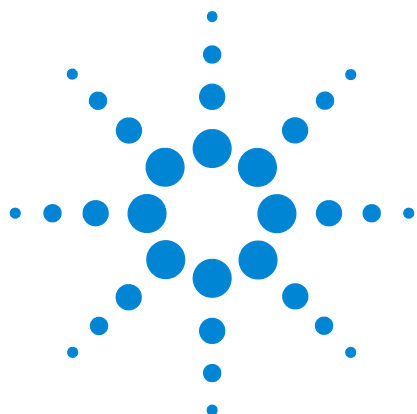




Agilent 8355 S 硫化学发 光检测器和 8255 S 氮 化学发光检测器

用户手册



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2016

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

G3492-97001

版本

第一版，2016 年 5 月

美国或中国印刷

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
安全信息	8
GC 手册、工具和联机帮助	8
用户应用程序	10
教育机会	13
8355 S SCD 和 8255 S NCD 检测器概述	14
安装和首次启动概述	18

2 系统说明

指标	20
8355 S SCD	20
8255 S NCD	20
MDL 计算	21
操作原理	22
SCD	22
NCD	22
主要组件说明	23
燃烧器组件	23
臭氧发生器	25
反应池和光电倍增管 (PMT)	26
EPC 模块	26
真空泵	26
臭氧破坏阱	26
油凝聚过滤器	26
FID 转接头 (可选)	26
NCD 冷却器	27

3 键盘操作

检测器键	30
状态键	31
信息键	32
常规数据输入键	33
方法存储键	34
调用方法的步骤	34

存储方法的步骤	34
服务模式键	35
辅助键	36
配置	36
维护和系统事件日志	37

4 操作

基本介绍	40
独立版本	40
设置参数	41
参数和范围	41
检测器稳定性和响应	42
典型运行条件	43
调整运行条件	44
启动	45
关闭	46
流量传感器和压力传感器	47
流量传感器	47
压力传感器	47
配置流量自动归零功能	47
传感器归零的条件	47
将特定流量或压力传感器归零	47
检测器的自动配置	49
信号输出	50
信号类型	50
值	50
模拟信号	51
方法	53
调用方法的步骤	53
存储方法的步骤	53
资源节省	54
计划	54
休眠方法	54
将检测器设置为节省资源	55

5 维护

维护计划	58
跟踪检测器灵敏度	59
消耗品和更换部件	60
SCD 零件分解图	62
NCD 零件分解图	63
检测器维护方法	64
将色谱柱连接到检测器	65
更换内部陶瓷管 (SCD)	68
更换石英管 (NCD)	70
检查真空泵油	73
添加真空泵油	74
更换真空泵油	76
更换臭氧阱	78
更换油雾过滤器	79
清洁检测器外部	80
校准流量和压力传感器	81

6 故障排除

解决检测器问题	84
故障排除表	85
LED 状态指示灯	88
检测器消息	89
泄漏	90
臭氧泄漏	90
氢气泄漏	90
氧化气泄漏	90
检查氢气和氧化气泄漏	91
电源问题	92
未通电	92
臭氧发生问题	93
焦化	94
氢中毒	95

气体受到污染	96
--------	----

7 性能验证

关于色谱图校验	98
准备色谱图校验	99
准备样品瓶	100
检查 SCD 性能	101
检查 NCD 性能	106



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 S SCD 和 8255 S NCD 检测器概述	14
安装和首次启动概述	18

本章介绍 Agilent 8355 S 硫化学发光检测器 (SCD) 和 Agilent 8255 S 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 Agilent 8355 S 硫化学发光检测器 (SCD) 和 Agilent 8255 S 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，请参见第 18 页上的“安装和首次启动概述”。要准备新 SCD 或 NCD 的安装现场，请参阅 Agilent 《场地准备指南》。

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其最新 GC 产品线。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。

安全信息

在继续之前，请阅读《Agilent 8355、8355 S 和 8255、8255 S 化学发光检测器安全与规范信息指南》中的重要安全与规范信息。

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、维护其最新 GC 产品线系统及其故障排除。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。

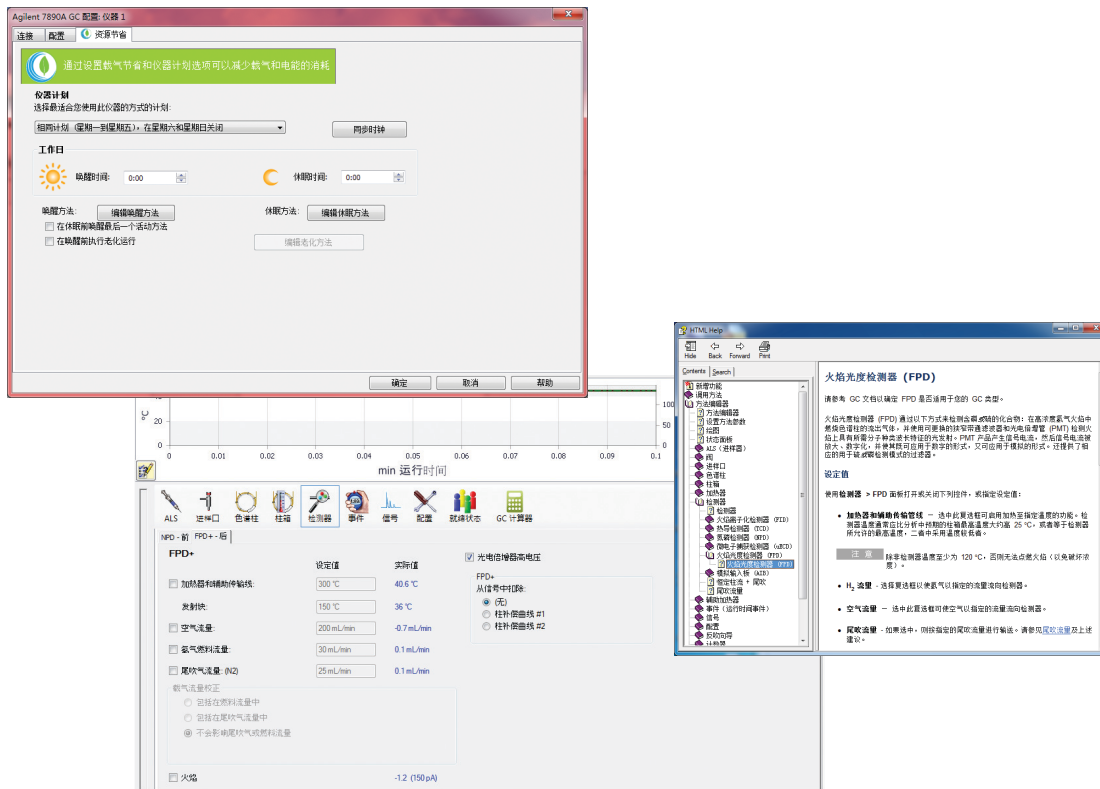
您可以使用所需的语言安装所需的手册，整个安装过程可以使您的用户体验更加丰富。安装 HTML 和 PDF 版本。



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。

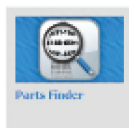
1 入门指南



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。



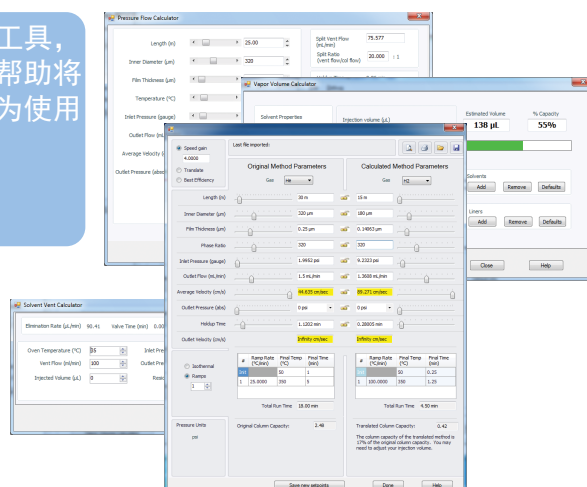
1 入门指南



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：

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 S SCD 和 8255 S NCD 检测器概述

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 S SCD 和 8255 S NCD 的控件、部件和组件。

