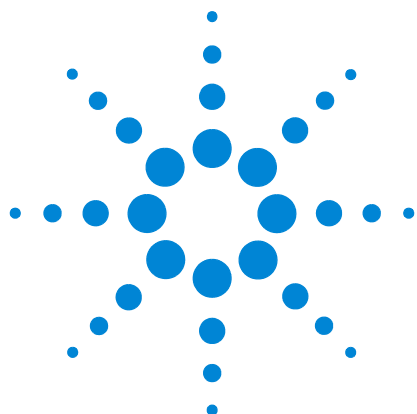




Хемилюминесцентные детекторы азота (8355) и серы (8255) Agilent

Руководство пользователя



Agilent Technologies

Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2015.

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

G3488-98010

Издание

Издание 3-е, декабрь 2015 г.

Издание 2-е, октябрь 2015

Издание 1-е, сентябрь 2015

Отпечатано в USA или Китае

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA

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 компаниями 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
ГХ: руководства, инструменты и онлайн-справка	8
Пользовательские приложения	14
Возможности для обучения	17
Обзор ХДС 8355 и ХДА 8255	18
Обзор установки и первый запуск	22

2 Информация о безопасности и стандартах

Введение	24
Важная информация о безопасности	25
Многие внутренние компоненты детектора находятся под опасным напряжением	25
Статическое электричество опасно для электронных компонентов ГХ	26
Многие компоненты очень сильно нагреваются	26
Меры предосторожности при работе с водородом	26
Озон	28
Кислородная среда	28
Условные обозначения	29
Предохранители	30
Информация о безопасности и стандартах	31
Сертификат соответствия требованиям к акустическому шуму для Федеративной Республики Германия	32
Schalldruckpegel	32
Электромагнитная совместимость	33
Использование по назначению	34
Очистка	34
Утилизация прибора	34
Техническая помощь	34

3 Описание системы

Технические характеристики	36
ХДС 8355	36
ХДА 8255	36
Принцип работы	37
ХДС	37
ХДА	38
Описание основных компонентов	39
Блок горелки	39
Генератор озона	41
Реакционная ячейка и фотоэлектронный умножитель (ФЭУ)	42
Модули ЭКД	42
Вакуумный насос	42
Фильтр для удаления озона	42
Фильтр для удаления масла	42
Переходник для ПИД (дополнительно)	43
Охладитель ХДА	43

4 Работа

Введение	46
Вариант интегрированной установки	46
Установка параметров	47
Параметры и диапазоны значений	47
Управление через программу	48
Управление с клавиатуры ГХ	50
Определение детектора	50
Стабильность и отклик детектора	51
Стандартные рабочие условия	52
Корректировка рабочих условий	53
Запуск	54
Экономия ресурсов	55
Выключение	56
Настройка автоматического обнуления потока в ГХ	57
Конфигурация детектора	58

5 Обслуживание

Журнал обслуживания и предупреждения о своевременном обслуживании (EMF)	62
График обслуживания	63
Мониторинг чувствительности детектора	64
Расходные материалы и запасные части	65
ХДС в разобранном виде	67
ХДА в разобранном виде	68
Метод обслуживания детектора	69
Подсоединение колонки к детектору	70
Замена внутренней керамической трубки (ХДС)	73
Замена кварцевой трубки (ХДА)	76
Проверка масла в вакуумном насосе	80
Добавление масла в вакуумный насос	81
Замена масла в вакуумном насосе	83
Замена фильтра для озона	85
Смена фильтра масляных паров	87
Очистка внешней части детектора	88
Калибровка датчиков потока и давления	89
Обновление микропрограммы	90

6 Устранение неполадок

Устранение неполадок детектора	92
Таблица устранения неполадок	93
Индикатор состояния	96
Сообщения детектора	97
Утечки	98
Утечки озона	98
Утечки водорода	98
Утечки окислителя	98
Проверка на наличие утечек водорода и окислителя	99
Неполадки электропитания	100
Отсутствие питания	100

Неполадки производства озона 101

Коксование 102

Повреждение водородом 103

Загрязненные газы 104

7 Проверка работоспособности

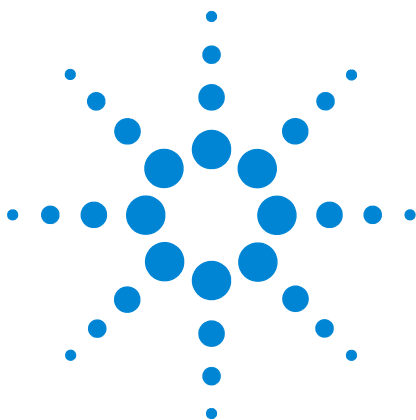
О хроматографической проверке 106

Подготовка к хроматографической проверке 107

Подготовка виал для проб 108

Проверка работоспособности ХДС 109

Проверка работоспособности ХДА 114



1

Начало работы

Руководства, информация, инструменты и места,
где их можно найти 8

Обзор ХДС 8355 и ХДА 8255 18

Обзор установки и первый запуск 22

В данной главе представлено общее описание хемилюминесцентного детектора серы (ХДС) Agilent 8355 и хемилюминесцентного детектора азота (ХДА) Agilent 8255, 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

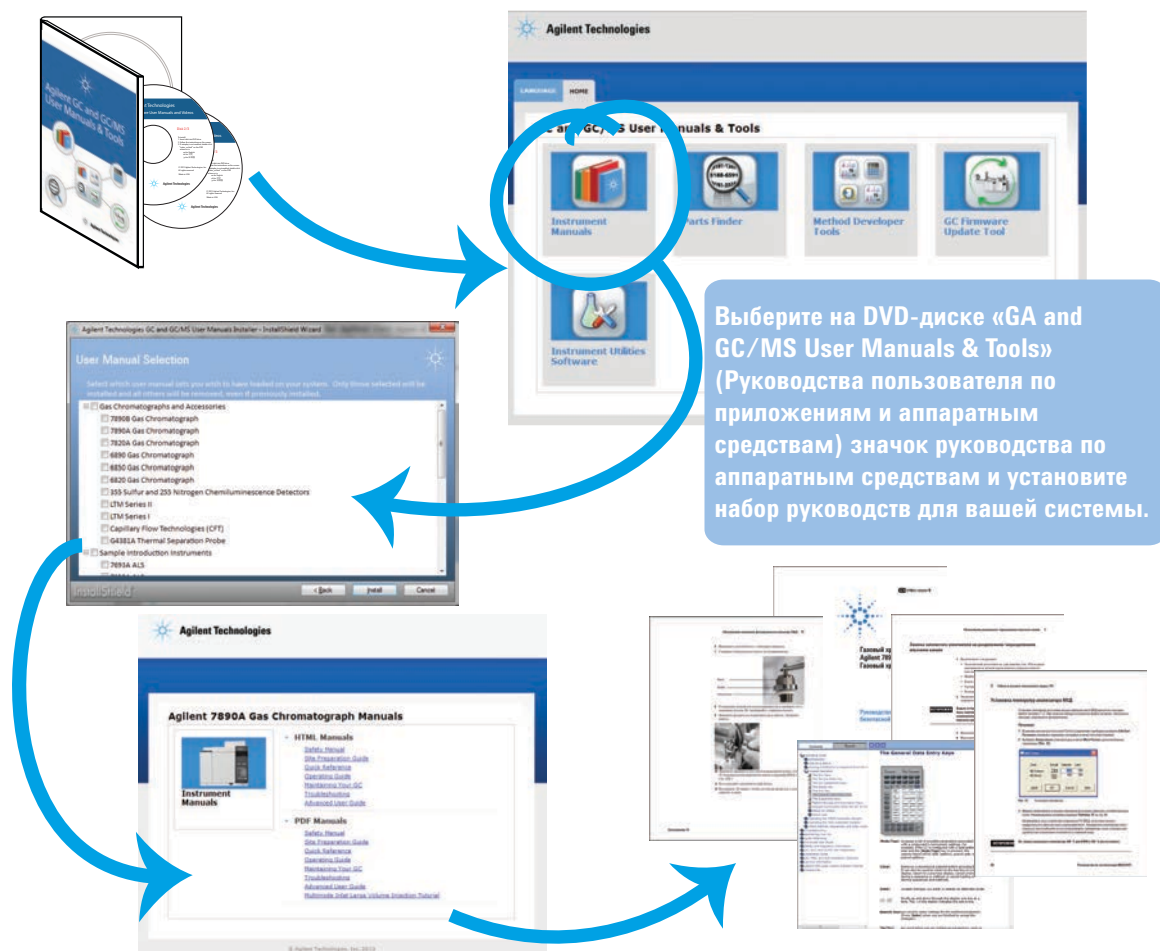
В этом руководстве описывается порядок работы с хемилюминесцентным детектором серы (ХДС) Agilent 8355 и хемилюминесцентным детектором азота (ХДА) Agilent 8255, установленными в газовом хроматографе (ГХ) Agilent 7890В. Здесь также приводятся рекомендации по эксплуатации, процедуры технического обслуживания и способы устранения неполадок. Инструкции по установке см. в *«Руководстве по установке и первому запуску»* ХДС 8355 и ХДА 8255 Agilent. Информацию о подготовке места для установки нового ХДС или ХДА см. в *«Руководстве по подготовке рабочего места»* ХДС 8355 и ХДА 8255 Agilent.

Кроме этого, Agilent предлагает другие руководства, пособия и справочные системы, которые позволяют в индивидуальном режиме обучаться работе с ГХ 7890В. Такая информация о ГХ общего характера потребуется при установке и эксплуатации детектора. В соответствующих разделах ниже приводится описание и место расположения этой информации.

ГХ: руководства, инструменты и онлайн-справка

Компания Agilent предоставляет несколько обучающих руководств, содержащих информацию об установке, эксплуатации, обслуживании и устранении неполадок системы ГХ 7890В. Эти руководства можно найти на DVD-дисках Agilent *GC and GC/MS User Manuals & Tools* («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.



Доступные руководства

Таблица 1 Обучающие руководства для ГХ 7890В

Обучающее руководство	Содержание	Когда применяется
Начало работы	Обзор руководств. Источники информации. Установка руководств. Обзор ГХ.	
Руководство по технике безопасности	Информация о безопасности и нормах. Меры предосторожности при использовании водорода в качестве газа-носителя (или газа горения). Меры предосторожности при выполнении задач обслуживания.	• Перед установкой, чтобы подготовиться к ее безопасному выполнению. • Перед обслуживанием.
Руководство по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и ALS	Требования для следующих аспектов: пространство и вес для лабораторного стола, электропитание, теплоотдача, вытяжная вентиляция, лабораторные условия (ожидаемые условия окружающей среды), чистота газа и газа-реагента, источники газа, трубки подачи газа (в том числе фильтры, типы регуляторов и трубок), источники криогенного охлаждения (если используются). Материалы, рекомендованные для приобретения перед установкой.	• Перед установкой для подготовки рабочего места. • Перед установкой для поиска материалов, необходимых для успешной установки (например, газов, комплектов для установки, очистителей газа, регуляторов, трубок, фитингов, расходных деталей и т. д.). • В любое время для просмотра ожидаемых требований к источникам газа, регуляторам, источникам криогенного охлаждения, давлению подачи и т. д.
Установка и первый запуск	Порядок установки ГХ на лабораторном столе. Расположение выводов кабелей.	• Во время установки.
Руководство по эксплуатации	Стандартные функции клавиатуры. Использование клавиатуры для запуска циклов и последовательных операций. Использование клавиатуры во время подключения к системе обработки данных Agilent. Обзор методов и последовательностей. Запуск и завершение работы. Проверка работоспособности ГХ после установки. Энергосбережение (переход в режим сна/выход из этого режима). Функция Early Maintenance Feedback. Конфигурация.	• Чтобы узнать о стандартных рабочих задачах (запуск, загрузка метода, взятие ряда проб). • Чтобы узнать об использовании клавиатуры ГХ при контроле со стороны системы обработки данных. • Перед кратковременным или долгосрочным выключением. • При запуске ГХ после периода бездеятельности. • При необходимости проверить работоспособность прибора на основании заводских стандартов, например, после некоторых процедур обслуживания. • Чтобы узнать о правильной конфигурации компонентов ГХ, особенно недавно установленных.

Таблица 1 Обучающие руководства для ГХ 7890В

Обучающее руководство	Содержание	Когда применяется
Расширенное руководство по эксплуатации	Процедуры и принципы работы, обычно не используемые в повседневной эксплуатации: программирование, подробные сведения о методах и последовательностях, режимы потока и давления канала ввода (колонки), сведения о заданных значениях канала ввода, детектора, клапана, термостата и другие, параметры выходного сигнала.	• При разработке методов. • Во время запуска ГХ в автономном режиме (без системы обработки данных). • Чтобы узнать сведения о параметрах.
Обслуживание ГХ	Процедуры обслуживания ГХ, в том числе процедуры для всех стандартных вариантов канала ввода и детектора. Сведения о замене деталей. Инструкции по использованию отзывов о своевременном обслуживании (EMF).	• Для поиска запасных или расходных деталей. • Перед выполнением любой операции обслуживания на ГХ.
Устранение неполадок	Процедуры для решения проблем с ГХ. Признаки проблем ГХ, хроматографических проблем или проблем с оборудованием и способы устранения этих проблем. Процедуры для определения связи проблемы с оборудованием, программным обеспечением или с другими факторами (например, подготовкой проб).	• При попытке определить причину неожиданных проблем с производительностью.
Ознакомление с программным обеспечением ГХ	Описание пользовательского интерфейса программы по управлению системой обработки данных для ГХ. Содержит понятия, относящиеся к EMF, конфигурации и другим новым функциям.	• Для поиска параметров в пользовательском интерфейсе системы обработки данных.
Справка системы обработки данных	Темы и задачи, касающиеся создания и редактирования методов для ГХ.	• Чтобы ответить на вопросы об использовании программного обеспечения для управления ГХ.

