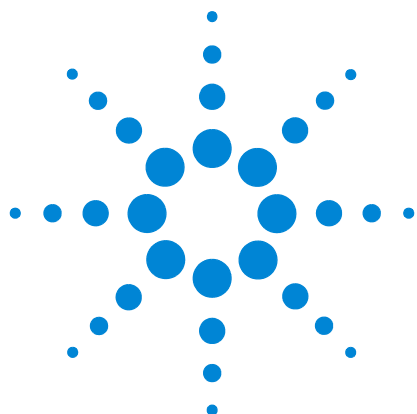




Agilent 8355 硫化学发 光检测器和 8255 氮化 学发光检测器

用户手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2015

根据美国和国际版权法，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式、任何方式（包括存储为电子版、修改或翻译成外文）复制本手册的任何部分。

手册部件号

G3488-97010

版本

第三版， 2015 年 12 月

第二版， 2015 年 10 月

第一版， 2015 年 9 月

USA 或中国印刷

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

担保说明

本文档中包含的材料按“现状”提供，若在后续版本中有任何更改，恕不另行通知。此外，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 对本手册以及此处包含的任何信息不作任何明示或暗示担保，包括但不限于适销性和针对某一特殊用途的适用性的暗示担保。对于因提供、使用或执行本手册或此处包含的任何信息而产生的错误，或造成的偶然或必然的损失，Agilent 不承担任何责任。如果 Agilent 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

安全声明

小心

小心声明表示存在危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会损坏产品或丢失重要数据。除非已完全理解并符合所指出的条件，否则请不要忽视小心声明而继续进行操作。

警告

“警告”声明表示存在危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会导致人身伤害或死亡。除非已完全理解并符合所指出的条件，否则请不要忽视“警告”声明而继续进行操作。

目录

1 入门指南

手册、信息、工具以及在哪里可以获得这些信息	8
GC 手册、工具和联机帮助	8
用户应用程序	14
教育机会	17
8355 SCD 和 8255 NCD 概述	18
安装和首次启动概述	22

2 安全与规范信息

基本介绍	24
重要安全信息	25
检测器的多个内部部件均带有危险电压	25
静电释放可能会损坏 GC 的电子设备	26
许多部件都会产生危险的高温	26
氢气安全	26
臭氧	28
氧气环境	28
符号	29
保险丝	30
安全与规范信息	31
德意志联邦共和国噪音发射认证	32
Schalldruckpegel	32
电磁兼容性	32
目标用途	34
清洗	34
回收产品	34
技术援助	34

3 系统说明

- 指标 36
 - 8355 SCD 36
 - 8255 NCD 36
- 操作原理 37
 - SCD 37
 - NCD 37
- 主要组件说明 38
 - 燃烧器组件 38
 - 臭氧发生器 40
 - 反应池和光电倍增管 (PMT) 41
 - EPC 模块 41
 - 真空泵 41
 - 臭氧破坏阱 41
 - 油凝聚过滤器 41
 - FID 转接头（可选） 41
 - NCD 冷却器 42

4 操作

- 基本介绍 44
 - 集成版本 44
- 设置参数 45
 - 参数和范围 45
 - 软件控制 46
 - GC 键盘控制 48
 - 识别检测器 48
- 检测器稳定性和响应 49
- 典型运行条件 50
- 调整运行条件 51
- 启动 52
- 资源节省 53
- 关闭 54
- 在 GC 上配置流量自动归零 55
- 配置检测器 56

5 维护

维护日志和早期维护反馈 (EMF)	60
维护计划	61
跟踪检测器灵敏度	62
消耗品和更换部件	63
SCD 零件分解图	65
NCD 零件分解图	66
检测器维护方法	67
将色谱柱连接到检测器	68
更换内部陶瓷管 (SCD)	71
更换石英管 (NCD)	74
检查真空泵油	77
添加真空泵油	78
更换真空泵油	80
更换臭氧阱	82
更换油雾过滤器	83
清洁检测器外部	84
校准流量和压力传感器	85
更新固件	86

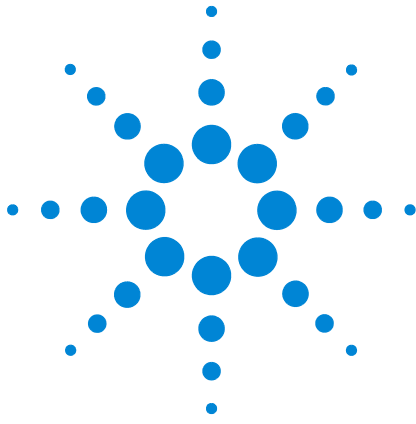
6 故障排除

解决检测器问题	88
故障排除表	89
LED 状态指示灯	92
检测器消息	93
泄漏	94
臭氧泄漏	94
氢气泄漏	94
氧化气泄漏	94
检查氢气和氧化气泄漏	95
电源问题	96
未通电	96
臭氧发生问题	97

焦化	98
氢中毒	99
气体受到污染	100

7 性能验证

关于色谱图校验	102
准备色谱图校验	103
准备样品瓶	104
检查 SCD 性能	105
检查 NCD 性能	110



1 入门指南

手册、信息、工具以及在哪里可以获得这些信息	8
8355 SCD 和 8255 NCD 概述	18
安装和首次启动概述	22

本章介绍 Agilent 8355 硫化学发光检测器 (SCD) 和 Agilent 8255 氮化学发光检测器 (NCD)，同时详细说明在哪里可以获取有用的信息和工具，例如 GC 手册、流量计算器等。



手册、信息、工具以及在哪里可以获得这些信息

本手册介绍如何操作安装在 Agilent 7890B 气相色谱仪 (GC) 中的 Agilent 8355 硫化学发光检测器 (SCD) 和 Agilent 8255 氮化学发光检测器 (NCD)。此外，本手册还介绍操作建议、维护过程和故障排除。有关安装说明，请参阅 Agilent 8355 SCD 和 8255NCD 《安装和首次启动指南》。要准备新 SCD 或 NCD 的安装现场，请参阅 Agilent 8355 SCD 和 8255 NCD 《现场准备工作指南》。

此外，Agilent 还提供了其他手册、现场培训信息以及帮助系统，以便您按照自己的进度学习 7890B GC。安装和操作检测器时，您将需要参考此常规 GC 信息。以下各节介绍了此信息并提供了其所在位置。

GC 手册、工具和联机帮助

Agilent 提供了几个学习产品，这些产品介绍如何安装、操作、维护 7890B GC 系统及其故障排除。这些手册可在 GC 装运箱中附带的 Agilent GC 和 GC/MS 用户手册和工具 DVD 中找到。

您可以使用所需的语言安装所需的手册，整个安装过程可以使您的用户体验更加丰富。安装 HTML 和 PDF 版本。



可用的手册

表 1 7890B GC 学习产品

学习产品	内容	何时使用此文档
入门指南	手册的概述。在哪里可以获得信息。如何安装手册。GC 的概述。	
安全手册	列出安全和规范信息。使用氢气载气（或燃气）时应采取的预防措施。执行维护任务时应采取的预防措施。	- 安装之前，为安全安装过程进行准备。 - 维护之前。
GC、GC/MS 和 ALS 现场准备工作指南	要求：实验室工作台的空间和重量，电源、散热、废气排放、实验室条件（期望的本地环境）、载气和反应气纯度、供气源、气体管道（包括过滤器、调节器类型以及管道需求）以及低温冷却供应品（如果使用）。 安装之前建议购买的供应品。	- 安装之前，应准备实验室场地。 - 安装之前，了解进行成功安装需要哪些供应品（如气体、安装工具包、气体净化器、调节阀、管道、接头、消耗部件等）。 - 应随时参考对供气罐、调节阀、低温冷却供应品、供给压力等预期的要求。
安装和首次启动	如何将 GC 安装在实验室工作台上。连接相关信号线。	安装过程中。
操作手册	常用键盘功能。使用键盘开始运行和序列。当连接到 Agilent 数据系统时使用键盘。方法和序列概述。启动和关闭。如何在安装后检查 GC 性能。节约能源（休眠 / 唤醒）。设置早期维护反馈。配置。	- 了解常见操作任务（进行运行、调用方法、运行系列样品）。 - 了解处于数据系统控制下时如何使用 GC 键盘。 - 短期或长期关闭之前。 - 在经过一段无活动的时间后启动 GC。 - 在您需要根据出厂标准验证仪器性能时，例如，在执行某些维护过程后。 - 了解如何正确配置 GC 组件，特别是新安装的组件。
高级操作手册	通常不需要每日使用的过程和操作原理：编程；有关方法和序列的详细信息；进样口（色谱柱）流量和压力模式；进样口、检测器、阀、柱箱及其他设定值详细信息；输出信号设置。	- 开发方法时。 - 单独运行 GC 时（没有数据系统）。 - 了解有关设置的详细信息。
维护 GC	维护 GC 的过程，包括用于所有标准进样口和检测器选件的过程。备用部件信息。使用早期维护反馈 (EMF) 的说明。	- 查找备用部件或消耗部件。 - 在 GC 上执行任何维护之前。

表 1 7890B GC 学习产品

学习产品	内容	何时使用此文档
故障排除	解决 GC 问题的过程。问题症状以及解决 GC 或色谱图或硬件问题的解决方案。确定问题是与硬件相关、与软件相关还是与其他因素（如样品准备）相关的过程。	尝试找出导致发生意外性能问题时。
GC 软件熟悉	介绍 GC 的数据系统控制软件用户界面。介绍 EMF 和配置的概念，以及其他新功能。	在数据系统用户界面中查找设置。
数据系统帮助	用于创建和编辑 GC 方法的主题和任务。	回答有关使用软件控制 GC 的问题。

语言版本

Agilent 提供多种语言的 7890B 学习产品。下面的表 2 列出了适用于每种手册格式（打印、Adobe PDF 或 HTML）的手册和语言。

表 2 适用于 GC 手册的语言

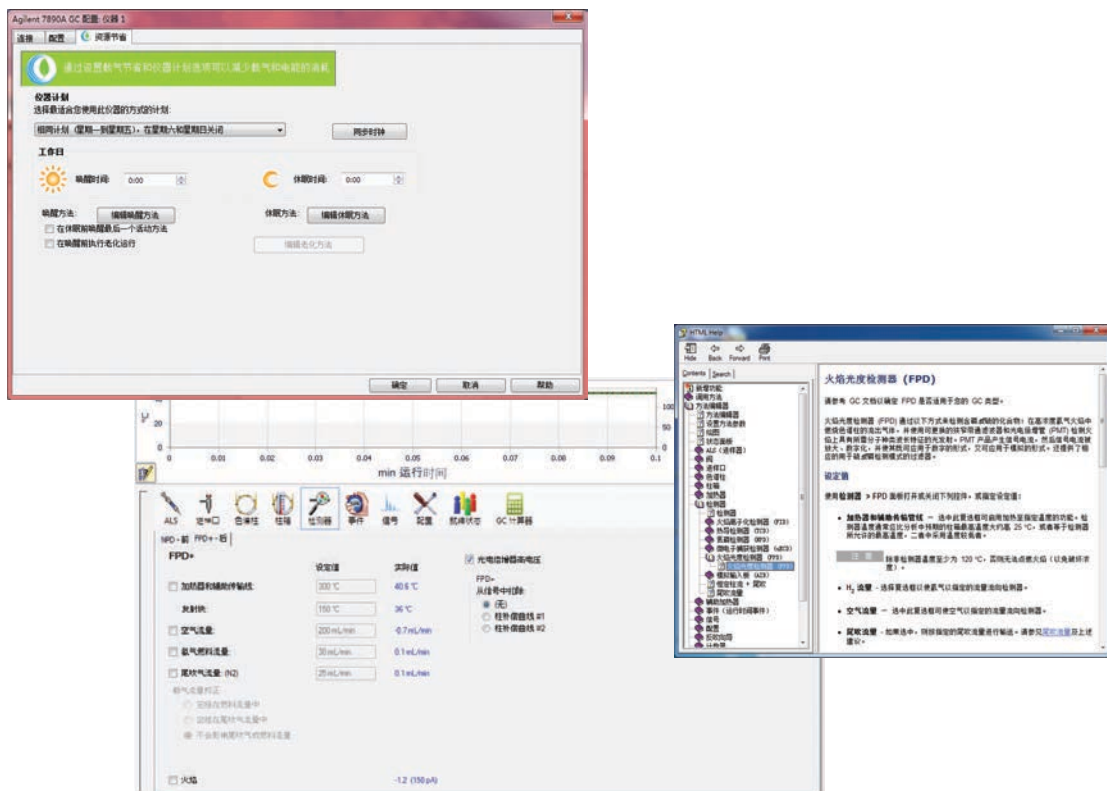
手动	格式	西班牙文	英文	中文	法文	德文	意大利文	日文	巴西葡萄牙文	俄文
入门指南	打印	✓	✓				✓	✓		
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
安全手册	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
安装和首次启动	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
GC、GC/MS 和 ALS 现场准备工作指南	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
维护 GC	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
故障排除	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
操作手册	HTML	✓	✓				✓			

表 2 适用于 GC 手册的语言

手动	格式	西班牙文	英文	中文	法文	德文	意大利文	日文	巴西葡萄牙文	俄文
高级操作手册	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	HTML	✓								
	PDF	✓								
软件熟悉	HTML	✓	✓				✓	✓	✓	

联机帮助

除了硬件手册外，GC 数据系统还包括内容丰富的联机帮助系统，其中包含有关使用软件的详细信息、常用任务以及视频教程。



用户应用程序

除了硬件手册外，您还可以在 Agilent GC 和 GC/MS 用户手册和工具 DVD 上找到多个用户应用程序。请参阅下文以获得可用的应用程序列表，如部件查找器、GC 固件更新工具以及各种方法开发人员工具。





安装部件查找器，单击仪器的图像即可快速查找备用和消耗部件。

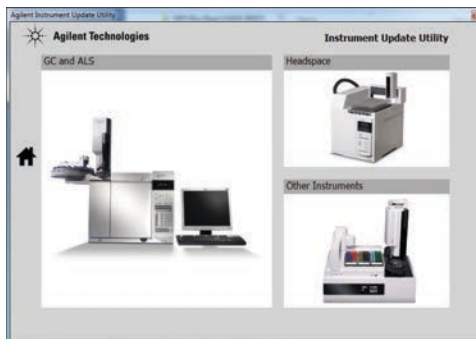
您可以快速单击照片和插图以指定相关的仪器组件（例如，特定类型的进样口或检测器、离子源或进样器样品盘），然后可以直观地浏览到所需的部件，而不是在目录或手册中翻阅。