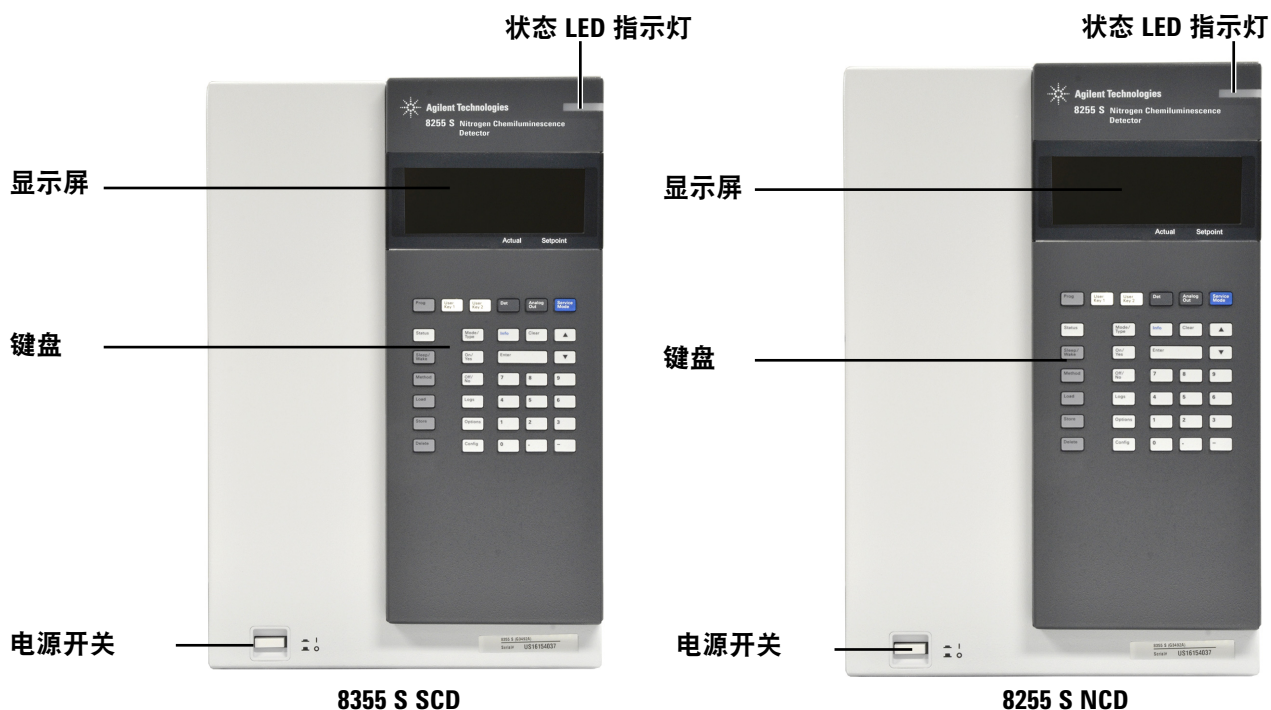


图 1 独立检测器前视图（SCD 和 NCD）

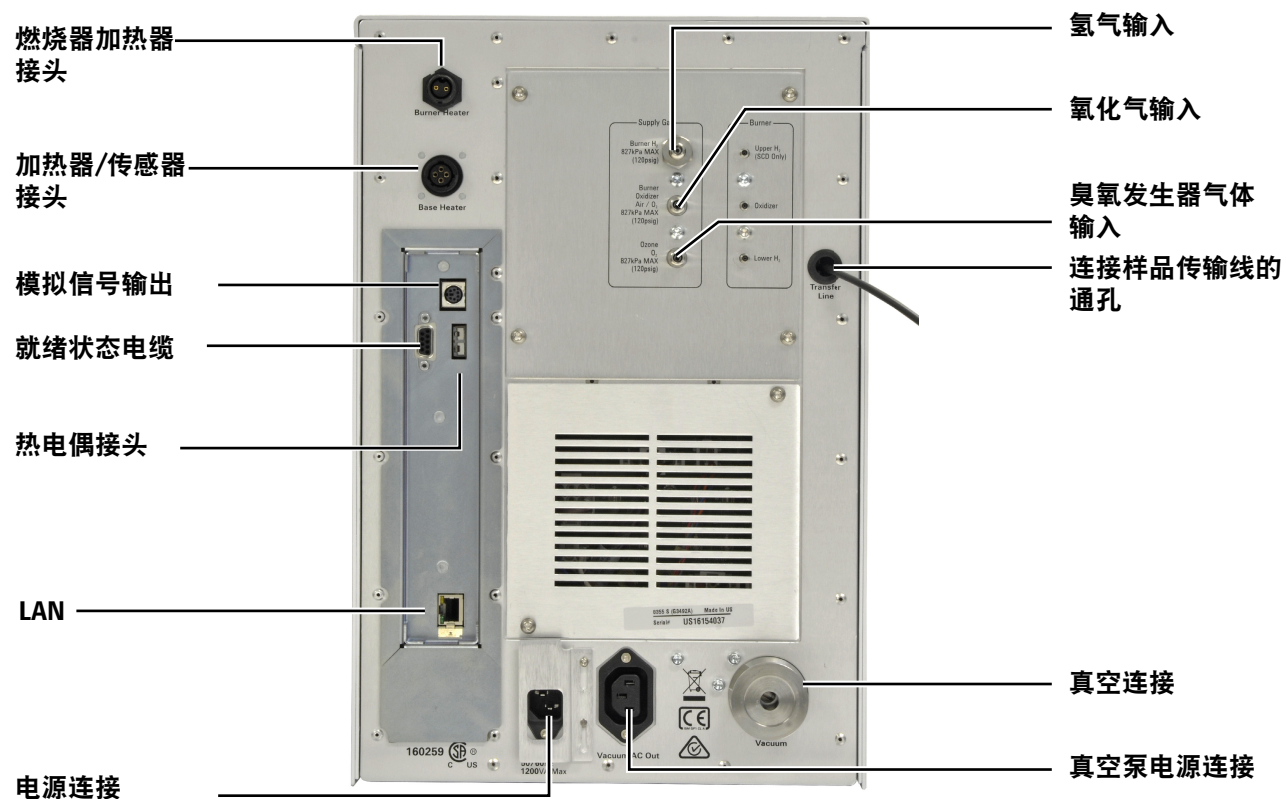


图 2 独立检测器后视图

1 入门指南

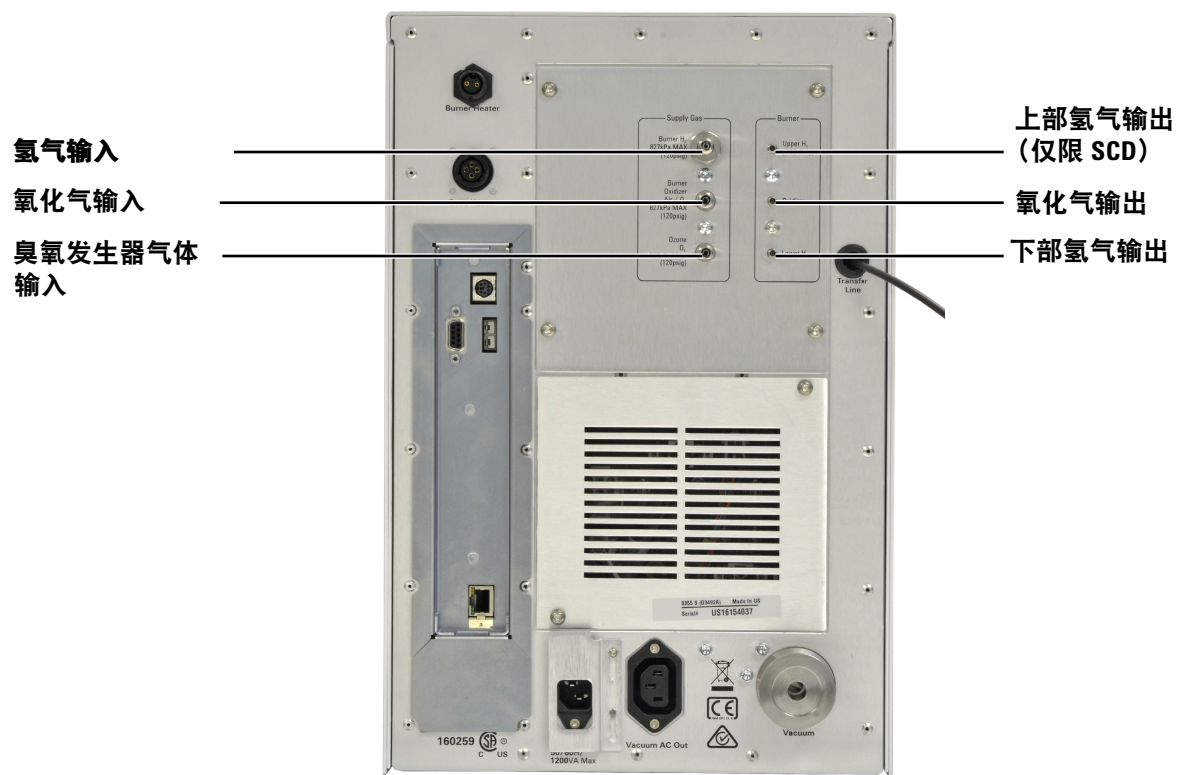


图 3 独立检测器气体连接

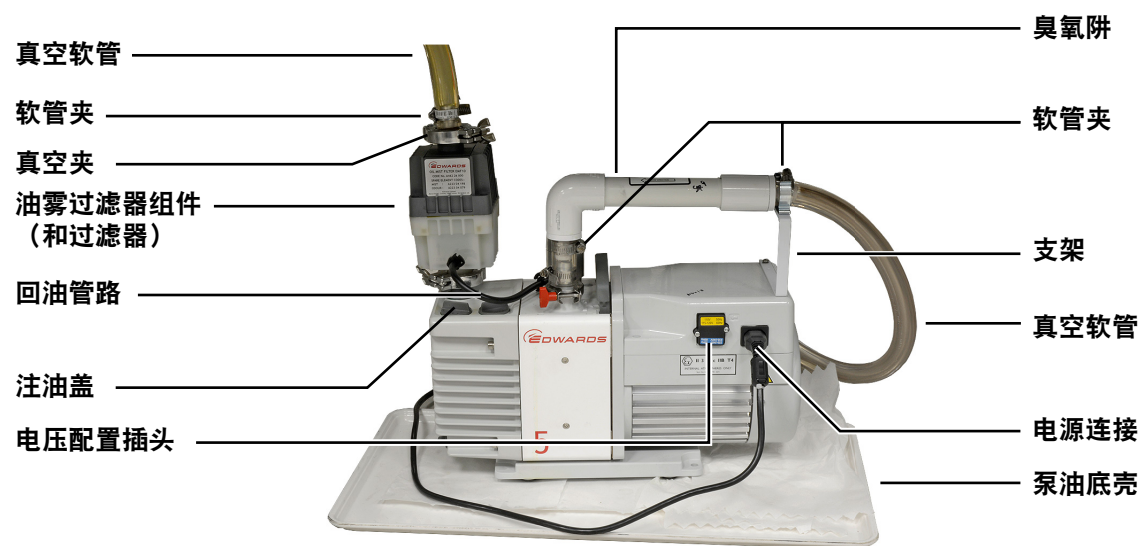


图 4 RV5 真空泵

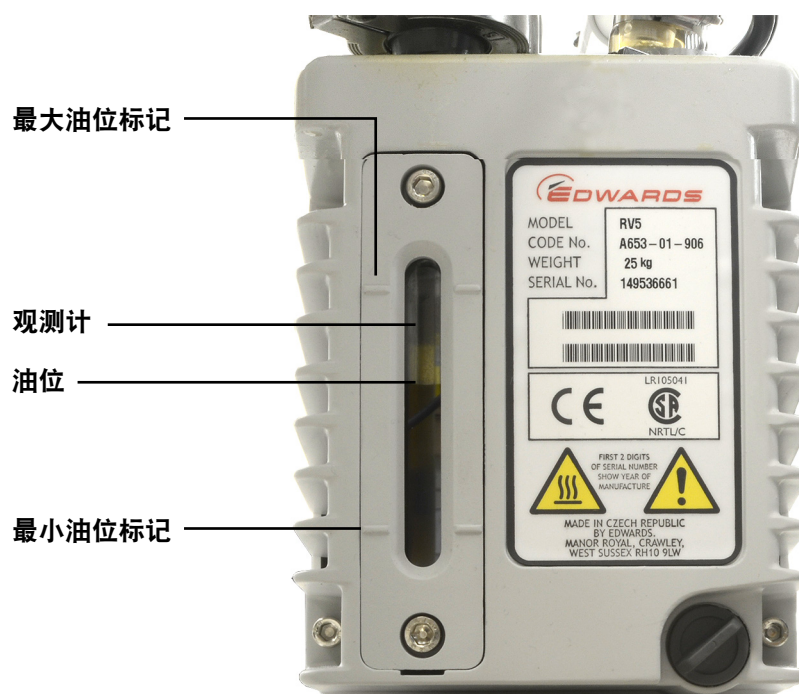
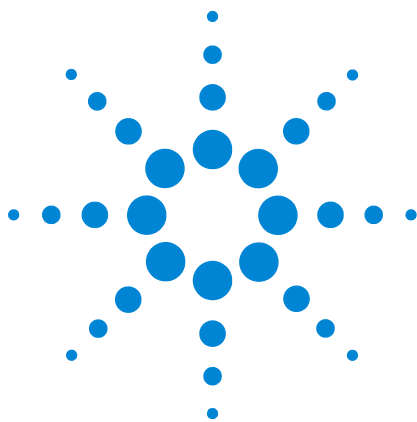