Языковые версии

Компания Agilent предоставляет обучающие материалы для 7890В на нескольких языках. В Таблица 2 ниже указаны доступные руководства, языки и форматы (печатная версия, Adobe PDF или HTML).

Таблица 2 Языки, на которых доступны руководства пользователя ГХ

Руководство	Формат									
		Испанский	Английский	Китайский	Французский	Немецкий	Итальянский	Японский	Португальский (Бразилия)	Русский
Начало работы	Печать	✓	✓				✓	✓		
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Руководство по технике безопасности	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Установка и первый запуск	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Руководство по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и ALS	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Обслуживание ГХ	HTML	✓	✓				✓			

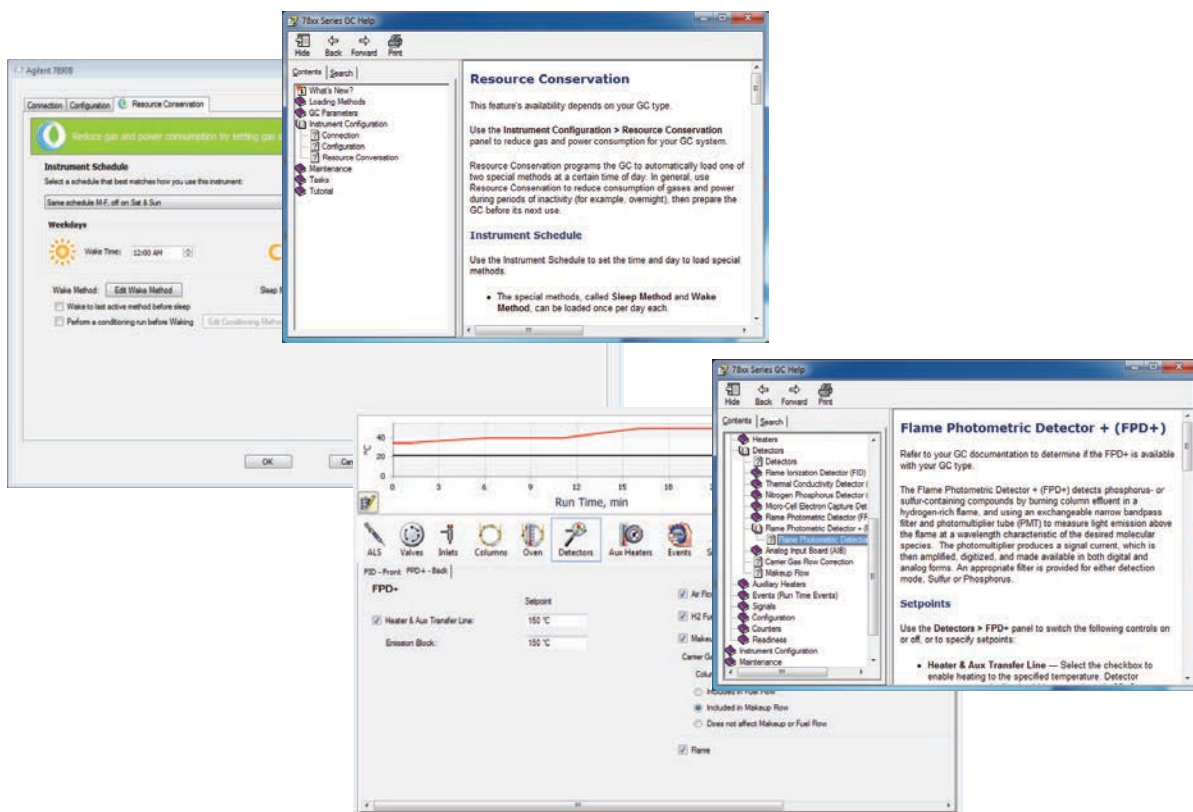
Таблица 2 Языки, на которых доступны руководства пользователя ГХ

Руководство	Формат									
		Испанский	Английский	Китайский	Французский	Немецкий	Итальянский	Японский	Португальский (Бразилия)	Русский
Устранение неполадок	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	HTML	✓	✓				✓			
Руководство по эксплуатации	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	HTML	✓	✓				✓			
Расширенное руководство по эксплуатации	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	HTML	✓								
Ознакомление с программным обеспечением	PDF	✓								
	HTML	✓	✓				✓	✓	✓	

Онлайн-справка

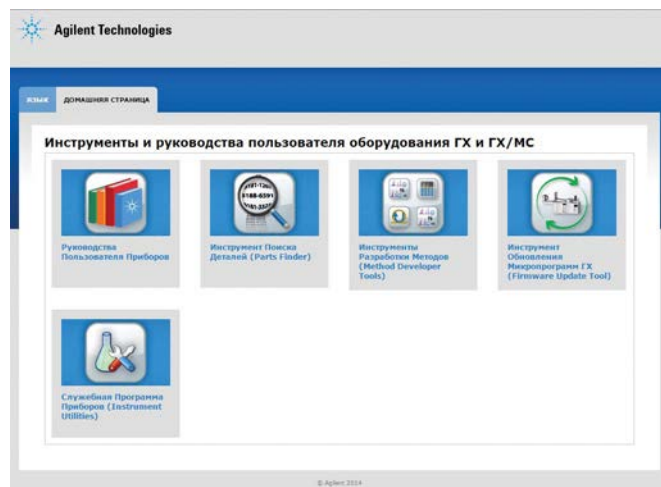
Дополнительно к руководствам по аппаратным средствам система обработки данных ГХ также содержит обширный набор справочных материалов в Интернете с подробными сведениями, стандартными задачами и обучающими видео по использованию программного обеспечения.

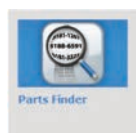
1 Начало работы



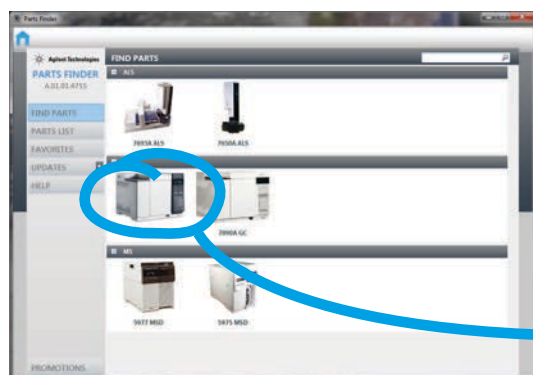
Пользовательские приложения

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.

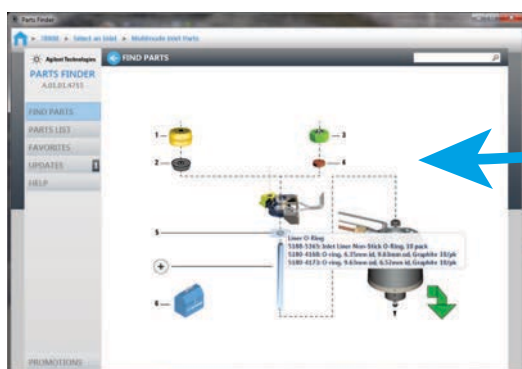
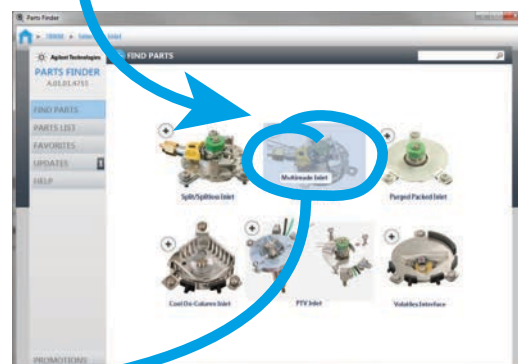
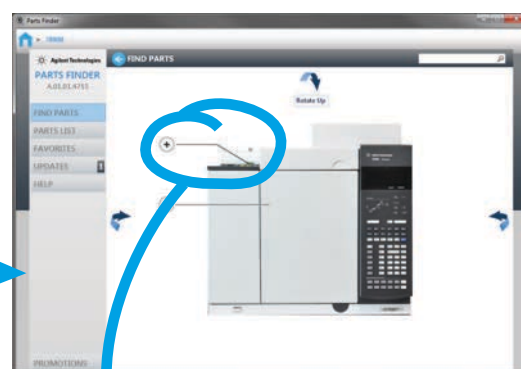




Установите программу Parts Finder для быстрого поиска заменяемых и расходных деталей путем нажатия изображений инструмента.



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.

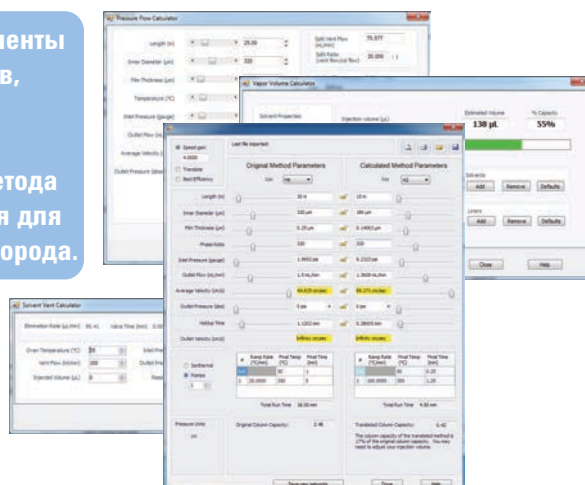
1 Начало работы



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:

R1778A — работа с ГХ Agilent 7890 A/B и OpenLAB ChemStation;

R1914A — устранение неполадок и обслуживание ГХ Agilent 7890 A/B;

R2255A — эксплуатация ГХ Agilent серии 7890 с OpenLAB EZChrom.

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 ХДС 8355 и ХДА 8255

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



Рис. 1 Вид детектора спереди (ХДС и ХДА)

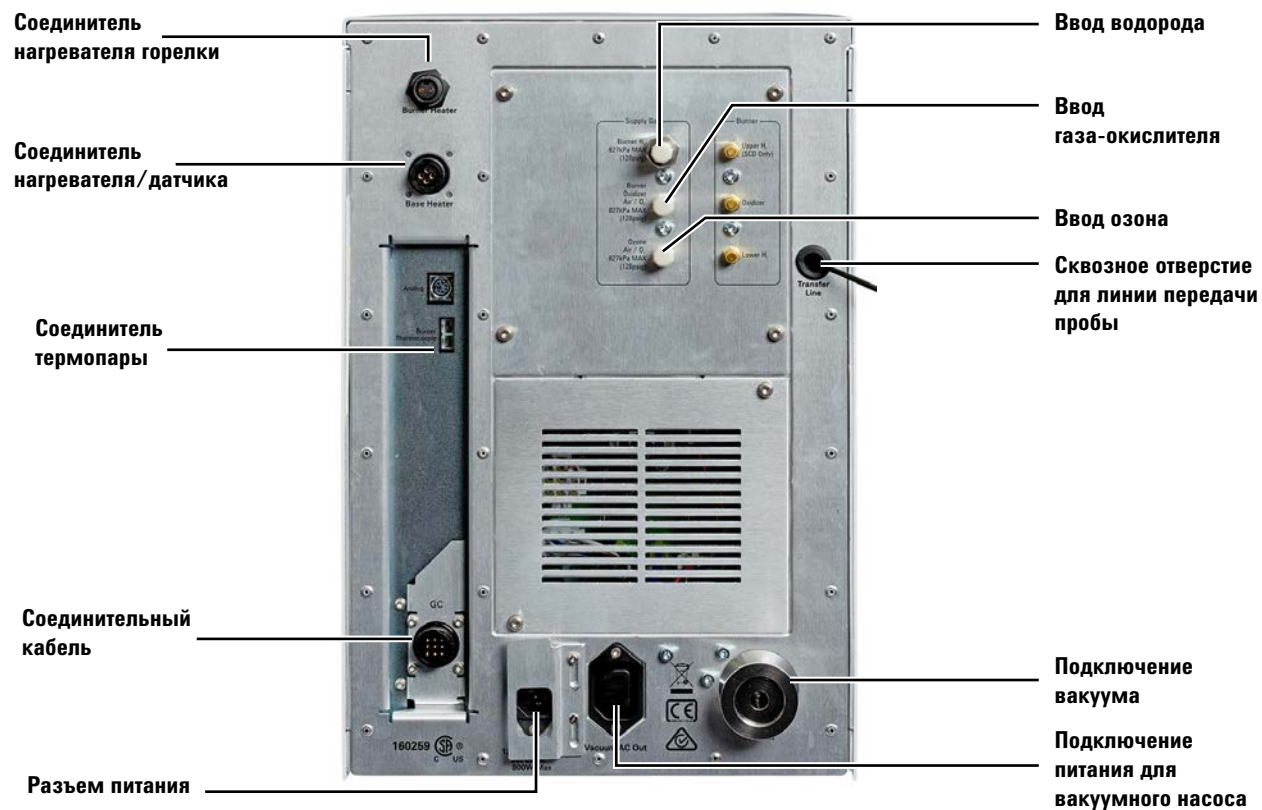


Рис. 2 Вид детектора сзади

1

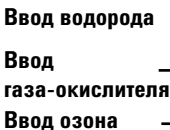


Рис. 3

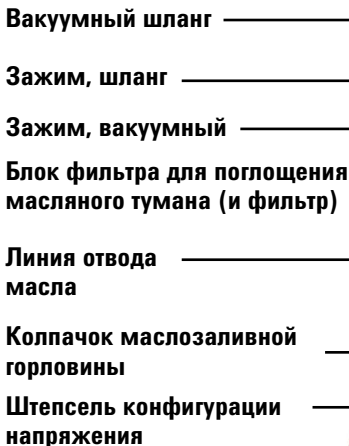


Рис. 4

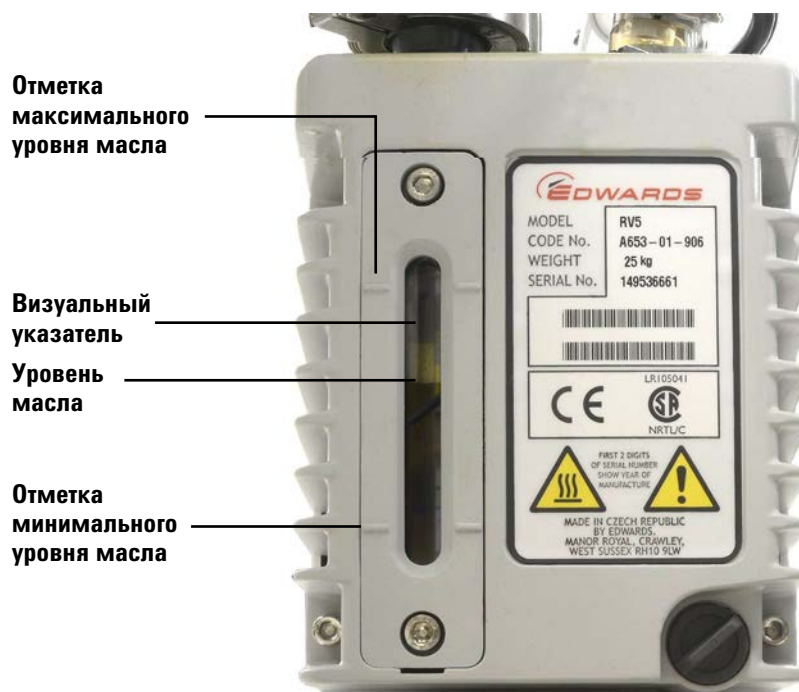


Рис. 5 Указатель уровня масла вакуумного насоса RV5

Обзор установки и первый запуск

Ниже приведен обзор процесса установки. Подробные сведения об установке см. в руководстве *«Установка и первый запуск»*.