Parts Finder 不但可以在订购部件时节约时间，而且它还可以从 Internet 进行自动更新，因此您总是可以获得所有仪器的最新部件列表。

1 入门指南



安装 GC 固件更新工具以将最新固件安装到 GC 和进样器系统上。



安装方法开发人员工具，如方法转换器，以帮助将氮气载气方法转换为使用氢气。



教育机会



Agilent 专门设计了客户课程，可帮助他们了解如何在最大程度上利用 GC，并了解新系统的所有强大的功能：

R1778A – Agilent 7890 A/B GC 和 OpenLAB ChemStation 操作

R1914A – Agilent 7890 A/B GC 故障排除和维护

R2255A – Agilent 7890 系列 GC 和 OpenLAB EZChrom 操作

有关课程详细信息和教育机会，请访问

<http://www.agilent.com/chem/education>，或致电您当地的 Agilent 销售代表。

8355 SCD 和 8255 NCD 概述

图 1 到图 5 展示了在安装、操作和维护过程中使用或访问的 8355 SCD 和 8255 NCD 的控件、部件和组件。



图 1 检测器前视图（SCD 和 NCD）

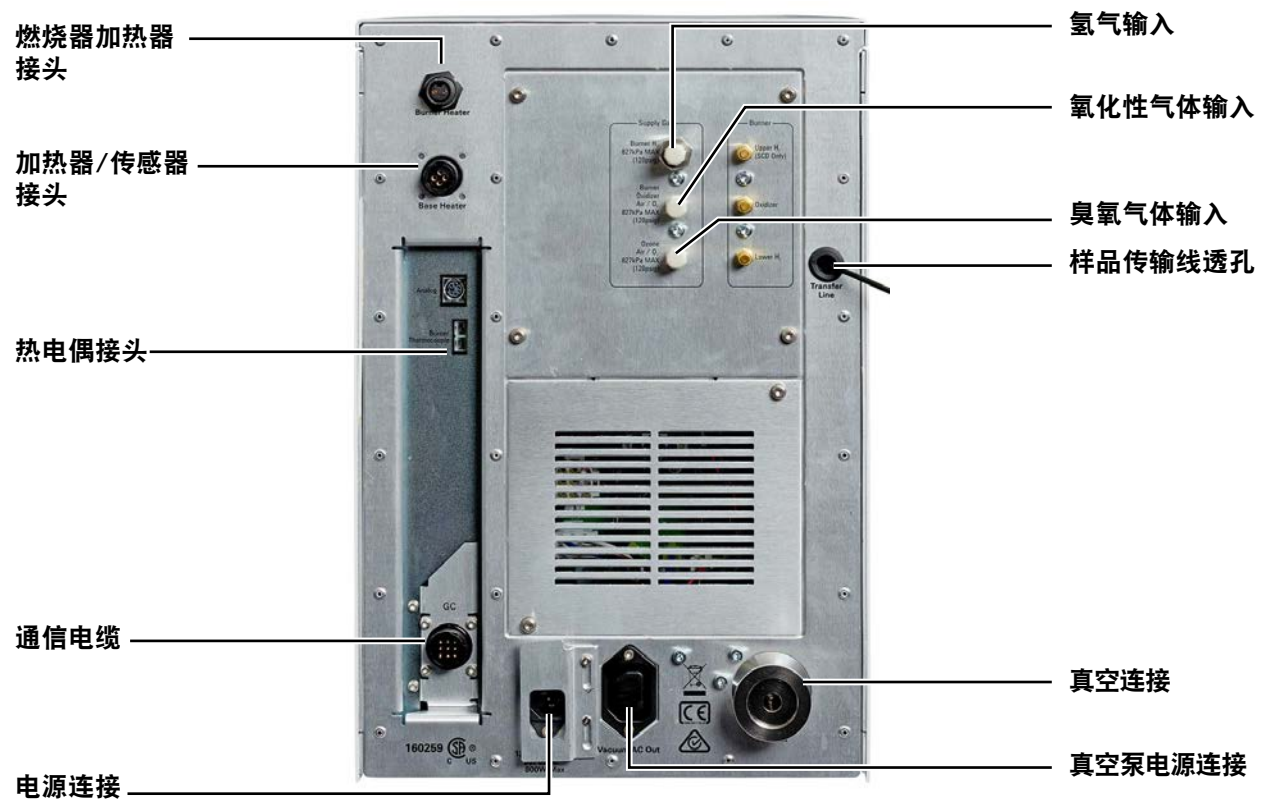


图 2 检测器后视图

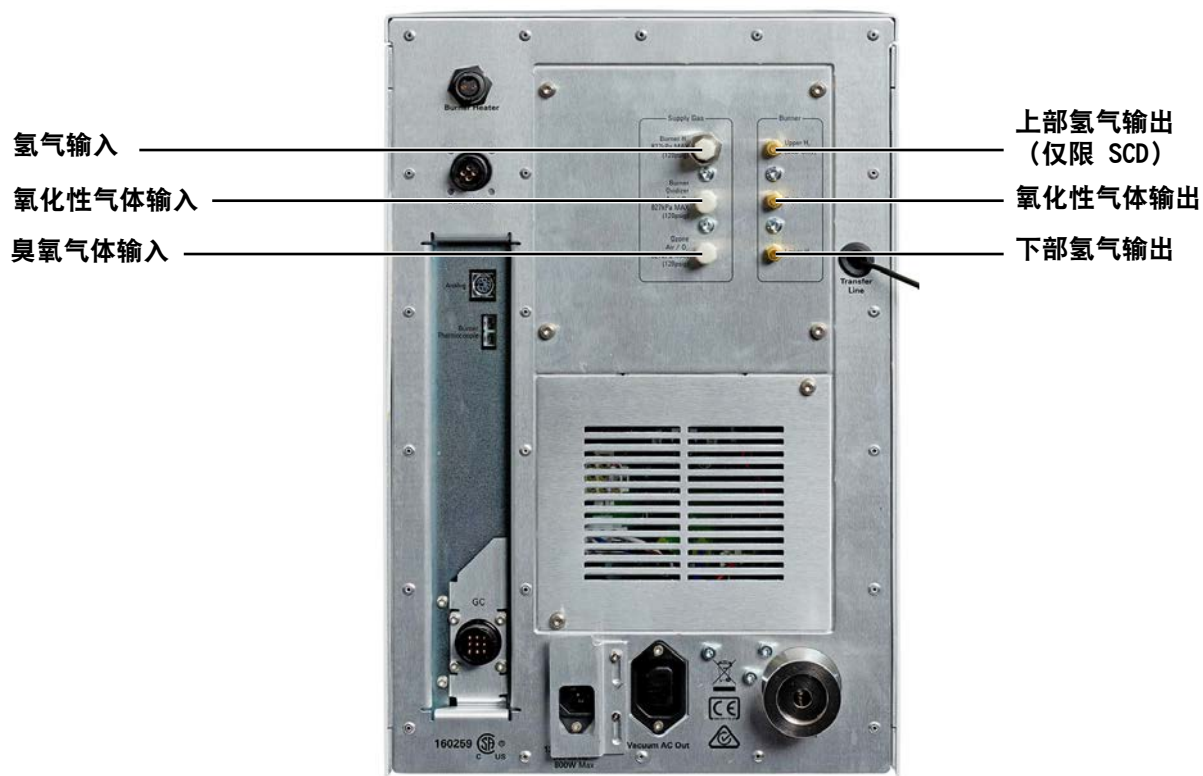


图 3 检测器气体连接

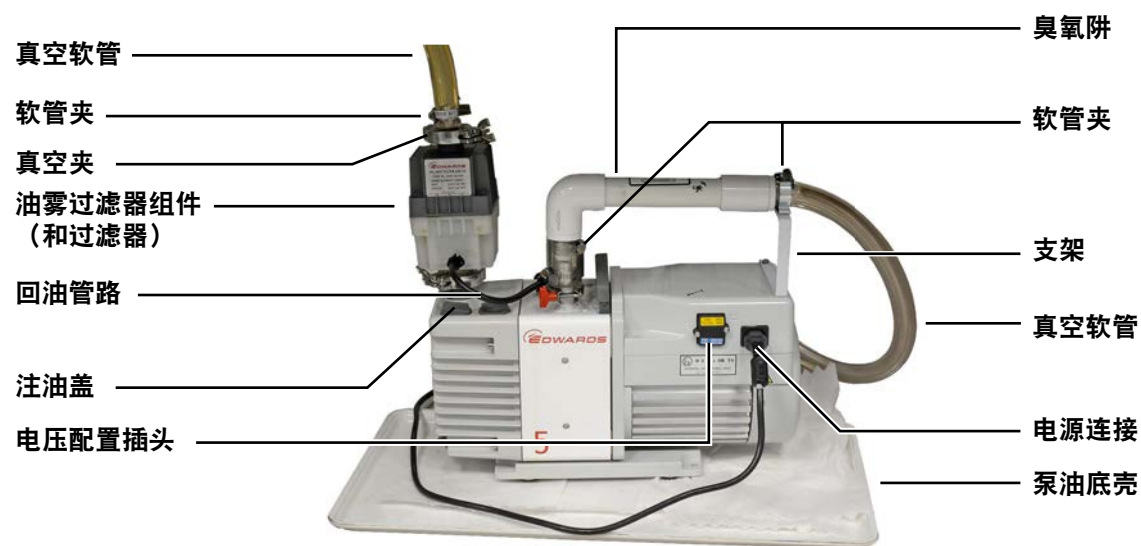


图 4 RV5 真空泵

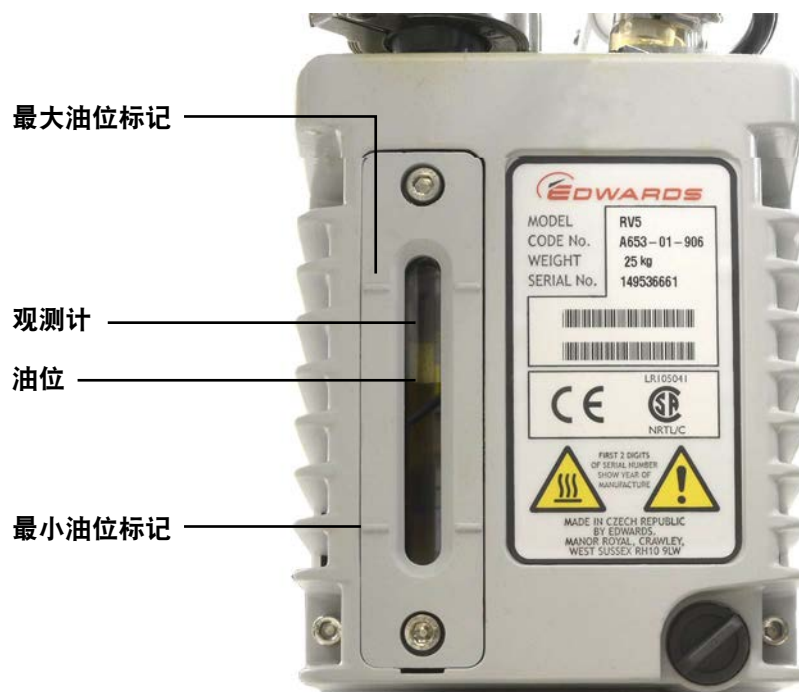
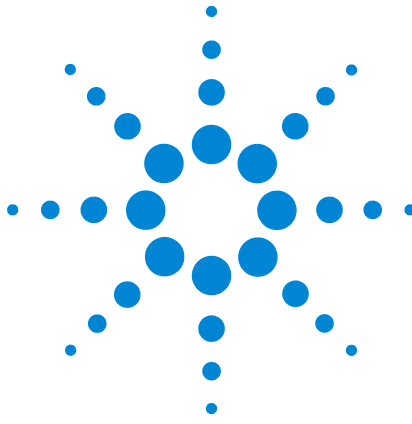


图 5 RV5 真空泵外视油量表

安装和首次启动概述

下文简要概述了安装过程。有关完整的安装详细信息，请参阅《安装和首次启动》指南。

- 1 如果尚未安装，请安装 GC 和 Agilent 数据系统。（如果存在另一个检测器，请验证其性能。）
- 2 将检测器放在工作台上。卸下保护盖。
- 3 准备 GC。冷却 GC，然后关闭并拔下电源线。拆下盖板。
- 4 准备检测器安装位置。
- 5 打开真空泵的包装。取下插头。安装油凝聚过滤器和镇流器。
- 6 安装真空泵。
- 7 验证电源配置。
- 8 安装燃烧器组件。
- 9 连接供应气。
- 10 连接检测器气体。
- 11 连接检测器电缆和线缆。
- 12 将电缆连接到 GC 和检测器。
- 13 连接电源。
- 14 安装色谱柱。
- 15 安装 GC 盖板。
- 16 打开 GC 和检测器。
- 17 配置检测器。
- 18 创建校验方法并验证性能。



2 安全与规范信息

基本介绍	24
重要安全信息	25
符号	29
保险丝	30
安全与规范信息	31
目标用途	34
清洗	34
回收产品	34
技术援助	34

本章提供安装和使用 Agilent 8355 SCD 及 Agilent 8255 NCD 所需的重要安全与规范信息。操作检测器之前，请阅读并了解此信息。



基本介绍

本手册提供有关 Agilent 8355 SCD 及 Agilent 8255 NCD 的操作、维护和故障排除的指南。SCD 和 NCD 通常由经过 Agilent 培训的人员安装在气相色谱仪 (GC) 上。若要安装 SCD 或 NCD，请参阅《安装指南》了解相关说明。

除了此处的信息外，另请参考 GC 附带的 GC 安全信息。Agilent GC 手册在 Agilent Technologies GC 和 GC/MS 用户手册和工具 DVD 上提供。

重要安全信息

在使用 8355 SCD 或 8255 NCD 时，应始终牢记以下几个重要的安全注意事项。

检测器的多个内部部件均带有危险电压

如果 GC 和检测器与电源相连，即使电源开关已经关闭，下列部件上仍会存在潜在的危险电压：

- 检测器电源线与交流电源之间的线缆
- 交流电源
- 从交流电源到电源开关的线缆连接。

打开电源开关后，以下部件上也可能存在潜在的危险电压：

- 所有电子线路板。
- 与这些线路板相连的内部线缆。

请注意，GC 为检测器电子线路板和 EPC 模块供电。

静电释放可能会损坏 GC 的电子设备

静电释放可能会损坏检测器中的印刷线路 (PC) 板。除非绝对必要，否则请勿触摸任何线路板。如果必须拿取这些线路板，请配戴接地腕带，并采取其他防静电措施。无论何时取下 GC 右侧的外壳或者检测器的左侧或右侧外壳，都应配戴接地防静电腕带。

许多部件都会产生危险的高温

检测器许多部件的工作温度都很高，足以严重烫伤操作人员。这些部件包括但不限于：

- 双等离子燃烧器
- 与 GC 连接的检测器接口，包括色谱柱连接

务必待检测器的这些部位冷却到室温后，才可以接触这些部件。如果必须对高温部件进行维护，请使用扳手并配戴热防护手套。在开始对仪器的部件进行维护前，请尽可能待其冷却。

氢气安全

氢气用作燃气，在检测器中产生火焰。

警告

使用氢气 (H_2) 作为燃气时，应了解氢气可能会流入 GC 柱箱，并具有爆炸的危险。因此，应确保在所有连接均设置好之后再打开供气阀门，还应确保向检测器输送氢气时，检测器的色谱柱接头始终与一个色谱柱相连，或始终配有封盖。氢气是易燃气体。如果泄漏的氢气被限制在一个封闭的空间内，可能会有燃烧或爆炸的危险。任何情况下用到氢气时，都应在操作仪器前检查所有连接、管线和阀门是否有泄漏现象。维护仪器前务必始终关闭氢气的供气阀门。

氢气是一种常用的 GC 载气。氢气有潜在的爆炸危险，并具有其他的危险特性。

- 氢气在很大的浓度范围内都是易燃的。在大气压力下，氢气的体积浓度在 4 % 到 74.2 % 之间时是易燃的。
- 氢气的燃烧速度是所有气体中最高的。
- 氢气的点火能非常低。
- 氢气在高压下能迅速膨胀到大气中，因此会因静电放电而自燃。
- 亮光下不可见的非明火会引燃氢气。

关闭氢气

SCD 和 NCD 检测器使用氢气作为燃气。

检测器与 Agilent 7890B 或 7890A+ GC 配合使用时，GC 会监控所有氢气流。如果气流关闭（因为无法达到其流量或压力设定值）并且该气流配置为使用氢气，则 GC 会假定发生了泄漏并报告氢气安全关闭。

如果 GC 进入氢气安全关闭状态，检测器将会执行以下操作：

- 检测器加热区关闭。
- 检测器氢气流关闭。
- 臭氧发生器关闭。
- 真空泵保持打开。

要从此状态恢复，请解决关闭的原因（气罐阀关闭、严重泄漏等）。关闭仪器和检测器，然后重新打开。

警告

GC 无法始终检测检测器气流管道是否泄漏。鉴于此原因，色谱柱接头务必与色谱柱相连，或安装有盖子或塞子，这一点至关重要。H₂ 气流必须配置为氢气，以便 GC 知道使用氢气。

测量氢气流量

警告

不要将氢气和空气或氧气混合在一起测量。这样会产生可被自动点火器点燃的爆炸混合物。为避免发生此类危险，请遵循下列事项：1. 在开始操作前关闭自动点火器。2. 始终单独测量气体。

当使用氢气作为检测器火焰或载气来测量检测器中的气体流量时，请单独测量氢气流量。当流量计中存在氢气时绝对不要允许空气流进入。

臭氧

警告

臭氧是一种有害气体，也是一种强氧化剂。应在通风良好的区域中使用仪器并将真空泵的废气排放到通风橱中，从而将臭氧暴露的可能性降至最低。仪器未使用时，应关闭臭氧发生器。

氧气环境

警告

富氧环境可促进燃烧，在高压和接触到污染的情况下，甚至可引发自燃。仅使用氧气量额定的成分，并确保在使用纯氧之前这些成分中的氧气清洁。

符号

无论是操作仪器，还是维护或修理仪器，都必须遵守使用手册或仪器上的警告信息。不遵守这些预防措施将会违反设计的安全标准和仪器的正确使用方法。Agilent Technologies 对客户由于不遵守这些规范所造成的损失不承担任何责任。

有关详细信息，请参阅随附的说明。



表示高温表面。



表示危险电压。



表示保护性导体终端。



表示存在潜在爆炸危险。



表示存在静电释放危险。



表示存在危险。有关标记项的信息，请参阅 Agilent 用户文档。



表明您绝不能将该电产品 / 电子产品扔进家中废弃物里



保险丝

8355 SCD 和 8255 NCD 需要保险丝才能正常运行。它们只能由经过培训的 Agilent 维修人员处理。

警告

要消除火灾隐患，只能使用相同类型和规格的保险丝进行更换。

警告

电击危险。更换保险丝之前，请断开仪器与主电源的连接。

表 3 交流电路板保险丝

保险丝指定	线路电压	保险丝规格和类型
F1/F2	全部	15 A, 250 VAC, IEC 类型 F（无时间延迟），陶瓷体
F6/F5	全部	0.75 A, 250 VAC, IEC 类型 F（无时间延迟），玻璃体
F4/F3	全部	10 A, 250 VAC, IEC 类型 F（无时间延迟），玻璃体

安全与规范信息

此仪器根据 IEC Publication 61010-1 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求进行了设计和测试，并可在安全条件下使用。说明文档包含用户必须遵守的以确保安全操作以及在安全条件下维护仪器的信息和警告。

有关 7890B GC 的常规安全与规范信息，请参考 GC 和 GC/MS 用户手册和工具 DVD 上提供的《7890B GC 安全手册》。以下章节提供 8355 SCD 和 8255 NCD 的特定信息。

Agilent 8355 SCD 和 8255 NCD 符合下列安全标准：

- 加拿大标准协会 (CSA): C22.2 No. 61010-1
- CSA/ 国家认可检测实验室 (NRTL): ANSI/UL 61010-1
- 国际电工委员会 (IEC): 61010-1、61010-2-010
- 欧洲标准 (EN): 61010-1

此产品属于安全类 I、污染程度 2、安装类别 II 产品。该产品必须使用与电源线整合在一起的保护性接地装置接线到主电源。如果中断设备内部或外部的保护性导体，可能会对仪器造成损坏。禁止有意中断。

使用本仪器时，如果不遵守 Agilent 提供的操作规范，可能会削弱仪器的防护功能。

Agilent 8355 SCD 和 8255 NCD 符合以下电磁兼容 (EMC) 和射频干扰 (RFI) 规范：

- CISPR 11/EN 55011: 1 组，A 类
- IEC/EN 61326



此 ISM 设备符合加拿大 ICES-001 标准。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



Agilent 8355 SCD 和 8255 NCD 是根据 ISO 9001 认可的质量体系设计和生产的。提供符合性声明。



欧盟用户处理废弃设备的说明: 在产品或其包装上的这个符号表示此产品不能与其他废弃物一起处理。相反，您有责任将废弃设备移交给进行电子废弃物 / 电子设备回收的指定收集点进行废弃设备处理。处理时分别收集和回收废弃设备将有助于保护自然资源并确保回收的方式能保护人类健康和环境。有关如何减少回收的废弃设备的更多信息，请与您所在地区的回收办事处或原先销售产品的经销商取得联系。

德意志联邦共和国噪音发射认证

声压 $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ (操作员) 或者, $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ (旁观者), 符合 DIN-EN 27779 规范 (类型测试)。

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ Operator and $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ Bystander nach DIN-EN 27779 (Typprüfung).