图 5 RV5 真空泵外视油量表

安装和首次启动概述

下文简要概述了安装过程。检测器的安装和维修只能由经过培训的 Agilent 维护人员执行。

- 1 将检测器放在工作台上。卸下保护盖。
- 2 准备检测器安装位置。
- 3 打开真空泵的包装。取下插头。安装油凝聚过滤器和镇流器。
- 4 安装真空泵。
- 5 准备检测器。
- 6 将 GC 柱箱、进样口和其他加热区冷却到安全操作温度 ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$)。关闭 GC。
- 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 打开检测器电源。
- 16 配置检测器。
- 17 创建校验方法并验证性能。



2 系统说明

指标	20
操作原理	22
主要组件说明	23

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



指标

本节列出了在典型实验室环境中使用的新 Agilent GC 上安装的新检测器的已发布指标。这些指标适用于 Agilent 校验样品。

8355 S SCD

指标	
典型最低检出限 (MDL)	< 0.5 pg (S)/s (Agilent 数据系统 ASTM 噪音的 2 倍)
线性	> 10^4
选择性	> 2×10^7 响应 S/ 响应 C ²
精度* 和稳定性	< 2 % RSD (超过 2 小时) < 5 % RSD (超过 24 小时)
从环境温度升到 800 °C 的典型时间	10 分钟
* 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 S NCD

指标	
典型最低检出限	< 3 pg (N)/s (Agilent 数据系统 ASTM 噪音的 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 900 °C 的典型时间	10 分钟

MDL 计算

MDL 指标使用 SCD 或 NCD 的 Agilent 校验标样进行定义。

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。

操作原理

SCD 和 NCD 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）内和减压条件下与氧化气（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，上部的氢气流量与燃烧产物相混合，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。

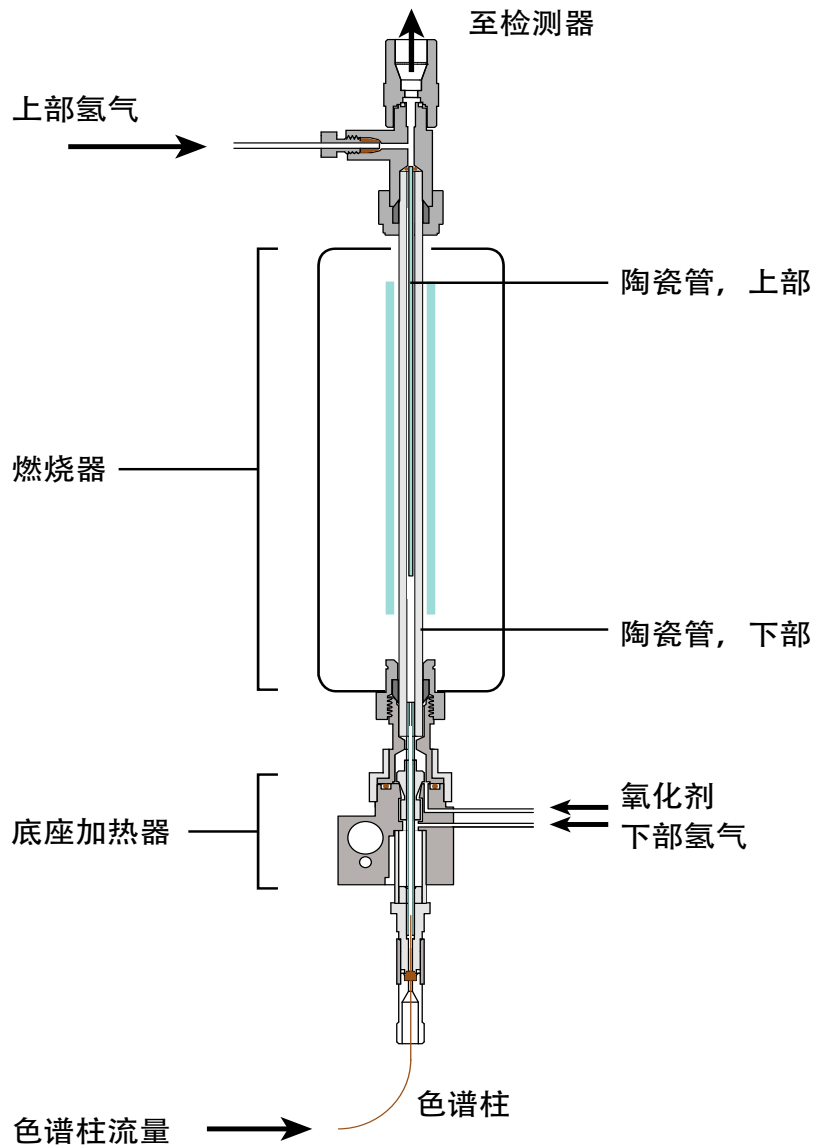


图 6 SCD 流

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。

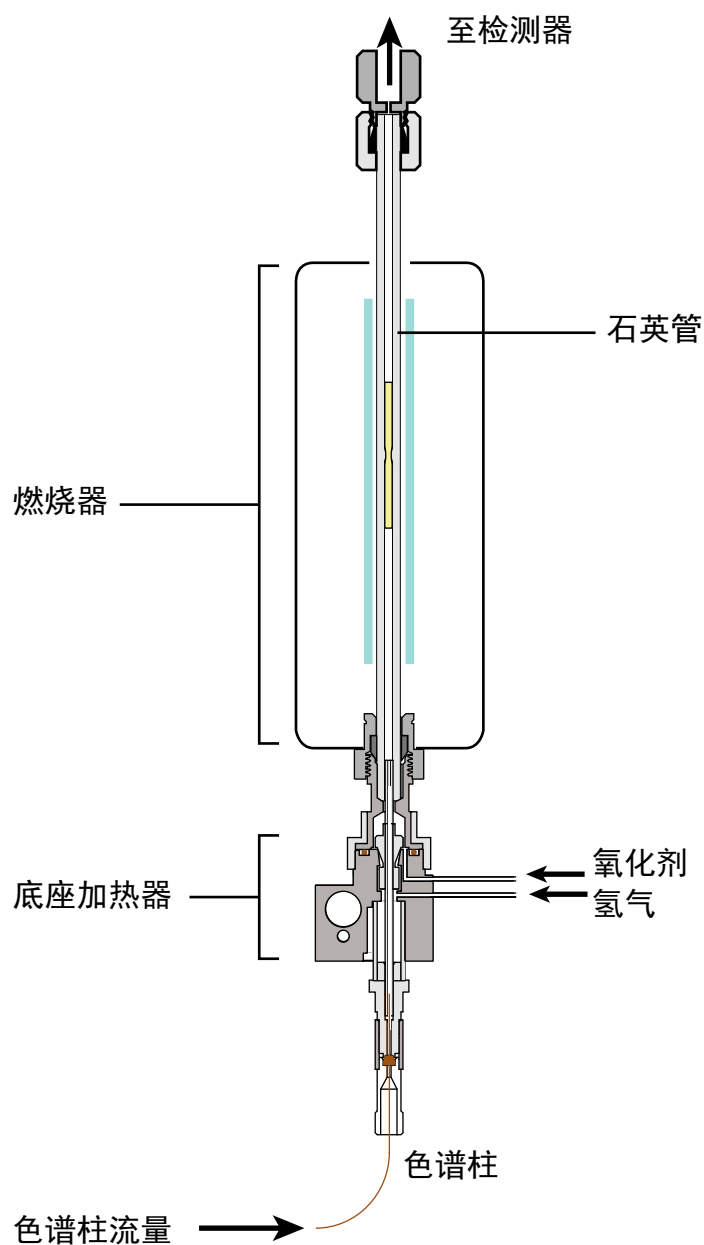


图7 NCD 流

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。

检测器可调节臭氧气供应压力来维护臭氧发生器中确定的流量。

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、氧化气（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）

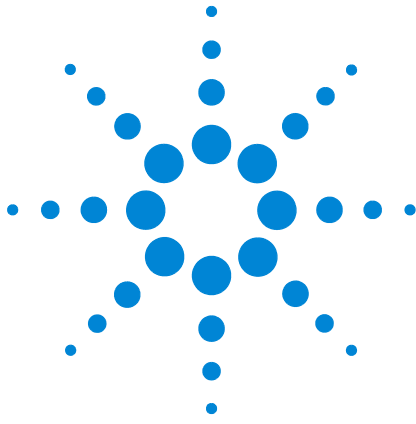
SCD 燃烧器通常作为单独的检测器直接安装在 GC 柱箱上。但是，某些应用还需要使用不带分流功能的单个色谱柱同时检测多种烃成分。为此，Agilent 提供了可选的 FID 转接头，利用它可将燃烧器组件安装在 FID 上，以便同时收集 FID 和 SCD 色谱图。在专用的 SCD 运行期间，色谱柱流出气流全部通过燃烧器到达检测器。在同时检测期间，约 10 % 的 FID 排放气体通过限流器吸入燃烧器，从而使 SCD 灵敏度降至专用 SCD 燃烧器中所观测信号的约 1/10。

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。无论冷却器是否冷却到其设定值，GC 运行都会启动。



3 键盘操作

检测器键	30
状态键	31
信息键	32
常规数据输入键	33
方法存储键	34
服务模式键	35
辅助键	36

本节介绍 Agilent 8355 S SCD 和 8255 S NCD 检测器键盘的基本操作。



检测器键

这些键用来设置检测器的温度、压力、流量及其他的方法操作参数。

要显示当前设置，请按 **[Det]**（检测器）或 **[Analog Out]**（模拟输出）。可能会得到三行以上的信息。如需要，可使用滚动键查看其他行。

要更改设置，请滚动到所需行，输入变更值，然后按 **[Enter]** 键。

要查看上下文相关帮助，请按 **[Info]**（信息）。例如，如果在输入设定值时按 **[Info]**（信息），则出现的帮助信息将类似于：输入介于 0 和 350 之间的某个值。