- 1** Установите ГХ и систему обработки данных Agilent, если они еще не установлены. (Если используется еще какой-либо детектор, проверьте правильность его работы.)
- 2** Разместите детектор на столе. Снимите защитные колпачки.
- 3** Подготовьте ГХ. Охладите ГХ, затем выключите его и вытяните шнур питания из розетки. Снимите крышки.
- 4** Подготовьте участок крепления детектора.
- 5** Распакуйте вакуумный насос. Снимите заглушки. Установите фильтр для удаления масла и балласт.
- 6** Установите вакуумный насос.
- 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** Установите крышки ГХ.
- 16** Включите ГХ и детектор.
- 17** Настройте детектор.
- 18** Создайте метод проверки и проверьте правильность работы.



2 Информация о безопасности и стандартах

Введение	24
Важная информация о безопасности	25
Условные обозначения	29
Предохранители	30
Информация о безопасности и стандартах	31
Использование по назначению	34
Очистка	34
Утилизация прибора	34
Техническая помощь	34

В данной главе представлена важная информация о безопасности и стандартах, которую необходимо учесть при установке и использовании ХДС Agilent 8355 и ХДА Agilent 8255. Вы должны прочесть ее и понять перед тем, как начать работу с детектором.



Введение

В этом руководстве вы найдете инструкции по эксплуатации, обслуживанию и устранению неполадок ХДС Agilent 8355 и ХДА Agilent 8255. ХДС и ХДА, как правило, устанавливаются в газовом хроматографе (ГХ) сотрудниками, прошедшими специальное обучение в компании Agilent. При установке ХДС и ХДА используйте инструкции, приведенные в *Руководстве по установке*.

В дополнение к указанной здесь информации следует также учесть сведения о безопасности ГХ, предоставленные при поставке ГХ. Руководства по работе с ГХ Agilent можно найти на DVD-дисках Agilent Technologies *Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools* («Инструменты и руководства пользователя ГХ и ГХ/МС»).

Важная информация о безопасности

При работе с ХДС 8355 и ХДА 8255 всегда учитывайте приведенные далее важные предупреждения о безопасности.

Многие внутренние компоненты детектора находятся под опасным напряжением

Когда ГХ и детектор подсоединены к источнику электропитания, даже при выключенном питании под опасным напряжением находятся следующие компоненты:

- проводка между шнуром питания детектора и источником питания переменного тока;
- источник питания переменного тока;
- проводка между источником питания переменного тока и сетевым выключателем.

При включенном электропитании под опасным напряжением также находятся следующие компоненты:

- все электронные платы;
- внутренние провода и кабели, подключенные к этим платам;

Обратите внимание: от ГХ питание подается на электронные платы детектора и модули ЭКД.

Статическое электричество опасно для электронных компонентов ГХ

Печатные платы детектора могут быть повреждены зарядом статического электричества. Прикасайтесь к платам только в том случае, когда это необходимо. При работе с ними наденьте заземленный браслет и примите другие меры для защиты от статического электричества. Надевайте заземленный браслет каждый раз, когда требуется снять правую боковую крышку ГХ, правую или левую крышку детектора.

Многие компоненты очень сильно нагреваются

При работе многие компоненты детектора сильно нагреваются и создают угрозу получения ожога. К таким компонентам относятся, среди прочего, следующие:

- Горелка с двойным обзором плазмы.
- Область соединения детектора с ГХ, включая участок подключения колонки.

Перед началом работы с этими компонентами детектора следует обязательно охлаждать их до комнатной температуры. При обслуживании компонентов, которые сильно нагреваются, используйте гаечный ключ и надевайте термозащитные перчатки. При возможности охладите компоненты прибора, прежде чем приступить к их обслуживанию.

Меры предосторожности при работе с водородом

Водород используется в качестве газа горения для получения пламени в детекторе.

ОСТОРОЖНО

При использовании водорода (H_2) в качестве газа горения следует помнить, что водород может попасть в термостат ГХ и привести к взрыву. Поэтому начинайте подачу газа только после того, как будут подсоединены все компоненты. При подаче водорода в детектор фитинги колонки детектора должны быть постоянно подключены к колонке или закрыты. Водород является легковоспламеняющимся газом. Его утечки в закрытом помещении могут вызвать риск пожара или взрыва. При использовании водорода всегда проверяйте герметичность всех соединений, линий и клапанов перед работой с прибором. Перед работой с прибором всегда отключайте подачу водорода на его источнике.

Водород широко применяется в качестве газа-носителя в ГХ. Водород взрывоопасен и имеет другие опасные свойства.

- Водород воспламеняется при различных концентрациях. В условиях атмосферного давления водород воспламеняется при концентрации от 4% до 74,2% по объему.
- Водород имеет самую высокую скорость горения среди газов.
- Водород имеет очень низкую энергию возгорания.
- При быстром расширении водорода из условий высокого давления в атмосферу может произойти самовозгорание из-за искры электростатического разряда.
- При горении водорода возникает несветящееся пламя, которое может быть невидимым при ярком освещении.

Выключение подачи водорода

Водород используется в качестве газа горения для ХДС и ХДА.

Когда детектор применяется в ГХ Agilent 7890В или 7890А+, все потоки водорода контролирует ГХ. Если поток останавливается из-за невозможности достичь заданного для него значения скорости или давления и при этом используется водород, ГХ принимает это за утечку и выполняет безопасное отключение подачи водорода.

Безопасное отключение подачи водорода в ГХ означает следующие последствия для детектора.

- Зоны нагрева детектора отключаются.
- Потоки водорода детектора останавливаются.
- Генератор озона выключается.
- Вакуумный насос остается включенным.

Для выхода из этого состояния устраните причину выключения (закрыт кран на баллоне, серьезная утечка или другая). Выключите, а затем снова включите прибор и детектор.

ОСТОРОЖНО

ГХ не всегда может обнаружить утечки в потоках газа детектора. По этой причине фитинги колонки всегда должны быть подключены к колонке, закрыты крышками или заглушками. Схемы потоков H_2 должны быть сконфигурированы для водорода, чтобы ГХ был настроен на использование водорода.

Измерение потоков водорода

ОСТОРОЖНО

Не измеряйте поток водорода вместе с воздухом или кислородом. Это может привести к созданию взрывоопасной смеси, способной воспламениться от автоматического воспламенителя. Чтобы избежать этой опасности, выполните следующие действия: 1. Перед началом работы выключите автоматический воспламенитель. 2. Всегда измеряйте потоки газов отдельно.

При измерении потоков газов в детекторе, когда водород используется для горения пламени в детекторе или в качестве газа-носителя ГХ, измеряйте поток водорода отдельно. Не допускайте входа струи воздуха, когда в измерителе потока присутствует водород.

Озон

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.

Кислородная среда

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.

Условные обозначения

При выполнении любых рабочих операций, обслуживания и ремонта необходимо следовать предупреждениям, приведенным в этом руководстве и указанным на приборе. Несоблюдение этих предупреждений является нарушением стандартов безопасности, применявшихся при разработке прибора, и правил использования прибора. Компания Agilent Technologies не несет ответственности за несоблюдение пользователем данных требований.

Дополнительные сведения
см. в прилагаемых инструкциях.



Обозначает высокую температуру
поверхности.



Обозначает опасное напряжение.



Обозначает клемму заземления.



Обозначает опасность потенциального
взрыва.



Обозначает опасность поражения
статическим электричеством.



Обозначает опасность.
Дополнительную информацию
об обозначении см. в документации
пользователя Agilent.



Обозначает, что данное
электрическое/электронное изделие
нельзя выбрасывать вместе
с обычными бытовыми отходами



Предохранители

Для правильной работы ХДС 8355 и ХДА 8255 требуются предохранители. Доступ к ним должен осуществлять только квалифицированный сервисный сотрудник компании Agilent.

ОСТОРОЖНО

Чтобы обеспечить непрерывную защиту от возгораний, для замены следует использовать только предохранители такого же типа и с такими же характеристиками.

ОСТОРОЖНО

Опасность поражения электрическим током. Перед заменой предохранителей отсоедините прибор от питающей сети.

Таблица 3 Предохранители на плате

Обозначение предохранителя	Напряжение в сети	Характеристика и тип предохранителя
F1/F2	Все	15 А, 250 В~, МЭК: тип F (без задержки времени), керамический корпус
F6/F5	Все	0,75 А, 250 В~, IEC тип F (без задержки времени), стеклянный корпус
F4/F3	Все	10 А, 250 В~, IEC тип F (без задержки времени), стеклянный корпус

Информация о безопасности и стандартах

Данный прибор разработан и протестирован в соответствии с документом МЭК 61010-1 «Требования к безопасности электрического оборудования, используемого для измерения, контроля и лабораторных целей». Прибор поставляется в безопасном состоянии. В инструкциях содержатся сведения и предупреждения, которые должны обязательно учитываться пользователями в целях безопасной эксплуатации и обеспечения безопасного состояния прибора.

Информацию об общих правилах безопасности и нормах, относящихся к ГХ 7890В, см. в Руководстве по безопасной работе с ГХ 7890В, которое можно найти на DVD-диске «GC and GC/MS User Manuals & Tools» («Инструменты и руководства пользователя ГХ и ГХ/МС»). В разделах ниже приведены сведения, касающиеся непосредственно ХДС 8355 и ХДА 8255.

ХДС 8355 и ХДА 8255 Agilent соответствуют следующим стандартам безопасности.

- Канадская ассоциация стандартов (CSA): C22.2 № 61010-1
- CSA/Национальная тестовая лаборатория (NRTL): ANSI/UL 61010-1
- Международная электротехническая комиссия (МЭК): 61010-1, 61010-2-010
- EuroNorm (EN): 61010-1

Это изделие имеет класс безопасности I, степень загрязнения 2, категорию установки II. Для подключения изделия к питающей сети должен использоваться шнур питания с защитным заземлением. Любое вмешательство в работу заземления внутри или снаружи оборудования может создать опасные условия использования прибора. Запрещается осуществлять намеренное вмешательство.

При использовании прибора способом, не предусмотренным компанией Agilent, доступные в приборе средства защиты могут быть нарушены.

ХДС 8355 и ХДА 8255 Agilent соответствуют следующим требованиям к электромагнитной совместимости (ЕМС) и высокочастотным помехам (RFI).

- CISPR 11/EN 55011: группа 1, класс А
- IEC/EN 61326



Данный прибор ISM соответствует нормам ICES-001 в Канаде. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



ХДС 8355 и ХДА 8255 Agilent разработаны и изготовлены с использованием системы контроля качества, соответствующей ISO 9001. Заявление о соответствии нормам доступно для ознакомления.



Указания по утилизации оборудования пользователями в ЕС. Этот символ, нанесенный на изделие или его упаковку предупреждает о том, что данное изделие запрещено утилизировать вместе с другими отходами. Вместо этого изделие необходимо сдать для утилизации в специальный пункт по переработке электрического и электронного оборудования. Раздельный сбор и утилизация пришедшего в негодность оборудования помогут сохранить природные ресурсы и обеспечит утилизацию таким способом, который безопасен для человеческого здоровья и окружающей среды. Чтобы получить дополнительную информацию о местонахождении пунктов приема оборудования для переработки, обратитесь в муниципальные органы или к продавцу прибора.

Сертификат соответствия требованиям к акустическому шуму для Федеративной Республики Германия

Акустическое давление < 68 дБ(А) для оператора
и < 72 дБ(А) для наблюдателя в соответствии
с DIN-EN 27779 (типовое испытание).

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel L_p < 68 dB(A) Operator and L_p < 72 dB(A)
Bystander nach DIN-EN 27779 (Typprüfung).

Электромагнитная совместимость

Данное изделие соответствует требованиям CISPR 11. При его эксплуатации должны соблюдаться следующие два условия.

- Прибор не должен быть источником вредных помех.
- Прибор не должен быть подвержен влиянию любых помех, в том числе способных вызвать нежелательные эффекты.

