход в требуемое состояние может занять до 24 часов. Настройте рабочие условия детектора и дождитесь стабилизации базовой линии, достаточной для данного типа анализа.

Стандартные рабочие условия

В [Таблица 2](#) ниже приведены рекомендуемые начальные условия методов для ХДА и ХДС. Эти условия, как правило, обеспечивают приемлемые результаты при выполнении широкого ряда задач. Однако при необходимости их следует оптимизировать, чтобы улучшить эффективность определенного типа анализа.

Таблица 2 Стандартные рабочие условия, ХДС и ХДА

Параметр	ХДС	ХДА
Температура основания, °С	250	250
Температура горелки, °С	800	900
Температура охладителя	Н/Д	Вкл.
Верхний поток Н ₂ , мл/мин	40	Н/Д
Нижний поток Н ₂ , мл/мин	10	3
Поток окислителя, мл/мин	50, воздух	8, кислород
Поток генератора О3, мл/мин	Вкл.	Вкл.
Мощность генератора О3	Вкл.	Вкл.
Вакуумный насос	Вкл.	Вкл.
Давление горелки, торр, стандартные показатели	< 425 торр	< 120 торр
Давление реактора, торр (только для чтения)	Должно быть меньше 7 торр	Должно быть меньше 5 торр

В методах проверки для ХДС и ХДА также установлены, в качестве примера, значения параметров, обеспечивающие оптимальный предел обнаружения, чувствительность и срок службы керамической трубы. В случае любого метода для ХДх действуют следующие правила.

- Через горелку должен постоянно проходить поток газа-окислителя.
- Для защиты системы микропрограмма не разрешает подачу водорода в горелку, если отсутствует окислитель.

Чтобы избежать загрязнений и повреждений, при запуске и завершении работы насос следует всегда включать первым и выключать последним соответственно.

Корректировка рабочих условий

В [Таблица 1](#) на стр. 41 приведены допустимые диапазоны значений для каждого параметра в соответствии с микропрограммой детектора. Чтобы обеспечить достаточную гибкость при разработке методов для конкретной задачи, в диапазоны было включено больше значений, чем требуется в большинстве случаев.

При этом на потоки водорода в ХДС стоит обратить особое внимание. Слишком сильный поток водорода (как верхний, так и нижний) относительно потока окислителя может привести к повреждению керамических трубок без возможности восстановления. См. [«Повреждение водородом»](#) на стр. 100.

Нижний поток водорода в ХДС: слишком сильный поток может повредить керамические трубы.

Нижний поток водорода в ХДА: ХДА может работать без потока водорода, однако такой режим работы не рекомендуется использовать. Водородное пламя/плазма помогает сжигать растворитель и тяжелые молекулы. Если используется ХДА без подачи водорода, трубку 1/16" для нижнего потока водорода необходимо подсоединить к линии подачи кислорода. В противном случае остаточный водород из трубы продолжит поступать в горелку, что нарушит стабильность.

- 1 Отсоедините линию **Нижний поток H₂** от задней части детектора и установите заглушку на фитинг детектора.
- 2 Установите тройник Swagelok 1/16" на выходной линии. **Окислитель** на корпусе детектора.
- 3 Подсоедините линии **Окислитель** и **Нижний поток H₂** к тройнику.

Как правило, пользователь должен откорректировать рекомендуемые начальные условия, чтобы метод соответствовал конкретному типу анализа. При настройке параметров метода для ХДС и ХДА следует учесть следующее.

- При высоком соотношении водорода и окислителя вначале возможен высокий отклик, но в последствии он уменьшится из-за накопления загрязнений, снижающих отклик детектора, например сажи или активных молекул.
- Эксплуатация горелки при высокой температуре может сократить полезный срок службы нагревателя, термопары и уплотнителей.

В целом, при любых изменениях параметров следует подождать определенное время, пока в системе будет достигнуто необходимое равновесие. Наблюдайте за базовой линией и ожидайте, пока она стабилизируется с учетом нового значения.

Запуск

Способ запуска детектора зависит от того, создан ли для этого детектора метод.

Если действующий метод уже существует: если ХДС/ХДА уже использовался (существует по крайней мере один действующий метод), запускайте детектор путем загрузки метода. Как только загрузится метод, детектор включит вакуумный насос и подачу окислителя, а также активирует все остальные параметры, кроме потока водорода. Детектор контролирует температуру и не допускает подачу водорода до тех пор, пока температура основания не достигнет 150 °C, а температура горелки – 200 °C. Как только температура детектора достигает этих минимальных значений, детектор включает подачу водорода.

При первом запуске либо когда для ХДС или ХДА не заданы параметры метода, используется следующая процедура запуска детектора.

- 1 Откройте параметры метода.
 - На передней панели детектора нажмите **[Det]** (Детектор).
- 2 Включите вакуумный насос.
- 3 Установите скорость потока окислителя и включите его подачу.
- 4 Подождите 1–2 минуты, пока вакуумный насос прочистит систему потоком окислителя.
- 5 Установите температуру основания и включите ее.
- 6 Установите температуру горелки и включите ее.
- 7 Только в случае ХДА: установите температуру охладителя и включите ее.
- 8 Установите поток водорода и включите его.
- 9 Настройте поток газа для генератора озона и включите его.
- 10 Включите питание генератора озона.

Детектор контролирует температуру и не допускает подачу водорода до тех пор, пока температура основания не достигнет 150 °C, а температура горелки – 200 °C. Как только температура детектора достигает этих минимальных значений, детектор включает подачу водорода.

Выключение

Когда детектор необходимо выключить на длительное время либо на период обслуживания ГХ или детектора, выполните следующие действия.

- 1 Откройте параметры метода.
 - На передней клавиатуре детектора нажмите **[Det]** (Детектор).
- 2 Выключать питание генератора озона.
- 3 Выключать поток газа для генератора озона.
- 4 Выключать все потоки водорода.
- 5 Только в случае ХДА: выключите охладитель.
- 6 Выключите нагреватель горелки.
- 7 Выключите нагреватель основания.

Примечание

При выключении детектор оставляет вакуумный насос и подачу окислителя включенными до тех пор, пока система не будет очищена газом-окислителем (в объеме около 100 мл) после выключения потока водорода. Это помогает предотвратить загрязнение остатками влаги.

- 8 Выключите подачу окислителя.
- 9 Выключите вакуумный насос.
- 10 Отключите питание детектора.
- 11 Если необходимо, выключите ГХ.

ОСТОРОЖНО

Угроза получения ожогов. Многие компоненты детектора могут сильно нагреваться. При обслуживании детектора необходимо выключить все нагреваемые зоны, дождаться, пока они охладятся до температуры, допускающей безопасное обращение, и только после этого выключить ГХ и детектор.

Либо вы можете создать метод, выключающий все компоненты детектора, и загрузить этот метод, когда необходимо завершить работу детектора.

Датчики потока и давления

Модули контроля газа ЕРС содержат датчики потока и/или давления, которые калибруются на фабрике. Чувствительность (наклон кривой) достаточно стабильна, но смещение нуля требует периодического обновления.

Датчики скорости потока

Детектор использует датчики потока для отслеживания потока водорода. Если функция **автоматического обнуления потока** включена, датчики обнуляются автоматически. Это рекомендуемый способ. Датчики также можно обнулить вручную (см. x).

Датчики давления

Все модули управления ЕРС используют датчики давления. Их нужно обнулять отдельно. Автоматического обнуления для датчиков давления нет. Датчики давления необходимо обнулять раз в 12 месяцев.

Настройка функции автоматического обнуления потока

Полезным параметром калибровки является **Autoflow zero** (Автоматическое обнуление потока). Когда для него установлено значение **On** (Включено), после окончания цикла ГХ закрывает поток газов в канал ввода, ждет, пока поток упадет до нуля, измеряет и сохраняет выходной сигнал датчика потока и снова включает газ. Это занимает около двух секунд. Смещение нуля используется, чтобы исправить будущие измерения потока. Компания Agilent рекомендует настроить в детекторе автоматическое обнуление датчиков потока, чтобы сократить дрейф. Чтобы включить эту функцию, сделайте следующее.

- 1 На клавиатуре детектора нажмите **[Options]** (Параметры).
- 2 Прокрутите список до пункта **Calibration** (Калибровка) и нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 3 Прокрутите до пункта **Autoflow zero (H2 Lower)** (Автоматическое обнуление потока (нижний поток H2)) и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да). (Чтобы выключить автоматическое обнуление, нажмите **[Off/No]** (Выкл./Нет)).
- 4 В случае ХДС повторите эти действия в отношении пункта **Autoflow zero (H2 Upper)** (Автоматическое обнуление потока (верхний поток H2)).

Условия для обнуления датчика

Датчики потоков обнуляются при подключенном и подающем газе-носителе.

Датчики давления обнуляются при отсоединеной от модуля контроля газа линией подачи газа.

Обнуление выбранного датчика потока или давления

- 1 Нажмите **[Options]** (Параметры), прокрутите до пункта **Calibration** (Калибровка), а затем нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 2 Прокрутите до обнуляемого датчика и нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 3 Задайте поток или давление:
 - **Датчики потока.** Убедитесь, что подсоединенна подача газа, а поток идет (включен).
 - **Датчики давления.** Отсоедините линию подачи газа сзади ГХ. Не следует выключать ее, так как это может вызвать утечку в клапане.
- 4 Перейдите к необходимой строчки обнуления.
- 5 Нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да), чтобы выполнить обнуление, или **[Clear]** (Очистить), чтобы отменить эту операцию.
- 6 Подключите все линии газа, отключенные в шаг 3, и восстановите рабочие потоки.

Автоматическая настройка детектора

Детектор не требует настройки. Детектор ХДС автоматически настраивается на использование:

- воздуха в качестве газа-окислителя;
- кислорода в качестве газа генератора ОЗ.

Детектор ХДА настроен на использование кислорода как газа-окислителя и как газа генератора ОЗ.

Выходной сигнал

Детекторы 8355 S и 8255 S предоставляют выходные данные в виде аналогового сигнала. Возможные диапазоны аналогового выходного сигнала: 0–1 В, 0–10 В и 0–1 мВ. Для использования детектора с ГХ Agilent (6850, 6890, 7820 и 7890) понадобится преобразователь аналогового сигнала в цифровой, например конвертер Agilent 35900E, или плата аналогового ввода (Analog Input Board – AIB).

ГХ серии 6850

- Одноканальный детектор можно подключить к AIB (дополнительное устройство G3375A или 206) или к внешнему преобразователю аналогового сигнала в цифровой.
- При комбинации ПИД/ХДх используйте внешний преобразователь аналогового сигнала в цифровой (например, 35900E).

ГХ серии 6890

- Одноканальный детектор можно подключить к AIB (каталожный номер G1556A или 206) или к внешнему преобразователю аналогового сигнала в цифровой.
- При использовании комбинации датчиков можно считывать сигнал ХДх с помощью AIB, при этом модель 6890 поддерживает сочетание не более двух детекторов. Такая конфигурация, как сочетание ПИД-ХДх или ПИД-ХДх в паре с любым другим детектором требует использования для ХДх внешнего преобразователя аналогового сигнала в цифровой.

ГХ серии 7820

- Поскольку AIB не поддерживается моделью 7820, для считывания сигнала ХДх используйте преобразователь аналогового сигнала в цифровой.

ГХ серии 7890

- Одноканальный детектор можно подключить к AIB (дополнительное устройство G3456A или 206) или к внешнему преобразователю аналогового сигнала в цифровой.

Типы сигналов

При назначении сигналов детекторов нажмите [**Mode/Type**] (Режим/Тип) и выберите необходимый пункт из списка параметров «Signal Type» (Тип сигнала) либо нажмите клавишу или комбинацию клавиш.

Сигнал, получаемый не от детектора, является тестовым графиком. Доступ к тестовому графику можно получить, нажав клавишу [**Mode/Type**] (Режим/Тип). Диагностические сигналы используются специалистом по сервисному обслуживанию. Они здесь подробно не описываются.

Значение

Value (Значение) в списке параметров сигнала – это то же самое, что **Detector** (Детектор) в списке параметров детектора.

Аналоговые сигналы

Если используется аналоговый рекордер, возможно, понадобится отрегулировать сигнал, чтобы сделать его более пригодным для дальнейшего применения. Для этого используйте пункты **Zero** (Обнуление) и **Range** (Диапазон) в списке параметров сигнала.

Обнуление аналогового сигнала

Функция **Zero** (Обнуление) отнимает введенное значение от базовой линии. Нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да), чтобы сделать этот вариант текущим значением (Value), или [**Off/No**] (Выкл./Нет) для отмены.

Данный вариант используется для корректировки повышения или смещения базовой линии. Распространенное применение – корректировка смещения базовой линии, которое возникает в результате работы клапана. После обнуления аналоговый выходной сигнал равен линии значения (Value) из списка параметров минус заданное значение обнуления (Zero).

- 1 Убедитесь, что детектор включен и находится в состоянии готовности.
- 2 Нажмите [**Analog Out**] (Аналоговый выход).
- 3 Перейдите к пункту **Zero** (Обнуление).

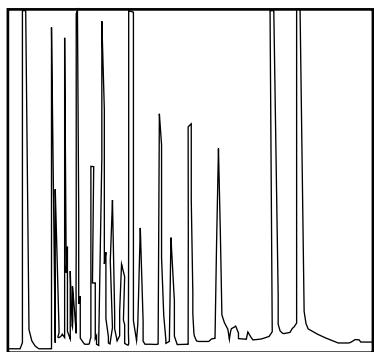
- 4 Нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да), чтобы установить для **Zero** (Обнуление) текущее значение сигнала, или введите число от -500000 до +500000. Значение, меньшее чем текущее значение **Zero** (Обнуление), переместит базовую линию вверх.