[Det]（检测器） 控制检测器操作条件。

[Analog Out]（模拟输出） 控制范围衰减和零点补偿。



状态键

显示**就绪**、**未就绪**和**故障**信息。

在 **[Status]**（状态）的滚动显示窗口中，项的显示顺序可以更改。例如，您可能想在前三行显示最常检查的内容以便不滚动就能查看它们。要更改**状态**的显示顺序，请按以下步骤操作：

按 **[Config]**（配置）键。滚动至**状态**，然后按 **[Enter]** 键。

滚动到要第一个显示的设定值，按 **[Enter]** 键。该设定值随即出现在列表顶端。

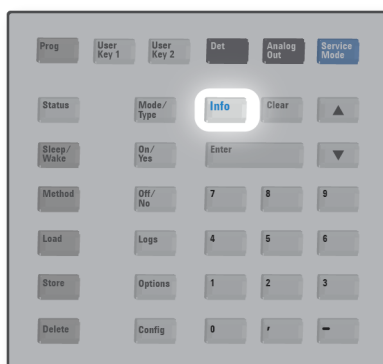
滚动到要第二个显示的设定值，按 **[Enter]** 键。该设定值随即出现在列表第二项的位置。

继续上述步骤，直到列表按照您需要的顺序显示。



信息键

通过此键查看有关当前显示参数的帮助。其他情况下，按 **[Info]**（信息）将显示要执行的定义或操作。



常规数据输入键

- [Mode/Type]
(模式 / 类型)

访问与组件的非数字设置相关联的可能参数列表。
- [Clear] (清除)

在按 [Enter] 键前删除错误输入的设定值。它还可以用来返回多行显示中的第一行、返回前一个显示、取消某个方法过程中的一项功能、取消调用或取消存储方法。
- [Enter]

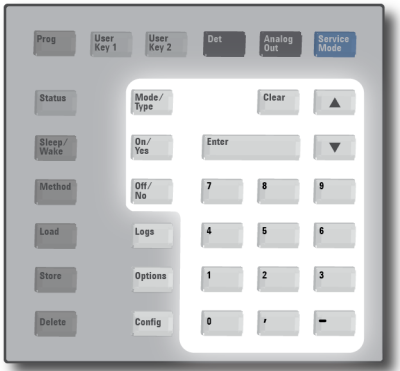
接受所输入的变更值或选择备用模式。
- ▲

▼

每按一次将向上或向下滚动一行。显示屏中的 < 表示有效行所在位置。
- 数字键

用于为方法参数输入设置。(完成输入后，按 [Enter] 键接受更改。)
- [On/Yes] (开 / 是)

这些键用来设置参数，如打开泵、打开高电压。
- [Off/No] (关 / 否)



方法存储键

这些键用来调用和存储位于本地检测器上的方法。它们不能用来访问由 Agilent 数据系统所存储的方法。

[Load] (调用)	用来调用和存储检测器上的方法。
[Method] (方法)	例如, 要调用方法, 请按 [Load] (调用) [Method] (方法) 并从存储在 GC 上的方法列表中选择方法。
[Store] (存储)	
[Delete] (删除)	删除方法。
[Sleep/Wake] (休眠 / 唤醒)	检测器将会存储一个基于板载时钟的计划, 以及两个称为 “休眠” 和 “唤醒” 的特殊方法。有关其他信息, 请参阅第 54 页上的 “资源节省”。



调用方法的步骤

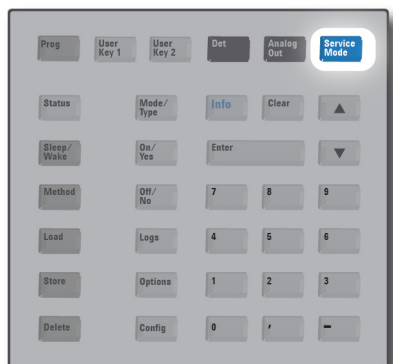
- 1 按 [Load] (调用)。
- 2 按 [Method] (方法)。
- 3 输入要调用的方法编号。
- 4 按 [On/Yes] (开 / 是) 调用方法并替换有效方法。或者, 按 [Off/No] (关 / 否) 返回存储的方法列表而不调用方法。

存储方法的步骤

- 1 确保设置适当的参数。
- 2 按 [Method] (方法)。
- 3 滚动至要存储的方法, 然后按 [Enter] 键。
- 4 按 [On/Yes] (开 / 是) 存储方法并替换有效方法。或者, 按 [Off/No] (关 / 否) 返回存储的方法列表而不存储方法。

服务模式键

用于设置早期维护反馈并访问选定进样口类型的进样口泄漏检查。此键可访问适用于维修人员的设置。由于误用这些高级设置会导致发生问题，因此应避免使用服务设置，除非明确指示使用它们。通过此键可以使用 GC 的维护功能和设置、服务计数器以及诊断功能。



要查看臭氧流量，请按 [**Service Mode**]（服务模式）。滚动至**诊断**，按 [**Enter**] 键，然后选择**诊断臭氧发生器**。

辅助键

使用键盘可访问三个日志：运行日志、维护日志和系统事件日志。

[Logs]（日志） 访问维护日志和系统事件日志。这些日志中的信息可用来支持良好实验室操作规范 (GLP) 标准。

[Options]（选项） 访问校正、通信和显示屏的仪器参数设置选项。滚动到所需行，按 **[Enter]** 键访问相关条目。

[Config]（配置） 访问检测器以进行配置和时间设置。

[Prog]（编程） 用于对一系列按键进行编程，通常用于执行特定操作。按 **[Prog]**（编程）**[User Key 1]**（用户键 1）或 **[Prog]**（编程）**[User Key 2]**（用户键 2）可将最多 21 次按键记录为宏。

[User Key 1]
（用户键 1）

[User Key 2]
（用户键 2）



配置

忽略就绪状态 =

要忽略某个元件的就绪状态，可按 **[Config]**（配置），滚动至检测器，然后按 **[Enter]** 键。滚动至忽略就绪状态，然后按 **[On/Yes]**（开 / 是）将其设置为真。

设置时间和日期

- 1 按 **[Config]**（配置），滚动至时间，然后按 **[Enter]** 键。
- 2 选择时区 (hhmm)，使用 24 小时格式输入相对于 GMT 的本地时间偏移量。
- 3 选择时间 (hhmm)，并输入本地时间。
- 4 选择日期 (ddmmyy)，并输入日期。

维护和系统事件日志

使用键盘可访问量个日志：运行日志和系统事件日志。要访问日志，请按 **[Logs]**（日志），滚动至所需日志，然后按 **[Enter]** 键。显示屏将显示日志所包含的条目数量。可滚动浏览日志条目。

维护日志

维护日志包含了当任何用户定义组件计数器达到监测限定值时系统所创建的条目。日志条目包含对计数器的描述、计数器当前值、监测限定值以及所达到的限定值。此外，同计数器相关的每个用户任务都被记录在日志中，包括复位、启用或禁用监测以及更改限定值或单位（周期或持续时间）。

系统事件日志

系统事件日志记录了检测器操作过程中的重要事件。如果某些事件在运行过程中有效，它们也会出现在运行日志中。

3 键盘操作



4 操作

基本介绍	40
设置参数	41
检测器稳定性和响应	42
典型运行条件	43
调整运行条件	44
启动	45
关闭	46
流量传感器和压力传感器	47
检测器的自动配置	49
信号输出	50
方法	53
资源节省	54

本章介绍如何使用 8355 S SCD 和 8255 S NCD 检测器。本章假定您熟悉检测器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

独立版本

可使用 8355 S SCD 或 8255 S NCD 检测器上的前键盘访问操作参数。检测器键盘上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

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 44 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 1 8355 S SCD 和 8255 S 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
下部氢气流量	5 – 25 mL/min	—	1 – 25 mL/min
上部氢气流量 (仅限 SCD)	25 – 100 mL/min	25 – 100 mL/min	—
氧化气流量	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
臭氧发生器电源	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

* 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。请参见第 27 页上的“[NCD 冷却器](#)”。

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 2 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 2 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
上部 H ₂ 流量 (mL/min)	40	N/A
下部 H ₂ 流量 (mL/min)	10	3
氧化气流量 (mL/min)	50 (空气)	8 (氧气)
O ₃ 发生器流量 (mL/min)	打开	打开
臭氧发生器电源	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：

- 始终保持氧化气在燃烧器中流动。
- 当没有用于保护系统的氧化气时，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 41 页上的表 1 列出了每个参数的值范围（受检测器固件限制）。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（上部和下部，相对于氧化气流量）会永久损坏陶瓷管。这种情况可能无法恢复。请参见第 95 页上的“氢中毒”。

SCD 下部氢气流量：非常高的流量会损坏陶瓷管。

NCD 下部氢气流量：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，请将适用于下部氢气流量的 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 **下部 H2 流量** 线路，并去掉检测器接头盖。
- 2 在检测器体的**氧化气**输出中安装 1/16 英寸的 Swagelok T 型接头。
- 3 将**氧化气**和 **下部 H2 流量**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：

- 如果氢气与氧化气的比率较高，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，检测器将会打开真空泵和氧化气流量，同时还会打开除氢气流量之外的所有其他参数。检测器会监控温度并阻止氢气流动，直到基座温度达到 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，检测器便会打开氢气流量。

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。
 - 在检测器前面板上，按 **[Det]**（检测器）。
- 2 打开真空泵。
- 3 设置氧化气流量并打开氧化气流量。
- 4 等待 1 到 2 分钟，使真空泵通过氧化气流动吹扫系统。
- 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 设置臭氧发生器供应气体流量，并将其打开。
- 10 打开臭氧发生器电源。

检测器会监控温度并阻止氢气流动，直到基座温度达到 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，检测器便会打开氢气流量。

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。
 - 在检测器键盘上，按 **[Det]**（检测器）。
- 2 关闭臭氧发生器电源。
- 3 关闭臭氧发生器供应气体流量。
- 4 关闭所有氢气流。
- 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，检测器会在氢气流量关闭之后继续运行真空泵和氧化气流量，直到系统已进行大约 100 mL 氧化气的吹扫。此操作可防止残留水分造成污染。

- 8 关闭氧化气流量。
- 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。检测器的很多部件可能会处于危险的高温状态。如果对检测器执行维护，请在关闭 GC 和检测器之前，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。