Если данное оборудование является источником вредных помех для телевизионного и радиосигнала, т. е. при отключении прибора помехи пропадают, попробуйте выполнить следующие действия.

- 1 Переставьте радио или антенну в другое место.
- 2 Переместите прибор дальше от радиоприемника или телевизора.
- 3 Подключите прибор к другой электрической розетке так, чтобы прибор и радиоприемник или телевизор использовали разные розетки.
- 4 Убедитесь, что все периферийные устройства также сертифицированы.
- 5 Убедитесь, что прибор подключен к периферийным устройствам с помощью подходящих кабелей.
- 6 Обратитесь за помощью к дилеру, в компанию Agilent Technologies или к опытному техническому специалисту.
- 7 Изменения или модификация без специального одобрения компании Agilent Technologies могут привести к лишению прав пользователя на эксплуатацию данного оборудования.

Использование по назначению

Изделия компании Agilent необходимо использовать только тем способом, который приведен в руководствах пользователя изделия Agilent. Использование изделия любым другим способом может привести к его повреждению или травме. Компания Agilent не несет ответственности за любые повреждения, полные или частичные, вызванные ненадлежащей эксплуатацией изделий, внесением неразрешенных изменений, настроек или модификаций, а также в результате несоблюдения процедур, приведенных в руководствах пользователя изделий Agilent, либо использованием изделий с нарушением применимых законов, правил или постановлений.

Очистка

Чтобы очистить прибор, отсоедините его от источника электропитания, затем протрите влажной тканью без ворса.

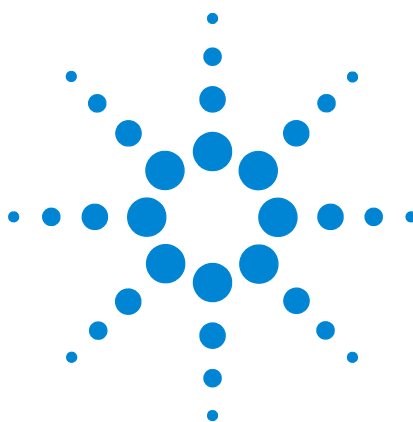
Утилизация прибора



Чтобы получить информацию об утилизации прибора, обратитесь в местное торговое представительство компании Agilent.

Техническая помощь

В комплект поставки данного прибора входит документация по эксплуатации, плановому обслуживанию и устранению неполадок. Для получения дополнительной технической помощи посетите страницы технической поддержки на веб-сайте Agilent по адресу <http://www.agilent.com> или обратитесь в местное торговое представительство компании Agilent. Актуальную контактную информацию можно найти на веб-сайте Agilent по адресу: <http://www.chem.agilent.com/en-US/Contact-US/Pages/ContactUs.aspx>.



3 Описание системы

Технические характеристики 36

Принцип работы 37

Описание основных компонентов 39

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



Технические характеристики

В этом разделе приведены опубликованные технические характеристики нового детектора, установленного в новом ГХ Agilent 7890В и используемого в стандартных лабораторных условиях.

ХДС 8355

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

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

ХДА 8255

Технические характеристики	
Минимальный предел обнаружения, стандартный	< 3 пг (N)/с (2 x уровень шума в системе обработки данных Agilent по стандарту ASTM)
Линейность	> 10^4
Селективность	> 2×10^7 отклик S/отклик C
Воспроизводимость площади	< 1,5% ОСО за 8 часов < 2% ОСО за 18 часов
Обычное время перехода от комнатной температуры до 800 °C	10 мин

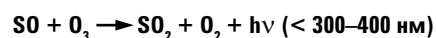
Принцип работы

Хемилюминесцентные детекторы Agilent 8255 и 8355 выполняют обнаружение необходимых молекул 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 H₂O и CO₂. Продукты реакции затем поступают в реакционную камеру в отдельном модуле детектора. Здесь они смешиваются с озоном (O₃), полученным из кислорода с помощью генератора озона. O₃ вступает в реакцию с SO или NO, в результате чего образуется SO₂^{*} и NO₂^{*} соответственно. Реакционная ячейка работает при давлении около 4–7 торр. Эти молекулы, обладающие высокой энергией, возвращаются в основное состояние после испускания хемилюминесценции. Испускаемый свет фильтруется и фиксируется фотоэлектронным умножителем (ФЭУ). Уровень получаемого электрического сигнала пропорционален количеству SO₂^{*} или NO₂^{*}, образовавшимся 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 с монооксидом серы (SO), который образуется при горении аналита:

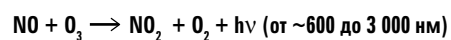
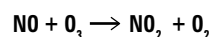
Сернистое соединение (аналит) → SO + H₂O + другие продукты



За счет разницы давления, создаваемой вакуумным насосом, продукты горения переходят в реакционную ячейку, куда также поступает избыточный озон. Свет (hν), 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 трубки, 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.

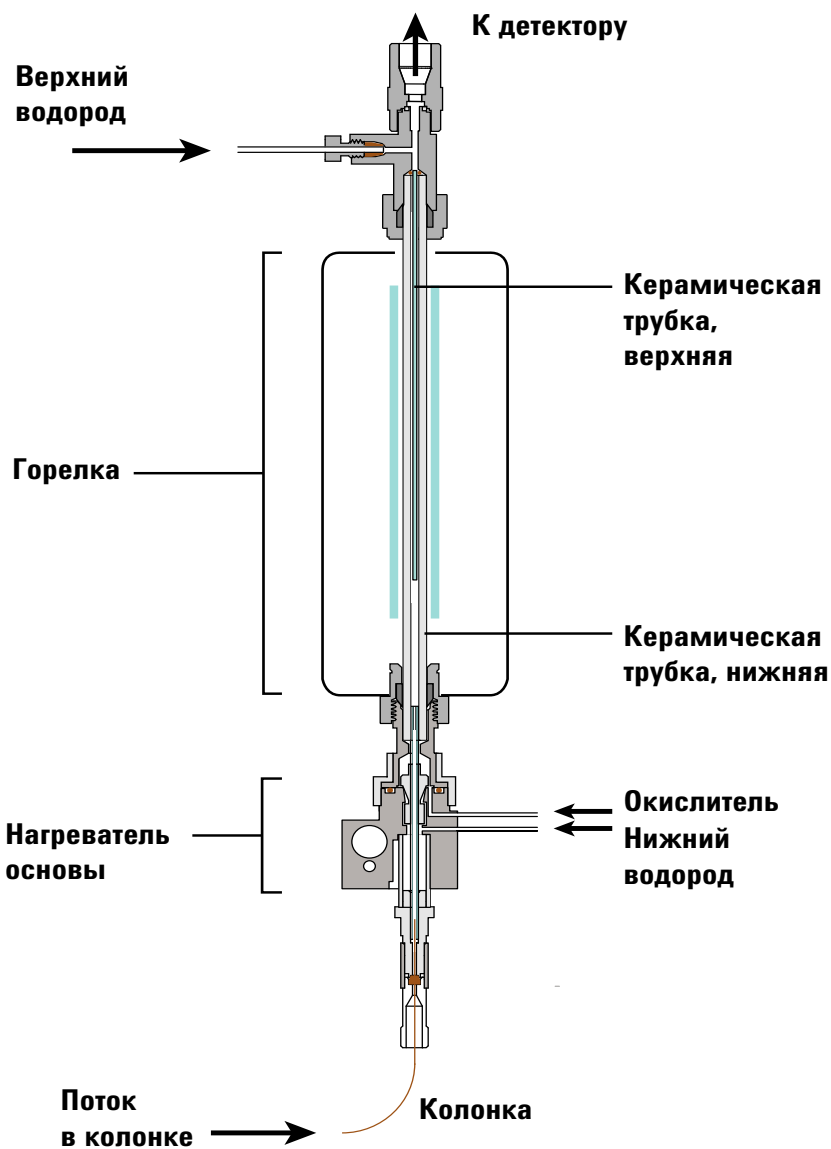


Рис. 6 Потоки ХДС

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 трубки с катализатором, где при высокой температуре NO_2 преобразовывается в NO .

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

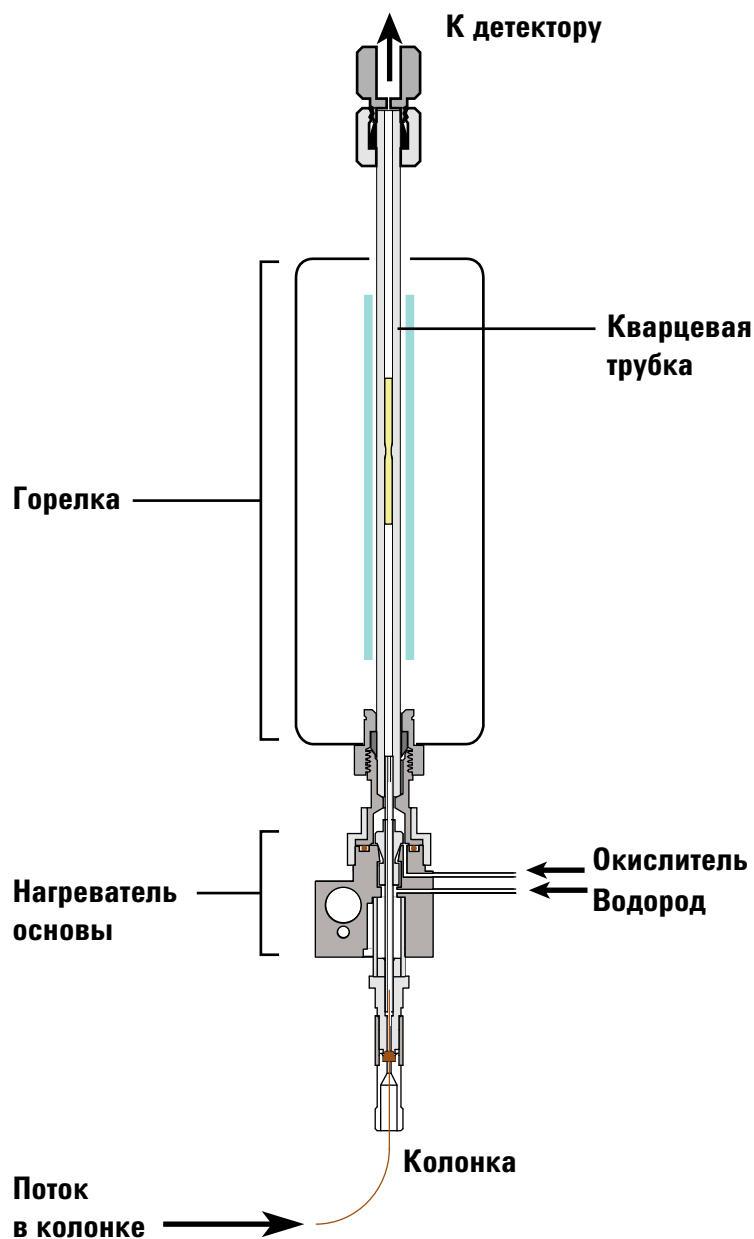


Рис. 7 Потоки ХДА

Генератор озона

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

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 SO₂* и NO₂* соответственно. Когда молекулы после хемилюминесценции возвращаются в основное состояние, фотоэлектронный умножитель образует ток, пропорциональный интенсивности полученного 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 вакуумный масляный насос создает в реакционной ячейке рабочее давление от 3 до 10 торр. Вакуум помогает переместить в реакционную ячейку продукты горения из горелки и озон 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 хемилюминесцентного детектора (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 параллельного 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 в 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 ХЛД 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 ГХ до заданного значения.



4 Работа

Введение	46
Установка параметров	47
Стабильность и отклик детектора	51
Стандартные рабочие условия	52
Корректировка рабочих условий	53
Запуск	54
Экономия ресурсов	55
Выключение	56
Настройка автоматического обнуления потока в ГХ	57
Конфигурация детектора	58

В данной главе описан порядок использования ХДС 8355 и ХДА 8255. Приведенная здесь информация предполагает, что пользователь знает, как работать с системой обработки данных (если применяется), а также с передней клавиатурой ГХ и дисплеем. Дополнительные сведения см. в онлайн-справке системы обработки данных и документации прибора на DVD-дисках Agilent *GC and GC/MS User Manuals and Tools* («Инструменты и руководства пользователя ГХ/МС и ГХ»).



Введение

Вариант интегрированной установки

После установки на ГХ Agilent 7890В или 7890А+ ХДС и ХДА программируются и используются как любой другой детектор ГХ. Пользователи системы обработки данных Agilent могут работать с параметрами эксплуатации через встроенный драйвер ГХ. Если используется только ГХ, доступ к параметрам можно получить с передней панели и клавиатуры ГХ. Параметры и сведения, доступные через драйвер и клавиатуру ГХ, включают в себя следующие действия:

- Настройка температуры, потоков и типов газа.
- Включение последовательности.
- Сохранение методов.
- Настройка предупреждений о своевременном обслуживании (EMF), настройка частоты сбора данных, ведение журнала ошибок, ведение журнала обслуживания, обзор сведений о состоянии.

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. 53.

Параметры и диапазоны значений

В таблице ниже перечислены доступные параметры детектора.

Таблица 4 Параметры и диапазоны значений для ХДС 8355 и ХДА 8255

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.	Вкл./Выкл.	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 O ₃	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.
Высокое напряжение генератора O ₃	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.
Вакуумный насос	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.	Вкл./Выкл.
Конфигурация			
Тип газа-окислителя	Воздух	Воздух	Кислород
Тип газа генератора O ₃	Кислород	Кислород	Кислород
Игнорирование готовности	См. руководство по эксплуатации ГХ		
Сигнал	ЛДх.ХДх См. расширенное руководство по эксплуатации ГХ.		

* Работа охладителя (для ФЭУ) зависит от текущей температуры внешней среды детектора. Фактическая температура охладителя не влияет на готовность детектора. См. раздел «[Охладитель ХДА](#)» на стр. 43.