电磁兼容性

本设备符合 CISPR 11 的要求。该设备的操作应符合以下两个条件：

- 该设备不会产生有害干扰。
- 该设备必须接受任何接收到的干扰，包括可能引起非预期操作的干扰。

如果该设备确实对收音机或电视机的正常接收产生了有害干扰（可通过打开或关闭该设备进行判定），则建议用户采取以下一种或多种措施来排除干扰：

- 1 调整无线电或天线的位置。
- 2 移动该设备，使其远离收音机或电视机。
- 3 将该设备插入其他电源插座中，以使该设备与收音机或电视机处于不同的电路中。
- 4 确保所有外围设备均已通过认证。
- 5 确保使用型号正确的缆线连接设备和外围装置。
- 6 如果遇到问题，请向设备经销商、Agilent Technologies 或有经验的技术人员咨询以寻求帮助。
- 7 如果未经 Agilent Technologies 明确许可而擅自变动或改装该设备，用户可能会失去操作该设备的权利。

目标用途

必须按照 Agilent 产品用户指南中说明的方法来使用 Agilent 产品。任何其他使用方法可能会导致产品损坏或人身伤害。对于由于不正确地使用产品、未经授权对产品进行更改、调整或修改、未能遵照 Agilent 产品用户指南中的操作过程或产品的使用违反适用的法律、法规或规定所造成的所有损害，Agilent 概不负责。

清洗

清洗仪器时，请断开电源并使用不含棉绒的湿布进行擦拭。

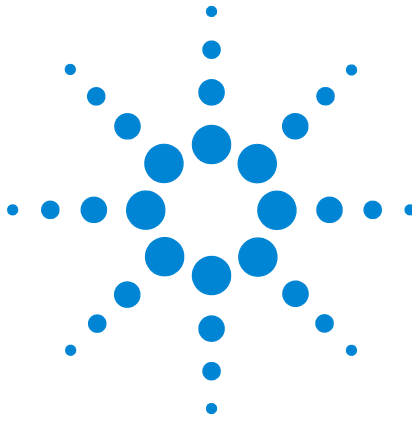
回收产品



有关产品的回收利用信息，请联系您所在地区的 Agilent 销售代表处。

技术援助

此仪器提供了有关操作、日常维护和故障排除的说明文档。要获取其他技术支持，请访问 Agilent 网站 (<http://www.agilent.com>) 上提供的技术支持页面，或者联系您所在地区的 Agilent 销售代表处。有关最新的联系信息，请访问 Agilent 网站，网址为：<http://www.chem.agilent.com/en-US/Contact-US/Pages/ContactUs.aspx>。



3 系统说明

指标	36
操作原理	37
主要组件说明	38

本章介绍典型的性能指标，并介绍 8355 SCD 和 8255 NCD 的操作原理。



指标

本节列出了在典型实验室环境中使用的新 Agilent 7890B GC 上安装的新检测器的已发布指标。

8355 SCD

指标	
典型最低检出限 (MDL)	< 0.5 pg (S)/s (Agilent 数据系统 ASTM 噪声的 2 倍)
线性	> 10^4
选择性	> 2×10^7 响应 S/ 响应 C ²
精度* 稳定性	< 2 % RSD (超过 2 小时)
	< 5 % RSD (超过 24 小时)
从室温升到 800 °C 的典型时间	10 min

* 通常每 30 分钟执行一次运行，收集 24 小时的数据。例如，24 小时时间范围将包含大约 48 个重复运行。

8255 NCD

指标	
典型最低检出限	< 3 pg (N)/s (Agilent 数据系统 ASTM 噪声的 2 倍)
线性	> 10^4
选择性	> 2×10^7 响应 N/ 响应 C
区域重复性	< 1.5 % RSD (超过 8 小时)
	< 2 % RSD (超过 18 小时)
从室温升到 800 °C 的典型时间	10 min

操作原理

Agilent 8255 和 8355 化学发光检测器通过将目标分子以化学方式分几步骤转换为发光的激发种类来对其进行检测。该发射光将由光电倍增管 (PMT) 转换为电信号。对于每个检测器，样本将在一个高温反应区（燃烧器）内和减压条件下与助燃气（对于 SCD 为空气，对于 NCD 为氧气）和氢气发生初步反应，形成 SO 或 NO 以及其他产物（如 H₂O 和 CO₂）。反应产物将流入一个单独的检测器模块中的反应池。在此反应池中，它们与使用臭氧发生器从氧气生成的臭氧 (O₃) 混合。O₃ 与 SO 或 NO 发生反应，分别产生 SO₂* 和 NO₂*。该反应池在大约 4-7 Torr 的压力下运行。这些高能量种类将通过化学发光法返回基态。发射光由 PMT 进行过滤和检测。产生的电信号与反应池中形成的 SO₂* 或 NO₂* 量成正比。样品通过臭氧破坏阱退出反应池，然后进入真空泵并到达出口。

SCD

SCD 使用臭氧与待测元素燃烧产物一氧化硫 (SO) 反应产生的化学发光（发光反应）：

硫化合物（待测元素） → SO + H₂O + 其他产品

SO + O₃ → SO₂ + O₂ + hv (< 300-400 nm)

真空泵产生的压力差将燃烧产物传输到反应池中，在该池中加入过量的臭氧。后续反应产生的光 (hv) 通过蓝敏光电倍增管进行光学过滤和检测，信号会进行放大以显示或输出到数据系统。

NCD

NCD 使用臭氧与燃烧产物一氧化氮反应产生的化学发光。一氧化氮与臭氧反应形成电子激发态的二氧化氮。激发态的二氧化氮在红光和红外谱图区域中发光，即化学发光反应。发出的光与样品的含氮量成正比：

NO + O₃ → NO₂ + O₂

NO + O₃ → NO₂ + O₂ + hv (约 600 至 3,000 nm)

光学反应发出的光 (hv) 由 PMT 进行光学过滤和检测。冷却器对 PMT 进行冷却，以减少热噪声并帮助测量红外光。来自 PMT 的信号会进行放大，以显示或输出到数据系统。

主要组件说明

燃烧器组件

燃烧器组件安装在检测器位置处 GC 的上方，并且包含色谱柱连接。

对于 SCD，燃烧器提供两个加热区：一个在底座上，一个在该组件上方较远的位置。在燃烧器底座区域中，色谱柱流出气流会在高温条件下与下部氢气流和空气相混合。生成的氢气火焰使流出气流燃烧。低浓度成份燃烧形成常见的燃烧产物；对于含硫化合物，燃烧产物包括 SO_2 。这些产物被上吸至通过陶瓷管，在陶瓷管中，温度甚至会更高，上部的氢气流与燃烧产物相混合，从而使 SO_2 还原成 SO 。

图 6 显示了 SCD 燃烧器组件的气流路径。

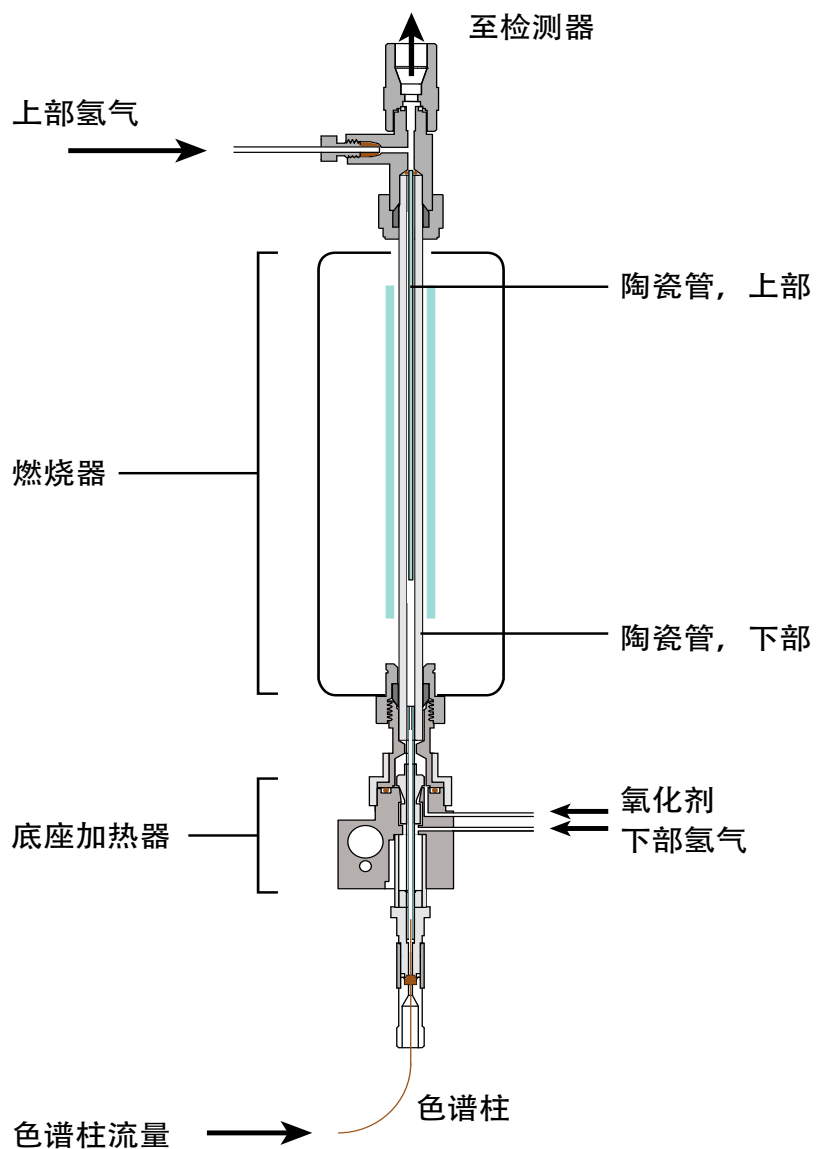


图 6 SCD 流

对于 NCD，燃烧器提供两个加热区：一个在底座上，一个在该组件上方较远的位置。在燃烧器底座区域中，色谱柱流出气流会在高温条件下与氢气和空气相混合。生成的氢气火焰使流出气流燃烧。低浓度成份燃烧形成常见的燃烧产物；对于含氮化合物，燃烧产物包括 NO_2 。这些产物被上吸至通过石英管和催化剂，然后在高温下将 NO_2 转换成 NO 。

图 7 显示了 NCD 燃烧器组件的气流路径。

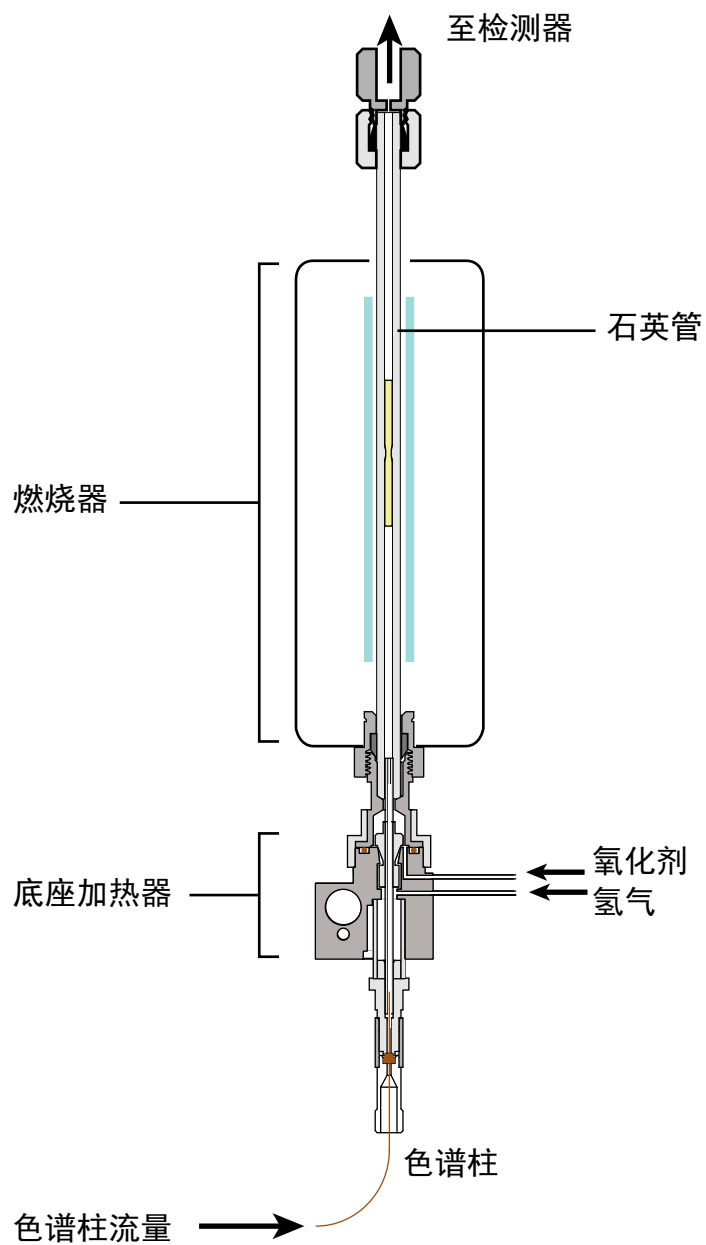


图 7 NCD 流

臭氧发生器

臭氧发生器用于提供臭氧，臭氧与反应池中的所有 SO 或 NO 发生反应，分别生成 SO_2^* 和 NO_2^* 。这些高能量种类将通过化学发光法返回基态。

反应池和光电倍增管 (PMT)

臭氧发生器会向反应池中释放臭氧。此臭氧会与任何 SO 或 NO 发生反应，以分别生成 SO_2^* 和 NO_2^* 。当这些种类通过化学发光返回到基态时，光电倍增管会产生电流，电流大小与发射光强度成正比。带通滤波器用于优化硫或氮检测所用的检测器。

EPC 模块

检测器将使用两个电子压力控制模块控制氢气、助燃气（空气或氧气）和臭氧供应气（氧气）流量。

真空泵

两级油封式旋转真空泵在反应池中提供介于 3 和 10 Torr 之间的操作压力。此真空有助于将燃烧气体从燃烧器输送到反应池，并将臭氧从臭氧发生器输送到反应池中。真空泵还会降低反应池中发光种类的非辐射碰撞衰减。

臭氧破坏阱

检测器排放口和真空泵之间的化学阱会破坏臭氧，从而将其转换为双原子氧。未转换的臭氧会缩短泵的使用寿命。

油凝聚过滤器

油封式旋转真空泵使用部分打开的气镇来协助排除燃烧器中产生并传输到泵中的水。由于气镇打开且气体流量相对较高，因此，泵中蒸发的油可通过泵排放口流出去。要将油损失降至最低，泵排放口上安装了油凝聚过滤器，用于捕集蒸发的油并使其返回到真空储油器。

FID 转接头（可选）

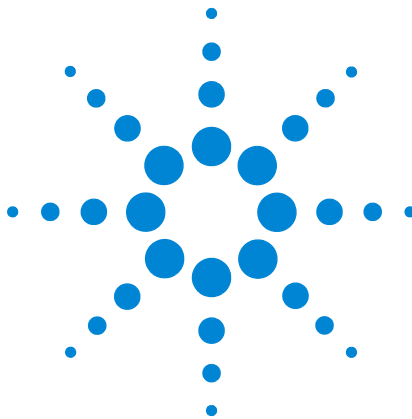
SCD 燃烧器通常作为单独的检测器直接安装在 GC 柱箱上。但是，某些应用还需要使用不带分流功能的单个色谱柱同时检测多种烃成分。为此，Agilent 提供了可选的 FID 转接头，利用它可将燃烧器组件安装在 FID 上，以便同时收集 FID 和 SCD 色谱图。在专用的 SCD 运行期间，色谱柱流出气流全部通过燃烧器到达检测器。在同时检测期间，约 10 % 的 FID 排放气体通过限流器吸入燃烧器，从而使 SCD 灵敏度降至约专用 SCD 燃烧器中所观测信号的 1/10。

NCD 冷却器

对于 NCD，检测器使用帕尔帖冷却器来降低 PMT 温度，进而减小噪声。此冷却器参考当前环境温度对 PMT 进行冷却。实验室环境温度越高，PMT 温度可能就越高。环境温度波动可能导致 PMT 温度出现波动。

由于噪声和响应决定 MDL，因此，冷却器的效率会影响 MDL。根据环境温度，冷却器可能无法保持 PMT 中的温度足够低，而且 XCD 噪声将会增加，从而使 MDL 提高。