Диапазон аналогового сигнала

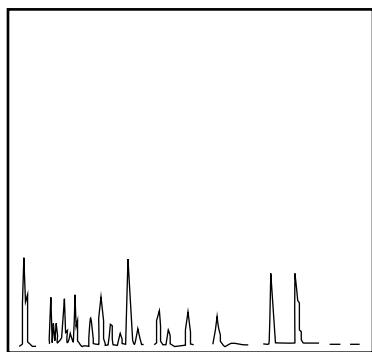
Параметр **Range** (Диапазон) масштабирует данные, поступающие от детектора.

Диапазон иногда также может называться усилением, масштабированием или изменением размера. Этот параметр изменяет размер данных, поступающих от детектора в цепь аналогового сигнала, чтобы избежать перегрузки цепи (зашкаливания). Он масштабирует все аналоговые сигналы.

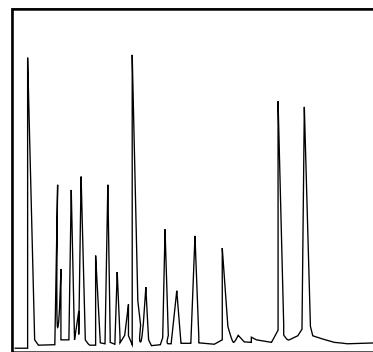
Заданные значения должны находиться в диапазоне от 0 до 13, при этом они дают результат от 2^0 (-1) до 2^{13} (=8192). Если изменить заданное значение на 1, высота хроматограммы изменится с коэффициентом 2. Это показано на примере следующих хроматограмм. Используйте минимальное возможное значение, чтобы минимизировать ошибку интегрирования.



А: Диапазон = 0



В: Диапазон = 3



С: Диапазон = 1

При разработке метода сначала установите для диапазона аналогового сигнала значение 9, если используется A1B, или 10, если используется Agilent 35900E от А до D. Отрегулируйте значение, чтобы просмотреть свои данные.

Методы

Загрузка метода

- 1 Нажмите **[Load]** (Загрузить).
- 2 Нажмите **[Method]** (Метод).
- 3 Введите номер метода, который требуется загрузить.
- 4 Нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да), чтобы загрузить метод и заменить активный метод. Также можно нажать **[Off/No]** (Выкл./Нет), чтобы вернуться в список сохраненных методов без загрузки метода.

Сохранение метода

- 1 Убедитесь, что параметры настроены правильно.
- 2 Нажмите **[Method]** (Метод).
- 3 Прокрутите список до метода, который необходимо сохранить, и нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 4 Нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да), чтобы сохранить метод и заменить активный метод. Также можно нажать **[Off/No]** (Выкл./Нет), чтобы вернуться в список сохраненных методов без сохранения метода.

Экономия ресурсов

Для обеспечения оптимальной производительности и точности оставляйте детектор в рабочих условиях. ХДС достигает максимальной точности при поддержании рабочих условий в течение длительного периода времени. Если вам необходима максимальная точность, не используйте функции ресурсосбережения для ХДС. ХДА быстрее восстанавливает точность. При использовании любого детектора следует рассматривать сокращение затрат на ресурсы с учетом времени восстановления точности.

ОСТОРОЖНО

Никогда не переводите детектор в режим сна, пока ГХ работает в нормальном режиме.

Расписание

Детектор использует расписание на основе встроенных часов, а также два специальных метода – **SLEEP** (СОН) и **WAKE** (ПРОБУЖДЕНИЕ). Метод **SLEEP** (СОН) устанавливает низкий уровень потоков и температуры для экономии ресурсов. Метод **WAKE** (ПРОБУЖДЕНИЕ) устанавливает новый уровень потоков и температуры – обычно для восстановления рабочих условий.

Загружайте метод сна на указанное время дня, чтобы уменьшить потоки и температуры. Загружайте метод пробуждения или аналитический метод, чтобы восстановить настройки перед тем, как снова использовать детектор. Например, загружайте метод сна в конце каждого дня или рабочей недели, затем загружайте метод пробуждения до прибытия на работу на следующий день. Поэкспериментируйте, чтобы найти оптимальное время для загрузки метода пробуждения.

Методы сна

Примите во внимание следующее.

- Не выключайте вакуумный насос. Насос должен быть включен, чтобы не возникли условия отключения.
- Не выключайте подачу окислителя.
- Для экономии кислорода выключите генератор озона. При этом также отключится подача кислорода.

Для ХДС

Очень важно избежать нагрева керамической трубки, когда не подаются все газы. Выключение генератора озона приведет к экономии кислорода без изменения потоков через керамическую трубку. Если необходимо уменьшить температуру и подачу газа, можно уменьшить подачу окислителя, выключить подачу водорода и, что наиболее важно, уменьшить температуру горелки примерно до 250 °C. Можно также уменьшить температуру основы.

Для ХДА

Выключать генератор озона. Для экономии энергии и газов уменьшите (но не выключайте) подачу кислорода и выключите подачу водорода. Уменьшите температуру горелки примерно до 250 °C и отключите охладитель.

Настройка экономии ресурсов на детекторе

Чтобы настроить экономию ресурсов на детекторе, выберите и используйте **Instrument Schedule** (Расписание прибора).

1 Решите, как восстанавливать потоки. **Функция настройки расписания** предлагает такие варианты.

- **Переход в спящий режим с использованием метода SLEEP (СОН).** Это метод должен уменьшать потоки и температуры. (Несмотря на то, что создавать такие методы полезно, они вам не нужны, если вы только пробуждаете детектор к последнему активному методу.)
- **Пробуждение с использованием текущего метода.** В указанное время детектор восстановит последний активный метод, использованный перед переходом в режим сна.
- **Пробуждение с использованием метода WAKE (ПРОБУЖДЕНИЕ).** В указанное время детектор загрузит метод пробуждения и продолжит работать с этими настройками.

2 Создайте метод **SLEEP (СОН)**. Это метод должен уменьшать потоки и температуры.

3 Запрограммируйте метод **WAKE (ПРОБУЖДЕНИЕ)** при необходимости. (Несмотря на то, что создавать такие методы полезно, они вам не нужны, если вы только пробуждаете детектор к последнему активному методу.)

- 4 Создайте расписание **сна/пробуждения**.
 - a Нажмите [**Sleep/Wake**] (Сон/Пробуждение)
 - b Прокрутите к пункту **Edit the Instrument Schedule?** (Изменение расписания прибора) и нажмите [**Enter**] (Ввод).
 - c Нажмите [**Mode/Type**] (Режим/Тип), чтобы создать новый элемент расписания.
 - d При появлении запроса перейдите к нужному дню недели и нажмите [**Enter**] (Ввод).
 - e При появлении запроса прокрутите к пункту **Go to Sleep with SLEEP method** (Переход в спящий режим с использованием метода сна), нажмите [**Enter**] (Ввод) и введите время. Нажмите клавишу [**Enter**] (Ввод).
 - f Если необходимо, можно установить функцию пробуждения во время просмотра расписания. Нажмите [**Mode/Type**] (Режим/Тип), чтобы создать новый элемент расписания.
 - g При появлении запроса перейдите к нужному дню недели и нажмите [**Enter**] (Ввод).
 - h При появлении запроса прокрутите к пункту **Wake with the current method** (Пробуждение с использованием текущего метода) или **Wake to Wake method** (Пробуждение с использованием метода пробуждения) и нажмите [**Enter**] (Ввод), а затем введите время. Нажмите клавишу [**Enter**] (Ввод).
 - i При необходимости повторите шаги b–g для всех других дней недели.

Вам нет необходимости программировать события на каждый день. Например, вы можете запрограммировать детектор на режим сна в пятницу вечером, затем пробуждение в понедельник утром, поддерживая его постоянно в рабочих условиях в течение будней.

Создание или изменение расписания прибора

Чтобы создать новое расписание или изменить существующее расписание, удалите нежелательные элементы, затем добавьте новые элементы в удобном для вас порядке.

- 1 Создание расписания **сна/пробуждения**.
 - a Нажмите [**Sleep/Wake**] (Сон/Пробуждение)
 - b Прокрутите к пункту **Edit the Instrument Schedule?** (Изменение расписания прибора) и нажмите [**Enter**] (Ввод).

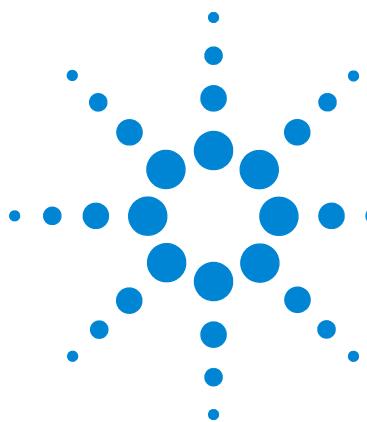
- c Нажмите [**Mode/Type**] (Режим/Тип), чтобы создать новый элемент расписания.
 - d При появлении запроса перейдите к нужному дню недели и нажмите [**Enter**] (Ввод).
 - e При появлении запроса прокрутите к пункту **Go to Sleep with SLEEP method** (Переход в спящий режим с использованием метода сна), нажмите [**Enter**] (Ввод) и введите время. Нажмите клавишу [**Enter**] (Ввод).
 - f Если необходимо, можно установить функцию пробуждения во время просмотра расписания. Нажмите [**Mode/Type**] (Режим/Тип), чтобы создать новый элемент расписания.
 - g При появлении запроса перейдите к нужному дню недели и нажмите [**Enter**] (Ввод).
 - h При появлении запроса прокрутите к пункту **Wake with the current method** (Пробуждение с использованием текущего метода) или **Wake to Wake method** (Пробуждение с использованием метода пробуждения) и нажмите [**Enter**] (Ввод), а затем введите время. Нажмите клавишу [**Enter**] (Ввод).
 - i При необходимости повторите шаги b–g для всех других дней недели.
- 2 Изменение расписания **сна/пробуждения**.
- a Загрузите метод с подобными заданными значениями.
 - b Измените заданные значения метода. Детектор позволяет настроить только соответствующие параметры.
 - Для метода **SLEEP** детектор устанавливает начальные значения температуры детектора и скорости потоков.
 - Для метода **WAKE** (ПРОБУЖДЕНИЕ) детектор настраивает такие же параметры, как и для метода сна.
 - c Нажмите [**Method**] (Метод), прокрутите к методу, который необходимо сохранить (**SLEEP** (Сон) или **WAKE** (Пробуждение)), и нажмите [**Store**] (Сохранить) и [**Enter**] (Ввод).
 - d Если появится запрос на перезапись, нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да), чтобы перезаписать существующий метод, или [**Off/No**] (Выкл./Нет) для отмены.

Мгновенный перевод детектора в спящий режим

- 1 Нажмите [Sleep/Wake] (Сон/Пробуждение)
- 2 Выберите **Go to sleep now** (Перейти в спящий режим сейчас), затем нажмите [**Enter**] (Ввод).

Мгновенное пробуждение детектора

- 1 Нажмите [Sleep/Wake] (Сон/Пробуждение)
- 2 Выберите желаемый вариант пробуждения, затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
 - При появлении запроса прокрутите к пункту **Wake with the current method** (Пробуждение с использованием текущего метода) и нажмите [**Enter**] (Ввод). Выйти из спящего режима, загрузив последний активный метод, использованный перед погружением в спящий режим.
 - Выберите метод **Wake to Wake** (Пробуждение с использованием метода пробуждения) и нажмите [**Enter**] (Ввод). Выход из спящего режима с загрузкой метода **WAKE** (ПРОБУЖДЕНИЕ).



5 Обслуживание

График обслуживания	60
Мониторинг чувствительности детектора	61
Расходные материалы и запасные части	62
ХДС в разобранном виде	65
ХДА в разобранном виде	66
Метод обслуживания детектора	67
Подсоединение колонки к детектору	68
Замена внутренней керамической трубы (ХДС)	71
Замена кварцевой трубы (ХДА)	74
Проверка масла в вакуумном насосе	78
Добавление масла в вакуумный насос	79
Замена масла в вакуумном насосе	81
Замена фильтра для озона	83
Смена фильтра масляных паров	84
Очистка внешней части детектора	85
Калибровка датчиков потока и давления	86

В данной главе описаны процедуры планового обслуживания, обеспечивающие нормальную работу ХДС и ХДА.



График обслуживания

Для обеспечения оптимальной производительности ХДС 8355 S и ХДА 8255 S Agilent следует регулярно менять фильтр для озона, фильтр для удаления масла и масло в вакуумном насосе. Информацию о стандартном сроке службы каждого компонента см. в [Таблица 3](#).

Таблица 3 Рекомендуемый график обслуживания вакуумного насоса Edwards RV5

Компонент	Эксплуатационный срок*
Фильтр для озона (преобразовывает O ₃ в O ₂)	~ 6 мес.
Фильтр для удаления масла	~ 3 мес.
Фильтр от запаха масла	~ 3 мес. (если необходимо)
Масло насоса [†]	~ 3 мес.
Уровень масла	Еженедельная проверка

* Эксплуатационный срок рассчитывается на основе общего занесенного в журнал времени работы детектора с включенными горелкой и генератором озона.

[†] Масло насоса можно приобрести у поставщика или непосредственно в компании Agilent: синтетическое моторное масло повышенной вязкости SAE 10W-30, например MOBIL 1 или AMSOIL.

Мониторинг чувствительности детектора

Уровень чувствительности отражает рабочие характеристики данной системы, при этом низкая чувствительность может указывать на необходимость планового обслуживания детектора.