流量传感器和压力传感器

EPC 气体控制模块包含在出厂时已校正的流量和 / 或压力传感器。灵敏度（曲线的斜率）非常稳定，但零点补偿需要定期更新。

流量传感器

检测器使用流量传感器监控氢气流量。如果**流量自动归零**功能已打开，它们将自动归零。这是建议的方法。也可以手动归零（请参见 **x**）。

压力传感器

所有 EPC 控制模块都使用压力传感器。它们必须分别归零。压力传感器没有自动归零功能。压力传感器应每隔 12 个月归零一次。

配置流量自动归零功能

流量自动归零是一个有用的校正选项。如果其状态为**开**，在运行结束后，GC 将关闭到进样口的气体流量，等待流量下降到零，测量并存储流量传感器输出，然后重新打开气体。这大约需要 2 秒钟。可使用零点补偿校正未来的流量测量结果。Agilent 建议将检测器设置为自动将流量传感器归零，以减少漂移。

要激活此功能，请执行以下操作：

- 1 在检测器键盘上，按 **[Options]**（选项）。
- 2 滚动至**校准**，然后按 **[Enter]** 键。
- 3 滚动至**流量自动归零（下部 H2 流量）**，然后按 **[On/Yes]**（开 / 是）。（要关闭自动归零功能，请改按 **[Off/No]**（关 / 否）。
- 4 对于 SCD，请对**流量自动归零（上部 H2 流量）**重复上述操作。

传感器归零的条件

在连接载气并有载气流的情况下将流量传感器归零。

从气体控制模块断开连接的供气管线后对压力传感器归零。

将特定流量或压力传感器归零

- 1 按 **[Options]**（选项），滚动至**校准**，然后按 **[Enter]** 键。
- 2 滚动至要归零的传感器，然后按 **[Enter]** 键。
- 3 设置流量或压力：
 - **流量传感器**。验证气体已连接并正在流动（打开）。

4 操作

- **压力传感器。**断开 GC 背面的供气管线。关闭该供气管线并不够；阀可能漏气。
- 4 滚动至所需的归零行。
 - 5 按 [**On/Yes**]（开 / 是）以归零，或按 [**Clear**]（清除）以取消。
 - 6 重新连接在步骤 3 断开的任何供气管线，恢复操作流量。

检测器的自动配置

检测器不需要配置。会自动将 SCD 检测器设置为使用：

- 空气作为氧化气
- 氧气作为臭氧发生器气体

对于 NCD，会将检测器设置为使用氧气作为氧化气和臭氧发生器气体。

信号输出

8355 S 和 8255 S 检测器提供输出数据作为模拟信号。模拟输出范围为 0 到 1 V、0 到 10 V 和 0 到 1 mV。要将检测器与 Agilent GC（6850、6890、7820 和 7890）结合使用，需要使用模数转换器，例如 Agilent 35900E A/D 转换器或模拟输入板 (AIB)。

6850 系列 GC

- 单通道检测器可以连接到 AIB（附件 G3375A 或选件 206）或外部 A/D 转换器。
- 对于串联 FID/XCD，请使用外部 A/D 转换器（例如 35900E）。

6890 系列 GC

- 单通道检测器可以连接到 AIB（部件号 G1556A 或选件 206）或外部 A/D 转换器。
- 串联配置可以使用 AIB 收集 XCD 信号，但 6890 最多仅支持两个检测器。诸如双 FID-XCD 或与任何其他检测器成对的 FID-XCD 等配置需要用于 XCD 的外部 A/D 转换器。

7820 系列 GC

- 由于 AIB 不受 7820 支持，您必须使用 A/D 转换器来收集 XCD 信号。

7890 系列 GC

- 单通道检测器可以连接到 AIB（附件 G3456A 或选件 206）或外部 A/D 转换器。

信号类型

分配检测器信号时，使用 **[Mode/Type]**（模式 / 类型），然后从“信号类型”参数列表中选择，或者按某个键或某些组合键选择。

非检测器信号为测试谱图。可通过按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）访问测试谱图。诊断信号供您的服务代表使用，不会在此处详细说明。

值

信号参数列表上的**值**与检测器参数列表上的**检测器**相同。

模拟信号

如果使用模拟记录器，可能需要调整信号，以使其变得更加有用。信号参数列表中的**归零**和**范围**可实现此操作。

模拟归零

归零功能会扣除在基线中输入的值。按 **[On/Yes]**（开 / 是）以设置为当前值，或者按 **[Off/No]**（关 / 否）以取消。

此功能用于更正基线高度或补偿值。通常用于更正因阀操作引起的基线漂移。归零后，模拟输出信号等于参数列表的“值”行减去“归零”设定值。

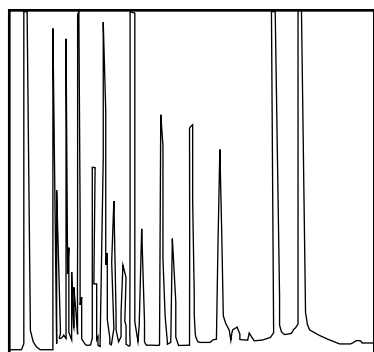
- 1 确认检测器已打开并处于就绪状态。
- 2 按 **[Analog Out]**（模拟输出）。
- 3 滚动至**归零**。
- 4 按 **[On/Yes]**（开 / 是）以按照当前信号值设置**归零**，或者输入一个介于 -500000 和 +500000 之间的数字。小于当前**归零**的值会使基线升高。

模拟范围

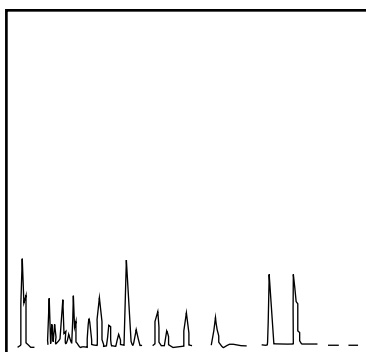
范围可绘制检测器中的数据。

范围也称为增益、缩放或尺寸。它可基于检测器中的数据来确定模拟信号电路的长短，以避免出现电路过载（箝位）。范围可绘制所有模拟信号。

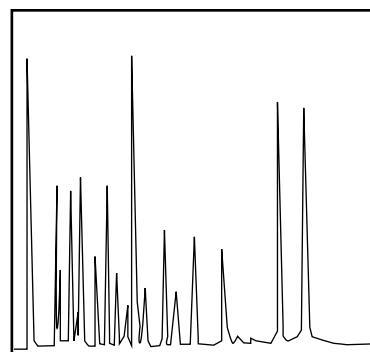
有效设定值为 0 到 13，表示 2^0 (=1) 到 2^{13} (=8192)。按 1 更改设定值时会按照 2 倍的值来更改色谱图的高度。以下色谱图对此进行了说明。使用最小的可能值来最大程度地减少集成错误。



A: 范围 = 0



B: 范围 = 3



C: 范围 = 1

4 操作

开发方法时，需在使用 AIB 时先将模拟范围设置为 9，或者在使用 Agilent 35900E A 至 D 时将其设置为 10。根据需要调整来查看您的数据。

方法

调用方法的步骤

- 1 按 [**Load**]（调用）。
- 2 按 [**Method**]（方法）。
- 3 输入要调用的方法编号。
- 4 按 [**On/Yes**]（开 / 是）调用方法并替换有效方法。或者，按 [**Off/No**]（关 / 否）返回存储的方法列表而不调用方法。

存储方法的步骤

- 1 确保设置适当的参数。
- 2 按 [**Method**]（方法）。
- 3 滚动至要存储的方法，然后按 [**Enter**] 键。
- 4 按 [**On/Yes**]（开 / 是）存储方法并替换有效方法。或者，按 [**Off/No**]（关 / 否）返回存储的方法列表而不存储方法。

资源节省

为实现最佳性能和精度，请让检测器处于运行条件下。如果长时间在运行条件下进行维护，SCD 将实现最大精度。如果您的应用要求最高精度，您可能更倾向于不将资源节省功能与 SCD 结合使用。NCD 可以更快速地恢复更高精度。使用任何检测器，都需根据精度恢复时间考虑资源的成本节约。

警告

当 GC 正常运行时，切勿将检测器置于休眠模式。

计划

检测器使用基于板载时钟的计划，以及两种称为**休眠**和**唤醒**的特殊方法。**休眠**方法设置低流量和温度，用于节省资源。**唤醒**方法设置新的流量和温度，通常用于恢复操作条件。

在一天中指定的时间调用休眠方法以降低流量和温度。再次使用检测器之前，调用唤醒方法或分析方法以恢复设置。例如，可以在每天或工作日结束后调用休眠方法，然后在第二天回到工作之前调用唤醒方法。进行实验以找到调用唤醒方法的最佳时间。

休眠方法

考虑下列事项：

- 请勿关闭真空泵。泵需要处于打开状态，以避免出现关闭情况。
- 请勿关闭氧化气流量。
- 为节省氧气，请关闭臭氧发生器。此设置还可关闭氧气流量。

对于 SCD：

主要需要关注的是要避免在无气体流动时对陶瓷管进行加热。关闭臭氧发生器将节省氧气，并且不会让通过陶瓷管的流量发生变化。如果必须进一步降低温度或减少气体流量，则可以减少氧化气流量，关闭氢气流量，最重要的是，将燃烧器温度降至约 250 °C 左右。基座温度同时也会降低。

对于 NCD：

关闭臭氧发生器。如果需要进一步节省能源和气体，请减少（但不关闭）氧气并关闭氢气流量。将燃烧器温度降至约 250 °C 左右并关闭冷却器。

将检测器设置为节省资源

通过选择和使用**仪器计划**可将检测器设置为节省资源：

1 决定如何恢复流量。计划功能中的选项包括：

- **使用休眠方法进入休眠。**此方法应降低流量和温度。（尽管较好的做法是创建这些方法，但如果只将检测器唤醒到上个活动方法，则不需要使用它们。）
- **使用当前方法唤醒。**在指定的时间，检测器将恢复在进入休眠之前使用的上个活动方法。
- **使用唤醒方法唤醒。**在指定的时间，检测器将调用唤醒方法，并保持在这些设置条件下。