因为冷却器效率取决于检测器和实验室中的环境温度，所以，冷却器设定值不会影响检测器就绪状态。无论冷却器是否将 GC 冷却到设定值，GC 运行都会启动。



4 操作

基本介绍	44
设置参数	45
检测器稳定性和响应	49
典型运行条件	50
调整运行条件	51
启动	52
资源节省	53
关闭	54
在 GC 上配置流量自动归零	55
配置检测器	56

本章介绍如何使用 8355 SCD 和 8255 NCD。本章假定您熟悉数据系统（如果使用）以及 GC 前面板键盘和显示屏的使用。有关详细信息，请参阅数据系统联机帮助以及 Agilent *GC 和 GC/MS 用户手册* 和 *工具 DVD* 上提供的仪器文档。



基本介绍

集成版本

SCD 和 NCD 安装在 Agilent 7890B 或 7890A+ GC 上时，其编程和操作方式与 GC 上的任何其他检测器相同。对于 Agilent 数据系统用户，需使用集成的 GC 驱动程序来访问操作参数。对于独立 GC 用户，需通过 GC 前面板和键盘访问这些参数。驱动程序和 GC 键盘提供的设置和信息包括：

- 温度、流量和气体类型设置
- 序列集成
- 方法存储
- 早期维护反馈 (EMF) 设置、数据采集频率设置、错误记录、维护记录及状态信息

设置参数

此部分列出了适用于 SCD 和 NCD 的参数范围。可用设定值可为各种应用和方法开发提供大量适当的范围。有关设定值之间关系的重要详细信息，请参阅第 51 页上的“调整运行条件”。

参数和范围

下表列出了可用于检测器的参数。

表 4 8355 SCD 和 8255 NCD 的参数及范围

参数	范围, SCD	范围, FID-SCD	范围, NCD
方法			
底座温度	125 – 400 °C	125 – 400 °C	125 – 400 °C
燃烧器温度	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C
冷却器温度 (仅限 NCD)*	打开 / 关闭	打开 / 关闭	打开 / 关闭
氢气流量下限	5 – 25 mL/min	—	1 – 25 mL/min
氢气流量上限 (仅限 SCD)	25 – 100 mL/min	25 – 100 mL/min	—
助燃气流量	25 – 150 mL/min	5 – 100 mL/min	4 – 80 mL/min
O3 发生器流量	打开 / 关闭	打开 / 关闭	打开 / 关闭
O3 发生器高压	打开 / 关闭	打开 / 关闭	打开 / 关闭
真空泵	打开 / 关闭	打开 / 关闭	打开 / 关闭
配置			
助燃气类型	空气	空气	氧
O3 发生器气体类型	氧	氧	氧
忽略就绪状态	请参阅 GC 《操作手册》。		
信号	XCD。请参阅 GC 《高级操作手册》。		

* 冷却器 (PMT 冷却器) 的运行情况取决于当前检测器的环境温度。实际冷却器温度不会影响检测器的就绪状态。请参阅第 42 页上的“NCD 冷却器”。

请注意, PMT 电压固定为 800 V。

软件控制

使用 Agilent 数据系统时，打开一个联机会话，然后编辑仪器采集参数以更改方法设置。从方法编辑器中选择检测器，通常选择**检测器 > 前检测器**（或者选择**后检测器**或**辅助检测器**（根据您的设置而定）。请参阅图 8、图 9 和表 5。

SCD

	设定值	实际值
☒ 基座温度:	280 ° C	280 ° C
☒ 燃烧嘴温度:	800 ° C	800 ° C
☒ 上部 H ₂ 流量:	38 mL/min	38 mL/min
☒ H ₂ 流量下限:	8 mL/min	8 mL/min
☒ 氧化气流量 (空气):	50 mL/min	50 mL/min
☒ O ₃ 发生器流量		46.3 mL/min
☒ 臭氧发生器电源		
☒ 真空泵		
燃烧嘴压力:		363.2 Torr
反应池压力:		4.2 Torr
信号输出:		669.7 pA

SCD

从信号中扣除:

☐ (无)

☐ 柱补偿曲线 #1

☒ 柱补偿曲线 #2

图 8 数据系统中的示例 SCD 参数

NCD

	设定值	实际值
☒ 基座温度:	280 ° C	280 ° C
☒ 燃烧嘴温度:	450 ° C	450 ° C
☒ 冷却器温度		-10 ° C
☒ H2 流量:	3 mL/min	3 mL/min
☒ 氧化气流量 (O2):	10 mL/min	10 mL/min
☒ O3 发生器流量		35.9 mL/min
☒ 臭氧发生器电源		
☒ 真空泵		
燃烧嘴压力:		110.1 Torr
反应池压力:		1.7 Torr
信号输出:		60.1 pA

NCD

从信号中扣除:

☐ (无)

☐ 柱补偿曲线 #1

☒ 柱补偿曲线 #2

图 9 数据系统中的示例 NCD 参数

对于串联配置（例如前 FID-SCD），FID 将成为前检测器，而 XCD 将成为辅助检测器。

要使用数据系统控制访问配置参数，请选择**配置 > 模块**。有关示例，请参阅图 10。

前检测器

SCD

氧化气 空气

臭氧发生器气体 O2

后检测器

NCD

氧化气 O2

臭氧发生器气体 O2

图 10 SCD 和 NCD 配置参数示例

有关详细信息，请参阅第 56 页上的“配置检测器”。

GC 键盘控制

要访问 SCD 或 NCD 的方法参数，请按 [**Front Det**]、[**Back Det**] 或 [**Aux Det #**]（仅限串联 FID-XCD 配置）键。请参阅表 5。

要打开 PMT 电压，请先按 [**Config**]，然后按相应的检测器键（[**Front Det**]、[**Back Det**] 或 [**Aux Det #**]）。PMT 电压便可打开或关闭。PMT 在恒定电压 (800 V) 下运行。

识别检测器

表 5 列出了 XCD 的预期配置。

表 5 与 GC 线缆线束的连接

XCD 安装	哪个是 XCD 检测器？
前 XCD	前
后 XCD	后
单个前 FID-XCD（前串联 FID-XCD）	前：前 FID 辅助检测器 2：XCD
单个后 FID-XCD（后串联 FID-XCD）	后：后 FID 辅助检测器 2：XCD
双前 FID-XCD 和后 FID-XCD（双串联 FID-XCD）	前：前 FID 辅助检测器 1：前 XCD 后：后 FID 辅助检测器 2：后 XCD

检测器稳定性和响应

系统趋于稳定所需的时间取决于应用程序、系统清洁度、是否存在活性部位等因素。

- 启动现有系统时，通常需等待至少 10 分钟才能使用系统来收集数据。
- 新燃烧器或一组新陶瓷管可能需要长达 24 小时才能进入工作状态。将检测器设置为运行条件，并监控基线，直到基线对于您的应用来说已足够稳定。

典型运行条件

表 6 列出了 SCD 和 NCD 方法的建议起始条件。这些条件可为各种设备提供合意的结果。但对于特定的应用，需要优化这些条件才能提高其性能。

表 6 SCD 和 NCD 的典型运行条件

参数	SCD	NCD
底座温度 (°C)	250	250
燃烧器温度, °C	800	900
冷却器温度	N/A	打开
H ₂ 流量上限 (mL/min)	40	N/A
H ₂ 流量下限 (mL/min)	10	3
助燃气流量 (mL/min)	50 (空气)	8 (氧气)
O ₃ 发生器流量 (mL/min)	打开	打开
O ₃ 发生器高压	打开	打开
真空泵	打开	打开
燃烧器压力 (Torr), 典型读数	< 425 Torr	< 120 Torr
反应器压力 (Torr) (只读)	应低于 7 Torr	应低于 5 Torr

此外，SCD 和 NCD 的校验方法还提供了用于平衡良好检测限制、良好选择性以及可靠的陶瓷管寿命的示例参数。在所有 XCD 方法中：

- 始终保持助燃气在燃烧器中流动。
- 当没有用于保护系统的助燃气时，固件不会允许氢气流入燃烧器中。

在启动和关闭期间，始终先打开泵，最后再关闭泵以防止发生污染或损坏。

调整运行条件

第 45 页上的表 4 列出了每个参数的值范围（受 GC 固件限制）。要在针对特定应用的方法开发期间实现灵活性，此范围应该比大多数应用所需的范围更宽泛。

但是，需要特别注意 SCD 中的氢气流量。使用非常高的氢气流量（上限和下限，相对于助燃气流量）会永久损坏陶瓷管。这种情况可能无法恢复。请参阅第 99 页上的“氢中毒”。

SCD 氢气流量下限：非常高的流量会损坏陶瓷管。

NCD 氢气流量下限：NCD 可以在没有氢气流的情况下工作，尽管不推荐这样做。氢气火焰 / 等离子体可以帮助烧掉溶剂和重分子。如果在没有氢气流量的情况下运行 NCD，请将适用于氢气流量下限的 1/16 英寸管线连接到氧气气源。否则，管线内的残留氢气将继续扩散到燃烧器中，从而影响稳定性。

- 1 从检测器背面断开 **H2 流量下限**线路，并去掉检测器接头盖。
- 2 在检测器体的**助燃气**输出中安装 1/16 英寸的 Swagelok T 型接头。
- 3 将**助燃气**和 **H2 流量下限**线路连接到此 T 型接头。

通常，您需要对建议的起始条件进行调整，才能创建适合您应用的方法。优化 SCD 或 NCD 方法参数时，请考虑以下几点：

- 如果氢气与助燃气的比率较高，最初可能会表现出比较高的响应，但稍后响应会降低，因为诸如碳灰或其他活性物质等污染物的积聚会导致检测器响应降低。
- 如果燃烧器在较高的温度下运行，可能会导致加热器、热电偶和密封材料的使用寿命缩短。

通常，对任何参数进行更改时，都应留出足够的时间使系统达到平衡。监控基线，直到其在新值下稳定。

启动

检测器的启动方式取决于您是否为检测器创建了具体方法。

如果存在有效的方法：使用 SCD/NCD 后（至少存在一种有效方法），调用此方法来启动检测器。调用此方法后，GC 将会打开真空泵和助燃气流量，同时还会打开除氢气流量之外的所有其他参数。GC 会监控温度并阻止氢气流动，直到底座温度达到 150 °C 且燃烧器温度达到 200 °C。检测器温度达到这些最低限值后，GC 便会打开氢气流。

在初始启动期间，或者在没有为 SCD 或 NCD 设置方法参数时，请按照如下方式启动检测器：

- 1 访问方法参数。
 - 在 GC 前面板上，按 **[Front Det]**、**[Back Det]** 或 **[Aux Det #]**。
 - 在数据系统的方法编辑器中，选择检测器。
- 2 打开真空泵。
- 3 设置助燃气流量并打开助燃气流量。
- 4 等待 1 到 2 分钟，使真空泵通过助燃气流动吹扫系统。
- 5 设置底座温度并将其打开。
- 6 设置燃烧器温度并将其打开。
- 7 仅适用于 NCD：设置冷却器温度并将其打开。
- 8 设置氢气流量并将其打开。
- 9 设置臭氧供应气流量，并将其打开。
- 10 打开臭氧供应气高电压。

GC 会监控温度并阻止氢气流动，直到底座温度达到 150 °C 且燃烧器温度达到 200 °C。检测器温度达到这些最低限值后，GC 便会打开氢气流。

如果需要，还可打开 PMT 电压。请参阅第 56 页上的“[配置检测器](#)”。

资源节省

为了在不活动期间（例如，夜间或周末）节省资源，可使用 7890B GC 的资源节省功能来调用休眠方法。（有关休眠和唤醒方法的详细信息，请参阅 GC 《操作手册》。）

SCD 或 NCD 的休眠方法应当会执行如下操作：

- 关闭所有氢气流
- 保持基础温度 125 °C 以防冷凝
- 将燃烧器温度至少保持在 200 °C 以防冷凝
- 将柱箱温度设置为 30 °C 以最小化色谱柱渗漏

另外，休眠方法还可以：

- 打开载气节省模式以减小色谱柱流量
- 关闭臭氧发生器和臭氧供应气流量
- 关闭冷却器（仅限 NCD）
- 如果载气和柱箱处于关闭状态，则关闭真空泵。（如果载气流处于打开状态，则不要关闭真空泵。在真空泵处于关闭状态时，任何载气流都将最终导致气流关闭。）

如果真空泵处于打开状态，最好打开助燃气流量。

关闭

如果检测器需要关闭很长一段时间，或者要对 GC 或检测器执行维护，请按如下方式关闭检测器：

- 1 访问方法参数。
 - 在 GC 前面板上，按 **[Front Det]** 或 **[Back Det]**，或者按 **[Aux Det #]**。
 - 在数据系统的方法编辑器中，选择检测器。
- 2 关闭臭氧供应气高电压。
- 3 关闭臭氧供应气流量。
- 4 关闭氢气流量。
- 5 仅适用于 NCD：关闭冷却器。
- 6 关闭燃烧器加热器。
- 7 关闭基本加热器。

注意

关闭时，GC 会在氢气流量关闭之后继续运行真空泵和助燃气流量，直到系统已进行大约 100 mL 助燃气的吹扫。此操作可防止残留水分造成污染。

- 8 关闭助燃气流量。
- 9 关闭真空泵。
- 10 关闭检测器电源。
- 11 关闭 GC（如果需要）。

警告

小心烫伤。 GC 的很多部件可能会处于危险的高温状态。如果对 GC 或检测器执行维护，请在关闭 GC 之前，先关闭所有加热区并对其进行监控，直到这些区域的温度达到安全操作温度。

另外，也可以创建一种方法来关闭所有检测器组件，然后调用该方法来关闭检测器。

在 GC 上配置流量自动归零

Agilent 建议将 GC 设置为自动将流量传感器归零，以减少漂移。有关详细信息，请参阅 GC 《操作手册》。

- 1 在 GC 键盘上，按 **[Options]**。
- 2 滚动至**校准**，然后按 **[Enter]**。
- 3 滚动浏览以选择相应的检测器（前检测器、后检测器、辅助检测器 2 或辅助检测器 1），然后按 **[Enter]**。
- 4 滚动至**流量自动归零 (H2 流量下限)**，然后按 **[On/Yes]**。（要关闭自动归零功能，请改按 **[Off/No]**。
- 5 对于 SCD，请对**流量自动归零 (H2 流量上限)** 重复上述操作。

配置检测器

对于 SCD 或 NCD，通常需要设置一次气体类型。SCD 使用氧气作为臭氧供应气，使用空气作为氧化气，而 NCD 使用氧气作为臭氧供应气和氧化气。

要使用 GC 键盘配置 SCD 或 NCD 的气体类型，请执行下列操作：

- 1 在 GC 键盘上，按相应键以访问检测器，例如 **[Config][Front Det]**。
- 2 滚动到 “**氧化气**”，然后按 **[Mode/Type]**（[模式 / 类型]）。
- 3 滚动至正确的气体类型（**空气** (SCD) 或**氧气** (NCD)），然后按 **[Enter]**。

如果使用数据系统控制，则可通过数据系统设置气体类型。

- 1 从数据系统打开 GC 参数用户界面。例如，在 Agilent OpenLAB 中，选择**主页 > 方法 > 仪器设置 > 配置 > 模块**。
- 2 为该方法选择气体类型。



前检测器
SCD
氧化气 空气
臭氧发生器气体 O2

后检测器
NCD
氧化气 O2
臭氧发生器气体 O2

图 11 SCD 和 NCD 配置参数示例

- 3 单击**确定**，然后保存方法更改。

PMT 电压只能通过 GC 前面板打开或关闭。要启用或禁用 PMT 电压，请执行下列操作：

- 1 在 GC 键盘上，按相应键访问检测器，例如，对于安装在前面的 XCD，按 [**Config**][**Front Det**]；对于安装在后面的 XCD，按 [**Config**][**Back Det**]。
- 2 滚动至 **PMT 电压**。
- 3 按**开 / 是**打开此电压，或者按**关 / 否**关闭此电压。按 [**Enter**]。



5 维护

维护日志和早期维护反馈 (EMF)	60
维护计划	61
跟踪检测器灵敏度	62
消耗品和更换部件	63
SCD 零件分解图	65
NCD 零件分解图	66
检测器维护方法	67
将色谱柱连接到检测器	68
更换内部陶瓷管 (SCD)	71
更换石英管 (NCD)	74
检查真空泵油	77
添加真空泵油	78
更换真空泵油	80
更换臭氧阱	82
更换油雾过滤器	83
清洁检测器外部	84
校准流量和压力传感器	85
更新固件	86

本章介绍正常使用 SCD 和 NCD 所需的日常维护过程。



维护日志和早期维护反馈 (EMF)

将检测器与 Agilent 7890B GC 组合使用时，使用早期维护反馈 (EMF) 功能来跟踪日常维护。可以在 GC 前面板和任何 Agilent 数据系统中访问 EMF 功能，该功能可帮助您在出现污染问题之前更换过滤器和机油。

Agilent 7890B GC 为 SCD、NCD 和真空泵提供以下计数器：

组件	具有计数器的部件	计数器类型	缺省值
检测器	检测器	进样次数	
	外管（仅限 SCD）	进样次数	
	内管（仅限 SCD）	进样次数	
	石英管（仅限 NCD）	进样次数	
	气体过滤器	时间（天数）	
真空泵	泵油	时间（天数）	3 个月
	油雾过滤器	时间（天数）	

如果不使用 GC EMF 功能，可以手动记录维护日志，以便跟踪以下内容：

- 维护日期和所执行的维护类型
- 可能会影响性能的运行变化，例如，温度设置和氢气流量发生的变化
- 常规方法运行期间的压力
- 背景信号（臭氧“打开”与臭氧“关闭”之间的差异）