Требования к МПО определяются с использованием специальных комплектов Agilent для проверки ХДС и ХДА.

Чувствительность, как правило, определяется следующим образом:

$$\text{Чувствительность} = \frac{\text{площадь пика}}{\text{количество}}$$

Минимальный предел обнаружения (МПО) рассчитывается по следующей формуле:

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{шум}}{\text{чувствительность}}$$

где шум – это шум по стандарту ASTM, данные о котором получены от системы обработки данных Agilent.

Расходные материалы и запасные части

Полный перечень см. в каталоге расходных материалов и компонентов Agilent или на веб-сайте Agilent (<http://www.chem.agilent.com/store>), где представлена последняя версия перечня.

Таблица 4 Расходные материалы и компоненты ХДС и ХДА

Описание/количество	Каталожный номер
Компоненты детектора	
Керамическая трубка, внутренняя, маленькая (ХДС) (комплект из 3 шт.) (См. ХДС в разобранном виде)	G3488-60008
Кварцевая трубка (ХДА)	G6600-80063
Ферула, 1/4", графит, прямая, 10 шт. в упаковке, для внешней керамической трубы ХДС и кварцевой трубы ХДА	0100-1324
Инструмент для установки колонки (См. ХДС в разобранном виде)	G3488-81302
Тестовая пробы для хемилюминесцентного детектора серы	5190-7003
Тестовая пробы для хемилюминесцентного детектора азота	5190-7002
Компоненты вакуумного насоса	
Насос RV5, 110 В/230 В, внутренняя поставка	G6600-64042
Лоток насоса, насос RV5	G1946-00034
Комплект РМ, масляный насос RV5	G6600-67007
Фильтр масляных паров для насоса RV5 (для ХДА/ХДС)	G6600-80043
Запасной фильтр для удаления масла (насос RV5)	G6600-80044
Запасной фильтр от запаха	G6600-80045
Фильтр для удаления озона	G6600-85000
Линия возврата масла, насос RV5	3162-1057
Масло, синтетическое, Mobil 1	G6600-85001
Зажимное кольцо NW 20/25 (для фильтра масляных паров)	0100-0549

Таблица 4 Расходные материалы и компоненты ХДС и ХДА (Продолжение)

Описание/количество	Каталожный номер
Зажимное кольцо NW 20/25 (для вытяжной трубки)	0100-1398
Инструменты	
Воронка	9301-6461
Гаечный ключ, Allen, 5 мм	8710-1838
Отвертка, плоская	8710-1020
Перчатки, химически стойкие, безворсовые	9300-1751

Таблица 5 Фильтры для ХДС и ХДА

Описание/количество	Каталожный номер
Система фильтрации Gas Clean Filter, сера (отфильтровывает серу и влагу)	CP17989
Комплект Gas Clean Filter для ХДС (для хемилюминесцентных детекторов серы)	CP17990

Таблица 6 Гайки, ферулы и оборудование для капиллярных колонок

Диаметр колонки (мм)	Описание	Применение	Каталожный номер/количество
53	Ферула, графит, внутр. диаметр 1,0 мм	Капиллярные колонки 0,53 мм	5080-8773 (10 шт.)
	Ферула, графит, внутр. диаметр 0,8 мм	Капиллярные колонки 0,53 мм	500-2118 (10 шт.)
	Гайка колонки, закручиваемая вручную (для колонок 0,53 мм)	Соединение колонки с каналом ввода или детектором	5020-8293
0,45	Ферула, графит, внутр. диаметр 0,8 мм	Капиллярные колонки 0,45 мм	500-2118 (10 шт.)
0,32	Ферула, графит, 0,5 мм ID	Капиллярные колонки 0,1 мм, 0,2 мм, 0,25 мм и 0,32 мм	5080-8853 (10 шт.)
	Гайка колонки, закручиваемая вручную (для колонок от 100 до 320 мм)	Соединение колонки с каналом ввода или детектором	5020-8292

5 Обслуживание

Таблица 6 Гайки, ферулы и оборудование для капиллярных колонок (Продолжение)

Диаметр колонки (мм)	Описание	Применение	Каталожный номер/количество
0,1–0,25	Ферула, графит, 0,4 мм ID	Капиллярные колонки 0,1 мм, 0,2 мм, 0,25 мм и 0,32 мм	500-2114 (10 шт.)
	Гайка колонки, закручиваемая вручную (для колонок от 0,100 мм до 0,320 мм)	Соединение колонки с каналом ввода или детектором	5020-8292
Все	Ферула, без отверстия	Тестирование	5181-3308 (10 шт.)
	Гайка-заглушка капиллярной колонки	Тестирование (используется с любой ферулой)	5020-8294
	Гайка колонки, универсальная	Соединение колонки с каналом ввода или детектором	5181-8830 (2 шт.)
	Резак колонки, керамический	Обрезка капиллярных колонок	5181-8836 (4 шт.)
	Комплект инструментов для установки ферулы	Установка ферулы	440-1000

ХДС в разобранном виде

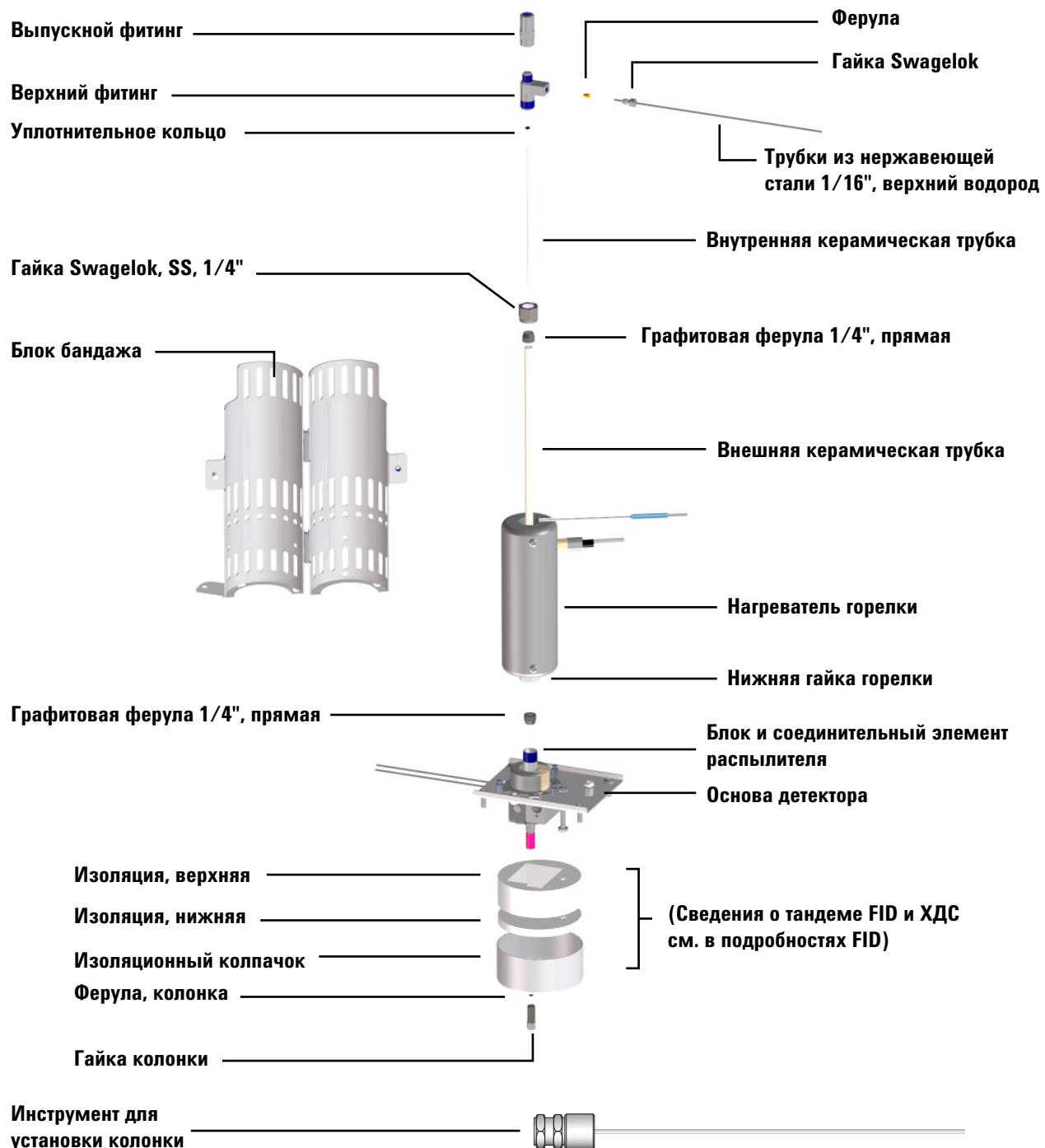


Рис. 8 ХДС в разобранном виде

ХДА в разобранном виде

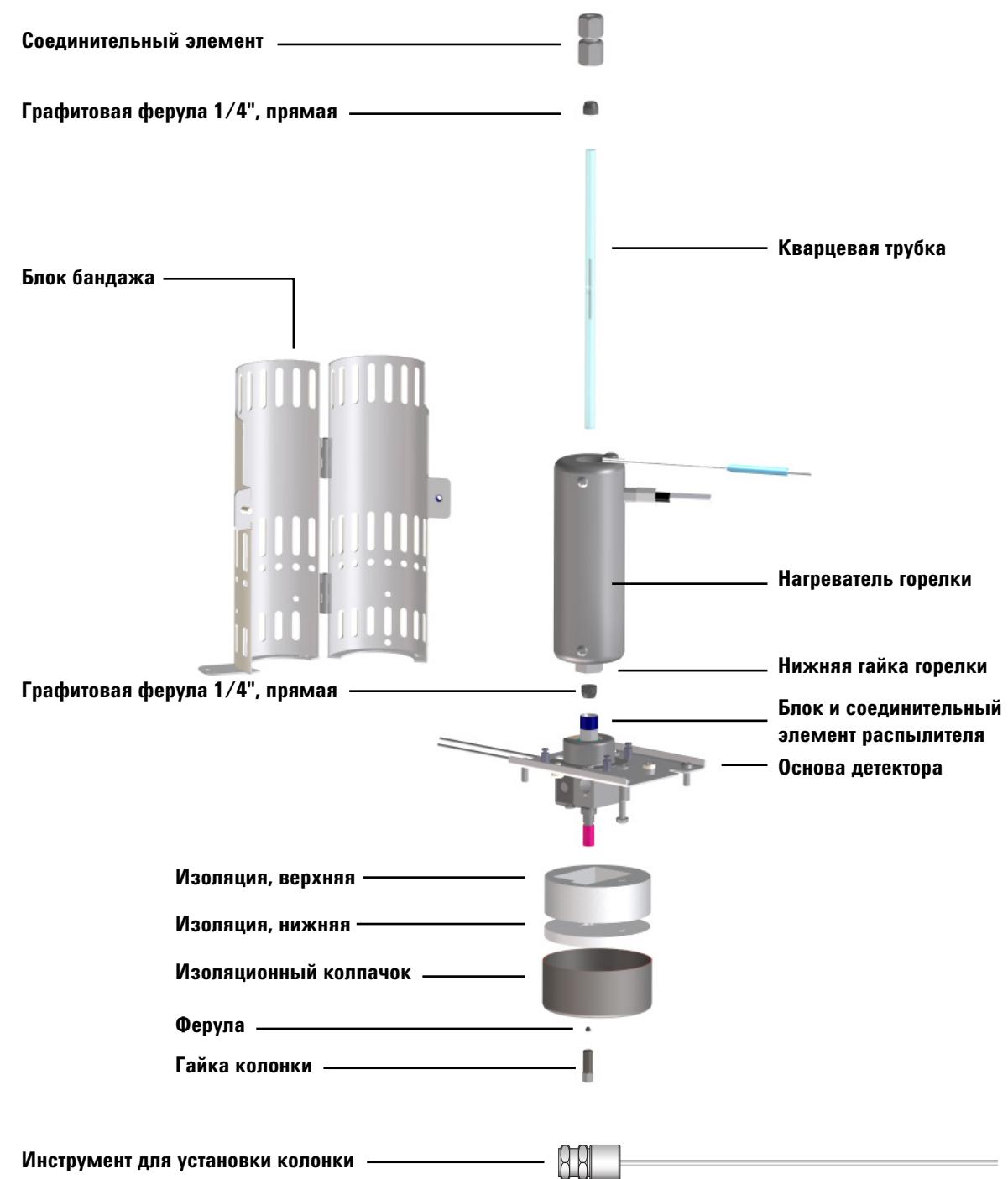


Рис. 9 ХДА в разобранном виде

Метод обслуживания детектора

Рекомендуется создать метод обслуживания для ГХ, отвечающий за подготовку ГХ и детектора к обслуживанию. Загружайте этот метод перед проведением обслуживания.

Метод обслуживания для ХДС или ХДА должен выполнять следующее:

- 1 Выключать нагреватель и горелку, чтобы позволить им охладиться.
- 2 Выключать все потоки водорода.
- 3 Оставлять включенными подачу газа-окислителя и газа для генератора озона.
- 4 Выключать генератор озона.
- 5 Оставлять включенным вакуумный насос.
- 6 Сохранять поток газа-носителя (гелий).
- 7 Устанавливать для термостата температуру 30 °C, чтобы уменьшить фон колонки.

При необходимости также следует охладить другие части детектора. В целях безопасного обращения с прибором дождитесь охлаждения нагреваемых зон по крайней мере до 40 °C.