2 创建休眠方法。此方法应降低流量和温度。

3 根据需要对唤醒方法进行编程。（尽管较好的做法是创建这些方法，但如果只将检测器唤醒到上个活动方法，则不需要使用它们。）

4 创建休眠 / 唤醒计划。

- a 按 **[Sleep/Wake]**（休眠 / 唤醒）。
- b 滚动至**编辑仪器计划**？然后按 **[Enter]** 键。
- c 按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）创建新的计划项目。
- d 看到提示后，滚动至所需的周中的某天，然后按 **[Enter]** 键。
- e 看到提示后，滚动至**使用休眠方法进入休眠**，按 **[Enter]** 键，然后输入事件时间。按 **[Enter]** 键
- f 如果需要，可在查看计划时设置唤醒功能。按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）创建新的计划项目。
- g 看到提示后，滚动至所需的周中的某天，然后按 **[Enter]** 键。
- h 看到提示后，滚动至**使用当前方法唤醒或使用唤醒方法唤醒**，按 **[Enter]** 键，然后输入事件时间。按 **[Enter]** 键
- i 根据需要对周中的任何其他天重复步骤 b 至 g。

不必对每天的事件编程。例如，您可以将检测器编程为在星期五晚上休眠，然后在星期一上午唤醒，在工作日期间使其在操作条件下继续运行。

创建或编辑仪器计划

要创建一个新计划或编辑现有的计划，请删除不需要的计划，然后根据需要进行添加。

1 创建休眠 / 唤醒计划：

- a 按 **[Sleep/Wake]**（休眠 / 唤醒）。
- b 滚动至**编辑仪器计划**？然后按 **[Enter]** 键。
- c 按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）创建新的计划项目。

- d 看到提示后，滚动至所需的周中的某天，然后按 **[Enter]** 键。
- e 看到提示后，滚动至**使用休眠方法进入休眠**，按 **[Enter]** 键，然后输入事件时间。按 **[Enter]** 键
- f 如果需要，可在查看计划时设置唤醒功能。按 **[Mode/Type]**（模式 / 类型）创建新的计划项目。
- g 看到提示后，滚动至所需的周中的某天，然后按 **[Enter]** 键。
- h 看到提示后，滚动至**使用当前方法唤醒或使用唤醒方法唤醒**，按 **[Enter]** 键，然后输入事件时间。按 **[Enter]** 键
- i 根据需要对周中的任何其他天重复步骤 b 至 g。

2 编辑休眠 / 唤醒计划：

- a 调用包含相同设定值的方法。
- b 编辑方法设定值。检测器只允许设置相关的参数。
 - 对于**休眠**方法，检测器可设置初始检测器温度和流量。
 - 对于**唤醒**方法，检测器可设置与休眠方法相同的参数。
- c 按 **[Method]**（方法），滚动至用于存储（**休眠**或**唤醒**的方法，按 **[Store]**（存储），然后按 **[Enter]** 键。
- d 如果提示覆盖，请按 **[On/Yes]**（开 / 是）以覆盖现有方法，或按 **[Off/No]**（关 / 否）取消。

立即将检测器置于休眠状态

- 1 按 **[Sleep/Wake]**（休眠 / 唤醒）。
- 2 选择立即进入休眠，然后按 **[Enter]** 键。

立即唤醒检测器

- 1 按 **[Sleep/Wake]**（休眠 / 唤醒）。
- 2 选择所需的唤醒选项，然后按 **[Enter]** 键。
 - 看到提示后，滚动至**使用当前方法唤醒**，然后按 **[Enter]** 键。通过调用在进入休眠之前使用的上个活动方法退出休眠模式。
 - **使用唤醒方法唤醒**，然后按 **[Enter]** 键。通过调用**唤醒**方法退出休眠模式。



5 维护

维护计划	58
跟踪检测器灵敏度	59
消耗品和更换部件	60
SCD 零件分解图	62
NCD 零件分解图	63
检测器维护方法	64
将色谱柱连接到检测器	65
更换内部陶瓷管 (SCD)	68
更换石英管 (NCD)	70
检查真空泵油	73
添加真空泵油	74
更换真空泵油	76
更换臭氧阱	78
更换油雾过滤器	79
清洁检测器外部	80
校准流量和压力传感器	81

本章介绍正常使用 SCD 和 NCD 所需的日常维护过程。



维护计划

为了保持 Agilent 8355 S SCD 和 8255 S 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 3。

表 3 建议的 Edwards RV5 真空泵维护计划

组件	工作寿命*
臭氧破坏阱（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（燃烧器和臭氧发生器处于“打开”状态）所记录的总时间。

† 泵油可从供应商处购买，或直接从 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

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。

MDL 指标使用 SCD 或 NCD 的 Agilent 校验标样进行定义。

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 噪音。

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 4 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)（每包 3 个） （请参见 SCD 零件分解图）	G3488-60008
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 （请参见 SCD 零件分解图）	G3488-81302
硫化学发光测试样品	5190-7003
氮化学发光测试样品	5190-7002
真空泵部件	
RV5 泵 – 110 V/230 V – 国内	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 5 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 6 用于毛细管色谱柱的螺母、密封垫圈和硬件

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 毫米色谱柱)	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