维护计划

为了保持 Agilent 8355 SCD 和 8255 NCD 的最佳性能，应定期更换臭氧阱、油凝聚过滤器和真空泵油。有关各项的预期使用寿命，请参考表 7。

表 7 建议的 Edwards RV5 真空泵维护计划

组件	工作寿命*
化学捕集阱（将 O ₃ 转换为 O ₂ ）	约 6 个月
油凝聚过滤器	约 3 个月
油味过滤器	约 3 个月（根据需要）
泵油†	约 3 个月
油位	每周进行检查

* 工作寿命基于检测器工作期间（燃烧器和臭氧生成器处于“打开”状态）所记录的总时间。

† 泵油可从供应商处购买，也可直接从 Agilent 购买：SAE 10W-30，稠化合成机油，例如 MOBIL 1 或 AMSOIL。

跟踪检测器灵敏度

除了使用 GC 和检测器的 EMF 功能外，还可以跟踪检测器灵敏度。灵敏度反映给定系统的性能特点，如果灵敏度降低，可能指示需要对检测器进行日常维护。灵敏度通常用以下方式报告：

$$\text{灵敏度} = \frac{\text{峰面积}}{\text{量}}$$

根据以下公式计算最低检出限 (MDL)：

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{噪音}}{\text{灵敏度}}$$

其中噪音是指 Agilent 数据系统报告的 ASTM 噪声。

消耗品和更换部件

要获得更完整的列表，请参阅 Agilent 消耗品和供应品的目录，或访问 Agilent 网站了解最新信息 (<http://www.chem.agilent.com/store>)。

表 8 SCD 和 NCD 的消耗品和部件

说明 / 数量	部件号
检测器部件	
陶瓷管，内部，小型 (SCD)	G6602-45005
石英管 (NCD)	G6600-80063
密封垫圈，1/4 英寸，石墨垫片，直型，10/pk， 用于 SCD 外部陶瓷管和 NCD 石英管	0100-1324
色谱柱安装工具	G3488-81302
硫化学发光测试样品	
氮化学发光测试样品	
真空泵部件	
RV5 泵 — 230 V — Inland	G6600-64042
泵托盘，RV5 泵	G1946-00034
PM 套件，RV5 油泵	G6600-67007
适用于 RV5 泵的油雾过滤器，用于 SCD/NCD	G6600-80043
更换油聚结过滤器，RV5 泵	G6600-80044
更换臭味过滤元件	G6600-80045
臭氧破坏阱	G6600-85000
回油管，RV5 泵	3162-1057
合成机油，Mobil 1	G6600-85001
NW 20/25 压圈 (用于油雾过滤器)	0100-0549
NW 20/25 压圈 (用于排气胶管)	0100-1398
工具	
漏斗	9301-6461
5 毫米通用扳手	8710-1838
平头螺丝刀	8710-1020
耐化学品手套，不含棉绒	9300-1751

表 9 SCD 和 NCD 的过滤器

说明 / 数量	部件号
气体清洁过滤器，硫（过滤硫和水气）	CP17989
气体清洁过滤器 SCD 套件，用于硫化学发光检测器	CP17990

表 10 用于毛细管色谱柱的螺母、密封垫圈和部件

色谱柱内径 (毫米)	说明	典型用途	部件号 / 数量
0.53	密封垫圈，石墨，1.0 毫米内径	0.53 毫米的毛细管色谱柱	5080-8773 (10/pk)
	密封垫圈，石墨，0.8 毫米内径	0.53 毫米的毛细管色谱柱	500-2118 (10/pk)
	手紧色谱柱螺母（0.53 毫米的色谱柱）	将色谱柱连接到进样口或检测器	5020-8293
0.45	密封垫圈，石墨，0.8 毫米内径	0.45 毫米的毛细管色谱柱	500-2118 (10/pk)
0.32	密封垫圈，石墨，0.5 毫米内径	0.1 毫米、0.2 毫米、0.25 毫米和 0.32 毫米的毛细管色谱柱	5080-8853 (10/pk)
	手紧色谱柱螺母（0.100 到 0.320-mm 色谱柱）	将色谱柱连接到进样口或检测器	5020-8292
0.1 – 0.25	密封垫圈，石墨，0.4 毫米内径	0.1 毫米、0.2 毫米、0.25 毫米和 0.32 毫米的毛细管色谱柱	500-2114 (10/pk)
	手紧色谱柱螺母（0.100 mm 到 0.320 mm 色谱柱）	将色谱柱连接到进样口或检测器	5020-8292
全部	密封垫圈，无孔	测试	5181-3308 (10/pk)
	毛细管色谱柱堵死螺母	用于测试任意密封垫圈	5020-8294
	色谱柱螺母，通用	将色谱柱连接到进样口或检测器	5181-8830 (2/pk)
	色谱柱切割器，陶瓷片	切割毛细管色谱柱	5181-8836 (4/pk)
	密封垫圈工具包	密封垫圈安装	440-1000

SCD 零件分解图

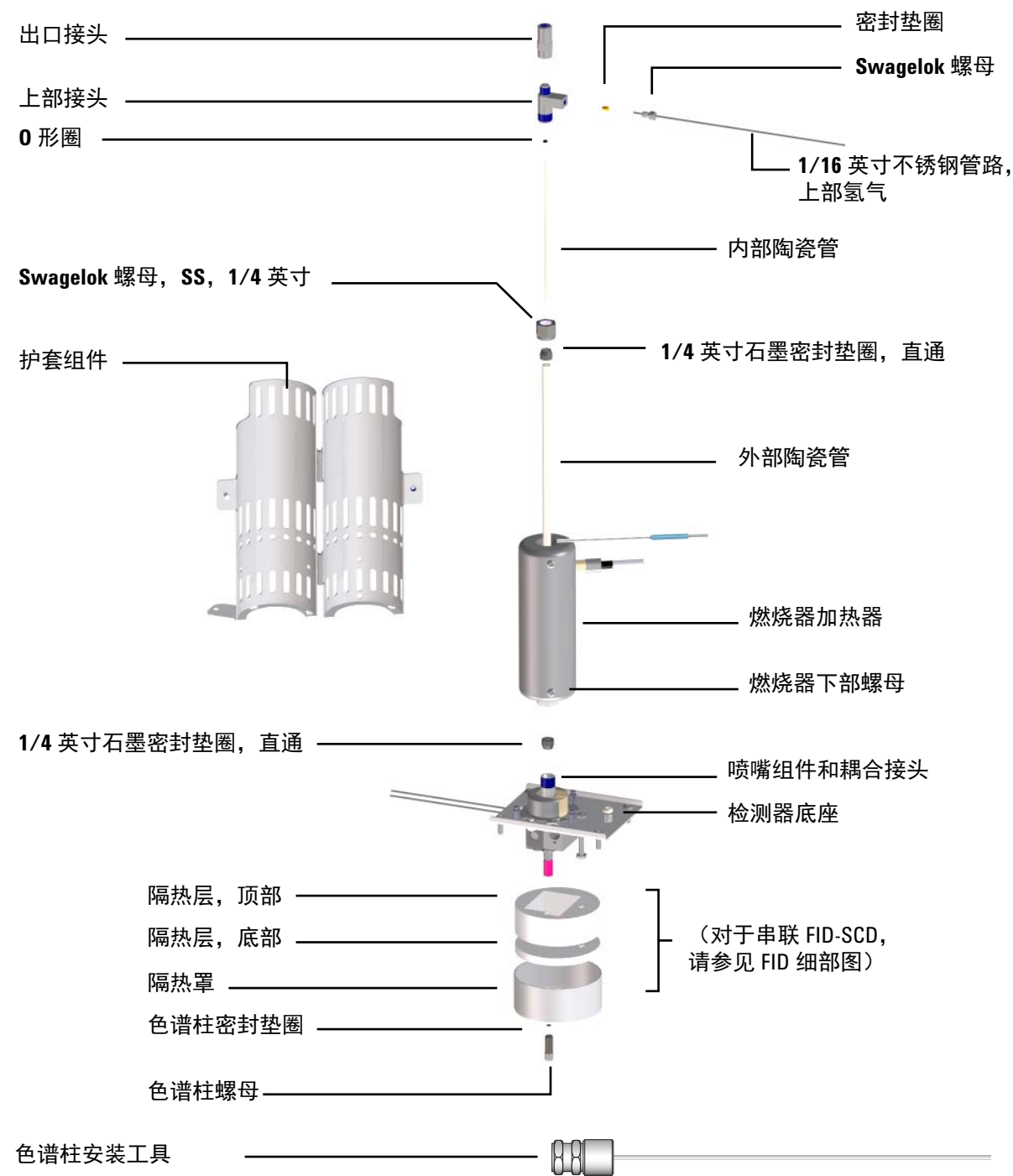


图 12 SCD 零件分解图

NCD 零件分解图

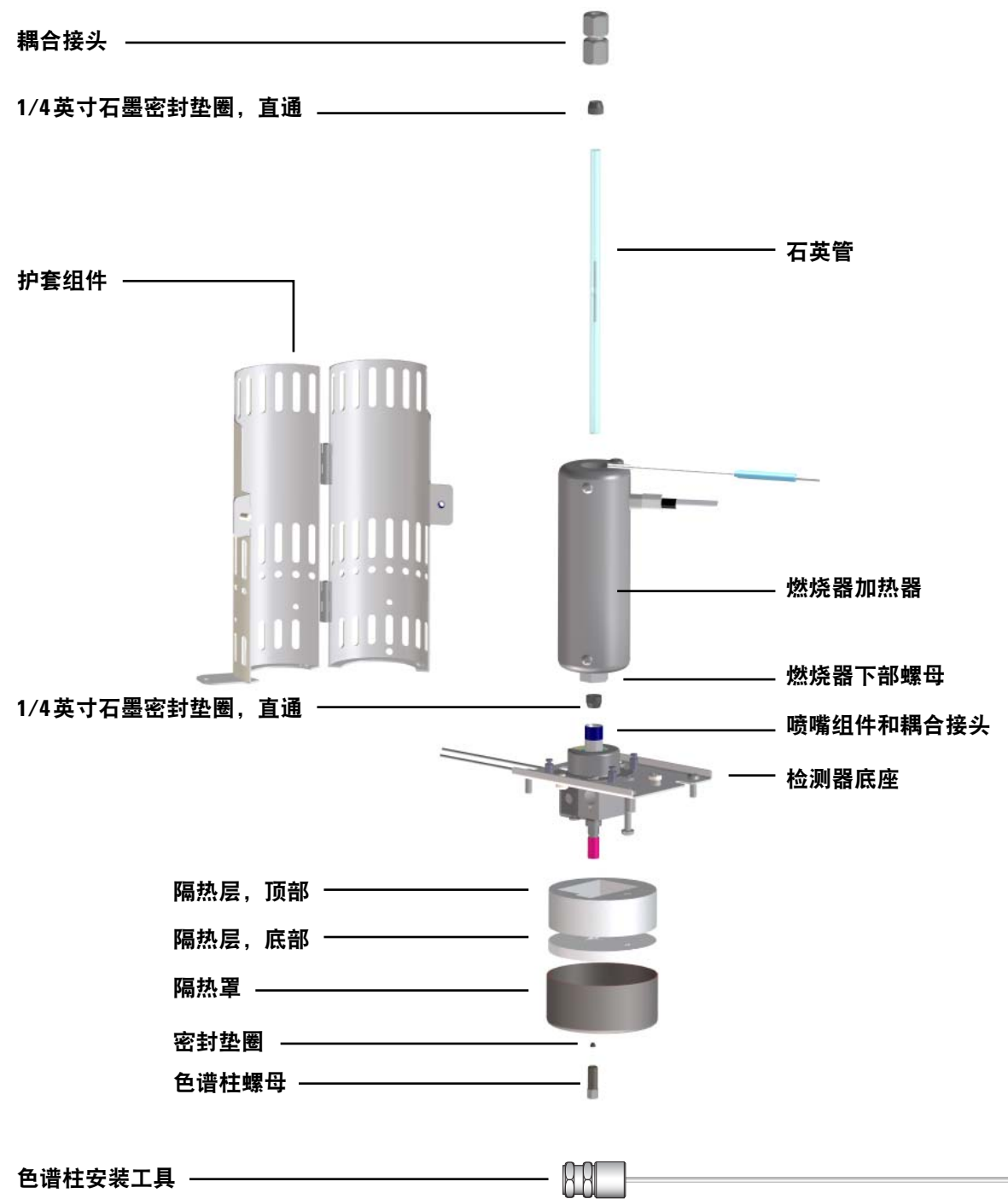


图 13 NCD 零件分解图

检测器维护方法

较好的做法是创建一种 GC 维护方法，为维护 GC 和检测器做准备。在执行维护之前调用此方法。

SCD 的维护方法应执行以下操作：

- 1 关闭加热器和燃烧器，让它们冷却。
- 2 关闭所有氢气流。
- 3 保持助燃气和臭氧供应气打开。
- 4 关闭臭氧发生器。
- 5 使真空泵处于开启状态。
- 6 使（氦气）载气一直流动。
- 7 将柱箱设置为 30 °C 以最小化色谱柱渗漏。
- 8 根据需要冷却 GC 的任何其他部件（柱箱、进样口等）。

NCD 的维护方法应执行以下操作：

- 1 关闭加热器和燃烧器，让它们冷却。
- 2 关闭氢气流量。
- 3 保持助燃气和臭氧供应气打开。
- 4 关闭臭氧发生器。
- 5 使真空泵处于开启状态。
- 6 使（氦气）载气一直流动。
- 7 将柱箱设置为 30 °C 以最小化色谱柱渗漏。
- 8 根据需要冷却 GC 的任何其他部件（柱箱、进样口等）。

将加热区域冷却到 40 °C 以下以进行安全处理。

将色谱柱连接到检测器

注意

此过程介绍如何将色谱柱直接连接到 XCD。在串联 FID-XCD 安装中，按照 FID 说明中的步骤将色谱柱安装到 FID 中。请参阅 GC 文档。

1 备齐下列各项（请参阅第 63 页上的“SCD 和 NCD 的消耗品和部件”）：

- SCD/NCD (G3488-81302) 的色谱柱安装工具
- 色谱柱
- 密封垫圈（用于色谱柱）
- 色谱柱螺母
- 色谱柱切割器
- 1/4 英寸开口扳手
- 隔垫
- 异丙醇
- 实验室用纸巾
- 无尘手套
- 接目放大镜

警告

柱箱、进样口或检测器可能很热，会造成烫伤。请戴上防护手套以免烫伤。

警告

在拿取、切割以及安装玻璃或熔融石英毛细管色谱柱时应佩戴护目镜，以防颗粒物溅入眼部。小心拿取这些色谱柱，以免刺伤皮肤。

小心

应佩戴干净的无尘手套，以防止部件沾上灰尘和皮肤分泌物。

2 为检测器做维护前的准备工作：

- a 调用 GC 维护方法并等候 GC 准备就绪。（请参见第 67 页上的“检测器维护方法”。）等到进样口、柱箱、检测器、阀箱、燃烧器组件和检测器底座冷却到安全处理温度 ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$)。
- b 关闭所有氢气流。（保持助燃气和臭氧供应气打开。）
- c 关闭臭氧发生器。

警告

氢气是易燃气体。对检测器执行维护操作之前，关闭所有检测器（和色谱柱）氢气流。

3 将隔垫、毛细管色谱柱螺母和密封垫圈安装到色谱柱上。

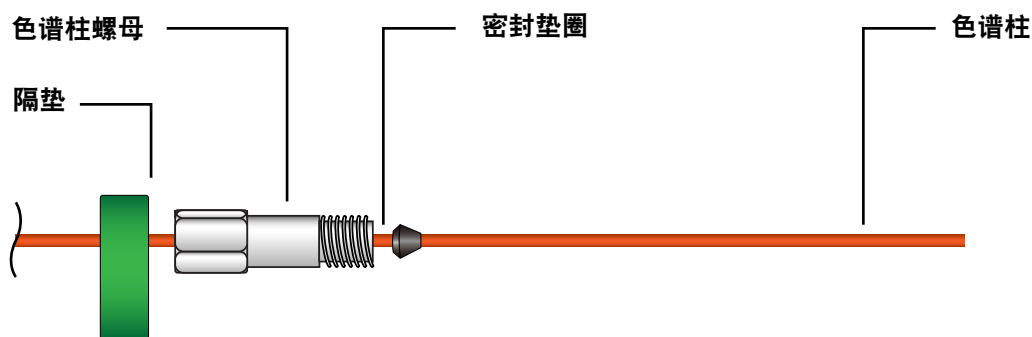


图 14 将隔垫、色谱柱螺母和密封垫圈安装到色谱柱上。

4 将色谱柱末端插入色谱柱测量工具，以便色谱柱末端伸出测量工具。

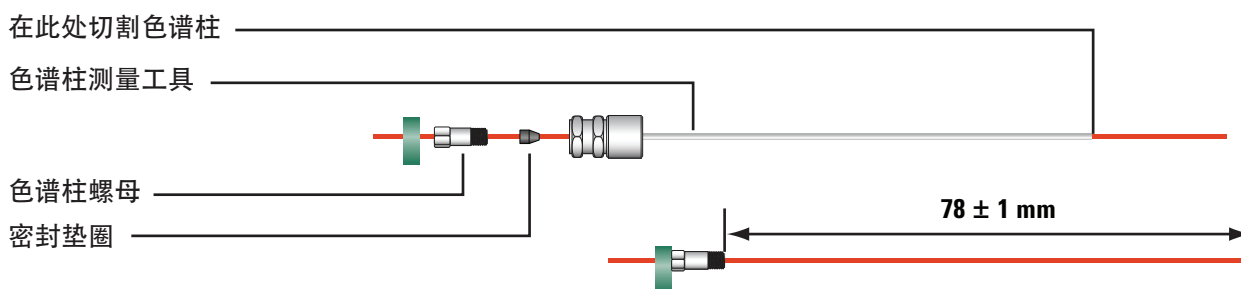
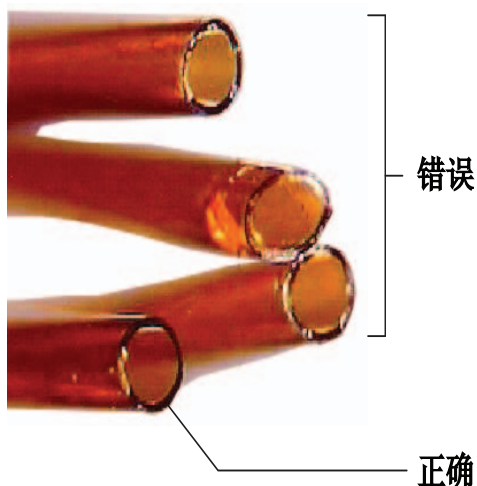