Обратите внимание: напряжение ФЭУ установлено на уровне 800 В.

Управление через программу

Если используется система обработки данных Agilent, откройте в ней активный сеанс и внесите изменения в параметры сбора данных прибора, чтобы настроить метод. Выберите в редакторе методов необходимый детектор. Как правило, для этого нужно перейти к пунктам **Детекторы > Передний детектор** (либо, в зависимости от типа установки, **Задний детектор** или **Доп. детектор**). См. [Рис. 8](#), [Рис. 9](#) и [Таблица 5](#).

ХДС		
	Задано	Фактически
☒ Нагреватель:	280 °C	280.1 °C
☒ Температура горелки:	800 °C	800 °C
☒ Поток верхнего H ₂ :	38 мл/мин	38 мл/мин
☒ Нижний поток H ₂ :	8 мл/мин	8 мл/мин
☒ Поток окислителя (Воздух):	50 мл/мин	50 мл/мин
☒ Поток генератора O ₃		46.6 мл/мин
☒ Включение генератора O ₃		
☒ Вакуумный насос		
Давление горелки:		397.8 Torr
Давление реакционной ячейки:		4.9 Torr
Вывод сигнала:		31.9 nA
ХДС Вычесть из сигнала: ☐ (Ничего) ☐ Кривая компенсации колонки №1 ☒ Кривая компенсации колонки №2		

Рис. 8 Пример настройки параметров ХДС в системе обработки данных

ХДА	Задано	Фактически
☒ Нагреватель:	280 °C	280 °C
☒ Температура горелки:	900 °C	900 °C
☒ Температура охладителя		-10 °C
☒ H2 Flow:	3 мл/мин	3 мл/мин
☒ Поток окислителя (O2):	10 мл/мин	10 мл/мин
☒ Поток генератора O3		36 мл/мин
☒ Включение генератора O3		
☒ Вакуумный насос		
Давление горелки:		218.5 Torr
Давление реакционной ячейки:		3.4 Torr
Вывод сигнала:		60.4 пА

ХДА

Вычесть из сигнала:

☒ (Ничего)

☐ Кривая компенсации колонки №1

☐ Кривая компенсации колонки №2

Рис. 9 Пример настройки параметров ХДА в системе обработки данных

Если используется тандем детекторов, например передний ПИД-ХДС, то ПИД считается передним детектором, а ХЛД — дополнительным детектором.

Чтобы перейти к параметрам конфигурации через систему обработки данных, выберите пункты **Конфигурация > Модули**. См. пример на [Рис. 10](#).

Передний детектор

ХДС

Газ окислителя: Воздух

Газ генератора O3: O2

Передний детектор

ХДА

Газ окислителя: O2

Газ генератора O3: O2

Рис. 10 Пример параметров конфигурации ХДС и ХДА

Дополнительные сведения см. в разделе «Конфигурация детектора» на стр. 58.

Управление с клавиатуры ГХ

Чтобы перейти к параметрам метода, касающимся ХДС или ХДА, нажмите клавишу [**Front Det**] («Передний детектор»), [**Back Det**] («Задний детектор») или [**Aux Det #**] («Дополнительный детектор №») (только при тандеме ПИД-ХЛД). См. Таблица 5.

Чтобы включить напряжение ФЭУ, нажмите [**Config**] («Конфигурация»), затем клавишу, соответствующую детектору, — [**Front Det**] («Передний детектор»), [**Back Det**] («Задний детектор») или [**Aux Det #**] («Дополнительный детектор №»). Напряжение ФЭУ может быть включенным или выключенным. ФЭУ работает при постоянном напряжении (800 В).

Определение детектора

В Таблица 5 перечислены возможные конфигурации ХЛД.

Таблица 5 Соединение с электропроводкой ГХ

Способ установки ХЛД	Каким детектором считается ХЛД?
Передний ХЛД	Передний
Задний ХЛД	Задний
Одинарный тандем: передний ПИД-ХЛД (передний тандем ПИД-ХЛД)	Передний: Передний ПИД Доп. детектор 2: ХЛД
Одинарный тандем: задний ПИД-ХЛД (задний тандем ПИД-ХЛД)	Задний: Задний ПИД Доп. детектор 2: ХЛД
Двойной тандем: передний ПИД-ХЛД и задний ПИД-ХЛД (двойной тандем ПИД-ХЛД)	Передний: Передний ПИД Доп. детектор 1: передний ХЛД Задний: Задний ПИД Доп. детектор 2: задний ХЛД

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 следует, как правило, подождать минимум 10 минут, прежде чем приступать к сбору данных в этой системе.
- Если установлена новая горелка или новые керамические трубки, 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 6 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 6 Стандартные рабочие условия, ХДС и ХДА

Параметр	ХДС	ХДА
Температура основания, °C	250	250
Температура горелки, °C	800	900
Температура охладителя	Н/Д	Вкл.
Верхний поток H ₂ , мл/мин	40	Н/Д
Нижний поток H ₂ , мл/мин	10	3
Поток окислителя, мл/мин	50, воздух	8, кислород
Поток генератора O ₃ , мл/мин	Вкл.	Вкл.
Высокое напряжение генератора O ₃	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 трубки. В случае любого метода для ХЛД действуют следующие правила.

- Через горелку должен постоянно проходить поток газа-окислителя.
- Микропрограмма не разрешает подачу водорода в горелку, если отсутствует окислитель, защищающий систему.

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

Корректировка рабочих условий

В Таблица 4 на стр. 47 приведены допустимые диапазоны значений для каждого параметра в соответствии с микропрограммой ГХ. 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. раздел «Повреждение водородом» на стр. 103.

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

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 трубки продолжит поступать в горелку, что нарушит стабильность.

- 1 Отсоедините линию **Нижний поток H2** от задней части детектора и снимите колпачок с фитинга 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, ГХ включит вакуумный насос и подачу окислителя, а также активирует все остальные параметры, кроме потока водорода. ГХ контролирует температуру и не допускает подачу водорода до тех пор, пока температура основания не достигнет 150 °С, а температура горелки – 200 °С. Как только температура детектора достигает этих минимальных значений, ГХ включает подачу водорода.

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

- 1 Откройте параметры метода.
 - На передней панели ГХ нажмите **[Front Det]** («Передний детектор»), **[Back Det]** («Задний детектор») или **[Aux Det #]** («Дополнительный детектор №»).
 - В системе обработки данных выберите детектор в редакторе методов.
- 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 высокое напряжение генератора озона.

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

Если необходимо, также включите напряжение ФЭУ. См. раздел «**Конфигурация детектора**» на стр. 58.

Экономия ресурсов

Для экономии ресурсов в периоды бездействия, например ночью или на выходных, используйте функции ресурсосбережения ГХ 7890В, позволяющие загружать метод сна. (Подробные сведения о применении методов сна и пробуждения см. *в руководстве по эксплуатации ГХ.*)

Метод сна для ХДС или ХДА должен выполнять следующее.

- Выключите все потоки водорода.
- Во избежание конденсации поддерживайте температуру основы на уровне 125 °С.
- Во избежание конденсации поддерживайте температуру горелки на уровне не менее 200 °С.
- Установите для термостата температуру 30 °С, чтобы уменьшить выделение жидкости в колонке.

Кроме того, с помощью метода сна можно выполнять следующее.

- Включите режим экономии газа, чтобы уменьшить поток в колонке
- Выключите генератор озона и подачу озона
- Выключать охладитель (только для ХДА)
- Если выключены подача газа-носителя и термостат, выключите вакуумный насос. (Если подача газа-носителя включена, не выключайте вакуумный насос. При выключенном насосе подача газа-носителя вызовет остановку потока.)

Подача окислителя обычно не выключается, если включен вакуумный насос.

Выключение

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

- 1 Откройте параметры метода.
 - На передней панели ГХ нажмите **[Front Det]** («Передний детектор»), **[Back Det]** («Задний детектор») или **[Aux Det #]** («Дополнительный детектор №»).
 - В системе обработки данных выберите детектор в редакторе методов.
- 2 Выключите высокое напряжение генератора озона.
- 3 Выключите поток газа для генератора озона.
- 4 Выключите подачу водорода.
- 5 Только в случае ХДА: выключите охладитель.
- 6 Выключите нагреватель горелки.
- 7 Выключите нагреватель основания.

ЗАМЕЧАНИЕ

При выключении ГХ 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 ГХ могут сильно нагреваться. При обслуживании ГХ или детектора необходимо выключить все нагреваемые зоны, дождаться, пока они охладятся до температуры, допускающей безопасное обращение, и только после этого выключить ГХ.

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

Настройка автоматического обнуления потока в ГХ

Компания Agilent рекомендует настроить в ГХ автоматическое обнуление датчиков потока, чтобы сократить дрейф. Подробнее см. в *руководстве по эксплуатации* ГХ.

- 1 На клавиатуре ГХ нажмите [**Options**] («Параметры»).
- 2 Прокрутите список до пункта **Калибровка** и нажмите [**Enter**] («Ввод»).
- 3 Прокрутите список и выберите необходимый детектор (передний, задний, дополнительный 2 или дополнительный 1), затем нажмите [**Enter**] («Ввод»).
- 4 Прокрутите до пункта **Autoflow zero (H2 Lower)** и нажмите [**Enter**] («Ввод»). (Чтобы выключить автоматическое обнуление, нажмите [**Off/No**] («Выкл./Нет»)).
- 5 В случае ХДС повторите те же шаги для пункта **Авт. обнуление потока (верхний H2)**.

Конфигурация детектора

В случае ХДС или ХДА установка типа газа выполняется один раз. В ХДС для подачи озона используется кислород, для окисления — воздух, а в ХДА в обоих случаях используется кислород.

Чтобы сконфигурировать тип газа для ХДС или ХДА с помощью клавиатуры ГХ, выполните следующее.

- 1 На клавиатуре ГХ нажмите клавиши для перехода к детектору, например [**Config**][**Front Det**] («Конфигурация», «Передний детектор»).
- 2 Прокрутите список до пункта "**Oxidizer Gas**" ("Газ-окислитель") и нажмите [**Mode/Type**] ("Режим/тип").
- 3 Прокрутите список до необходимого типа газа, "**Air**" ("Воздух") (ХДС) или "**Oxygen**" ("Кислород") (ХДА), и нажмите [**Enter**] ("Ввод").

Если управление осуществляется через систему обработки данных, тип газа можно установить в ней.

- 1 Откройте в системе обработки данных пользовательский интерфейс для работы с параметрами ГХ. Например, в Agilent OpenLAB выберите **Главная > Метод > Настройка прибора > Конфигурация > Модули**.
- 2 Выберите типы газов для данного метода.

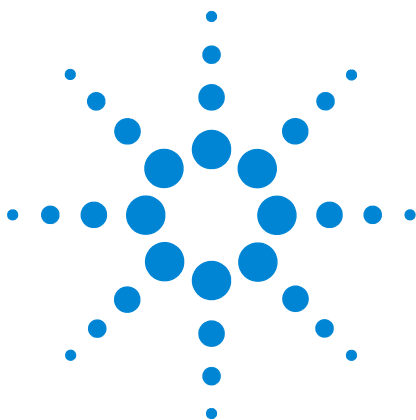
The screenshot shows a configuration window titled "Передний детектор" (Front Detector). It is divided into two sections: "ХДС" (HDS) and "ХДА" (HDA). Each section has two dropdown menus: "Газ окислителя" (Oxidant Gas) and "Газ генератора ОЗ" (Ozone Generator Gas). For HDS, the oxidant gas is set to "Воздух" (Air) and the ozone generator gas is set to "O2". For HDA, both the oxidant gas and the ozone generator gas are set to "O2".

Рис. 11 Пример параметров конфигурации ХДС и ХДА

- 3 Щелкните **ОК** и сохраните изменения метода.

Напряжение ФЭУ можно включить или выключить только на передней панели ГХ. Чтобы включить или выключить напряжение ФЭУ, выполните следующее.

- 1 На клавиатуре ГХ нажмите клавиши для перехода к детектору, например нажмите [**Config**][**Front Det**] («Конфигурация», «Передний детектор»), чтобы перейти к ХЛД, установленному спереди, или нажмите [**Config**][**Back Det**] («Конфигурация», «Задний детектор»), чтобы перейти к ХЛД, установленному сзади.
- 2 Прокрутите список до пункта **PMT Voltage**.
- 3 Нажмите **On/Yes**, чтобы включить напряжение, или **Off/No**, чтобы выключить его. Нажмите кнопку [**Enter**] («Ввод»).



5 Обслуживание

Журнал обслуживания и предупреждения о своевременном обслуживании (EMF) 62

График обслуживания 63

Мониторинг чувствительности детектора 64

Расходные материалы и запасные части 65

ХДС в разобранном виде 67

ХДА в разобранном виде 68

Метод обслуживания детектора 69

Подсоединение колонки к детектору 70

Замена внутренней керамической трубки (ХДС) 73

Замена кварцевой трубки (ХДА) 76

Проверка масла в вакуумном насосе 80

Добавление масла в вакуумный насос 81

Замена масла в вакуумном насосе 83

Замена фильтра для озона 85

Смена фильтра масляных паров 87

Очистка внешней части детектора 88

Калибровка датчиков потока и давления 89

Обновление микропрограммы 90

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



Журнал обслуживания и предупреждения о своевременном обслуживании (EMF)

При использовании детектора с ГХ Agilent 7890В контроль за необходимостью в плановом техническом обслуживании выполняется с помощью предупреждений о своевременном обслуживании (EMF). Функция EMF доступна с передней панели ГХ и в любой системе обработки данных Agilent. Она помогает своевременно заменять фильтры и масло — до того, как могут появиться проблемы из-за загрязнений.

В ГХ Agilent 7890В предусмотрены указанные ниже счетчики для ХДС, ХДА и вакуумного насоса.