Подсоединение колонки к детектору

Примечание

Далее описана процедура подсоединения колонки непосредственно к ХЛД. Если используется тандем ПИД-ХЛД, установите колонку в ПИД, как описано в инструкциях к ПИД. См. документацию ГХ.

1 Подготовьте следующие материалы (см. «[Расходные материалы и компоненты ХДС и ХДА](#)» на стр. 62).

- Инструмент для установки колонки для ХДС/ХДА (G3488-81302).
- Колонка
- Ферула (для колонки)
- Гайка колонки.
- Резак колонки.
- Гаечный ключ с открытым концом 1/4".
- Септа
- Изопропанол.
- Лабораторная протирочная ткань.
- Безворсовые перчатки.
- Увеличительная лупа.

ОСТОРОЖНО

Термостат, канал ввода и детектор могут быть горячими и вызвать ожоги. Если термостат, канал ввода или детектор горячий, наденьте термостойкие перчатки.

ОСТОРОЖНО

Чтобы защитить глаза от мелких частиц при использовании, резке или установке стеклянных или кварцевых капиллярных колонок, наденьте защитные очки. При работе с такими колонками необходимо соблюдать осторожность, так как осколки могут поранить кожу.

ВНИМАНИЕ!

Наденьте чистые безворсовые перчатки, чтобы предотвратить загрязнение компонентов и появление на них отпечатков пальцев.

- 2 Дождитесь охлаждения термостата, канала ввода и других нагреваемых зон ГХ до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).
- 3 Подготовьте детектор к обслуживанию.
 - a Загрузите метод обслуживания и подождите, пока детектор будет готов. (См. «Метод обслуживания детектора» на стр. 67.) Дождитесь охлаждения детекторов, блока горелки и основы детектора до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).
 - b Выключать все потоки водорода. (Оставьте включенными потоки окислителя и газа для озонатора.)
 - c Выключать генератор озона.

ОСТОРОЖНО

Водород является легковоспламеняющимся газом. Перед проведением обслуживания детектора выключите все потоки водорода, подаваемые на детектор (и колонку).

- 4 Установите септу, гайку капиллярной колонки и ферулу на колонку.

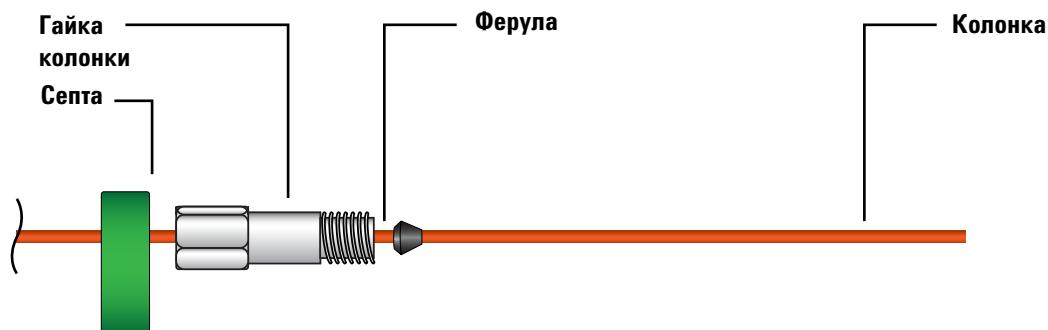


Рис. 10 Установка септы, гайки капиллярной колонки и ферулы на колонке

5 Обслуживание

- 5 Вставьте конец колонки в инструмент для измерения колонки так, чтобы конец выступал за его край.

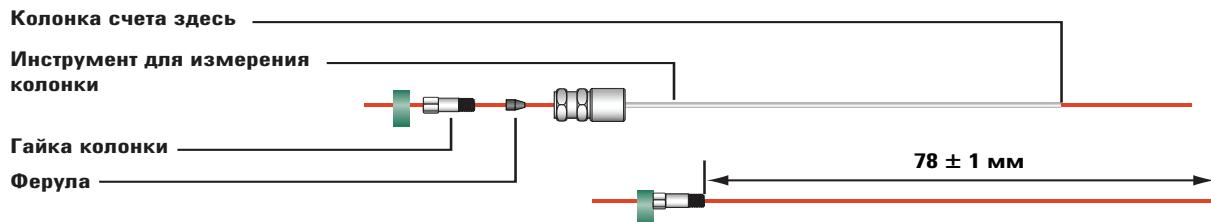
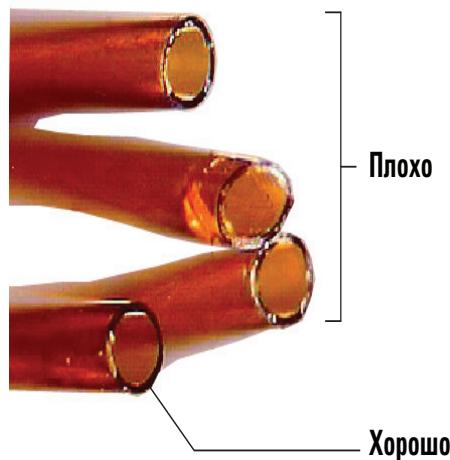


Рис. 11 Определение длины колонки и установка обжимающей ферулы с помощью инструмента для измерения колонки

- 6 Затяните гайку колонки в инструменте для измерения колонки так, чтобы гайка крепко обжимала колонку. Затяните гайку еще на 1/8–1/4 оборота с помощью двух ключей. Расположите септу напротив основания гайки колонки.
- 7 Воспользуйтесь резаком под углом 45°, чтобы надрезать колонку.
- 8 Отломите конец колонки. Колонка может выступать за край инструмента примерно на 1 мм. Осмотрите конец колонки с помощью лупы и убедитесь, что он ровный и на нем нет зазубрин.



- 9 Извлеките колонку, гайку и обжимающую ферулу из инструмента.
- 10 Протрите стенки колонки тканью, смоченной изопропиловым спиртом, для удаления отпечатков пальцев и пыли.
- 11 Аккуратно прикрутите обжатую колонку к фитингу детектора. Закрутите вручную гайку колонки, а затем затяните ее с помощью ключа еще на 1/8 оборота.

Замена внутренней керамической трубы (ХДС)

Ниже описана процедура замены внутренней керамической трубы.

ОСТОРОЖНО

Термостат, каналы ввода и детекторы могут быть горячими и вызвать ожоги. Перед началом работы охладите эти компоненты до температуры, допускающей безопасное обращение.

ВНИМАНИЕ!

Наденьте чистые безворсовые перчатки, чтобы предотвратить загрязнение компонентов и появление на них отпечатков пальцев.

ВНИМАНИЕ!

Большинство действий в этой процедуре выполняются с использованием двух ключей, один используется для фиксации положения горелки, второй — для открепления компонента. Всегда используйте оба ключа, чтобы избежать перезатяжку или изгиб блока горелки.

1 Подготовьте следующее.

- Два гаечных ключа 7/16" с открытым концом.
- Гаечный ключ с открытым концом 3/8".
- Новое уплотнительное кольцо.
- Новая керамическая трубка.
- Пинцет.
- Заглушка 1/8" для линии передачи.
- Отвертка T20 Torx.

2 Дождитесь охлаждения термостата, канала ввода и других нагреваемых зон ГХ до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).

3 Подготовьте детектор к обслуживанию.

- a** Загрузите метод обслуживания и подождите, пока детектор будет готов. (См. «[Метод обслуживания детектора](#)» на стр. 67.) Дождитесь охлаждения детекторов, блока горелки и основы детектора до

температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).

- b** Выключать все потоки водорода. (Оставьте включенными потоки окислителя и газа для озонатора.)
- c** Выключать генератор озона.

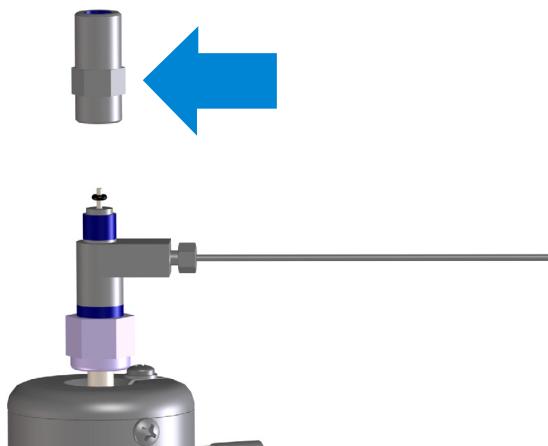
ОСТОРОЖНО

Водород является легковоспламеняющимся газом. Перед проведением обслуживания детектора выключите все потоки водорода, подаваемые на детектор (и колонку).

- 4** Отсоедините линию передачи и быстро установите на открытый конец заглушку 1/8". Зафиксируйте положение блока горелки с помощью ключа 3/8" со стороны линии передачи и ключа 7/16" со стороны верхнего фитинга.
- 5** С помощью двух ключей 7/16" извлеките выпускной фитинг из верхнего фитинга.
- 6** Если старое уплотнительное кольцо застряло в нижней части выпускного фитинга, аккуратно вытяните его с помощью пинцета или схожего инструмента.
- 7** Удалите старую внутреннюю керамическую трубку.
- 8** Установите новое уплотнительное кольцо на конце новой внутренней керамической трубы и продвиньте его приблизительно на 7 мм вниз по трубке. (Это расстояние не имеет критического значения.)



- 9** Аккуратно вставьте трубку с уплотнительным кольцом в горелку так, чтобы горелка примкнула к кольцу.
- 10** Повернув выпускной фитинг так, чтобы грани были расположены ближе к верхнему фитингу (см. рисунок), установите его на керамической трубке. При затягивании выпускного фитинга автоматически отрегулируется положение уплотнительного кольца и керамической трубы. Затяните фитинг до упора (вручную). Не затягивайте слишком сильно.



- 11** Снова подсоедините линию передачи к выходному фитингу. Затяните фитинг до упора (вручную). Не затягивайте слишком сильно.
- 12** Включите подачу газов для детектора.
- 13** Убедитесь в отсутствии утечек в верхнем фитинге водорода. При необходимости устраните утечку.
- 14** Восстановите остальные рабочие условия детектора.

Замена кварцевой трубы (ХДА)

Ниже описана процедура замены кварцевой трубы ХДА.

ОСТОРОЖНО

Термостат, каналы ввода и детекторы могут быть горячими и вызвать ожоги. Перед началом работы охладите эти компоненты до температуры, допускающей безопасное обращение.

ВНИМАНИЕ!

Наденьте чистые безворсовые перчатки, чтобы предотвратить загрязнение компонентов и появление на них отпечатков пальцев.

ВНИМАНИЕ!

Большинство действий в этой процедуре выполняются с использованием двух ключей, один используется для фиксации положения горелки, второй — для открепления компонента. Всегда используйте оба ключа, чтобы избежать перезатяжку или изгиб блока горелки

1 Подготовьте следующее.

- Два гаечных ключа 7/16" с открытым концом.
- Гаечный ключ с открытым концом 3/8".
- Гаечный ключ с открытым концом 5/8".
- Новая кварцевая трубка.
- Пинцет.
- Заглушка 1/8" для линии передачи.
- Отвертка T20 Torx.
- Стоматологический пинцет или схожий инструмент для извлечения графитовой ферулы.
- 2 новые графитовые ферулы.

2 Дождитесь охлаждения термостата, канала ввода и других нагреваемых зон ГХ до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).

- 3 Подготовьте детектор к обслуживанию.
 - a Загрузите метод обслуживания ГХ и дождитесь состояния готовности ГХ. (См. «[Метод обслуживания детектора](#)» на стр. 67.) Дождитесь охлаждения детекторов, блока горелки и основы детектора до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).
 - b Выключать все потоки водорода. (Оставьте включенными потоки окислителя и газа для озонатора.)
 - c Выключать генератор озона.

ОСТОРОЖНО

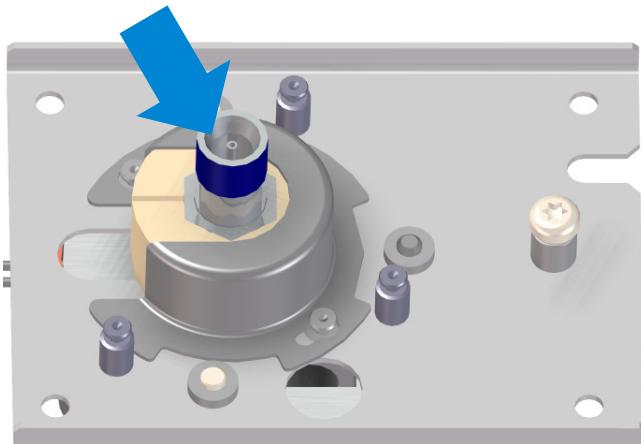
Водород является легковоспламеняющимся газом. Перед проведением обслуживания детектора выключите все потоки водорода, подаваемые на детектор (и колонку).

- 4 Снимите защитный кожух. Извлеките два винта T20 Torx, проверните кожух против часовой стрелки, чтобы отсоединить его от штырей крепления, и поднимите. Отложите кожух и винты в сторону. Они понадобятся позднее.
- 5 Отсоедините линию передачи и быстро установите на открытый конец заглушку 1/8". Зафиксируйте положение блока горелки с помощью ключа 3/8" со стороны линии передачи и ключа 7/16" со стороны верхнего фитинга.
- 6 С помощью двух ключей 7/16" извлеките выпускной фитинг из гайки на верхнем конце кварцевой трубы.
- 7 Аккуратно продвиньте гайку с ферулой вверх и вытяните ее из кварцевой трубы.

ВНИМАНИЕ!