图 15 使用色谱柱测量工具设置色谱柱长度和套接密封垫圈

- 5 将色谱柱螺母拧紧到色谱柱测量工具上，直到色谱柱螺母夹紧色谱柱。再用一对扳手将螺母拧紧 $1/8$ 至 $1/4$ 圈。使隔垫紧贴色谱柱螺母基座。
- 6 用色谱柱切割片以 45° 的角度在色谱柱上刻线。
- 7 猛地折断色谱柱末端。色谱柱可能大约伸出工具末端 1 毫米。使用接目放大镜检查切割端，确保其上没有毛刺或锯齿状边缘。



- 8 从工具中取下色谱柱、螺母和套接密封垫圈。
- 9 用在异丙醇中浸湿的薄纸擦拭柱壁，擦去指纹和灰尘。
- 10 小心地通过螺纹将套接色谱柱旋入检测器接头。用手拧紧色谱柱螺母，然后再用扳手拧紧 $1/8$ 圈。

更换内部陶瓷管 (SCD)

要更换内部陶瓷管：

警告

柱箱、进样口和检测器可能很热，会造成烫伤。在开始操作前，将这些区域冷却到安全操作温度。

小心

应佩戴干净的无尘手套，以防止部件沾上灰尘和皮肤分泌物。

小心

此过程中的大多数步骤都需要使用两个扳手，一个用于使燃烧器处于稳定状态，另一个用于松开部件。始终使用两个扳手，以免过度扭转或弯曲燃烧器组件。

1 备齐下列各项：

- 两个 7/16 英寸开口扳手
- 3/8 英寸开口扳手
- 新 O 型圈
- 新陶瓷管
- 镊子
- 1/8 英寸端盖，用于传输线
- T20 Torx 螺丝刀

2 为检测器做维护前的准备工作。

- a 调用 GC 维护方法并等候 GC 准备就绪。（请参见第 67 页上的“[检测器维护方法](#)”。）等到进样口、柱箱、检测器、阀箱、燃烧器组件和检测器底座冷却到安全处理温度 (< 40 °C)。
- b 关闭所有氢气流。（保持助燃气和臭氧供应气打开。）
- c 关闭臭氧发生器。

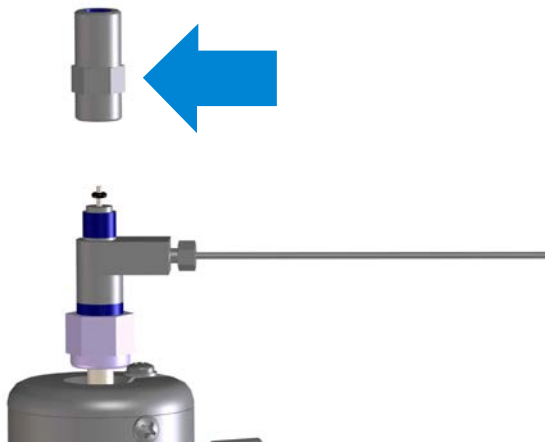
警告

氢气是易燃气体。对检测器执行维护操作之前，关闭所有检测器（和色谱柱）氢气流。

- 3 断开传输线，随后使用 1/8 英寸端盖快速遮盖开口。对传输线使用 3/8 英寸扳手，对上部接头使用 7/16 英寸扳手，使燃烧器组件处于稳定状态。
- 4 使用两个 7/16 英寸扳手从上部接头取下出口接头。
- 5 如果旧的 O 型圈被卡在出口接头的底部，可使用镊子或类似工具将其轻轻撬开，使其在接头中松动。
- 6 取下旧的内部陶瓷管。
- 7 在新的内部陶瓷管末端上放一个新的 O 型圈，然后沿着陶瓷管将 O 型圈滑动 7 mm 左右。（此尺寸并非关键因素。）



- 8 将陶瓷管和 O 型圈组件轻轻插入燃烧器中，直到它位于 O 型圈上。
- 9 调整出口接头的方向，使六角平头靠近上部接头（如图所示），然后安装在陶瓷管上方。拧紧出口接头将自动调整 O 型圈和陶瓷管的位置。用手拧紧。切勿拧得太紧。



- 10 将传输线重新安装在出口接头上。用手拧紧。切勿拧得太紧。
- 11 恢复检测器气流。
- 12 检查上部氢气接头是否有泄漏。根据需要纠正泄漏。
- 13 恢复其余的检测器运行条件。
- 14 重置 EMF 计数器。

更换石英管 (NCD)

要更换 NCD 石英管，请执行以下操作：

警告

柱箱、进样口和检测器可能很热，会造成烫伤。在开始操作前，将这些区域冷却到安全操作温度。

小心

应佩戴干净的无尘手套，以防止部件沾上灰尘和皮肤分泌物。

小心

此过程中的大多数步骤都需要使用两个扳手，一个用于使燃烧器处于稳定状态，另一个用于松开部件。始终使用两个扳手，以免过度扭转或弯曲燃烧器组件。

1 备齐下列各项：

- 两个 7/16 英寸开口扳手
- 3/8 英寸开口扳手
- 5/8 英寸开口扳手
- 新石英管
- 镊子
- 1/8 英寸端盖，用于传输线
- T20 Torx 螺丝刀
- 用于取下石墨密封垫圈的牙科工具或类似工具
- 2 个新的石墨密封垫圈

2 为检测器做维护前的准备工作。

- a 调用 GC 维护方法并等候 GC 准备就绪。（请参见第 67 页上的“[检测器维护方法](#)”。）等到进样口、柱箱、检测器、阀箱、燃烧器组件和检测器底座冷却到安全处理温度 (< 40 °C)。
- b 关闭所有氢气流。（保持助燃气和臭氧供应气打开。）
- c 关闭臭氧发生器。

警告

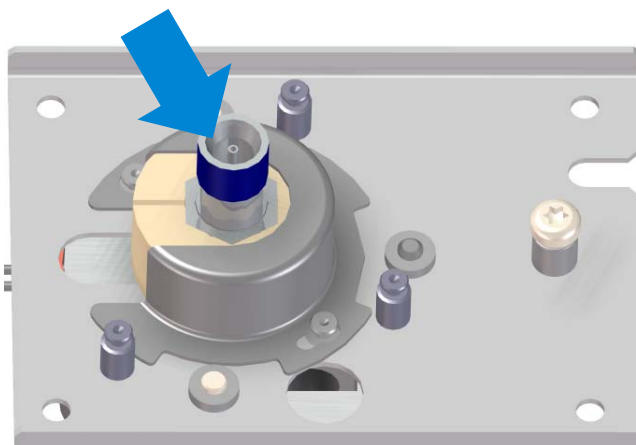
氢气是易燃气体。对检测器执行维护操作之前，关闭所有检测器（和色谱柱）氢气流。

- 3 取下保护罩。取下两个 T20 Torx 螺丝，逆时针旋转护罩将其从固定柱上移除，然后提起护罩。将护罩和螺丝放在一边，供稍后使用。
- 4 断开传输线，随后使用 1/8 英寸端盖快速遮盖开口。对传输线使用 3/8 英寸扳手，对上部接头使用 7/16 英寸扳手，使燃烧器组件处于稳定状态。
- 5 使用两个 7/16 英寸扳手，从石英管顶部的螺母中取下出口接头。
- 6 轻轻向上滑动螺母及其密封垫圈，将它们从石英管中取出。

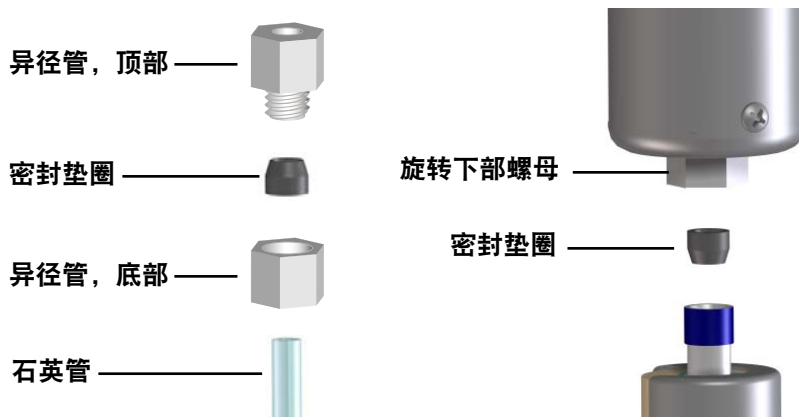
小心

石英管是易碎物品，很容易破碎或破裂。为避免损坏石英管，应小心拿取。

- 7 使用 5/8 英寸和 9/16 英寸扳手，从检测器底座组件内的耦合片中卸下燃烧器组件和管子。
- 8 检查耦合片内喷嘴周围的区域。如果有管子碎片，应使用镊子或类似工具将其移除。



- 9 轻轻上拉石英管使其通过燃烧器组件将其取出。石墨密封垫圈应保留在燃烧器底座的旋转螺母上。
- 10 使用牙科工具或类似工具从燃烧器底座的旋转螺母上卸下旧的石墨密封垫圈。
- 11 使用两个扳手拆卸异径管，然后卸下旧密封垫圈。
- 12 安装新的石墨密封垫圈。在这两种情况下，密封垫圈的锥形端朝外，远离燃烧器。



- 13 重新组装异径管。用两个扳手拧紧，直到安装到位。
- 14 向下滑动新的石英管使其通过燃烧器组件，直到它从底座中伸出大约 1 cm。（此尺寸并非关键因素。将下部螺母拧紧到耦合片上时，管子位置将进行调整。）

小心

将石墨密封垫圈拧紧到石英管上时，只需拧紧即可。过度拧紧会损坏密封垫圈或石英管。

- 15 小心将燃烧器组件降落到检测器底座上，用手将螺母拧到检测器底座组件上。用手指拧紧，然后使用扳手将其紧固到相应位置。切勿拧得太紧。
- 16 将螺母和密封垫圈放在石英管开口上方，使螺母开口端朝上。
- 17 将螺母安装到出口接头中，然后使用两个扳手拧紧。
- 18 将传输线重新安装在出口接头上。用手拧紧。切勿拧得太紧。
- 19 重新安装保护罩。
- 20 恢复检测器运行条件。
- 21 重置 EMF 计数器。

检查真空泵油

小心

当真空泵打开时，切勿添加或更换前级泵油。

每周检查一次泵油的油位和颜色。

- 1 检查前级泵窗口中的油位。油位应介于最大值与最小值标记之间。

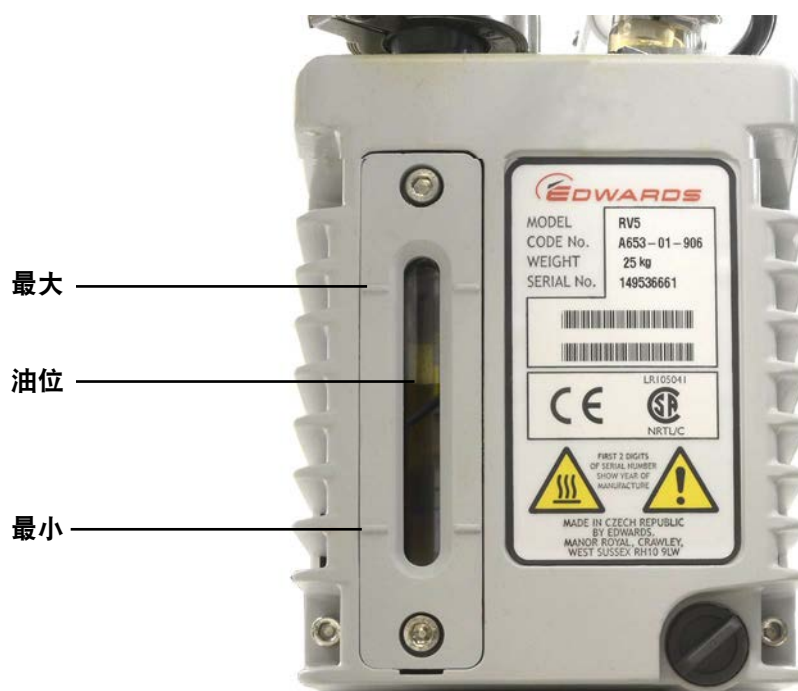


图 16 检查油位

- 2 检查以确认泵油的颜色是清澈的，或者几乎是清澈的但含有少量悬浮颗粒。如果泵油是深色的或充满了悬浮颗粒，应进行更换。
- 3 将维护记录在维护日志中。如果适用，重置 EMF 计数器。

添加真空泵油

当泵油位较低时添加泵油。

所需材料

- 漏斗 (9301-6461)
- 5 mm 通用扳手 (8710-1838)
- 耐化学品手套，不含棉绒 (9300-1751)
- 合成机油，Mobil 1 (G6600-85001)
- 护目镜

警告

当泵打开时，切勿添加泵油。

警告

注油盖和泵可能非常热。在触摸注油盖和泵之前，请检查它们是否已冷却。

小心

只能使用 10W30 合成机油，例如 Mobil 1。任何其他机油都可能会显著缩短泵的使用寿命并使泵的保修失效。

过程

- 1 关闭检测器并等待泵关闭。请参阅第 54 页上的“关闭”。
- 2 关闭检测器并拔下泵上的电源线。

- 3 取下真空泵上的注油盖。



- 4 添加新泵油，直到油位接近但不超过油位窗口旁的最大值标记。请参阅第 77 页上的图 16。
- 5 重新装上注油盖。
- 6 擦掉泵周围和下面的所有余油。
- 7 重新连接泵的电源线。
- 8 打开检测器并恢复运行条件。请参阅第 52 页上的“启动”。
- 9 将维护记录在维护日志中。如果适用，重置 EMF 计数器。

更换真空泵油

请每隔三个月或者在泵油发黑或变混浊时及时更换泵油。

所需材料

- 用于接取所用泵油的容器。
- 漏斗 (9301-6461), 5 mm 通用扳手 (8710-1838)
- 耐化学品手套, 不含棉绒 (9300-1751)
- 合成机油, Mobil 1 (G6600-85001)
- 护目镜
- 大号平头螺丝刀 (8710-1029)

警告

当泵打开时, 切勿添加泵油。

警告

注油盖和泵可能非常热。在触摸注油盖和泵之前, 请检查它们是否已冷却。

警告

不要触摸泵油。来自某些样品的残余物可能是有毒物质。请正确处理机油。

小心

只能使用 10W30 合成机油, 例如 Mobil 1。任何其他机油都可能会显著缩短泵的使用寿命并使泵的保修失效。

过程

- 1 关闭检测器并等待泵关闭。请参阅第 54 页上的“关闭”。
- 2 关闭检测器并拔下泵上的电源线。

- 3 在真空泵的排油口塞子下面放置一个容器。

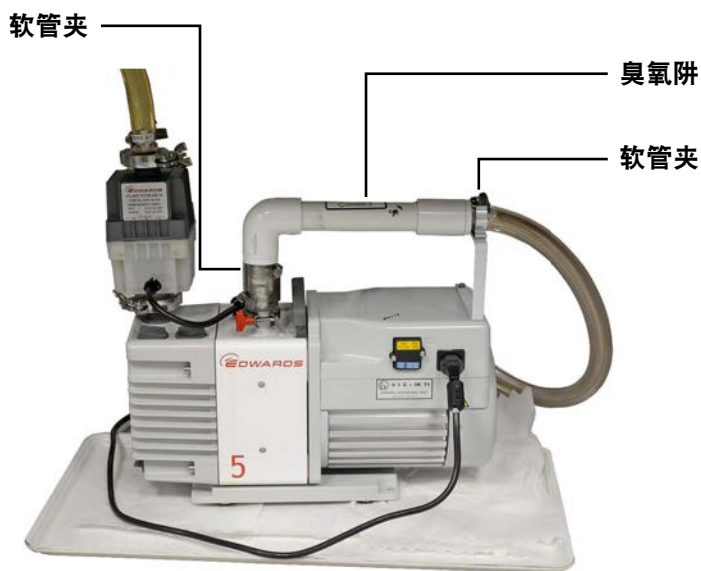


- 4 取下注油盖，然后打开排油口塞子。抬起泵的电机端将油完全排出。
- 5 重新安装排油口塞子。
- 6 添加新泵油，直到油位接近但不超过油位窗口旁的最大值标记。请参阅第 77 页上的图 16。
- 7 重新装上注油盖。
- 8 擦掉泵周围和下面的所有余油。
- 9 重新连接泵的电源线。
- 10 打开检测器并恢复运行条件。请参阅第 52 页上的“启动”。
- 11 将维护记录在维护日志中。如果适用，重置 EMF 计数器。
- 12 在大约 30 分钟之后，检查泵是否泄漏，24 小时之后再次进行检查。