Компонент	Деталь со счетчиком	Тип счетчика	Значение по умолчанию
Детектор	Детектор	Количество вводов	
	Внешняя трубка (только для ХДС)	Количество вводов	
	Внутренняя трубка (только для ХДС)	Количество вводов	
	Кварцевая трубка (только для ХДА)	Количество вводов	
	Газовые фильтры	Время (дни)	
Вакуумный насос	Масло насоса	Время (дни)	3 месяца
	Фильтр масляных паров	Время (дни)	

Если функция EMF в ГХ не используется, следует вручную вести журнал обслуживания, фиксируя в нем следующее.

- Даты обслуживания и тип выполненных работ.
- Операционные изменения, которые могут повлиять на производительность, например изменения настроек температуры и потоков водорода.
- Значения давления при нормальном выполнении методов.
- Фоновый сигнал (разница при включенном и выключенном озоне).

График обслуживания

Для обеспечения оптимальной производительности ХДС 8355 и ХДА 8255 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 7](#).

Таблица 7 Рекомендуемый график обслуживания вакуумного насоса Edwards RV5

Компонент	Эксплуатационный срок [*]
Химический уловитель (преобразовывает O ₃ в O ₂)	~ 6 мес.
Фильтр для удаления масла	~ 3 мес.
Фильтр для 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 включенной 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

Помимо использования функции EMF для ГХ и детектора, следует также контролировать чувствительность детектора. Уровень чувствительности отражает рабочие характеристики данной системы, при этом низкая чувствительность может указывать на необходимость планового обслуживания детектора. 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 8 Расходные материалы и компоненты ХДС и ХДА

Описание/количество	Каталожный номер
Компоненты детектора	
Керамическая трубка, внутренняя, маленькая (ХДС)	G6602-45005
Кварцевая трубка (ХДА)	G6600-80063
Ферула, 1/4", графит, прямая, 10 шт. в упаковке, для внешней керамической трубки ХДС и кварцевой трубки ХДА	0100-1324
Инструмент для установки колонки	G3488-81302
Тестовая проба для хемилюминесцентного детектора серы	
Тестовая проба для хемилюминесцентного детектора азота	
Компоненты вакуумного насоса	
Насос RV5, 230 В	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
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 9 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 10 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 0,100 мм до 0,320 мм)	Соединение колонки с каналом ввода или детектором	5020-8292
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
	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

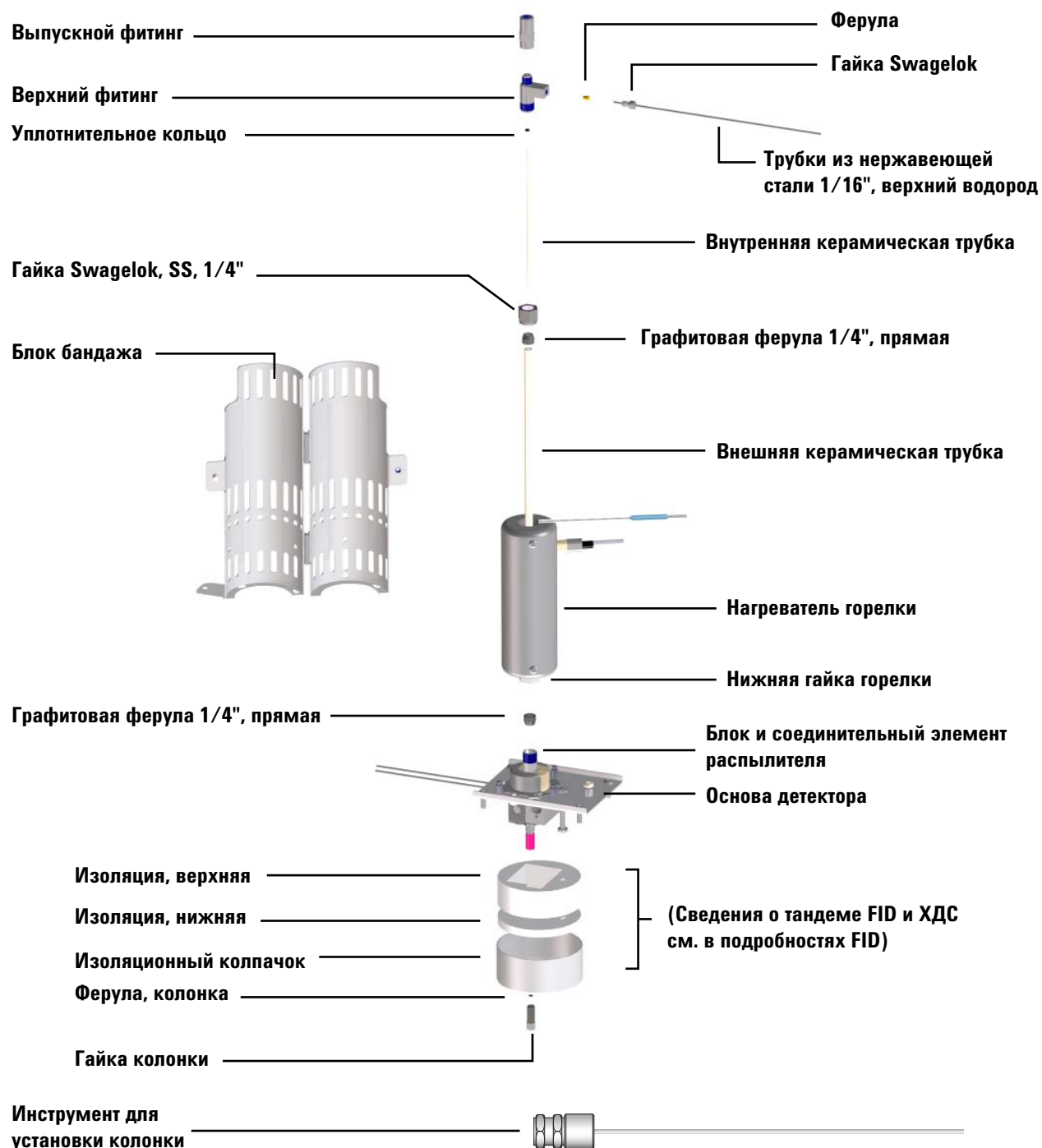


Рис. 12 ХДС в разобранном виде

ХДА в разобранном виде

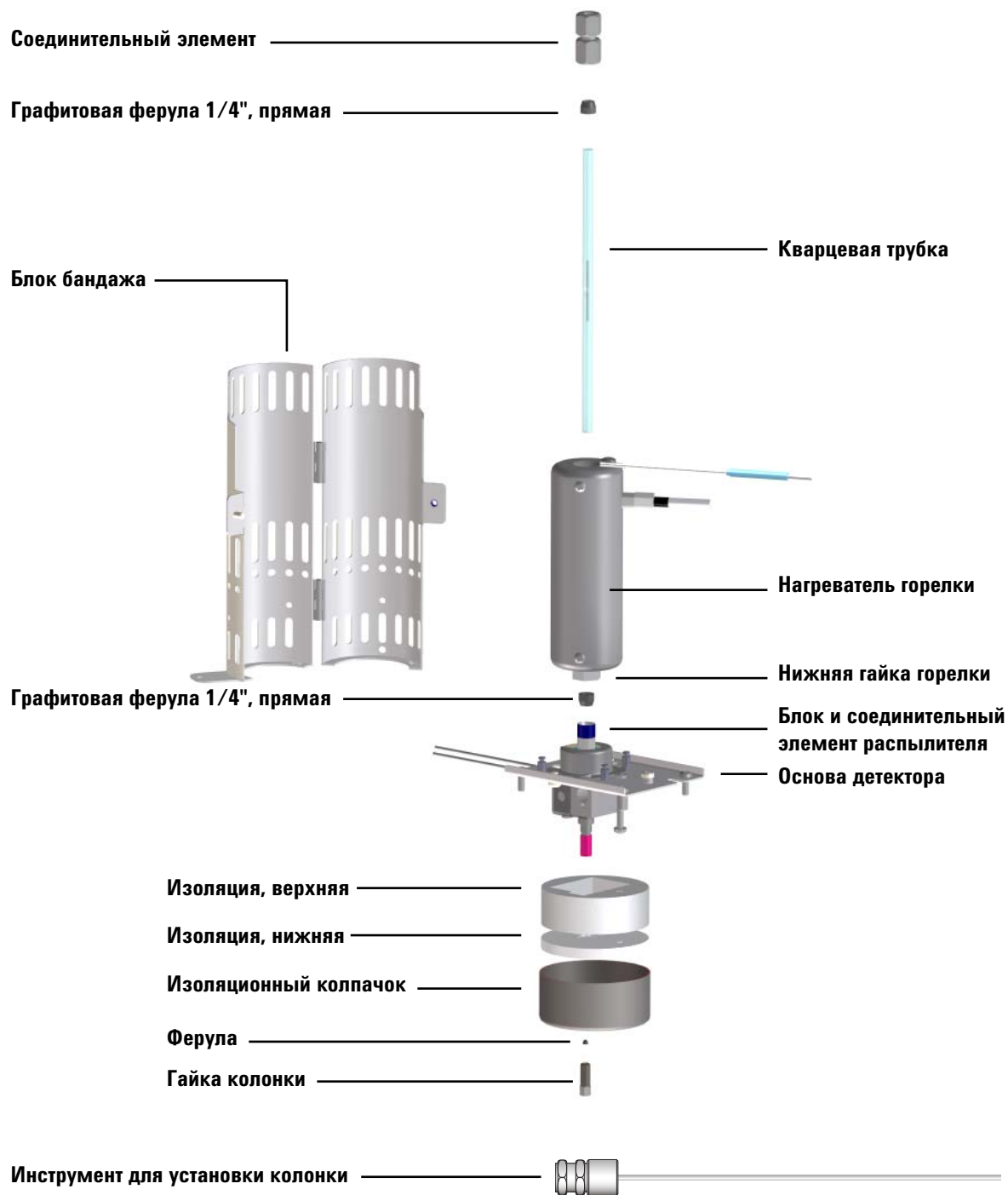


Рис. 13 ХДА в разобранном виде

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 должен выполнять следующее.

- 1 Выключите нагреватель и грелку и дождитесь их охлаждения.
- 2 Выключите все потоки водорода.
- 3 Оставлять включенными потоки окислителя и газа для озонатора.
- 4 Выключите генератор озона.
- 5 Оставлять включенным вакуумный насос.
- 6 Сохранять поток газа-носителя (гелий).
- 7 Установите для термостата температуру 30 °C, чтобы уменьшить выделение жидкости в колонке.
- 8 Охлаждать все остальные компоненты ГХ (термостат, канал ввода и т. д.) при необходимости.

Метод обслуживания для ХДА должен выполнять следующее.

- 1 Выключите нагреватель и грелку и дождитесь их охлаждения.
- 2 Выключать подачу водорода.
- 3 Оставлять включенными потоки окислителя и газа для озонатора.
- 4 Выключите генератор озона.
- 5 Оставлять включенным вакуумный насос.
- 6 Сохранять поток газа-носителя (гелий).
- 7 Установите для термостата температуру 30 °C, чтобы уменьшить выделение жидкости в колонке.
- 8 Охлаждать все остальные компоненты ГХ (термостат, канал ввода и т. д.) при необходимости.

В целях безопасного обращения с прибором дождитесь охлаждения нагреваемых зон до $< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Подсоединение колонки к детектору

ЗАМЕЧАНИЕ

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 следующее (см. раздел «Расходные материалы и компоненты ХДС и ХДА» на стр. 65):
 - 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 протирачная 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 колонок или колонок из плавленого кварца, 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 Подготовьте детектор к обслуживанию.
 - a Загрузите метод обслуживания ГХ и дождитесь состояния готовности ГХ. (См. «Метод обслуживания детектора» на стр. 69.) Дождитесь охлаждения каналов ввода, термостата, детекторов, клапанной коробки, блока горелки и основы детектора до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
 - b Выключите все потоки водорода. (Оставьте включенными потоки окислителя и газа для озонатора.)
 - c Выключите генератор озона.

ОСТОРОЖНО

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

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

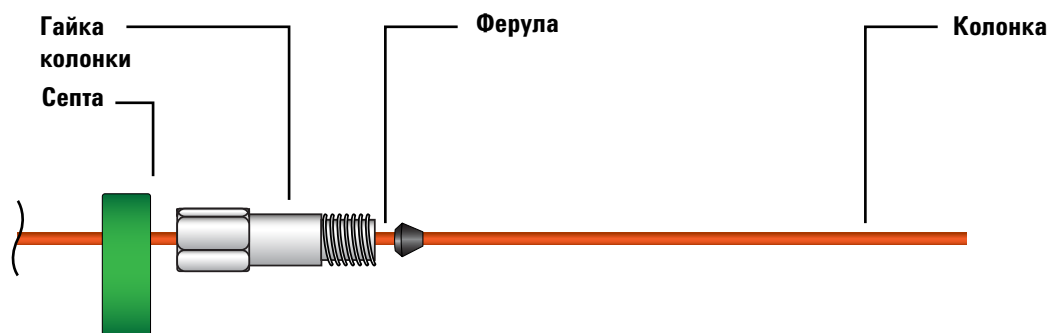


Рис. 14 Установка септы, гайки капиллярной колонки и ферулы на колонке

- 4 Вставьте конец колонки через средство измерения колонки так, чтобы конец выступал за его край.