Кварцевая трубка хрупкая, ее легко поломать или поцарапать. Чтобы избежать повреждений, обращайтесь с кварцевой трубкой очень осторожно.

- 8 С помощью ключей 5/8" и 9/16" извлеките блок горелки и трубку из муфты в основании детектора.
- 9 Проверьте область вокруг сопла муфты. Если есть осколки трубы, удалите их с помощью пинцета или схожего инструмента.



- 10 Аккуратно продвигните кварцевую трубку вверх в блоке горелки и извлеките ее. Графитовая ферула должна остаться во вращающейся гайке в основании горелки.
- 11 Для извлечения старой графитовой ферулы из вращающейся гайки в основании горелки воспользуйтесь стоматологическим пинцетом или схожим инструментом.
- 12 С помощью двух ключей разберите переходную муфту, затем снимите старую ферулу.
- 13 Установите новые графитовые ферулы. В обоих случаях конусообразный конец ферулы должен быть обращен наружу, в сторону от горелки.



- 14 Снова соберите переходную муфту. С помощью двух ключей затяните ее до упора.
- 15 Продвигните новую кварцевую трубку вниз в блоке горелки так, чтобы она выступала из основания приблизительно на 1 см. (Это расстояние не имеет критического значения. Положение трубы отрегулируется, когда вы затяните нижнюю гайку на муфте.)

ВНИМАНИЕ!

Графитовую ферулу на кварцевой трубке следует затягивать только до сопротивления. Чрезмерное затягивание может повредить ферулу или кварцевую трубку.

- 16** Аккуратно опустите блок горелки на основание детектора и вручную закрутите гайку на блоке основания детектора. После затягивания вручную затяните гайку до упора с помощью ключа. Не затягивайте слишком сильно.
- 17** Разместите гайку с ферулой на открытом конце кварцевой трубы так, чтобы открытый конец гайки был направлен вверх.
- 18** Установите гайку в выпускном фитинге и с помощью двух ключей затяните ее только до упора.
- 19** Снова подсоедините линию передачи к выходному фитингу. Затяните фитинг до упора (вручную). Не затягивайте слишком сильно.
- 20** Установите на место защитный кожух.
- 21** Восстановите рабочие условия детектора.

Проверка масла в вакуумном насосе

ВНИМАНИЕ!

Запрещается добавлять или заменять масло форвакуумного насоса, когда насос включен.

Проверяйте уровень и цвет масла в насосе еженедельно.

- 1 Проверьте уровень масла в окошке форвакуумного насоса. Уровень должен быть между отметками "максимум" и "минимум".

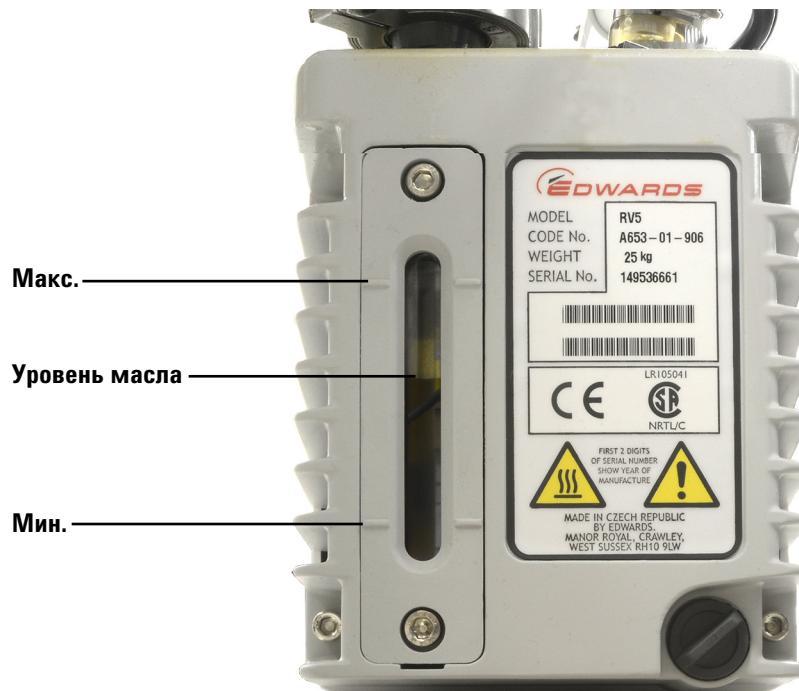


Рис. 12 Проверка уровня масла

- 2 Проверьте цвет масла насоса и убедитесь, что масло светлое или почти светлое (присутствует несколько взвешенных частиц). Если масло темное или в нем много взвешенных частиц, замените его.
- 3 Внесите сведения о выполненной работе в журнал обслуживания.

Добавление масла в вакуумный насос

Если уровень масла в насосе низкий, добавьте масло.

Требуются следующие материалы.

- Воронка (9301-6461)
- Шестигранный ключ, 5 мм (8710-1838)
- Перчатки, химически стойкие, чистые, безворсовые (9300-1751)
- Масло синтетическое, Mobil 1 (G6600-85001)
- Защитные очки

ОСТОРОЖНО

Запрещается добавлять масло в насос, когда насос включен.

ОСТОРОЖНО

**Заливная крышка и насос могут сильно нагреваться.
Прикасайтесь к ним только после того, как они охладятся.**

ВНИМАНИЕ!

Используйте только синтетическое масло 10W30, например Mobil 1. Любое другое масло может существенно сократить срок службы насоса и привести к аннулированию гарантии.

Процедура

- 1 Выключите детектор и дождитесь выключения насоса. См. «Выключение» на стр. 46.
- 2 Выключите детектор и отсоедините шнур питания от насоса.

5 Обслуживание

3 Снимите заливную крышку вакуумного насоса.



- 4 Добавьте новое масло в насос так, чтобы уровень масла приблизился к отметке максимума в окошке для проверки уровня, но не превысил эту отметку. См. Рис. 12 на стр. 78.
- 5 Установите на место заливную крышку.
- 6 Удалите все следы масла вокруг насоса и под ним.
- 7 Подсоедините шнур питания насоса.
- 8 Включите детектор и восстановите его рабочие условия. См. «Запуск» на стр. 45.
- 9 Внесите сведения о выполненной работе в журнал обслуживания.

Замена масла в вакуумном насосе

Масло в насосе следует менять каждые три месяца либо чаще, если масло стало темным или мутным.

Требуются следующие материалы.

- Емкость для сбора использованного масла.
- Воронка (9301-6461), шестигранный ключ, 5 мм (8710-1838)
- Перчатки, химически стойкие, чистые, безворсовые (9300-1751)
- Масло синтетическое, Mobil 1 (G6600-85001)
- Защитные очки
- Отвертка, плоская, большая (8710-1029)

ОСТОРОЖНО

Запрещается добавлять масло в насос, когда насос включен.

ОСТОРОЖНО

Заливная крышка и насос могут сильно нагреваться. Прикасайтесь к ним только после того, как они охладятся.

ОСТОРОЖНО

Не прикасайтесь к маслу. Остатки некоторых проб могут быть ядовитыми. Утилизируйте масло надлежащим образом.

ВНИМАНИЕ!

Используйте только синтетическое масло 10W30, например Mobil 1. Любое другое масло может существенно сократить срок службы насоса и привести к аннулированию гарантии.

Процедура

- 1 Выключите детектор и дождитесь выключения насоса. См. «Выключение» на стр. 46.
- 2 Выключите детектор и отсоедините шнур питания от насоса.

- 3 Разместите емкость под спускной пробкой вакуумного насоса.

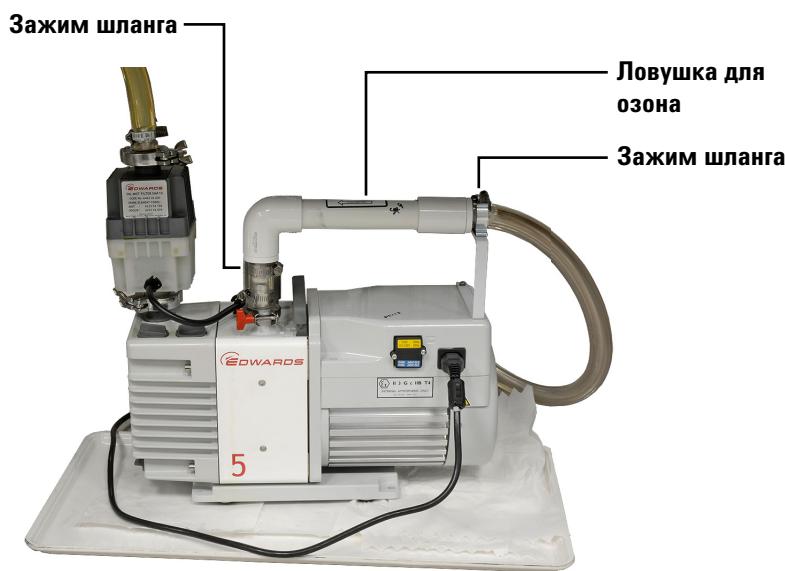


- 4 Снимите заливную крышку и откройте сливную пробку. Полностью вылейте масло, приподняв насос со стороны двигателя.
- 5 Установите сливную пробку на место.
- 6 Добавьте новое масло в насос так, чтобы уровень масла приблизился к отметке максимума в окошке для проверки уровня, но не превысил эту отметку. См. [Рис. 12](#) на стр. 78.
- 7 Установите на место заливную крышку.
- 8 Удалите все следы масла вокруг насоса и под ним.
- 9 Подсоедините шнур питания насоса.
- 10 Включите детектор и восстановите его рабочие условия. См. [«Запуск»](#) на стр. 45.
- 11 Внесите сведения о выполненной работе в журнал обслуживания.
- 12 Проверьте насос на наличие утечек через 30 минут, затем проверьте еще раз через 24 часа.

Замена фильтра для озона

Чтобы заменить фильтр для озона, выполните следующее.

- 1 Загрузите метод для охлаждения детектора, выключите нагреватели, затем выключите подачу водорода.
 - Выключите нагреватели и дождитесь охлаждения грелки.
 - Оставьте поток окислителя включенным.
 - Выключите подачу водорода.
 - Выключите вакуумный насос.
 - Установите для термостата температуру 30 °C (или выключите его), чтобы уменьшить фон колонки.
 - Оставьте поток газа-носителя (гелий) включенным.
- 2 Дождитесь охлаждения вакуумного насоса до температуры, допускающей безопасное обращение.
- 3 Снимите блок фильтра и шланг насоса с опорного кронштейна.
- 4 Ослабьте два зажима шланга, которые удерживают старый фильтр для озона.



- 5 Извлеките фильтр из заборного шланга насоса. (При необходимости ослабьте зажим на заборном шланге.)
- 6 Снимите старый фильтр с опорного кронштейна, затем извлеките вакуумный шланг детектора из переходника этого фильтра.
- 7 Установите новый фильтр. Стрелка направления потока на новом фильтре должна указывать на заборный штуцер. (Сгиб фильтра должен находиться максимально близко к заборной части насоса.) Если вы ранее удалили короткий соединительный шланг из заборного отверстия насоса, установите его на место.

Смена фильтра масляных паров

Фильтр масляных паров в насосе RV5 состоит из двух компонентов: угольный фильтр для удаления запахов и фильтр для удаления масла. Чтобы заменить фильтры, разберите блок фильтра масляных паров с помощью шестигранного ключа с длинной ручкой (4 мм, поставляется в комплекте). Маленький угольный фильтр для удаления запахов расположен сверху на большом фильтре для удаления масла. Фильтр для удаления масла рекомендуется менять через каждые 90 дней непрерывного использования, угольный фильтр для удаления запахов — по необходимости. После замены фильтра соберите блок фильтра и прикрепите его к фланцу насоса.

Очистка внешней части детектора

ОСТОРОЖНО

Угроза получения ожогов. Блок горелки может быть горячим и вызвать ожоги. Прикасаться к блоку можно только после его охлаждения до температуры, допускающей безопасное обращение (< 40 °C).

ОСТОРОЖНО

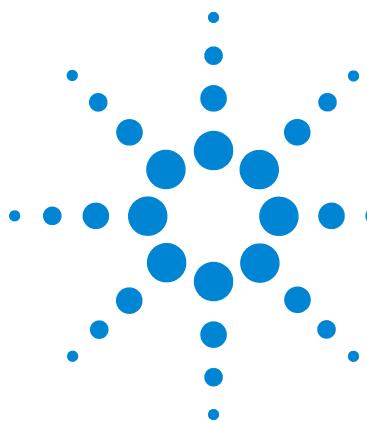
Опасность поражения током. Перед очисткой детектора выключите его и отсоедините шнур питания.

Перед очисткой детектора остановите его работу, выключите, затем отсоедините шнур питания. Для очистки используйте **влажную** ткань и воду. Не распыляйте жидкость непосредственно на детектор. Вытирайте насухо чистой мягкой тканью. Следите за тем, чтобы капли моющей жидкости не попадали в детектор или ГХ, так как они могут повредить детектор или электронные компоненты ГХ.

Не используйте для очистки блока горелки чистящие средства, которые могут создавать опасность для горелки.

Калибровка датчиков потока и давления

В ХДС 8355 S и ХДА 8255 S используются электронные модули для управления давлением. Как правило, для детектора следует включать функцию автоматического обнуления потока. См. «Настройка функции автоматического обнуления потока» на стр. 47. Обычно калибровка не требуется. Однако при необходимости датчики потока и давления можно обнулить вручную. Чтобы получить подробную информацию, см. «Обнуление выбранного датчика потока или давления» на стр. 48.