更换臭氧阱

要更换臭氧阱：

- 1 调用方法冷却检测器，关闭加热器，然后关闭氢气流量。
 - 关闭加热器，让燃烧器冷却。
 - 使助燃气流量保持打开。
 - 关闭氢气流量。
 - 关闭真空泵。
 - 将 GC 柱箱设置为 30 °C（或将其关闭）以最小化色谱柱渗漏。
 - 使（氦气）载气一直流动。
- 2 让真空泵冷却到安全操作温度。
- 3 从支架上取下捕集阱组件和真空软管。
- 4 松开两个用于将旧臭氧阱固定到位的软管夹。



- 5 从泵的进气口软管上取下捕集阱。（如果需要，松开泵进气口处的夹子。）
- 6 从支架中提起旧捕集阱，然后从旧捕集阱上的有钩接头中取下检测器真空软管。
- 7 安装新捕集阱。确保位于新捕集阱上的流向箭头指向进气口接头。（捕集阱弯管必须位于最接近泵进气口的位置。）如果已从泵进气口中取下短接头软管，应重新安装该软管。

更换油雾过滤器

RV5 泵上的油雾过滤器具有两个组件：活性炭油味过滤器和油凝聚过滤器元件。要更换这些过滤器，应使用 **4 mm** 长柄六角扳手（已提供）拆卸油雾过滤器组件。较小的活性炭油味过滤器位于较大的油凝聚过滤器元件上面。建议在连续使用 **90** 天之后更换油凝聚过滤器元件，可以根据需要更换活性炭油味过滤器。更换过滤器之后，重新组装过滤器组件并将其连接到泵法兰。重置 **EMF** 计数器。

清洁检测器外部

警告

小心烫伤。燃烧器组件可能很热，会造成烫伤。在触摸之前，应冷却到安全操作温度 ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

警告

小心电击。在清洁检测器之前，请关闭检测器并拔下其电源线。

在清洁检测器之前，将其停机并关闭，然后拔下其电源线。使用一块湿布用水清洁检测器。切勿将液体直接喷洒到检测器上。使用一块干净的软布将检测器擦干。不要让清洗液滴到检测器或 GC 中，因为液体可能会损坏检测器或 GC 电子仪器。

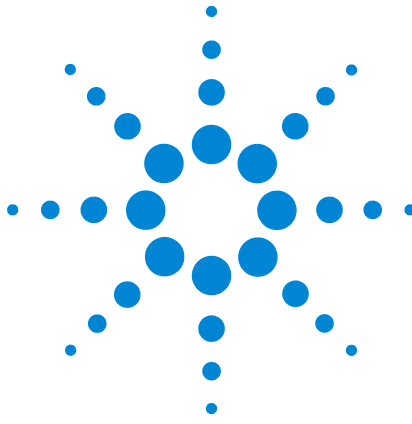
不要在燃烧器组件上使用清洁剂，否则可能会损坏燃烧器。

校准流量和压力传感器

8355 SCD 和 8255 NCD 使用电子压力控制模块。通常，将 7890B GC 设置为使用流量自动清零功能。通常不需要校准。不过，可根据需要手动将流量和压力传感器清零。有关详细信息，请参阅 GC 《操作手册》。

更新固件

GC 固件用于控制检测器。检测器的所有更新内容将通过 GC 固件加以应用。请参阅 **Agilent GC 和 GC/MS 用户手册和工具 DVD** 上的 GC 固件更新工具，或者从 **Agilent 网站 GC 支持页面** 下载该工具。



6 故障排除

解决检测器问题	88
故障排除表	89
LED 状态指示灯	92
检测器消息	93
泄漏	94
电源问题	96
臭氧发生问题	97
焦化	98
氢中毒	99
气体受到污染	100

本章介绍如何排除和解决在使用 Agilent SCD 或 NCD 时遇到的典型问题。



解决检测器问题

对检测器有个基本了解有助于诊断和解决检测器问题。有关检测器的基本理论，请查看第 37 页上的“[操作原理](#)”。另请注意，本节旨在排除之前运行良好的检测器中出现的问题。如果尝试优化新的检测器应用程序，请参阅第 51 页上的“[调整运行条件](#)”，了解有关通过调整方法设定值来改善结果方面的建议。

很多症状可能是由于出现多个问题或者色谱技术不佳所导致的。以前，由于硫或氮化合物本身固有的反应性和不稳定性，很难对这些化合物进行分析。通常，最初认为是检测器导致的问题实际上是由于色谱技术不佳或其他系统故障（例如，色谱柱进样口接头有泄漏）导致的。因此，进行故障排除时，第一步是将问题归到 GC（进样口、进样器或色谱柱）、燃烧器组件或检测器（臭氧发生器、真空泵、光电倍增管或电子仪器）。诊断已处于工作状态的系统中出现的问题时，最好先恢复典型的典型运行条件。这些条件下的响应有助于确定问题是否是由方法设置导致的。

对于检测器，最好使用 GC 的维护日志和早期维护反馈 (EMF) 功能。此功能有助于检测器保持良好的操作流程，以防发生问题。有关更多信息，请参阅 GC 《操作手册》。

另外，请保留维护记录，以便跟踪检测器压力读数和背景信号（即臭氧“打开”与臭氧“关闭”之间的差异）。这些值随时间发生的变化可以指示维护到期时间。

下一节中的表 11 列出了许多常见问题、最可能的原因以及应采取的纠正措施。

故障排除表

表 11 排除检测器问题

问题	可能的原因	诊断	纠正措施
检测器问题			
无响应	无臭氧	臭氧打开与臭氧关闭时的输出信号差很小或不存在。	请参阅“无臭氧”。
无臭氧	高压变压器和 / 或臭氧发生器不工作。	臭氧打开与臭氧关闭时的输出信号差不存在，即使通过臭氧发生器的流量正常也是如此。	请联系 Agilent 进行维修。
	反应器池的臭氧供应受限。		请联系 Agilent 进行维修。
无响应	陶瓷或石英管损坏。		更换陶瓷管。请参阅第 71 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”或第 74 页上的“ 更换石英管 (NCD) ”。
响应低	氢气和助燃气流量不合适。	检查流量。	调整流量。
	检测器泄漏。		检查检测器是否有泄漏并修复所有泄漏。请参阅第 94 页上的“ 泄漏 ”。
	陶瓷管或石英管被污染。	如果看上去没有泄漏，请检查陶瓷管。污染可能是由于色谱柱渗漏、样品含有易挥发金属络合物以及大量成焦烃进样造成的。	更换陶瓷管。请参阅第 71 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”或第 74 页上的“ 更换石英管 (NCD) ”。
基线漂移	某种检测器气体被污染。	检查臭氧打开与臭氧关闭时的输出信号差。	检查内嵌供气捕集阱并进行更换。 更换检测器气体。
	助燃气管线有泄漏。		检查检测器是否有泄漏并修复所有泄漏。请参阅第 94 页上的“ 泄漏 ”。
	氢气供给管线有泄漏。		检查检测器是否有泄漏并修复所有泄漏。请参阅第 94 页上的“ 泄漏 ”。
非等摩尔响应有拖尾的峰	检测器气体受到严重污染。	与臭氧关闭时对比，背景信号很高。	检查内嵌供气捕集阱并进行更换。 更换检测器气体。

表 11 排除检测器问题

问题	可能的原因	诊断	纠正措施
有拖尾的峰	色谱柱连接不好。	验证色谱柱的入口和出口位置。在指示燃烧区内色谱柱的检测器接头处检查色谱柱是否有污渍。	重新安装色谱柱。请参阅第 68 页上的“ 将色谱柱连接到检测器 ”。
	管破裂。	确认压力和真空范围。检查色谱柱和密封垫圈。	更换陶瓷管。请参阅第 71 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”或第 74 页上的“ 更换石英管 (NCD) ”。
检测器加热区已关闭	热电偶打开。		请联系 Agilent 进行维修。
燃烧器压力过高。	石英或外部陶瓷管破裂。 1/16 英寸不锈钢氢气或助燃气管线泄漏或断开连接。		更换陶瓷管。请参阅第 71 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”或第 74 页上的“ 更换石英管 (NCD) ”。 检查连接。检查管线是否有泄漏。如果管线有裂缝，请联系 Agilent 进行维修。
	燃烧器有泄漏。		检查检测器是否有泄漏并修复所有泄漏。请参阅第 94 页上的“ 泄漏 ”。
燃烧器压力低于预期且响应不佳	内部陶瓷管破裂。		请参阅第 71 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”。

表 12 排除泵问题

问题	可能的原因	诊断	纠正措施
真空泵问题			
泵不启动	泵关闭或电源线已断开连接。		打开泵电源开关。 检查泵电源线。
启动时保险丝熔断	油发生乳化。	检查油的完整性。	更换泵油，并将单元插入壁内运行 10–15 分钟。 请联系 Agilent 更换熔断的保险丝。
泵内有水	凝聚过滤器破裂。	泵窗口内有乳黄色油。	更换凝聚过滤器和泵油。
反应池压力很高	臭氧破坏阱堵塞。	从真空管线上取下臭氧破坏阱，并重新检查压力读数是否为预期读数。	更换化学捕集阱。
	燃烧器与反应池断开连接。	检查连接。	
	真空泵有缺陷。		更换真空泵。
泵没有输油的声音	镇流器打开。	油位下降。	重置镇流器。请参阅特定于泵的章节。
凝聚过滤器内的油位很高	回油限流器堵塞。	回油管线内没有明显的油流动现象。	更换过滤器并清洁限流器。

LED 状态指示灯

使用检测器状态 LED 指示灯可以快速确定检测器的状态和就绪状态。LED 的颜色会根据检测器的当前状态发生变化。

- **绿色:** 表示加热器、冷却器 (NCD)、真空泵和臭氧发生器的电源正常。请注意, GC 对检测器电子仪器供电的电源独立于通过检测器前部的开关控制的电源。
- **黄色:** 表示检测器未准备好运行。电源已打开且可用, 但并非所有参数都已达到运行设定值。可能存在警告或其他消息。检查 GC 显示屏。
- **红色:** 表示故障或其他严重情况。可能存在故障或其他消息。检查 GC 显示屏。必须解决故障情况才能使用检测器。

检测器消息

检查 GC 状态显示屏上是否有检测器消息。GC 会显示运行期间出现的状态和错误消息，并将检测器维护和错误消息记录在 GC 日志文件中。有关详细信息，请参阅 GC 操作手册。

泄漏

臭氧泄漏

警告

臭氧是一种有害气体，也是一种强氧化剂。应在通风良好的区域中使用仪器并将真空泵的废气排放到通风橱中，从而将臭氧暴露的可能性降至最低。仪器未使用时，应关闭臭氧发生器。

如果您怀疑臭氧泄漏，请关闭检测器。切勿打开检测器主机。联系 Agilent 进行维修。

氢气泄漏

警告

不要将氢气和空气或氧气混合在一起测量。这样会产生可由较高的燃烧器温度点燃的爆炸混合物。为避免发生此类危险，请遵循下列事项：1. 开始之前先冷却燃烧器。2. 始终单独测量气体。

检查所有外部连接是否存在泄漏。请参见第 95 页上的“[检查氢气和氧化气泄漏](#)”。检查到检测器主机的供应气连接，以及检测器主机和燃烧器组件之间的连接。如果您怀疑检测器主机内部泄漏，请联系 Agilent 进行维修。切勿打开检测器主机。

氧化气泄漏

警告

富氧环境可促进燃烧，在高压和接触到污染的情况下，甚至可引发自燃。仅使用氧气量额定的成分，并确保在使用纯氧之前这些成分中的氧气清洁。

检查到检测器主机的氧化气供应气连接，以及检测器主机和燃烧器组件之间的连接。请参见第 95 页上的“[检查氢气和氧化气泄漏](#)”。如果您怀疑检测器主机内部泄漏，请联系 Agilent 进行维修。切勿打开检测器主机。

检查氢气和氧化气泄漏

要检查氢气或氧化气流路中是否存在泄漏，请执行以下操作：

- 1 检查所有外部接头是否存在泄漏。更正任何泄漏（根据需要拧紧或者重新建立连接）。
- 2 如果您仍怀疑存在泄漏，请建立典型的流量校验条件（对于 SCD，请参见第 106 页上的表 14；对于 NCD，请参见第 111 页上的表 15）。
- 3 将这些条件保持几分钟。如果检测器无法保持这些流速，请与 Agilent 联系进行维修。
- 4 如果检测器能够保持这些流速，请使用 GC 键盘或控制软件关闭所有的气流。
- 5 监视 GC 显示屏上的压力读数。按 **[Front Det]**（[前检测器]）、**[Back Det]**（[后检测器]）或 **[MS/Aux Det]**（[MS/辅助检测器]）。在真空泵运行时，反应池的压力应当降低到大约为 0（零）。燃烧器的压力应当降低到一个显著小于典型工作压力的值。由于燃烧器组件的内部配置，此过程将需要一些时间。如果燃烧器仍然保持较高的压力或正常压力，请与 Agilent 联系进行维修。

电源问题

排除 SCD 或 NCD 的电源问题时，请记住，对检测器电子仪器和流量模块供电的电源来自 GC 且使用 GC 电源开关进行控制。对 SCD/NCD 加热器、NCD 冷却器、真空泵和臭氧发生器供电的电源来自检测器主机且通过检测器电源开关进行控制。

未通电

如果检测器看上去没有电（即真空泵未运行且加热器未打开），请进行如下检查：

- 检查电源开关是否已打开。
- 检查电源线的连接是否正确。
- 检查建筑物内的电源供应。

如果电源线连接正确且用于检测器的建筑物电路正常工作，请联系 Agilent。

臭氧发生问题

在对臭氧发生器进行故障排除之前，先确认系统的其他组件均正常运行。例如，检查检测器外部连接中是否存在泄漏、检查进样口和进样口色谱柱接头是否有泄漏、检查真空泵是否正常运行、检查进样口和 ALS 是否正常运行等。

按照如下方式排除臭氧发生问题：

- 1 在 GC 显示屏上，记录检测器输出信号。
- 2 将真空泵和臭氧供应气流保持打开状态。
- 3 关闭臭氧发生器。
- 4 观察检测器输出信号。
- 5 打开臭氧发生器，再次检查检测器输出信号。

对于运行正常的检测器，臭氧供应气电压打开和关闭时通常会显示背景信号差。如果未发现任何变化，请联系 Agilent 服务部门。

焦化

某些样品基质中的污染物会降低灵敏度。例如，含有挥发性金属络合物的原油可能会污染陶瓷管。此外，某些含烃化合物由于不完全燃烧会在陶瓷管上留下焦炭沉积物。减小氢气流速可以去除燃烧器中的焦炭沉积物。

氢中毒

在相对助燃气流量大大低于氢气流量时，可能会出现 SCD 陶瓷管氢中毒。不论是由于方法设定值不正确还是助燃气流量出现问题导致出现此状态，此情况都会极大程度地减少响应或导致无响应。如果您怀疑出现氢中毒：

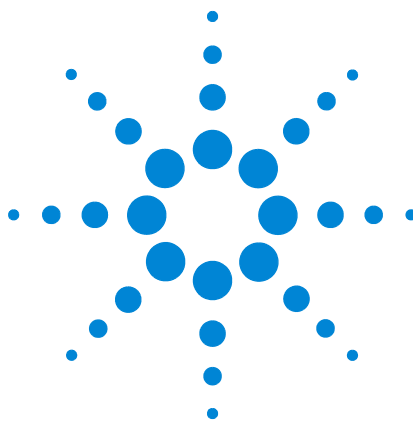
- 请检查是否有流量关闭情况，如果有，请解决此问题。
- 检查助燃气供给线到燃烧器组件之间是否有限制。
- 调用使用更高相对平衡流速的校验方法或其他方法。如果响应没有恢复，请更换陶瓷管。

如果响应没有恢复，请更换内部陶瓷管。如果响应仍没有恢复，请更换外部陶瓷管。不能对陶瓷管进行修理。

气体受到污染

Agilent 建议使用满足 *Site Preparation Guide*（场地准备指南）中相关要求的清洁气体。此外，Agilent 强烈建议使用优质捕集阱以尽量消除污染。使用清洁气体对于获得最佳性能至关重要。否则，气体中的硫和其他污染物可能会积聚在色谱柱中并逐渐渗出，从而降低陶瓷管的感光性并导致基线提升。

臭氧发生器供应管线中的湿气会形成酸，从而损坏或破坏臭氧发生器及其他检测器组件。Agilent 强烈建议对臭氧供应气使用高质量的水汽捕集阱，如带有水汽捕集阱的气体清洁过滤器系统。请参阅第 63 页上的“[消耗品和更换部件](#)”。



7 性能验证

关于色谱图校验	102
准备色谱图校验	103
检查 SCD 性能	105
检查 NCD 性能	110

本章介绍如何验证检测器正常运行。



关于色谱图校验

本节介绍的测试可基本确认 GC 和检测器在出厂条件下的性能。然而，由于检测器和 GC 其他部件的寿命不同，检测器的性能也有所不同。此处显示的结果代表典型操作条件下的典型输出，不是指标。

这些测试假定存在以下条件：

- 使用自动液体进样器。如果不可用，可使用合适的手动进样针而不是列出的进样针。
- 在大多数情况下使用 10- μ L 进样针。但是，也可以使用 5- μ L 进样针代替它。
- 使用介绍的隔垫和其他硬件（衬管、接头等）。如果使用其他硬件代替，性能可能会改变。