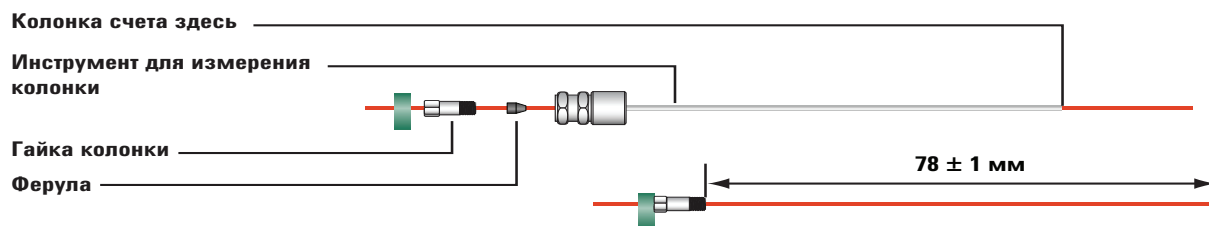
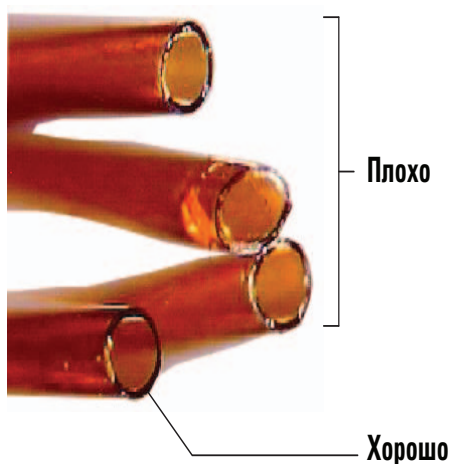


Рис. 15 Определение длины колонки и установка обжимающей ферулы с помощью средства измерения колонки

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



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

Замена внутренней керамической трубки (ХДС)

Ниже описана процедура замены внутренней керамической трубки.

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 перезатяжки или изгиба 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 Подготовьте детектор к обслуживанию.
 - a Загрузите метод обслуживания ГХ и дождитесь состояния готовности ГХ. (См. «Метод обслуживания детектора» на стр. 69.) Дождитесь охлаждения каналов ввода, термостата, детекторов, клапанной коробки, блока горелки и основы детектора до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).
 - b Выключите все потоки водорода. (Оставьте включенными потоки окислителя и газа для озонатора.)
 - c Выключите высокое напряжение генератора озона.

ОСТОРОЖНО

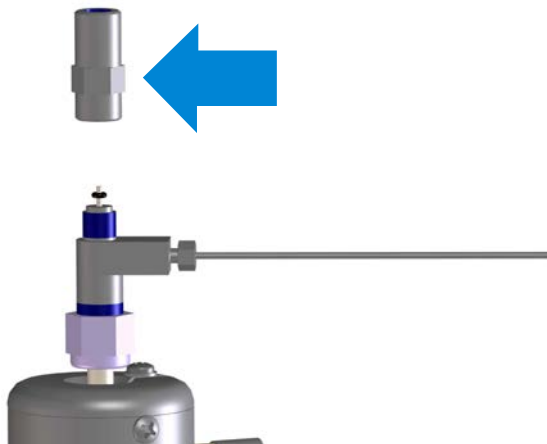
Водород является легковоспламеняющимся газом. Перед проведением обслуживания детектора выключите все потоки водорода, подаваемые на детектор (и колонку).

- 3 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.
- 4 С помощью двух ключей 7/16" извлеките выпускной фитинг из верхнего фитинга.
- 5 Если старое уплотнительное кольцо застряло в нижней части выпускного фитинга, аккуратно вытяните его с помощью пинцета или схожего инструмента.
- 6 Удалите старую внутреннюю керамическую трубку.
- 7 Установите новое уплотнительное кольцо на конце новой внутренней керамической трубки и продвиньте его приблизительно на 7 мм вниз по трубке. (Это расстояние не имеет критического значения.)



- 8 Аккуратно вставьте трубку с уплотнительным кольцом в горелку так, чтобы горелка примкнула к кольцу.

- 9** Повернув выпускной фитинг так, чтобы грани были расположены ближе к верхнему фитингу (см. рисунок), установите его на керамической трубке. При затягивании выпускного фитинга автоматическиотрегулируется положение уплотнительного кольца и керамической трубки. Затяните фитинг до упора (вручную). Не затягивайте слишком сильно.



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

Замена кварцевой трубки (ХДА)

Ниже описана процедура замены кварцевой трубки 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 превышения крутящего момента или наклона 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 Подготовьте детектор к обслуживанию.

- a Загрузите метод обслуживания ГХ и дождитесь состояния готовности ГХ. (См. «Метод обслуживания детектора» на стр. 69.) Дождитесь охлаждения каналов ввода, термостата, детекторов, клапанной коробки, блока горелки и основы детектора до температуры, обеспечивающей безопасное обращение с прибором (< 40 °C).

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

ОСТОРОЖНО

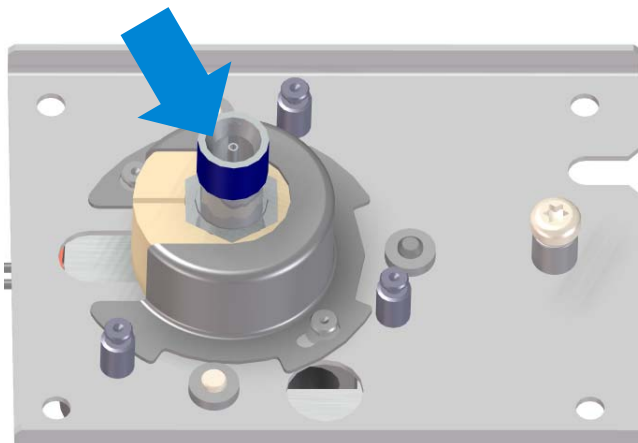
Водород является легковоспламеняющимся газом. Перед проведением обслуживания детектора выключите все потоки водорода, подаваемые на детектор (и колонку).

- 3 Снимите защитный кожух. Извлеките два винта T20 Torx, проверните кожух против часовой стрелки, отсоедините его от креплений и снимите. Отложите кожух и винты в сторону. Они понадобятся позднее.
- 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 гайки на верхнем конце кварцевой трубки.
- 6 Аккуратно продвиньте гайку с ферулой вверх и вытяните ее из кварцевой трубки.

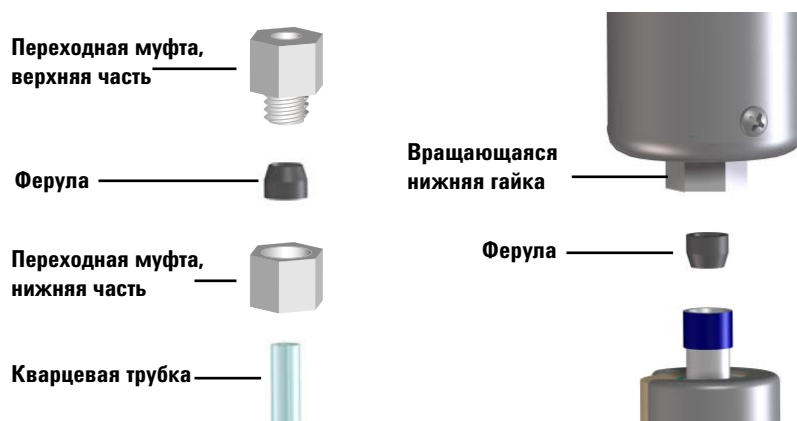
ВНИМАНИЕ!

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

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



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



- 13 Снова соберите переходную муфту. С помощью двух ключей затяните ее до упора.
- 14 Продвиньте новую кварцевую трубку вниз в блоке горелки так, чтобы она выступала из основания приблизительно на 1 см. (Это расстояние не имеет критического значения. Положение трубки 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.

- 15 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.
- 16 Разместите гайку с ферулой на открытом конце кварцевой трубки так, чтобы открытый конец гайки был направлен вверх.

- 17 Установите гайку в выпускном фитинге и с помощью двух ключей затяните ее только до упора.
- 18 Снова подсоедините линию передачи к выходному фитингу. Затяните фитинг до упора (вручную). Не затягивайте слишком сильно.
- 19 Установите на место защитный кожух.
- 20 Восстановите рабочие условия детектора.
- 21 Сбросьте значение счетчика EMF.

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».

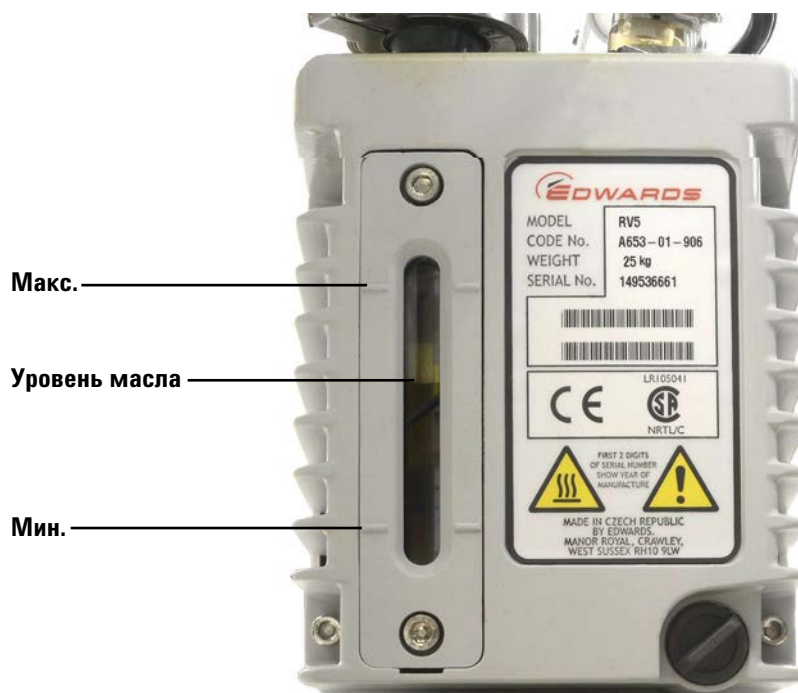


Рис. 16 Проверка уровня масла

- 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. Если необходимо, сбросьте счетчик EMF.

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. раздел «[Выключение](#)» на стр. 56.
- 2 Выключите детектор и отсоедините шнур питания от насоса.

- 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. 16 на стр. 80.
- 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. раздел «Запуск» на стр. 54.
- 9** Внесите сведения о выполненной работе в журнал обслуживания. Если необходимо, сбросьте счетчик EMF.

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. раздел «[Выключение](#)» на стр. 56.
- 2 Выключите детектор и отсоедините шнур питания от насоса.

- 3** Разместите емкость под спускной пробкой вакуумного насоса.

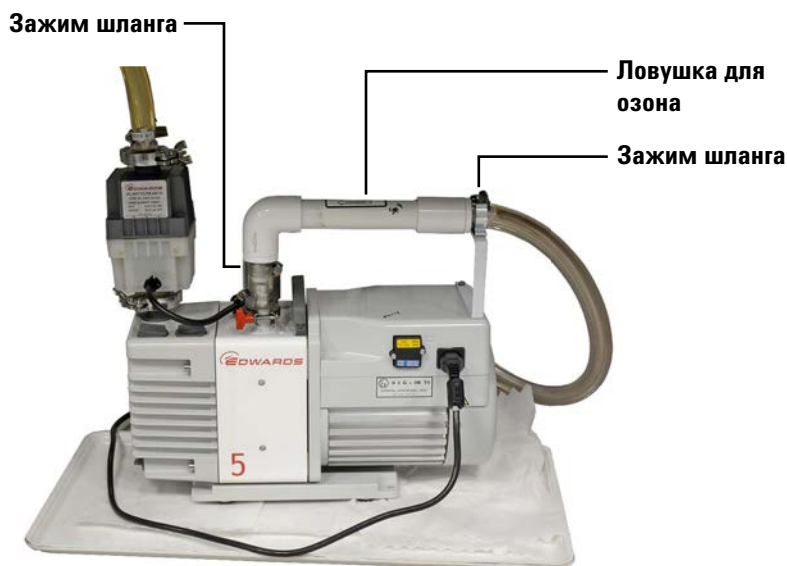


- 4** Снимите заливную крышку и откройте сливную пробку. Полностью вылейте масло, приподняв насос со стороны двигателя.
- 5** Установите сливную пробку на место.
- 6** Добавьте новое масло в насос так, чтобы уровень масла приблизился к отметке максимума в окошке для проверки уровня, но не превысил эту отметку. См. [Рис. 16](#) на стр. 80.
- 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. раздел [«Запуск»](#) на стр. 54.
- 11** Внесите сведения о выполненной работе в журнал обслуживания. Если необходимо, сбросьте счетчик EMF.
- 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. Сбросьте значение счетчика ЕМФ.

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 ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).

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 и ХДА 8255 используются электронные модули для управления давлением. Как правило, в ГХ 7890В следует включать функцию автоматического обнуления потока. Обычно калибровка не требуется. Однако при необходимости датчики потока и давления можно обнулить вручную. Подробнее см. в *руководстве по эксплуатации* ГХ.

Обновление микропрограммы

Микропрограмма ГХ управляет детектором. Все необходимые обновления применяются к детектору посредством микропрограммы ГХ. Инструмент обновления микропрограмм ГХ можно найти на DVD-диске Agilent *GC and GC/MS User Manuals & Tools* («Инструменты и руководства пользователя ГХ и ГХ/МС») или загрузить на страницах технической поддержки веб-сайта Agilent.



6 Устранение неполадок

Устранение неполадок детектора	92
Таблица устранения неполадок	93
Индикатор состояния	96
Сообщения детектора	97
Утечки	98
Неполадки электропитания	100
Неполадки производства озона	101
Коксование	102
Повреждение водородом	103
Загрязненные газы	104

В данной главе описаны способы устранения неполадок и решения распространенных проблем, возникающих при использовании ХДС или ХДА Agilent.



Устранение неполадок детектора

При диагностике и устранении неполадок детектора важно понимать, как работает детектор. Ознакомьтесь с разделом «Принцип работы» на стр. 37. 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. 53

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.