6

Устранение неполадок

- Устранение неполадок детектора 88
- Таблица устранения неполадок 89
- Индикатор состояния 93
- Сообщения детектора 94
- Утечки 95
- Неполадки электропитания 97
- Неполадки генерации озона 98
- Коксование 99
- Повреждение водородом 100
- Загрязненные газы 101

В данной главе описаны способы устранения неполадок и решения распространенных проблем, возникающих при использовании детектора ХДС 8355 S ил и ХДА 8255 S Agilent.



Устранение неполадок детектора

При диагностике и устранении неполадок детектора важно понимать, как работает детектор. Ознакомьтесь с принципами работы детектора в разделе «Принцип работы» на стр. 22. Также следует учесть, что в этом разделе описано устранение неполадок для детекторов, которые до этого работали нормально. Если вам необходимо оптимизировать работу детектора для конкретного типа анализа, воспользуйтесь рекомендациями по корректировке заданных значений метода в разделе «Корректировка рабочих условий» на стр. 44.

Во многих случаях симптомы могут возникать из-за нескольких проблем или по причине неприемлемой хроматографической методики. Анализ серо- и азотсодержащих соединений считается достаточно сложным процессом в связи с химической активностью и нестабильностью, присущими этим соединениям. Довольно часто проблемы, изначально связываемые с детектором, на самом деле возникают либо из-за неприемлемой хроматографической методики, либо из-за неполадок системы (например, утечка в фитинге канала ввода колонки). Учитывая это, для устранения неполадки прежде всего необходимо установить ее связь с конкретным блоком ГХ (канал ввода, устройство ввода или колонка), блоком горелки или детектором (генератор озона, вакуумный насос, фотоэлектронный умножитель или электронные компоненты). Если диагностика проводится в системе, которая до этого уже работала, рекомендуется сначала восстановить стандартные рабочие условия, используемые по умолчанию. Отклик, полученный при таких условиях, поможет определить, связана ли проблема с параметрами метода.

В [Таблица 7](#) в следующем разделе перечислен ряд распространенных проблем, возможные причины и необходимые действия.

Таблица устранения неполадок

Таблица 7 Устранение неполадок детектора

Неполадка	Возможные причины	Диагностика	Корректирующие действия
Неполадки детектора			
Нет отклика	Нет озона	Маленькая или отсутствующая разница между выходными сигналами при включенном и выключенном озоне.	См. «Нет озона».
	Неправильная настройка диапазона для аналогового выхода (только для автономных детекторов)		Измените диапазон для лучшего масштабирования данных. См. «Выходной сигнал» на стр. 50.
Нет озона	Неисправность трансформатора высокого напряжения и/или генератора озона.	Отсутствие разницы между выходными сигналами при включенном и выключенном озоне, даже когда в генераторе озона присутствует нормальный поток.	Обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании. См. «Клавиша режима обслуживания» на стр. 36.
	Ограниченнная подача озона в реакционную ячейку.		Обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.
Нет отклика	Поломка керамической или кварцевой трубы.		Замените керамическую трубку. См. «Замена внутренней керамической трубы (ХДС)» на стр. 71 или «Замена кварцевой трубы (ХДА)» на стр. 74.
Низкий отклик	Неприемлемая скорость потока водорода и окислителя.	Проверьте скорость потоков.	Отрегулируйте скорость потоков.
	Утечка в детекторе.		Проверьте детектор на наличие утечек и устраните все обнаруженные утечки. См. «Утечки» на стр. 95.

Таблица 7 Устранение неполадок детектора (продолжение)

Неполадка	Возможные причины	Диагностика	Корректирующие действия
	Загрязнение керамической или кварцевой трубы.	Если нет признаков утечки, проверьте керамическую трубку. Загрязнение может быть связано с фоном от неподвижной фазы, содержанием в пробе летучих комплексов металлов, вводом большого объема коксообразующих углеводородов.	Замените керамическую трубку. См. «Замена внутренней керамической трубы (ХДС)» на стр. 71 или «Замена кварцевой трубы (ХДА)» на стр. 74.
	Входное напряжение не соответствует заглушке конфигурации.		Обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.
Дрейф базовой линии	Загрязнение одного из газов детектора.	Проверьте разницу между выходными сигналами при включенном и выключенном озоне.	Проверьте фильтры на линиях подачи и замените их при необходимости. Замените газы детектора.
Избыточный отклик	Неправильная настройка диапазона для аналогового выхода (только для автономных детекторов)		Измените диапазон для лучшего масштабирования данных. См. «Выходной сигнал» на стр. 50.
	Утечка в линии подачи окислителя.		Проверьте детектор на наличие утечек и устраните все обнаруженные утечки. См. «Утечки» на стр. 95.
	Утечка в линиях подачи водорода.		Проверьте детектор на наличие утечек и устраните все обнаруженные утечки. См. «Утечки» на стр. 95.
Размытый тыл пиков при неэквимолярном отклике	Серьезное загрязнение газов детектора.	Высокий фоновый сигнал при выключенном озоне.	Проверьте фильтры на линиях подачи и замените их при необходимости. Замените газы детектора.
Размытый тыл пиков	Неправильное подсоединение колонки.	Проверьте положение колонки на входе и выходе. Если заметно обесцвечивание колонки в области фитинга детектора, это означает, что колонка находится в зоне горения.	Переустановите колонку. См. «Подсоединение колонки к детектору» на стр. 68.

Таблица 7 Устранение неполадок детектора (продолжение)

Неполадка	Возможные причины	Диагностика	Корректирующие действия
	Трещины на трубках.	Проверьте диапазоны значений давления и вакуума. Проверьте колонки и ферулы.	Замените керамическую трубку. См. «Замена внутренней керамической трубы (ХДС)» на стр. 71 или «Замена кварцевой трубы (ХДА)» на стр. 74.
Выключение детектора вследствие нарушений температуры	Перегоревшая термопара.		Обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.
Давление горелки превышает 760 торр.	Ограничение связано с внутренним диаметром верхней керамической трубы.	Эту проблему можно решить при обслуживании. Выполните проверку в процессе нормального использования.	
Слишком высокое давление в горелке.	Поломка кварцевой или внешней керамической трубы. Утечка в трубке 1/16" из нержавеющей стали для подачи водорода или окислителя или отсоединение этой трубы.		Замените керамическую трубку. См. «Замена внутренней керамической трубы (ХДС)» на стр. 71 или «Замена кварцевой трубы (ХДА)» на стр. 74. Проверьте соединение. Проверьте линию подачи на наличие утечек. Если обнаружена поломка линии, обратитесь за помощью в компанию Agilent.
	Утечка в горелке.		Проверьте детектор на наличие утечек и устраните все обнаруженные утечки. См. «Утечки» на стр. 95.
Давление в горелке ниже ожидаемого уровня, низкий отклик	Поломка или смещение внутренней керамической трубы.	Убедитесь, что внутренняя керамическая трубка правильно расположена и что она не выпала во внешнюю трубку.	См. «Замена внутренней керамической трубы (ХДС)» на стр. 71.

Таблица 8 Устранение неполадок насоса

Неполадка	Возможная причина	Диагностика	Корректирующие действия
Неполадки вакуумного насоса			
Насос не запускается	Шнур питания насоса отсоединен, или насос выключен.		Включите питание насоса. Проверьте шнур питания насоса.
Предохранители перегорают при запуске	Эмульсированное масло.	Проверьте структуру масла.	Замените масло насоса, вставьте шнур питания в стенную розетку и запустите насос на 10–15 минут. Для замены перегоревших предохранителей обратитесь в компанию Agilent.
Вода в насосе	Поломка фильтра для удаления масла	Молочно-желтый цвет масла в окошке насоса.	Замените фильтр для удаления масла и масло в насосе.
Высокое давление в реакционной ячейке	Засорение фильтра для удаления озона	Удалите фильтр для озона из вакуумной линии и повторно проверьте показатели давления.	Замените химический фильтр.
	Горелка отсоединенна от реакционной ячейки.	Проверьте точки соединения.	
	Неисправность вакуумного насоса		Замените вакуумный насос.
Звук булькающего масла в насосе	Открытый балласт.	Снижение уровня масла.	Отрегулируйте балласт. См. разделы, касающиеся насоса.
Высокий уровень масла в фильтре для удаления масла	Закупоренный ограничитель в линии возврата масла.	Не наблюдается движение масла в линии возврата.	Замените фильтр и очистите ограничитель.

Индикатор состояния

Светодиодный индикатор состояния помогает быстро определить состояние и готовность детектора. Цвет индикатора меняется в зависимости от текущего состояния детектора.

- **Зеленый:** Питание подается на нагреватели, охладитель (ХДА), вакуумный насос и генератор озона.
- **Желтый:** Детектор не готов к работе. Питание включено и подается, но не для всех параметров достигнуты рабочие значения. Возможно появление предупреждения или другого сообщения.
- **Красный:** Сбой или другая серьезная проблема. Возможно появление сообщения об ошибке или других сведений. Детектор можно использовать только после устранения ошибки.

Сообщения детектора

Проверьте сообщения о детекторе на дисплее состояния детектора. На клавиатуре детектора появляются сообщения о состоянии и ошибках, которые возникают в процессе эксплуатации, а в файлах журнала детектора фиксируются сведения об обслуживании и ошибках детектора.

Утечки

Утечки озона

ОСТОРОЖНО

Озон является токсичным газом и мощным окислителем. Воздействие озона должно быть сведено к минимуму. С этой целью в месте эксплуатации прибора следует обеспечить достаточную вентиляцию и вывод выхлопа вакуумного насоса в вытяжной шкаф. Когда прибор не используется, генератор озона должен быть выключен.

Если вы подозреваете наличие утечек озона, выключите детектор. Не открывайте основной корпус детектора. Обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.

Утечки водорода

ОСТОРОЖНО

Не измеряйте поток водорода вместе с воздухом или кислородом. Это может привести к созданию взрывоопасной смеси, способной воспламениться при высокой температуре горелки. Чтобы избежать этой опасности, выполните следующие действия: 1. Перед тем как приступить к действиям, охладите горелку. 2. Всегда измеряйте потоки газов отдельно.

Проверьте все внешние соединения на наличие утечек. См. «Проверка на наличие утечек водорода и окислителя» на стр. 96. Проверьте точки соединения линии подачи, ведущей к основному корпусу детектора, и линии подачи, проходящей между основным корпусом детектора и блоком горелки. Если вы подозреваете наличие утечек внутри основного корпуса детектора, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании. Не открывайте основной корпус детектора.

Утечки окислителя

ОСТОРОЖНО

Атмосфера с избытком кислорода создает угрозу возгорания, а в условиях высокого давления и воздействия примесей может произойти даже самовоспламенение. Используйте только компоненты, пригодные для использования с кислородом, а перед применением какого-либо компонента вместе с чистым кислородом следует удостовериться в том, что этот компонент не содержит кислород.

Проверьте точки соединения линии подачи окислителя, ведущей к основному корпусу детектора, и линии подачи, проходящей между основным корпусом детектора и блоком горелки. См. «[Проверка на наличие утечек водорода и окислителя](#)» на стр. 96. Если вы подозреваете наличие утечек внутри основного корпуса детектора, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании. Не открывайте основной корпус детектора.

Проверка на наличие утечек водорода и окислителя

Чтобы выполнить проверку на наличие утечек по пути прохождения водорода или окислителя, выполните следующее.

- 1 Проверьте на наличие утечек все внешние фитинги. Устранит все утечки (затяните крепления или выполните их заново при необходимости).
- 2 Если у вас осталось подозрение относительно утечки, установите стандартные условия проверки потока (см. [Таблица 10](#) на стр. 108 для ХДС или [Таблица 11](#) на стр. 114 для ХДА).
- 3 Сохраняйте эти условия в течение нескольких минут. Если детектору не удается поддерживать необходимую скорость потока, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.
- 4 Если детектору удалось обеспечить необходимую скорость потока, выключите все линии подачи газа с помощью клавиатуры детектора.
- 5 Следите за показателями давления на дисплее детектора. (Нажмите **[Det]** (Детектор).) При включенном вакуумном насосе давление в реакционной ячейке должно снизиться примерно до 0 (ноль). Давление в горелке должно стать намного меньше стандартного рабочего давления. В связи с особенностями внутренней конфигурации блока горелки этот процесс займет какое-то время. Если давление в горелке остается высоким или сохраняется на обычном уровне, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.

Неполадки электропитания

Питание, подаваемое на нагреватели ХДС/ХДА, охладитель ХДА, вакуумный насос и генератор озона, поступает от центральной системы детектора и контролируется выключателем питания детектора.

Отсутствие питания

Если имеются признаки отсутствия питания детектора (вакуумный насос не запускается, нагреватели не включаются), выполните следующее.

- Убедитесь, что выключатель питания находится в положении "включен".
- Убедитесь, что шнур питания правильно подсоединен.
- Проверьте наличие подачи электропитания в здании.

Если шнур подсоединен правильно и сеть электропитания здания, к которой подключен детектор, работает нормально, обратитесь в компанию Agilent.

Неполадки генерации озона

Прежде чем приступить к устранению неполадок генератора озона, следует удостовериться в правильной работе остальных компонентов системы. Например, проверьте утечки во внешних точках соединения детектора, канале ввода и фитинге колонки канала ввода, убедитесь, что вакуумный насос, канал ввода и автоинжектор работают правильно, и т. д.

Чтобы устранить неполадки с генерацией озона, выполните следующее.

- 1 Отслеживайте выходной сигнал детектора на дисплее.
- 2 Оставьте вакуумный насос и подачу газа для генератора озона включенными.
- 3 Выключать генератор озона.
- 4 Проверьте выходной сигнал детектора.
- 5 Включите генератор озона и снова проверьте выходной сигнал детектора.