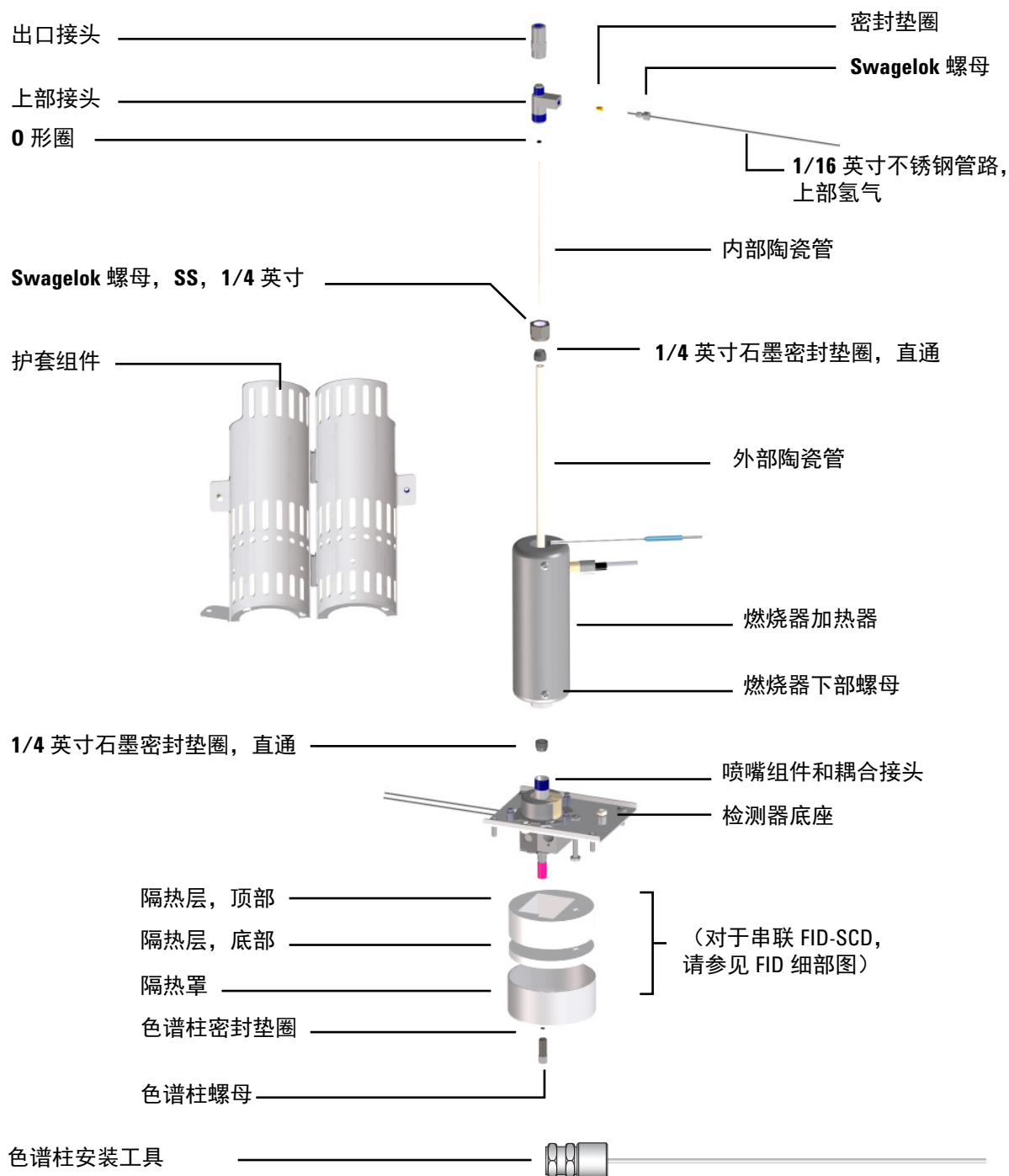


图 8 SCD 零件分解图

NCD 零件分解图

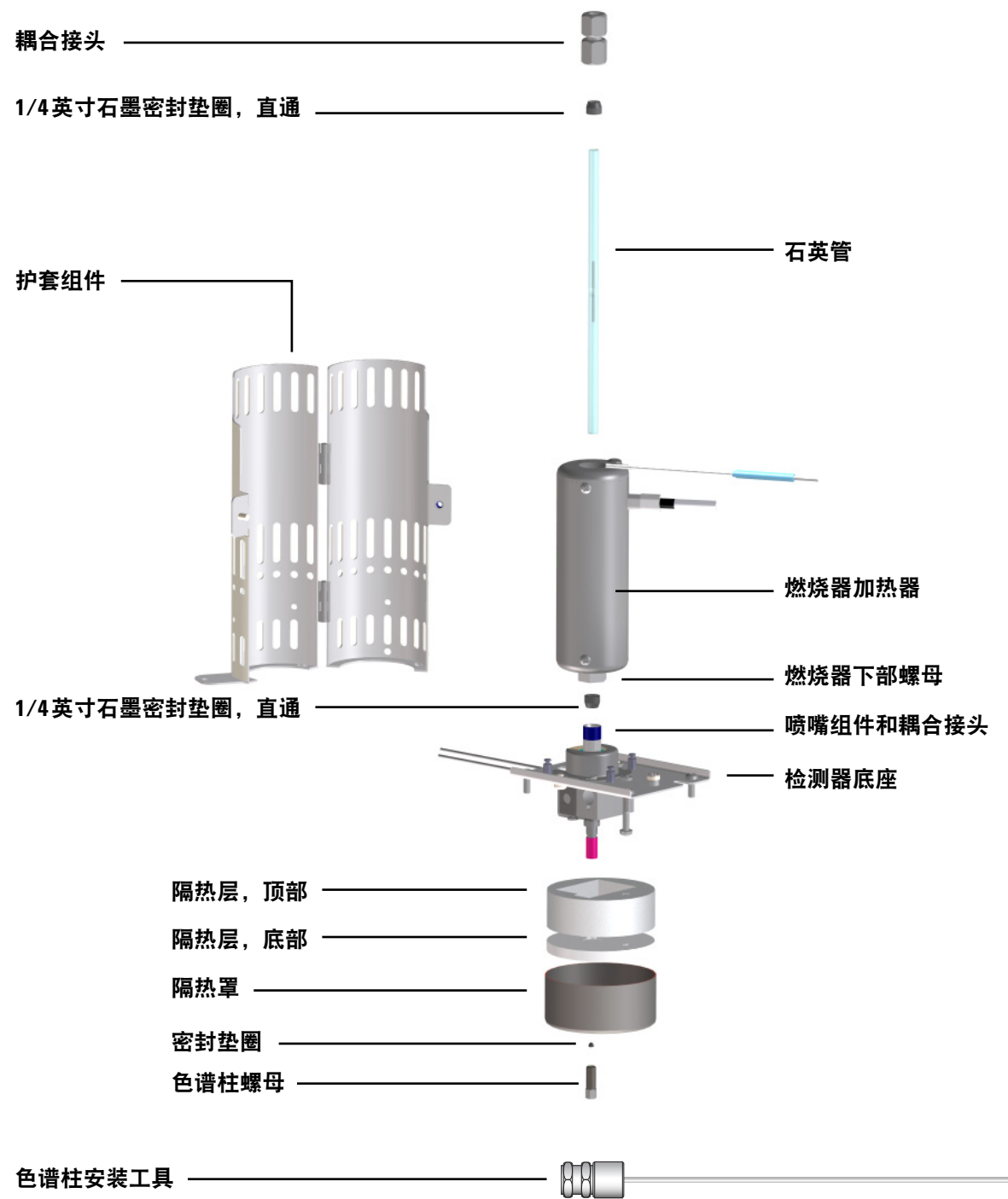


图 9 NCD 零件分解图

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 或 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 关闭所有氢气流。
- 3 保持氧化气和臭氧发生器供应气打开。
- 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。

另外，根据需要冷却检测器的任何其他部件。将加热区域冷却到 40 °C 以下以进行安全操作。

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（请参见第 60 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 将 GC 柱箱、进样口和其他加热区域冷却到安全操作温度 (< 40 °C)。

3 为检测器做维护前的准备工作。

- a 调用维护方法并等候检测器准备就绪。（请参见第 64 页上的“检测器维护方法”。）等到检测器、燃烧器组件和检测器基座冷却到安全操作温度 ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$)。
- b 关闭所有氢气流。（保持氧化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。

4 将隔垫、毛细管色谱柱螺母和密封垫圈安装到色谱柱上。

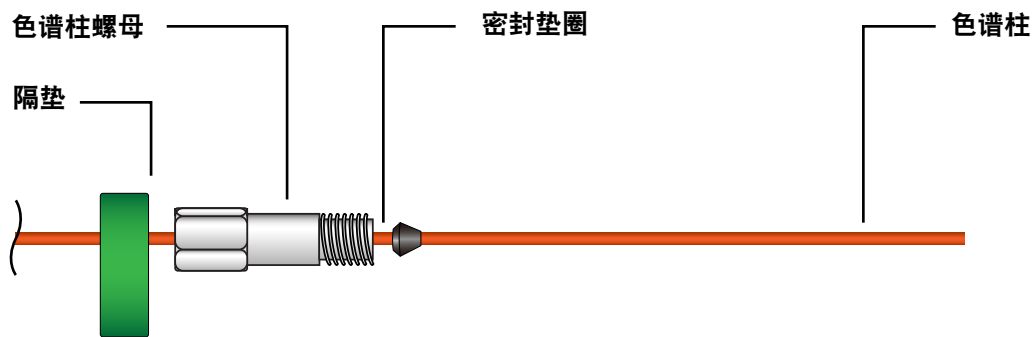


图 10 将隔垫、色谱柱螺母和密封垫圈安装到色谱柱上。

5 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。

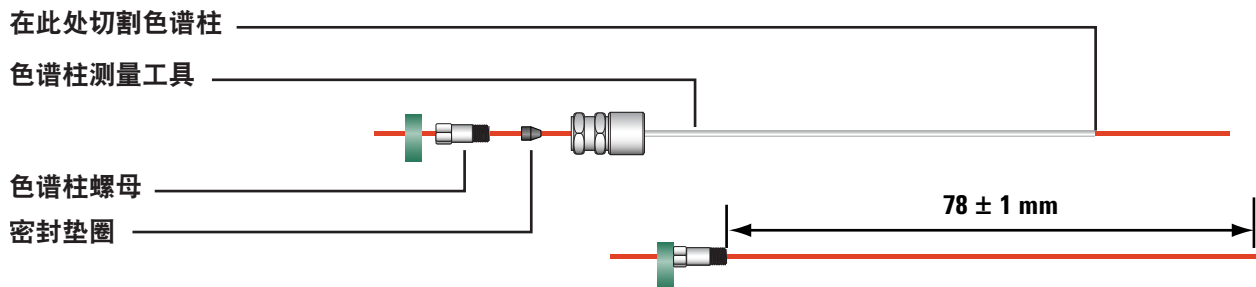
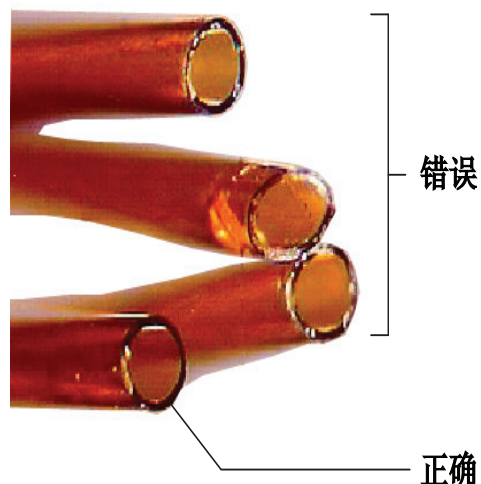


图 11 使用色谱柱测量工具设置色谱柱长度和套接密封垫圈

- 6 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。
- 7 用色谱柱切割片以 45° 的角度在色谱柱上刻线。

- 8 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。



- 9 从工具中取下色谱柱、螺母和套接密封垫圈。
- 10 用在异丙醇中浸湿的薄纸擦拭柱壁，擦去指纹和灰尘。
- 11 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 将 GC 柱箱、进样口和其他加热区域冷却到安全操作温度 (< 40 °C)。

3 为检测器做维护前的准备工作。

- a 调用维护方法并等候检测器准备就绪。（请参见第 64 页上的“检测器维护方法”。）等到检测器、燃烧器组件和检测器基座冷却到安全操作温度 (< 40 °C)。
- b 关闭所有氢气流。（保持氧化气和臭氧供应气打开。）
- c 关闭臭氧发生器。

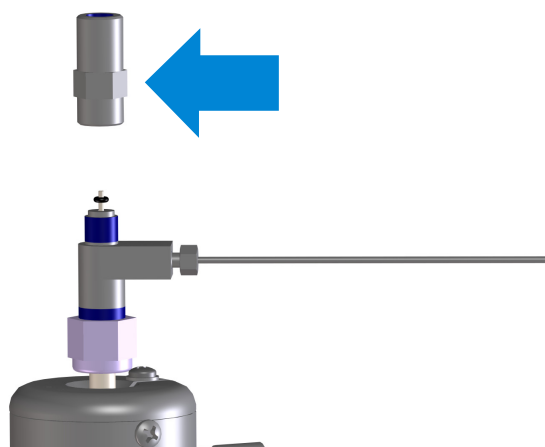
警告

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。

- 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 英寸扳手从上部接头取下出口接头。
- 6 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。
- 7 取下旧的内部陶瓷管。
- 8 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 毫米左右。（此尺寸并非关键因素。）



- 9 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。
- 10 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。



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

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 将 GC 柱箱、进样口和其他加热区域冷却到安全操作温度 (< 40 °C)。

3 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 64 页上的“检测器维护方法”。）等到检测器、燃烧器组件和检测器基座冷却到安全操作温度 (< 40 °C)。
- b 关闭所有氢气流。（保持氧化气和臭氧供应气打开。）
- c 关闭臭氧发生器。

警告

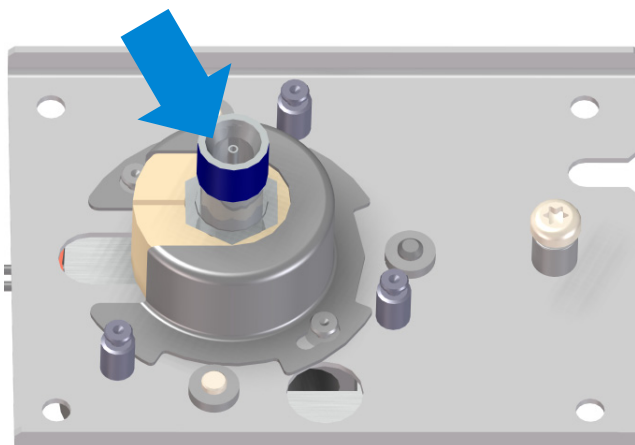
氢气是易燃气体。对检测器执行维护操作之前，关闭所有检测器（和色谱柱）氢气流。

- 4 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。
- 5 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。
- 6 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。
- 7 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

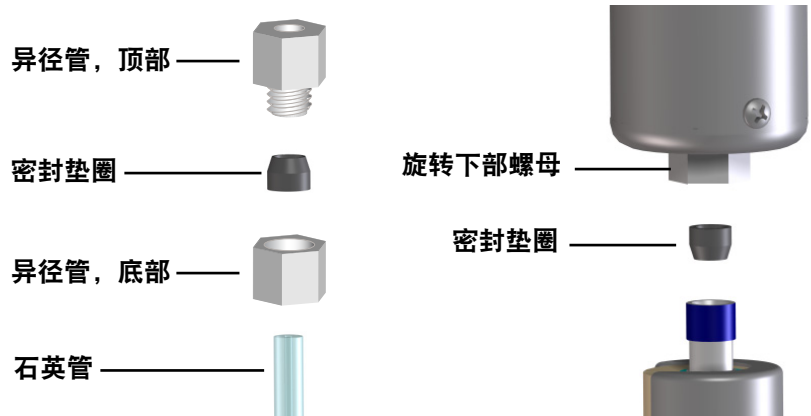
石英管是易碎物品，很容易破碎或破裂。为避免损坏石英管，应小心拿取。

- 8 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。
- 9 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。



- 10 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。
- 11 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。
- 12 使用两个扳手拆卸异径管，然后卸下旧密封垫圈。