准备色谱图校验

由于色谱图性能的差异与消耗品的不同有关，因此 **Agilent** 强烈建议对所有校验测试使用此处列出的部件。如果不了解已安装的可消耗部件的质量，**Agilent** 还建议安装新的可消耗部件。例如，安装一个新的隔垫和衬管，以确保它们不会对结果产生污染。

GC 从工厂运达时，这些消耗品是新的，无需更换。

注意

对于新的 GC，检查已安装的进样口衬管。进样口中附带的衬管不是建议进行校验的衬管。

- 1 检查任何供气捕集阱上的指示器 / 日期。更换已用过的捕集阱。
- 2 安装进样口的新的可消耗部件，准备正确的进样器进样针（以及针头，如果需要）。

表 13 按进样口类型推荐的校验部件

推荐的校验部件	部件号
分流 / 不分流进样口	
进样针， 10-μL	5181-1267
衬管 “O” 形环	5188-5365
隔垫	5183-4757
衬管	5190-2295
镀金进样口密封垫，带垫片	5188-5367
多模式进样口	
进样针， 10-μL	5181-1267
衬管 “O” 形环	5188-5365
隔垫	5183-4757
衬管	5190-2295
冷柱头进样口	
隔垫	5183-4758
隔垫螺母	19245-80521
进样针， 5-μL 柱头	5182-0836
0.32 mm 针头，用于 5-μL 进样针	5182-0831
7693A ALS: 针头支撑插件，COC	G4513-40529

表 13 按进样口类型推荐的校验部件

推荐的校验部件	部件号
7683B ALS: 针头支撑组件, 用于 0.25/0.32 mm 进样	G2913-60977
插件, 熔融石英, 内径为 0.32-mm	19245-20525

准备样品瓶

进行性能验证需要 1 uL 进样量。SCD 和 NCD 的校验标样带有 3 个安瓿。

警告

在处理校验标样时, 请始终遵照其包装上建议的处理预防措施。

- 1 打开样品盒。
- 2 折断一个校验样品安瓿的顶部。
- 3 将标样转移到 2-mL ALS 样品瓶, 并盖住样品瓶。

检查 SCD 性能

1 备齐下列各项：

- 评估色谱柱，DB-1 30 m × 0.32 mm × 1.0 μm（部件号 123-1033）
- SCD 性能评估（校验）样品（5190-7003）：二乙基二硫醚 0.7 ± 0.002 mg/L、叔丁基二硫醚 1.0 ± 0.003 mg/L 的异辛烷溶液。
- 异辛烷（色谱级）
- 用于自动进样器的 4-mL 溶剂和废液瓶或等效物
- 用于样品的 2-mL 样品瓶或等效物
- 进样口和进样器硬件（请参阅第 103 页上的“准备色谱图校验”。）

2 确认下列各项：

- 色谱级的气体已接入并配置：氦气作为载气，空气作为助燃气，氧气作为臭氧供应气。
- 臭氧供应气雾捕集阱和其他捕集阱在有效期内。
- 空废液瓶已装入样品转盘。
- 4-mL 溶剂瓶（带扩散瓶盖）已灌满异辛烷，并插入溶剂 A 进样器位置。
- 4-mL 溶剂瓶（带扩散瓶盖）已灌满异辛烷，并插入溶剂 B 进样器位置。

3 根据校验需要更换可消耗部件（衬管、隔垫、捕集阱、进样针等）。请参阅第 103 页上的“准备色谱图校验”。

4 安装评估色谱柱。（请参阅 GC 的《GC 维护手册》中的过程。）

- 在 180 °C 的温度下烘烤评估色谱柱至少 30 分钟（请参阅 GC 的《GC 维护手册》中的过程。）
- 配置色谱柱。

5 检查检测器基线输出。输出应低于 150 pA 且应相对稳定（假设比较稳定的系统的柱箱为 50 °C）。

但是，新燃烧器（或带有新的陶瓷管的燃烧器）在第一次点火之后可能有非常高的基线。在这种情况下，基线应该逐渐降低，具体取决于燃烧器的清洁度。随着时间的推移，噪声也会大幅度降低。对于比较稳定的系统，Agilent OpenLAB CDS 测得的噪声应该大致为 5 个显示单位或更小。

在基线变得完全稳定之前，校验可以继续。

6 使用表 14 中列出的参数值创建或调用方法。

表 14 SCD 校验条件

色谱柱和样品	
类型	DB-1, 30 m × 0.32 mm × 1 μm (123-1033)
示例	SCD 校验样品 5190-7003
色谱柱流量	3.5 mL/min (氦气)
色谱柱模式	恒定流量
分流 / 不分流进样口	
温度	250 °C
模式	不分流
吹扫流量	80 mL/min
吹扫时间	0.7 min
隔垫吹扫	3 mL/min
载气节省	关闭
多模式进样口	
模式	不分流
进样口温度	250 °C
吹扫时间	0.7 min
吹扫流量	80 mL/min
隔垫吹扫	3 mL/min
载气节省	关闭
冷柱头进样口	
温度	柱箱跟踪
隔垫吹扫	15 mL/min
检测器	
底座温度	280°C
燃烧器温度	800 °C
H ₂ 流量上限	38 mL/min
H ₂ 流量下限	8 mL/min
助燃气流量	50 mL/min (空气)
臭氧发生器	打开

表 14 SCD 校验条件

臭氧发生器 流量	打开
真空泵	打开
FID-SCD 串联设置	
FID 温度	350 °C
FID 氢气流量	35 mL/min
FID 空气流量	500 mL/min
FID N ₂ 尾吹气流量	20 mL/min
SCD 助燃气流量	0
SCD H ₂ 流量上限	40 mL/min
H ₂ 流量下限	不适用于 FID-SCD
柱箱	
初始温度	50 °C
初始时间	3.0 min
速率 1	25 °C/min
梯度 1 温度	160 °C
梯度 1 保持时间	2 min
后运行温度	50 °C
ALS 设置（如果已安装）	
样品清洗次数	2
样品抽吸次数	6
样品清洗量	8 µL（最多）
进样量	1 µL
进样针体积	10 µL
溶剂 A 预清洗次数	0
溶剂 A 后清洗次数	3
溶剂 A 清洗量	8 µL（最多）
溶剂 B 预清洗次数	0
溶剂 B 后清洗次数	3
溶剂 B 清洗量	8 µL（最多）
进样模式 (7693A)	标准
气隙量 (7693A)	0
粘度延迟	0

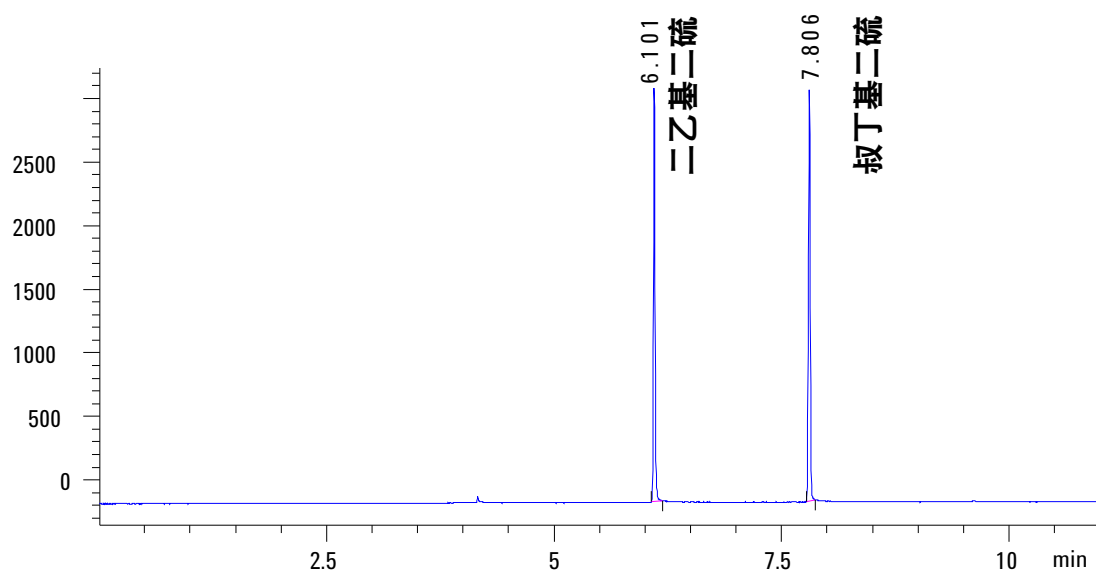
表 14 SCD 校验条件

溶剂清洗抽吸速度 (7693A)	150
溶剂清洗排出速度 (7693A)	1500
样品清洗抽吸速度 (7693A)	150
样品清洗排出速度 (7693A)	1500
进样分配速度 (7693A)	3000
推杆速度 (7683)	快速，除 COC 以外的所有进样口。
进样前驻留	0
进样后驻留	0
手动进样	
进样量	1 µL
数据系统	
数据采集频率	5 Hz（前检测器，SCD）

- 7 如果使用数据系统，请准备数据系统使用调用的校验方法执行一次运行。确保数据系统将输出色谱图。如果不使用数据系统，则使用 GC 键盘创建一个样品序列。
- 8 开始运行。如果使用自动进样器执行进样，可使用数据系统或按 GC 上的 **[Start]**（[开始]）开始运行。如果执行手动进样（使用或不使用数据系统）：
 - a 按 **[Prep Run]**（[预运行]）准备进样口以执行不分流进样。
 - b GC 变为就绪后，注入 1 µL 的校验样品并按 GC 上的 **[Start]**（[开始]）。

以下色谱图显示在安装了新的可消耗部件的情况下，新检测器的典型结果。请注意，由于到达 SCD 的样品量减少，串联 FID-SCD 安装的反应值约为本例所示反应值的 1/10。

SCD1 A 前部信号 (C:\CHEM32\2\DATA\XCD-DATA-FEB2015\SCD\EXAMPLE.D)



检查 NCD 性能

1 备齐下列各项：

- 评估色谱柱，HP-5 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm（部件号 19091J-413）
- NCD 性能评估（校验）样品（5190-7002）：3-甲基吡啶 10.0 ± 0.1 mg/L、9-甲基吡啶 14.1 ± 0.1 mg/L、硝基苯 9.51 ± 0.05 mg/L 的异辛烷溶液。
- 异辛烷（色谱级）
- 用于自动进样器的 4-mL 溶剂和废液瓶或等效物
- 用于样品的 2-mL 样品瓶或等效物
- 进样口和进样器硬件（请参阅第 103 页上的“准备色谱图校验”。）

2 确认下列各项：

- 色谱级的气体已接入并配置：氦气作为载气，空气作为助燃气和臭氧供应气。
- 臭氧供应气雾捕集阱和其他捕集阱在有效期内。
- 空废液瓶已装入样品转盘。
- 4-mL 溶剂瓶（带扩散瓶盖）已灌满异辛烷，并插入溶剂 A 进样器位置。
- 4-mL 溶剂瓶（带扩散瓶盖）已灌满异辛烷，并插入溶剂 B 进样器位置。

3 根据校验需要更换可消耗部件（衬管、隔垫、捕集阱、进样针等）。请参阅第 103 页上的“准备色谱图校验”。

4 安装评估色谱柱。（请参阅 GC 的《GC 维护手册》中的过程。）

- 在 270 °C 的温度下烘烤评估色谱柱至少 30 分钟（请参阅 GC 的《GC 维护手册》中的过程。）
- 配置色谱柱。

5 检查检测器基线输出。输出应低于 150 pA 且应相对稳定，（假设比较稳定的系统的柱箱为 50 °C）。（可以接受负基线）。

但是，新燃烧器（或带有新石英管的燃烧器）在第一次点火之后可能有非常高的基线。在这种情况下，基线应该逐渐降低，具体取决于燃烧器的清洁度。随着时间的推移，噪声也会大幅度降低。对于比较稳定的系统，Agilent OpenLAB CDS 测得的噪声应该大致为 4 个显示单位或更小。

在基线变得完全稳定之前，校验可以继续。

6 使用表 15 中列出的参数值创建或调用方法。

表 15 NCD 校验条件

色谱柱和样品	
类型	HP-5, 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm (19091J-413)
示例	NCD 校验样品 5190-7002
色谱柱流量	2.2 mL/min
色谱柱模式	恒定流量
分流 / 不分流进样口	
温度	250 °C
模式	不分流
吹扫流量	80 mL/min
吹扫时间	0.8 min
隔垫吹扫	3 mL/min
载气节省	关闭
多模式进样口	
模式	不分流
进样口温度	250 °C
初始时间	0 min
吹扫时间	0.8 min
吹扫流量	80 mL/min
隔垫吹扫	3 mL/min
载气节省	关闭
冷柱头进样口	
温度	柱箱跟踪
隔垫吹扫	15 mL/min
检测器	
底座温度	280°C
燃烧器温度	900 °C
冷却器温度	打开
H ₂ 流量	3 mL/min
助燃气流量	8 mL/min (氧气)

表 15 NCD 校验条件

臭氧发生器	打开
臭氧发生器流量	打开
真空泵	打开
柱箱	
初始温度	50 °C
初始时间	3.0 min
速率 1	25 °C/min
梯度 1 温度	250 °C
梯度 1 保持时间	2 min
后运行温度	50 °C
ALS 设置（如果已安装）	
样品清洗次数	2
样品抽吸次数	6
样品清洗量	8 µL（最多）
进样量	1 µL
进样针体积	10 µL
溶剂 A 预清洗次数	0
溶剂 A 后清洗次数	3
溶剂 A 清洗量	8 µL（最多）
溶剂 B 预清洗次数	0
溶剂 B 后清洗次数	3
溶剂 B 清洗量	8 µL（最多）
进样模式 (7693A)	标准
气隙量 (7693A)	0
粘度延迟	0
溶剂清洗抽吸速度 (7693A)	150
溶剂清洗排出速度 (7693A)	1500
样品清洗抽吸速度 (7693A)	150
样品清洗排出速度 (7693A)	1500
进样分配速度 (7693A)	3000
推杆速度 (7683)	快速，除 COC 以外的所有进样口。
进样前驻留	0

表 15 NCD 校验条件

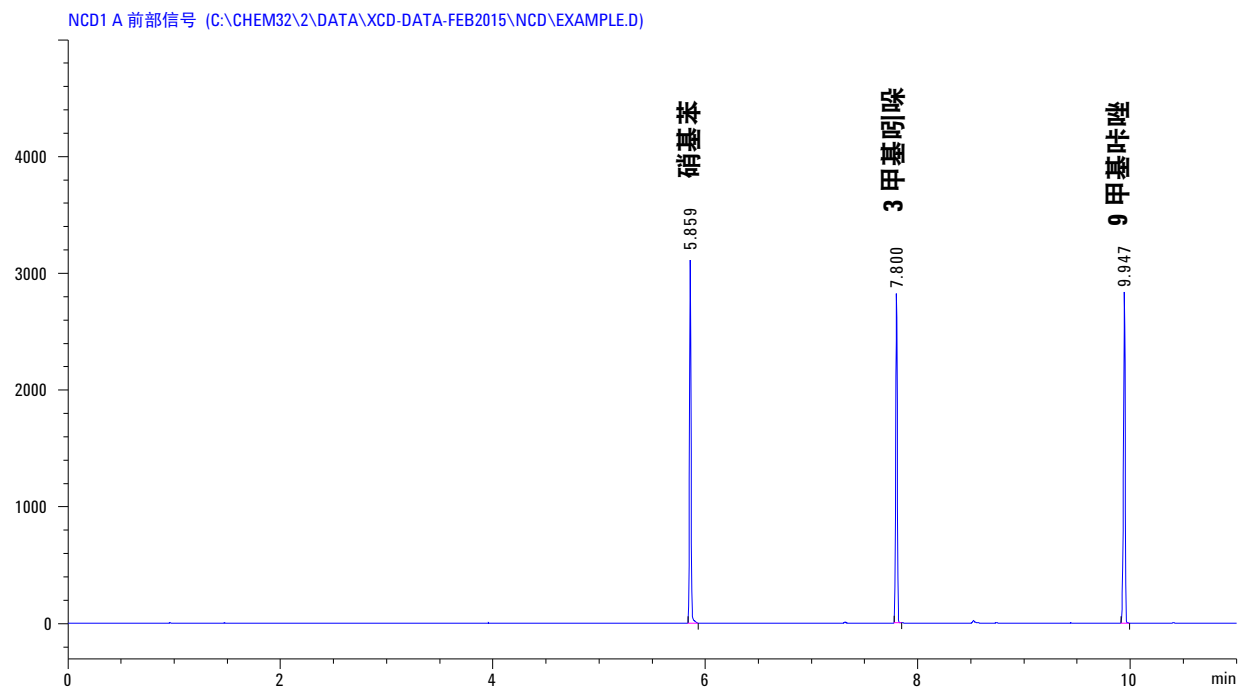
进样后驻留	0
手动进样	
进样量	1 µL
数据系统	
数据采集频率	5 Hz（前检测器， NCD）

- 7 如果使用数据系统，请准备数据系统使用调用的校验方法执行一次运行。确保数据系统将输出色谱图。如果不使用数据系统，则使用 GC 键盘创建一个样品序列。
- 8 开始运行。如果使用自动进样器执行进样，请使用数据系统或按 GC 上的 **[Start]**（[开始]）开始运行。如果执行手动进样（使用或不使用数据系统）：
- a 按 **[Prep Run]**（[预运行]）准备进样口以执行不分流进样。
 - b GC 变为就绪后，注入 1 µL 的校验样品并按 GC 上的 **[Start]**（[开始]）。



Agilent Technologies

以下色谱图显示在安装了新的可消耗部件的情况下，新检测器的典型结果。



Agilent Technologies, Inc.
美国印刷
2015 年 10 月