Если детектор работает правильно, фоновые сигналы при включенном и выключенном напряжении генератора озона должны отличаться. Если изменений в сигнале нет, обратитесь в компанию Agilent.

Коксование

Загрязнение от некоторых матриц проб может уменьшить чувствительность. Например, сырая нефть, содержащая летучие комплексы металлов, может стать причиной загрязнения керамических трубок. Кроме того, при неполном сгорании некоторых углеводородных соединений на керамических трубках откладывается кокс. Его можно удалить из горелки, снизив скорость потока водорода.

Повреждение водородом

Повреждение керамических трубок ХДС водородом может произойти, когда относительный поток окислителя существенно слабее потока водорода. Это может быть связано с неправильными заданными значениями метода или с нарушением потока окислителя — в любом случае такое повреждение приведет к крайне низкому отклику или к его отсутствию. Если подозревается повреждение водородом, выполните следующее.

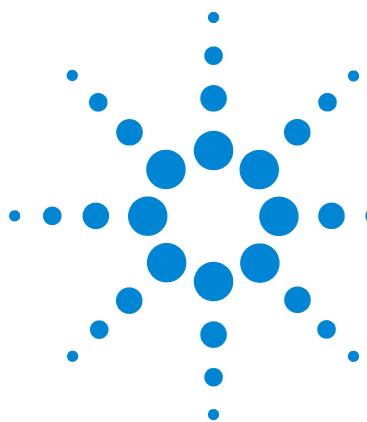
- Найдите и устраниите любые помехи в движении потока.
- Проверьте наличие сопротивления потоку в линии подачи окислителя, подсоединеной к блоку горелки.
- Загрузите метод проверки или какой-либо другой метод, в котором заданы более оптимальные относительные скорости потока.

Если не удастся восстановить отклик, замените внутреннюю керамическую трубку. Если все равно не удастся восстановить отклик, замените внешнюю керамическую трубку. Восстановить их невозможно.

Загрязненные газы

Компания Agilent рекомендует использовать чистые газы, отвечающие требованиям, изложенным в *Руководстве по подготовке рабочего места*. Кроме того, Agilent настоятельно рекомендует использовать высококачественные фильтры для удаления максимально возможного количества загрязнений. Применение чистых газов имеет большое значение для получения оптимальных результатов. Если не придерживаться этих рекомендаций, сера и другие примеси из газов могут накопиться в колонке и постепенно выходить оттуда, что приведет к снижению чувствительности керамических трубок и повышению базовой линии.

Влага в линии подачи генератора озона может привести к образованию кислот, способных повредить или разрушить генератор озона и другие компоненты детектора. Компания Agilent настоятельно рекомендует удалять влагу из газа-носителя озона с помощью высококачественного фильтра, например системы фильтрации для очистки газов Agilent Gas Clean Filter с фильтром для удаления влаги. См. «Расходные материалы и запасные части» на стр. 62.



7

Проверка работоспособности

О хроматографической проверке 104

Подготовка к хроматографической проверке 105

Проверка работоспособности ХДС 107

Проверка работоспособности ХДА 113

В этой главе описаны процедуры, с помощью которых проверяется работа детекторов.



О хроматографической проверке

Описанные в этом разделе проверки позволяют в целом подтвердить соответствие работы детектора его заводским показателям. Описанные здесь результаты представляют собой типичные показатели работы в обычных условиях эксплуатации. Эти результаты не следует рассматривать как технические характеристики.

Эти проверки предполагают следующее.

- Использование устройства автоматического ввода жидких проб. Если он отсутствует, используйте подходящий ручной шприц вместо перечисленных шприцов.
- Использование в большинстве случаев шприца объемом 10 мкл. Допустимая замена – шприц объемом 5 мкл.

Подготовка к хроматографической проверке

Из-за разницы в хроматографической производительности, связанной с различными расходными материалами, Agilent настоятельно рекомендует использовать перечисленные здесь детали для всех тестов проверки. Если качество установленных деталей неизвестно, Agilent рекомендует установить новые расходные детали. Например, установка новых лайнера и септы обезопасит результаты от искажений от загрязнения пробы примесями.

Примечание

Здесь перечислены детали газовых хроматографов Agilent. В случае других типов газовых хроматографов сопоставляйте свойства деталей в зависимости от требований.

- 1 Проверьте индикаторы/даты на фильтрах подачи газа. Замените изношенные фильтры.
- 2 Установите новые расходные детали для канала ввода и подготовьте соответствующий шприц устройства ввода (и при необходимости иглу).

Таблица 9 Рекомендованные детали для проверки по типу канала ввода

Рекомендованная деталь для проверки	Каталожный номер
Канал ввода с/без деления потока	
Шприц, 10 мкл	5181-1267
Уплотнительное кольцо лайнера	5188-5365
Септа, оптимизирована для высокотемпературного фона, неприлипающий материал	5183-4757
Лайнер, ультраинертный, без деления потока, одна узкая часть, стеклянное волокно	5190-2293
Золоченый уплотнитель канала ввода, с прокладкой	5188-5367
Многорежимный канал ввода (MMI)	
Шприц, 10 мкл	5181-1267
Уплотнительное кольцо лайнера	5188-5365
Септа	5183-4757
Лайнер, ультраинертный, без деления потока, одна узкая часть, стеклянное волокно	5190-2293

Таблица 9 Рекомендованные детали для проверки по типу канала ввода (продолжение)

Рекомендованная деталь для проверки	Каталожный номер
Канал ввода СОС	
Септа	5183-4758
Гайка септы	19245-80521
Шприц, 5 мкл, on-column	5182-0836
Игла 0,32 мм для шприца 5 мкл	5182-0831
Жидкостной автосемплер 7693А: Вставка держателя иглы, холодный ввод проб непосредственно в колонку (СОС)	G4513-40529
Жидкостной автосемплер 7683В: Узел держателя иглы для ввода на глубину 0,25/0,32 мм	G2913-60977
Вставка, кварцевый капилляр, ВД 0,32 мм	19245-20525

Подготовка виал для проб

Для проверки производительности требуется ввод пробы в объеме 1 мкл.

ОСТОРОЖНО

При обращении с комплектами для проверки необходимо соблюдать меры предосторожности, указанные на упаковке.

- 1 Откройте коробку с пробами.
- 2 Удалите верхнюю часть одной ампулы с проверочной пробой.
- 3 Переместите содержимое в виалу для проб ALS (2 мл) и закройте виалу.

Проверка работоспособности ХДС

1 Подготовьте следующее.

- Оценочная колонка, DB-1 30 м × 0,32 мм × 1,0 мкм (каталожный номер 123-1033)
- Проба для оценки (проверки) работоспособности ХДС (5190-7003) Диэтилдисульфид $0,7 \pm 0,002$ мг/л и терт-бутилдисульфид $1,0 \pm 0,003$ мг/л в изооктане.
- Хроматографически чистый изооктан
- Бутылки для растворителя и отходов объемом 4 мл или равноценные для автоматического устройства ввода
- виалы для проб объемом 2 мл или равноценные
- Оборудование канала ввода и устройства ввода (см. «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 105)

2 Проверьте следующее.

- Подключены и сконфигурированы хроматографически чистые газы: гелий в качестве газа-носителя, воздух в качестве окислителя и кислород в качестве газа для озонатора.
- Не истек срок годности фильтра для удаления влаги из линии подачи озона и других фильтров.
- Пустые виалы для отходов загружены в турель для проб.
- Виала для растворителя объемом 4 мл с диффузионным колпачком наполнена изооктаном и установлена в позицию устройства ввода растворителя А.
- Виала для растворителя объемом 4 мл с диффузионным колпачком наполнена изооктаном и установлена в позиции растворителя В в устройстве ввода.

3 Замените расходные элементы (лайнер, септу, фильтры, шприц и т. д.), если это необходимо для проверки. См. «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 105.

4 Установите оценочную колонку. (См. процедуру в руководстве *Обслуживание ГХ*.)

- Прогрейте оценочную колонку в течение как минимум 30 минут при 180 °С. (См. процедуру в руководстве *Обслуживание ГХ*.)
- Сконфигурируйте колонку.

- 5 Проверьте выходной сигнал базовой линии детектора. Уровень сигнала должен быть ниже 150 пА и сохраняться относительно стабильным, при условии, что используется достаточно стабилизированная система с температурой термостата колонки 50 °C.

При этом при первом зажигании новой горелки (или горелки с новой керамической трубкой) может наблюдаться очень высокая базовая линия. В этом случае базовая линия должна постепенно уменьшаться (зависит от чистоты горелки). Уровень шума также существенно уменьшится со временем. В хорошо стабилизированной системе шум, измеренный с помощью Agilent OpenLAB CDS, находится, как правило, на уровне 5 отображаемых единиц или ниже.

Проверка может продолжаться до того, как полностью стабилизируется базовая линия.

- 6 Установите для аналогового диапазона значение 9, если используете AIB. Если используется Agilent 35900E от A до D, установите значение 10 или 12, когда проводите испытания на линейность. Может потребоваться регулировка этой начальной точки.
- 7 Создайте или загрузите метод со значениями параметров, перечисленными в [Таблица 10](#).

Таблица 10 Условия проверки ХДС

Колонка и проба

Тип	DB-1, 30 м × 0,32 мм × 1 мкм (123-1033)
-----	--

Проба	Проверка ХДС 5190-7003
-------	------------------------

Поток в колонке	2 мл/мин, гелий
-----------------	-----------------

Режим колонки	Постоянный поток
---------------	------------------

Канал ввода с/без деления потока

Температура	250 °C
-------------	--------

Режим	Без деления потока
-------	--------------------

Поток продувки	40 мл/мин
----------------	-----------

Время продувки	0,7 мин
----------------	---------

Обдув септы	3 мл/мин
-------------	----------

Режим минимального потока газа	Выключен
--------------------------------	----------

Таблица 10 Условия проверки ХДС (продолжение)

Многорежимный канал ввода (ММ1)	
Режим	Без деления потока
Температура впускного канала	250 °C
Время продувки	0,7 мин
Поток продувки	80 мл/мин
Обдув септы	3 мл/мин
Режим минимального потока газа	Выключен
Канал ввода СОС	
Температура	Отслеживание термостата
Обдув септы	15 мл/мин
Детектор	
Температура основания	280°C
Температура горелки	800 °C
Верхний поток H ₂	38 мл/мин
Нижний поток H ₂	8 мл/мин
Поток окислителя	50 мл/мин., воздух
Поток генератора O3	Вкл.
Мощность генератора O3	Вкл.
Вакуумный насос	Вкл.
Параметры тандема ПИД-ХДС	
Температура ПИД	350 °C
Поток водорода ПИД	35 мл/мин
Поток воздуха ПИД	300 мл/мин
Поток поддувки ПИД, N ₂	20 мл/мин
Поток кислорода в ХДС	5 мл/мин
Верхний поток H ₂ ХДС	40 мл/мин
Нижний поток H ₂	Не применяется для ПИД-ХДС
Термостат	
Начальная температура	50 °C
Начальное время	3,0 min
Рост 1	25 °C/мин
Ступень роста 1, температура	160 °C

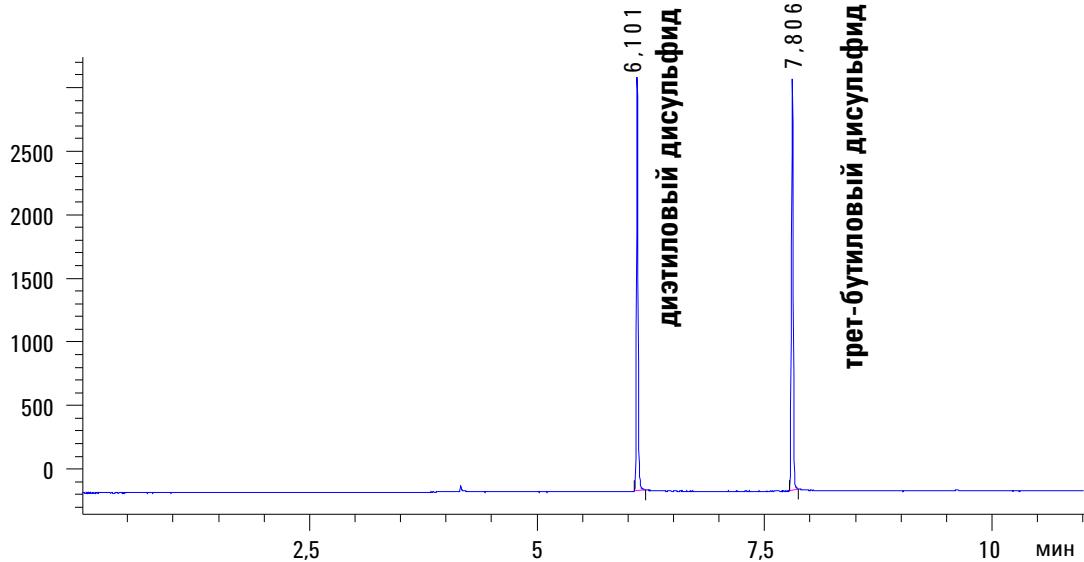
Таблица 10 Условия проверки ХДС (продолжение)

Ступень роста 1, время выдержки	2 min
Температура после цикла	50 °C
Настройки ALS (если установлен)	
Промывки пробой	2
Прокачки пробы	6
Объем промывки пробой	8 мкл (максимум)
Объем вводимой пробы	1 мкл
Размер шприца	10 мкл
Предпромывки растворителем A	0
Постпромывки растворителем A	3
Объем промывки растворителем A	8 мкл (максимум)
Предпромывки растворителем B	0
Постпромывки растворителем B	3
Объем промывки растворителем B	8 мкл (максимум)
Режим ввода (7693 A)	Обычный
Объем воздушного зазора (7693 A)	0
Задержка на вязкость	0
Скорость набора при промывке растворителем (7693 A)	150
Скорость подачи при промывке растворителем (7693 A)	1500
Скорость набора при промывке пробой (7693 A)	150
Скорость подачи при промывке пробой (7693 A)	1500
Скорость подачи при вводе (7693A)	3000
Скорость плунжера (7683)	Быстро для всех каналов ввода, кроме СОС.
Задержка перед вводом	0
Задержка после ввода	0
Ручной ввод	
Объем вводимой пробы	1 мкл
Система данных	
Скорость передачи данных	5 Гц (передний детектор, ХДС)

- 8 При использовании системы обработки данных подготовьте ее к выполнению одного цикла с использованием загруженного метода проверки. Убедитесь, что система данных выведет хроматограмму. Если система обработки данных не используется, создайте одну последовательность работы с пробой при помощи клавиатуры ГХ.
- 9 Запустите цикл. При выполнении ввода с помощью автоматического пробоотборника запустите цикл с помощью системы обработки данных или нажмите кнопку **[Start]** (Пуск) на ГХ. При ручном вводе (с системой данных или без нее) выполните следующие действия.
- Нажмите кнопку **[Prep Run]** (Подготовка цикла), чтобы подготовить канал ввода для ввода без деления потока.
 - Когда ГХ перейдет в состояние готовности, введите 1 мкл проверочной пробы и нажмите кнопку **[Start]** (Пуск) на ГХ.