При работе с детектором рекомендуется использовать функции журнала обслуживания ГХ и предупреждений о своевременном обслуживании (EMF). Они помогут обеспечить нормальное рабочее состояние детектора и предотвратить проблемы. Подробнее см. в *руководстве по эксплуатации* ГХ.

Кроме того, следует с помощью журнала обслуживания наблюдать за показателями давления детектора и фоновым сигналом (разница при включенном и выключенном озоне). Если со временем показатели изменяются, это может указывать на необходимость в обслуживании.

В Таблица 11 в следующем разделе перечислен ряд распространенных проблем, возможные причины и необходимые действия.

Таблица устранения неполадок

Таблица 11 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. пункт «Нет озона».
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.
	Ограниченная подача озона в реакционную ячейку.		Обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.
Нет отклика	Поломка керамической или кварцевой трубки.		Замените керамическую трубку. См. раздел «Замена внутренней керамической трубки (ХДС)» на стр. 73 или «Замена кварцевой трубки (ХДА)» на стр. 76.
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. раздел «Утечки» на стр. 98.
	Загрязнение керамической или кварцевой трубки.	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. раздел «Замена внутренней керамической трубки (ХДС)» на стр. 73 или «Замена кварцевой трубки (ХДА)» на стр. 76.
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.
	Утечка в линии подачи окислителя.		Проверьте детектор на наличие утечек и устраните все обнаруженные утечки. См. раздел «Утечки» на стр. 98.

Таблица 11 Устранение неполадок детектора

Неполадка	Возможные причины	Диагностика	Корректирующие действия
	Утечка в линиях подачи водорода.		Проверьте детектор на наличие утечек и устраните все обнаруженные утечки. См. раздел «Утечки» на стр. 98.
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. раздел «Подсоединение колонки к детектору» на стр. 70.
	Трещины на трубках.	Проверьте диапазоны значений давления и вакуума. Проверьте колонки и ферулы.	Замените керамическую трубку. См. раздел «Замена внутренней керамической трубки (ХДС)» на стр. 73 или «Замена кварцевой трубки (ХДА)» на стр. 76.
Выключение детектора вследствие нарушений температуры	Перегоревшая термopара.		Обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.
Слишком высокое давление в горелке.	Поломка кварцевой или внешней керамической трубки. Утечка в трубке 1/16" из нержавеющей стали для подачи водорода или окислителя или отсоединение этой трубки.		Замените керамическую трубку. См. раздел «Замена внутренней керамической трубки (ХДС)» на стр. 73 или «Замена кварцевой трубки (ХДА)» на стр. 76. 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. раздел «Утечки» на стр. 98.
Давление в горелке ниже ожидаемого уровня, низкий отклик	Поломка внутренней керамической трубки.		См. раздел «Замена внутренней керамической трубки (ХДС)» на стр. 73.

Таблица 12 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 отсоединена 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 отвода масла.	Не наблюдается движение масла в линии отвода.	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. Обратите внимание: питание от ГХ подается на электронные компоненты детектора независимо от питания, которое регулируется переключателем на передней панели детектора.
- **Желтый.** Детектор не готов к работе. Питание включено и подается, но не для всех параметров достигнуты рабочие значения. Возможно появление предупреждения или другого сообщения. Проверьте информацию на дисплее ГХ.
- **Красный.** Сбой или друга серьезная проблема. Возможно появление сообщения об ошибке или других сведений. Проверьте информацию на дисплее ГХ. Детектор можно использовать только после устранения ошибки.

Сообщения детектора

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

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. 99. 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. 99. 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. Устраните 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 14 на стр. 110 для ХДС или Таблица 15 на стр. 115 для ХДА).
- 3 Сохраняйте эти условия в течение нескольких минут. Если детектору не удастся 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 ГХ или управляющего ПО.
- 5 Следите за показателями давления на экране ГХ. (Нажмите [**Front Det**] ("Передний детектор") или [**Back Det**] ("Задний детектор"), или [**MS/Aux Det**] ("МС/Доп. 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

При устранении неполадок ХДС или ХДА, связанных с электропитанием, следует помнить о том, что питание, подаваемое на электронные компоненты и модули потоков детектора, поступает от ГХ и контролируется переключателем питания ГХ. Питание, подаваемое на нагреватели ХДС/ХДА, охладитель ХДА, вакуумный насос и генератор озона, поступает от центральной системы детектора и контролируется переключателем питания детектора.

Отсутствие питания

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

- Убедитесь, что переключатель 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 производства озона

Прежде чем приступить к устранению неполадок генератора озона, следует удостовериться в правильной работе остальных компонентов системы. Например, проверьте на наличие утечек внешние точки 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 Отследите выходной сигнал детектора на дисплее ГХ.
- 2 Оставьте вакуумный насос и подачу газа для генератора озона включенными.
- 3 Выключите 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 некоторыми матрицами 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 устраните любые помехи в движении потока.
- Проверьте наличие сопротивления потоку в линии подачи окислителя, подсоединенной 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 керамические трубки.

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 разделе *"Руководство 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 со временем выйти 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. раздел *«Расходные материалы и запасные части»* на стр. 65.



7 Проверка работоспособности

О хроматографической проверке	106
Подготовка к хроматографической проверке	107
Проверка работоспособности ХДС	109
Проверка работоспособности ХДА	114

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



0 хроматографической проверке

Описанные в этом разделе проверки позволяют в общих чертах удостовериться в том, что ГХ и детектор работают с производительностью, соизмеримой с их заводским состоянием. Однако производительность детектора может меняться по мере старения детекторов и других деталей ГХ. 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.
- Использование септы и другого указанного оборудования (лайнеров, переходников и т. д.). При замене на другое оборудование производительность может измениться.

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.

Когда ГХ отгружается с завода, расходные детали являются новыми и не требуют замены.

ЗАМЕЧАНИЕ

В новом ГХ проверьте установленный лайнер канала ввода. Возможно, лайнер, который установлен в канале ввода на момент отгрузки, не подойдет для проверки.

- 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 13 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	5183-4757
Лайнер	5190-2295
Золоченый уплотнитель канала ввода, с прокладкой	5188-5367
Многорежимный канал ввода	
Шприц, 10 мкл	5181-1267
Уплотнительное кольцо лайнера	5188-5365
Септа	5183-4757
Лайнер	5190-2295

Таблица 13 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, плавленый кварц, ВД 0,32 мм	19245-20525

Подготовка виал для проб

Для проверки производительности требуется ввод пробы в объеме 1 мкл. Комплекты для проверки ХДС и ХДА поставляются с 3 ампулами.

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 трет-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
- Канал ввода и устройство ввода (см. раздел «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 107.)

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 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. раздел «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 107.

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

- Проведите прогрев оценочной колонки на протяжении как минимум 30 минут при 180 °С. (См. процедуру в руководстве «Обслуживание ГХ».)
- Сконфигурируйте колонку.

- 5 Проверьте выходной сигнал базовой линии детектора. Уровень силы тока на выходе должен быть меньше 150 пА и оставаться относительно стабильным, при условии, что используется достаточно стабилизированная система с температурой термостата колонки 50 °С.

При этом после первого зажигания новой горелки (или горелки с новой керамической трубкой) может появиться очень высокая базовая линия. В этом случае базовая линия должна постепенно уменьшиться (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 продолжиться до того, как полностью стабилизируется базовая линия.

- 6 Создайте или загрузите метод со значениями параметров, перечисленными в [Таблица 14](#).

Таблица 14 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	3,5 мл/мин., гелий
Режим колонки	Постоянный поток
Канал ввода с/без деления потока	
Температура	250 °С
Режим	Без деления потока
Поток продувки	80 мл/мин
Время продувки	0,7 мин
Обдув септы	3 мл/мин
Режим минимального потока газа	Выключен
Многорежимный канал ввода (MMI)	
Режим	Без деления потока
Температура впускного канала	250 °С
Время продувки	0,7 min
Поток продувки	80 мл/мин

Таблица 14 Условия проверки ХДС (продолжение)

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 водорода	38 мл/мин
Нижний поток водорода	8 мл/мин
Поток окислителя	50 мл/мин., воздух
Генератор O ₃	Вкл.
Поток генератора O ₃	Вкл.
Вакуумный насос	Вкл.
Параметры тандема ПИД-ХДС	
Температура ПИД	350 °C
Поток водорода ПИД	35 мл/мин
Поток воздуха ПИД	500 мл/мин
Поток поддувки ПИД, N ₂	20 мл/мин
Поток кислорода в ХДС	0
Верхний поток водорода ХДС	40 мл/мин
Нижний поток водорода	Не применяется для ПИД-ХДС
Термостат	
Начальная температура	50 °C
Начальное время	3,0 min
Рост 1	25 °C/мин
Степень роста 1, температура	160 °C
Степень 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)

Таблица 14 Условия проверки ХДС (продолжение)

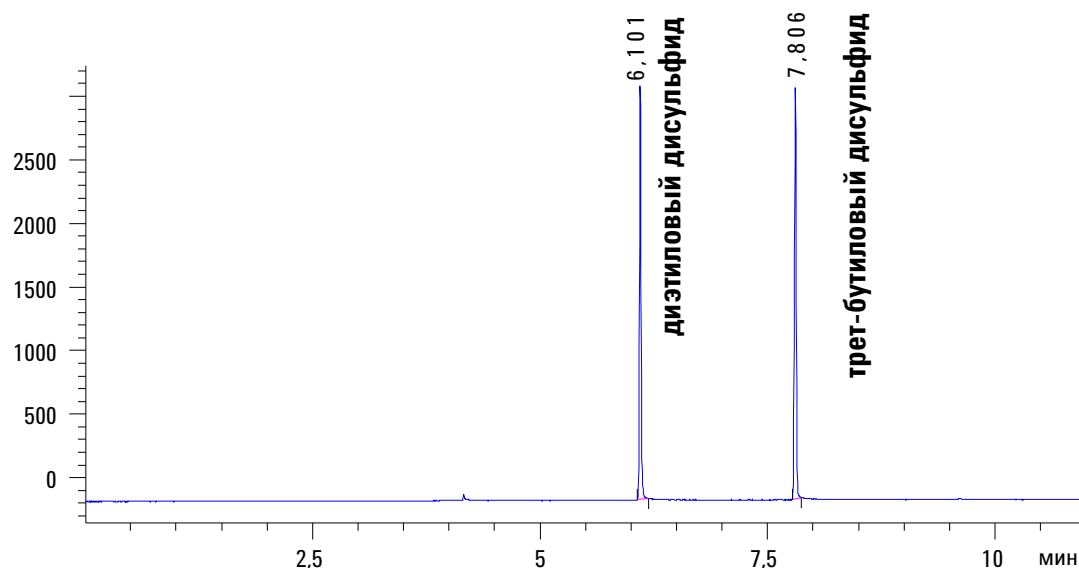
Объем вводимой пробы	1 мкл
Размер шприца	10 мкл
Предпромывки растворителем А	0
Постпромывки растворителем А	3
Объем промывки растворителем А	8 мкл (максимум)
Предпромывки растворителем В	0
Постпромывки растворителем В	3
Объем промывки растворителем В	8 мкл (максимум)
Режим ввода (7693А)	Обычный
Объем воздушного зазора (7693А)	0
Задержка на вязкость	0
Скорость набора при промывке растворителем (7693А)	150
Скорость подачи при промывке растворителем (7693А)	1500
Скорость набора при промывке пробой (7693А)	150
Скорость подачи при промывке пробой (7693А)	1500
Скорость подачи при вводе (7693А)	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)

- 7 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.

- 8 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.
- 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. 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)



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
 - Канал ввода и устройство ввода (см. раздел «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 107.)
- 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. раздел «Подготовка к хроматографической проверке» на стр. 107.
- 4 Установите оценочную колонку. (См. процедуру в руководстве «Обслуживание ГХ».)

- Проведите прогрев оценочной колонки на протяжении как минимум 30 минут при 270 °C. (См. процедуру в руководстве "Обслуживание ГХ".)
 - Сконфигурируйте колонку.
- 5** Проверьте выходной сигнал базовой линии детектора. Уровень силы тока на выходе должен быть меньше 150 пА и оставаться относительно стабильным, при условии, что используется достаточно стабилизированная система с температурой термостата колонки 50 °C (может допускаться отрицательная базовая линия).
- При этом после первого зажигания новой горелки (или горелки с новой кварцевой трубкой) может появиться очень высокая базовая линия. В этом случае базовая линия должна постепенно уменьшиться (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 продолжиться до того, как полностью стабилизируется базовая линия.
- 6** Создайте или загрузите метод со значениями параметров, перечисленными в [Таблица 15](#).

Таблица 15 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 мин
Обдув септы	3 мл/мин
Режим минимального потока газа	Выключен
Многорежимный канал ввода (MMI)	
Режим	Без деления потока

Таблица 15 Условия проверки ХДА (продолжение)

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 водорода	3 мл/мин
Поток окислителя	8 мл/мин., кислород
Генератор O ₃	Вкл.
Поток генератора O ₃	Вкл.
Вакуумный насос	Вкл.
Термостат	
Начальная температура	50 °C
Начальное время	3,0 min
Рост 1	25 °C/мин
Степень роста 1, температура	250 °C
Степень 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 А	0
Постпромывки растворителем А	3
Объем промывки растворителем А	8 мкл (максимум)

Таблица 15 Условия проверки ХДА (продолжение)

Предпромывки растворителем В	0
Постпромывки растворителем В	3
Объем промывки растворителем В	8 мкл (максимум)
Режим ввода (7693А)	Обычный
Объем воздушного зазора (7693А)	0
Задержка на вязкость	0
Скорость набора при промывке растворителем (7693А)	150
Скорость подачи при промывке растворителем (7693А)	1500
Скорость набора при промывке пробой (7693А)	150
Скорость подачи при промывке пробой (7693А)	1500
Скорость подачи при вводе (7693А)	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)

- 7 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.
- 8 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.