Следующая хроматограмма показывает типичные результаты для нового детектора с установленными новыми расходными элементами. Обратите внимание: отклик при тандеме ПИД-ХДС составляет приблизительно 1/10 отклика, показанного в этом примере. Это связано с тем, что в ХДС поступает меньшее количество пробы.

ХДС1 А. передний сигнал (C:\CHEM32\2\DATA\XCD-DATA-FEB2015\SCD\EXAMPLE.D)



7 Проверка работоспособности

При установке нового ГХ рассчитайте минимальный предел обнаружения (МПО) серы для детектора. Рассчитайте МПО по формуле:

$$MDL = \frac{2 \times \text{шум}}{\text{чувствительность}}$$

где

шум – это шум по стандарту ASTM, вычисленный системой обработки данных Agilent.

Чувствительность рассчитывается по формуле:

$$\text{Чувствительность} = \frac{\text{площадь пика}}{\text{количество}}$$

Типичные результаты расчетов МПО показаны в таблице ниже (на основе ввода 1 мкл стандартной пробы для проверки).

Соединение	Количество введенной пробы (мг/л)	Содержание серы	Объем ввода S (пг/мкл)	Типичный шум ASTM	Типичная чувствительность (площадь/пг*с)	Типичный МПО (пг S/мкл)
Диэтилдисульфид	0,700	52,50 %	367,500	2,453	9,504	0,469
Тертбутилдисульфид	1,000	36,00 %	360,000	2,453	10,993	0,446

Проверка работоспособности ХДА

1 Подготовьте следующее.

- Оценочная колонка, НР-5 30 м × 0,32 мм × 0,25 мкм (каталожный номер 19091J-413)
- Проба для оценки (проверки) работоспособности ХДА (5190-7002): 3-метилиндол $10,0 \pm 0,1$ мг/л, 9-метилкарбазол $14,1 \pm 0,1$ мг/л и нитробензол $9,51 \pm 0,05$ мг/л в изооктане.
- Хроматографически чистый изооктан
- Бутылки для растворителя и отходов объемом 4 мл или равноценные для автоматического устройства ввода
- виалы для проб объемом 2 мл или равноценные
- Оборудование канала ввода и устройства ввода (см. «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 105)

2 Проверьте следующее.

- Подключены и сконфигурированы хроматографически чистые газы: гелий в качестве газа-носителя, кислород в качестве окислителя и в качестве газа для озонатора.
- Не истек срок годности фильтра для удаления влаги из линии подачи озона и других фильтров.
- Пустые виалы для отходов загружены в турель для проб.
- Виала для растворителя объемом 4 мл с диффузионным колпачком наполнена изооктаном и вставлена в позицию устройства ввода растворителя А.
- Виала для растворителя объемом 4 мл с диффузионным колпачком наполнена изооктаном и установлена в позиции растворителя В в устройстве ввода.

3 Замените расходные элементы (лайнер, септу, фильтры, шприц и т. д.), если это необходимо для проверки. См. «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 105.

4 Установите оценочную колонку. (См. процедуру в руководстве *Обслуживание ГХ*.)

- Прогрейте оценочную колонку в течение как минимум 30 минут при 270 °С. (См. процедуру в руководстве *Обслуживание ГХ*.)
- Сконфигурируйте колонку.

- 5 Проверьте выходной сигнал базовой линии детектора. Уровень выходного сигнала должен быть ниже 150 пА и сохраняться относительно стабильным, при условии, что используется достаточно стабилизированная система с температурой термостата колонки 50 °C (может допускаться отрицательная базовая линия).

При этом при первом зажигании новой горелки (или горелки с новой кварцевой трубкой) может наблюдаться очень высокая базовая линия. В этом случае базовая линия должна постепенно уменьшаться (зависит от чистоты горелки). Уровень шума также существенно уменьшится со временем. В хорошо стабилизированной системе шум, измеренный с помощью Agilent OpenLAB CDS, находится, как правило, на уровне 4 отображаемых единиц или ниже.

Проверка может продолжаться до того, как полностью стабилизируется базовая линия.

- 6 Установите для аналогового диапазона значение 9, если используете АІВ. Если используется Agilent 35900E от А до D, установите значение 10 или 12, когда проводите испытания на линейность. Может потребоваться регулировка этой начальной точки.
- 7 Создайте или загрузите метод со значениями параметров, перечисленными в [Таблица 11](#).

Таблица 11 Условия проверки ХДА

Колонка и проба

Тип	HP-5, 30 м × 0,32 мм × 0,25 мкм (19091J-413)
-----	---

Проба	Проверка ХДА 5190-7002
-------	------------------------

Поток в колонке	2,2 мл/мин
-----------------	------------

Режим колонки	Постоянный поток
---------------	------------------

Канал ввода с/без деления потока

Температура	250 °C
-------------	--------

Режим	Без деления потока
-------	--------------------

Поток продувки	80 мл/мин
----------------	-----------

Время продувки	0,8 min
----------------	---------

Обдув септы	3 мл/мин
-------------	----------

Режим минимального потока газа	Выключен
--------------------------------	----------

**Многорежимный канал ввода
(ММІ)**

Таблица 11 Условия проверки ХДА (продолжение)

Режим	Без деления потока
Температура впускного канала	250 °C
Начальное время	0 мин.
Время продувки	0,8 min
Поток продувки	80 мл/мин
Обдув септы	3 мл/мин
Режим минимального потока газа	Выключен
Канал ввода СОС	
Температура	Отслеживание термостата
Обдув септы	15 мл/мин
Детектор	
Температура основания	280°C
Температура горелки	900 °C
Температура охладителя	Вкл.
Поток H ₂	3 мл/мин
Поток окислителя	8 мл/мин, кислород
Поток генератора O3	Вкл.
Мощность генератора O3	Вкл.
Вакуумный насос	Вкл.
Термостат	
Начальная температура	50 °C
Начальное время	3,0 min
Рост 1	25 °C/мин
Ступень роста 1, температура	250 °C
Ступень роста 1, время выдержки	2 min
Температура после цикла	50 °C
Настройки ALS (если установлен)	
Промывки пробой	2
Прокачки пробы	6
Объем промывки пробой	8 мкл (максимум)
Объем вводимой пробы	1 мкл
Размер шприца	10 мкл

Таблица 11 Условия проверки ХДА (продолжение)

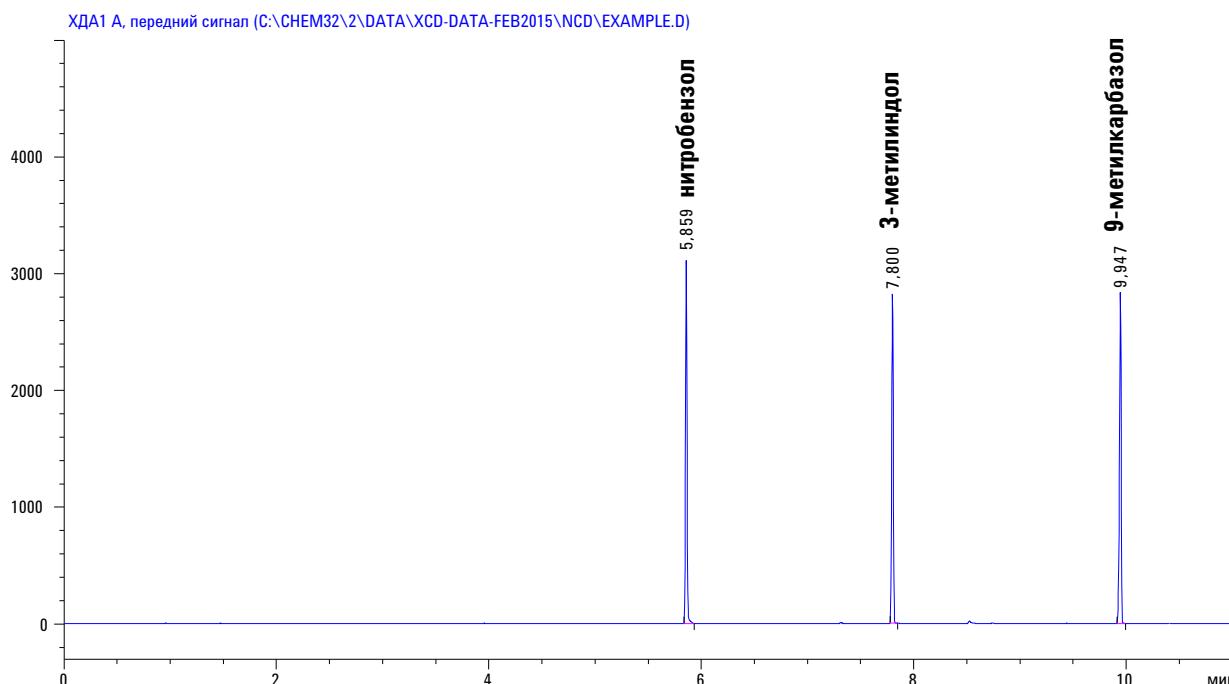
Предпромывки растворителем А	0
Постпромывки растворителем А	3
Объем промывки растворителем А	8 мкл (максимум)
Предпромывки растворителем В	0
Постпромывки растворителем В	3
Объем промывки растворителем В	8 мкл (максимум)
Режим ввода (7693 А)	Обычный
Объем воздушного зазора (7693 А)	0
Задержка на вязкость	0
Скорость набора при промывке растворителем (7693 А)	150
Скорость подачи при промывке растворителем (7693 А)	1500
Скорость набора при промывке пробой (7693 А)	150
Скорость подачи при промывке пробой (7693 А)	1500
Скорость подачи при вводе (7693 А)	3000
Скорость плунжера (7683)	Быстро для всех каналов ввода, кроме СОС.
Задержка перед вводом	0
Задержка после ввода	0
Ручной ввод	
Объем вводимой пробы	1 мкл
Система данных	
Скорость передачи данных	5 Гц (передний детектор, ХДА)

- 8 При использовании системы обработки данных подготовьте ее к выполнению одного цикла с использованием загруженного метода проверки. Убедитесь, что система данных выведет хроматограмму. Если система обработки данных не используется, создайте одну последовательность работы с пробой при помощи клавиатуры ГХ.
- 9 Запустите цикл. При выполнении ввода с помощью автоматического пробоотборника запустите цикл с

помощью системы обработки данных или нажмите кнопку **[Start]** (Пуск) на ГХ. При ручном вводе (с системой обработки данных или без нее) выполните следующие действия.

- a** Нажмите кнопку **[Prep Run]** (Подготовка цикла), чтобы подготовить канал ввода для ввода без деления потока.
- b** Когда ГХ перейдет в состояние готовности, введите 1 мкл проверочной пробы и нажмите кнопку **[Start]** (Пуск) на ГХ.

Следующая хроматограмма показывает типичные результаты для нового детектора с установленными новыми расходными элементами.



и установке нового ГХ рассчитайте минимальный предел обнаружения (МПО) азота для детектора. Рассчитайте МПО по формуле:

$$MDL = \frac{2 \times \text{шум}}{\text{чувствительность}}$$



Agilent Technologies

где

шум — это шум по стандарту ASTM, вычисленный системой обработки данных Agilent.

Чувствительность рассчитывается по формуле:

$$\text{Чувствительность} = \frac{\text{площадь пика}}{\text{количество}}$$

Типичные результаты расчетов МПО показаны в таблице ниже (на основе ввода 1 мкл стандартной пробы для проверки).

Соединение	Количество введенной пробы (мг/л)	Содержание азота	Объем ввода N (пг/мкл)	Типичный шум ASTM	Типичная чувствительность (площадь/пг*с)	Типичный МПО (пг N/мкл)
Нитробензол	9,510	11,37 %	1081,29	1,080	2,813	0,7679
3-метилиндол	10,000	10,67 %	1067,00	1,080	2,668	0,810
9-метилкарбазол	14,100	7,72 %	1088,52	1,080	2,795	0,773