- 13** 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。



- 14** 重新组装异径管。用两个扳手拧紧，直到安装到位。
- 15** 向下滑动新的石英管使其通过燃烧器组件，直到它从基座中伸出大约 1 厘米。（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。

- 16** 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。
- 17** 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。
- 18** 将螺母安装到出口接头中，然后使用两个扳手拧紧。
- 19** 将传输线重新安装在出口接头上。用手拧紧。切勿拧得太紧。
- 20** 重新安装保护罩。
- 21** 恢复检测器运行条件。

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。

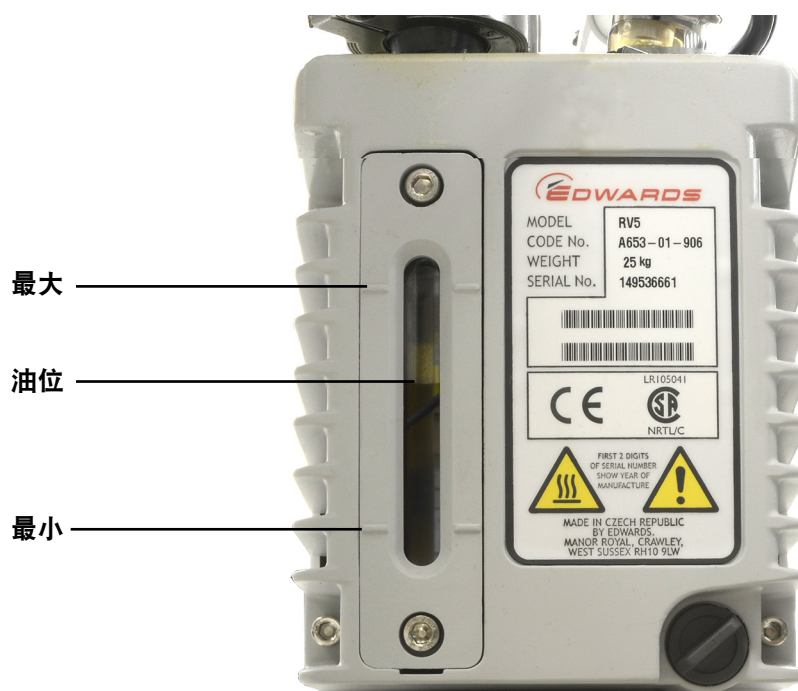


图 12 检查油位

- 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。

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。请参见第 46 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。请参见第 73 页上的图 12。
- 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。请参见第 45 页上的“启动”。
- 9 将维护记录在维护日志中。

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。请参见第 46 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。

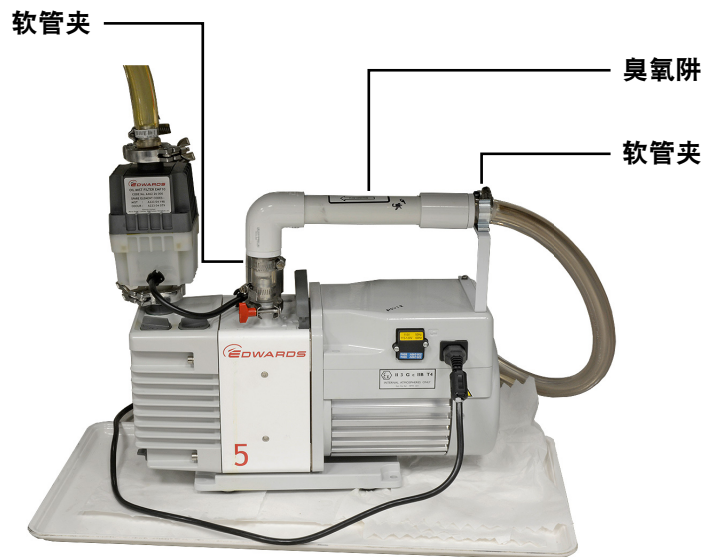


- 4 取下注油盖，然后打开排油口塞子。抬起泵的电机端将油完全排出。
- 5 重新安装排油口塞子。
- 6 添加新泵油，直到油位接近但不超过油位窗口旁的最大值标记。请参见第 73 页上的图 12。
- 7 重新装上注油盖。
- 8 擦掉泵周围和下面的所有余油。
- 9 重新连接泵的电源线。
- 10 打开检测器并恢复运行条件。请参见第 45 页上的“启动”。
- 11 将维护记录在维护日志中。
- 12 在大约 30 分钟之后，检查泵是否泄漏，24 小时之后再次进行检查。

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。
 - 使氧化气流量保持打开。
 - 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 毫米长柄六角扳手（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。

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 °C)。

警告

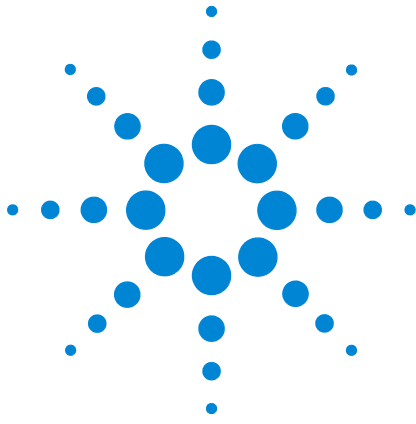
小心电击。在清洁检测器之前，请关闭检测器并拔下其电源线。

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 S SCD 和 8255 S NCD 使用电子压力控制模块。通常，将检测器设置为使用流量自动归零功能。请参见第 47 页上的“[配置流量自动归零功能](#)”。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，请参阅第 47 页上的“[将特定流量或压力传感器归零](#)”。



6 故障排除

解决检测器问题	84
故障排除表	85
LED 状态指示灯	88
检测器消息	89
泄漏	90
电源问题	92
臭氧发生问题	93
焦化	94
氢中毒	95
气体受到污染	96

本章介绍如何排除和解决在使用 Agilent 8355 S SCD 或 8255 S NCD 检测器时遇到的典型问题。



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 22 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 44 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。

下一节中的表 7 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 7 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。	请参见“无臭氧”。
	模拟输出的范围设置不正确（仅限独立检测器）		编辑范围以更好地绘制数据。请参见第 50 页上的“信号输出”。
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。请参见第 35 页上的“服务模式键”。
	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 68 页上的“更换内部陶瓷管 (SCD)”或第 70 页上的“更换石英管 (NCD)”。
响应低	氢气和氧化气流量不合适。	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。请参见第 90 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 68 页上的“更换内部陶瓷管 (SCD)”或第 70 页上的“更换石英管 (NCD)”。
	输入电压与配置插头不匹配。		请联系 Agilent 进行维修。
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。
过度响应	模拟输出的范围设置不正确（仅限独立检测器）		编辑范围以更好地绘制数据。请参见第 50 页上的“信号输出”。
	氧化气管线有泄漏。		检查检测器是否有泄漏并修复所有泄漏。请参见第 90 页上的“泄漏”。

表 7 排除检测器问题（续）

问题	可能的原因	诊断	纠正措施
	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。请参见第 90 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。
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。请参见第 65 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 68 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”或第 70 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。
燃烧器压力超过 760 Torr。	上部陶瓷管内径所产生的限制。	如果正在进行维护，请将其完成。正常运行期间再次进行检查。	
燃烧器压力过高。	石英或外部陶瓷管破裂。 1/16 英寸不锈钢氢气或氧化气管线泄漏或断开连接。		更换陶瓷管。请参阅第 68 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”或第 70 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。请参见第 90 页上的“ 泄漏 ”。
燃烧器压力低于预期且响应不佳	内部陶瓷管破裂或未对齐。	检查内部陶瓷管是否正确放置，并未掉入到外管中。	请参见第 68 页上的“ 更换内部陶瓷管 (SCD) ”。

表 8 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。
- **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。
- **红色：**表示故障或其他严重情况。可能存在故障或其他消息。必须解决故障情况才能使用检测器。

检测器消息

检查检测器状态显示屏上是否有检测器消息。检测器键盘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检测器日志文件中。

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。请联系 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 91 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 91 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 102 页上的表 10；对于 NCD，请参见第 107 页上的表 11）。
- 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量，请使用检测器键盘关闭所有的气流。
- 5 监控检测器显示屏上的压力读数。（按 [Det]（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

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是否有泄漏、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

在相对氧化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氧化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。
- 检查氧化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《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。请参见第 60 页上的“消耗品和更换部件”。



7 性能验证

关于色谱图校验	98
准备色谱图校验	99
检查 SCD 性能	101
检查 NCD 性能	106

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检测器相较于出厂条件下的性能。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。

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。

注意

此处列出的部件适用于 Agilent GC。对于其他 GC 类型，请根据情况匹配部件属性。

- 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 9 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- μ L	5181-1267
衬管“O”形环	5188-5365
隔垫，针对渗漏和温度优化 (BTO)，无粘性	5183-4757
衬管，超惰性，不分流，单锥，玻璃棉	5190-2293
镀金进样口密封垫，带垫片	5188-5367
多模式进样口	
进样针， 10- μ L	5181-1267
衬管“O”形环	5188-5365
隔垫	5183-4757
衬管，超惰性，不分流，单锥，玻璃棉	5190-2293
冷柱头进样口	
隔垫	5183-4758
隔垫螺母	19245-80521
进样针， 5- μ L 柱头	5182-0836
0.32 mm 针头，用于 5- μ L 进样针	5182-0831
7693A ALS：针头支撑插件，COC	G4513-40529
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。

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 99 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，空气作为氧化气，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）。请参见第 99 页上的“准备色谱图校验”。

4 安装评估色谱柱。（请参阅 GC 的《维护 GC》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《维护 GC》手册中的过程。）
- 配置色谱柱。

5 检查检测器基线输出。输出应该低于 150 pA 并且相对稳定（假设比较稳定的系统的色谱柱柱箱为 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 测得的噪音应该大致为 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 如果使用 AIB，请将模拟范围设置为 9。如果使用 Agilent 35900E A/D Converter，请设置为 10，或者在进行线性测试时设置为 12。该起点可能需要调整。

7 使用表 10 中列出的参数值创建或调用方法。

表 10 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	2 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	40 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
上部 H ₂ 流量	38 mL/min
下部 H ₂ 流量	8 mL/min
氧化气流量	50 mL/min (空气)
O ₃ 发生器流量	打开

表 10 SCD 校验条件 (续)

臭氧发生器电源	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	300 mL/min
FID N ₂ 尾吹气流量	20 mL/min
SCD 氧化气流量	5 mL/min
SCD 上部 H ₂ 流量	40 mL/min
下部 H ₂ 流量	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 (最大值)
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

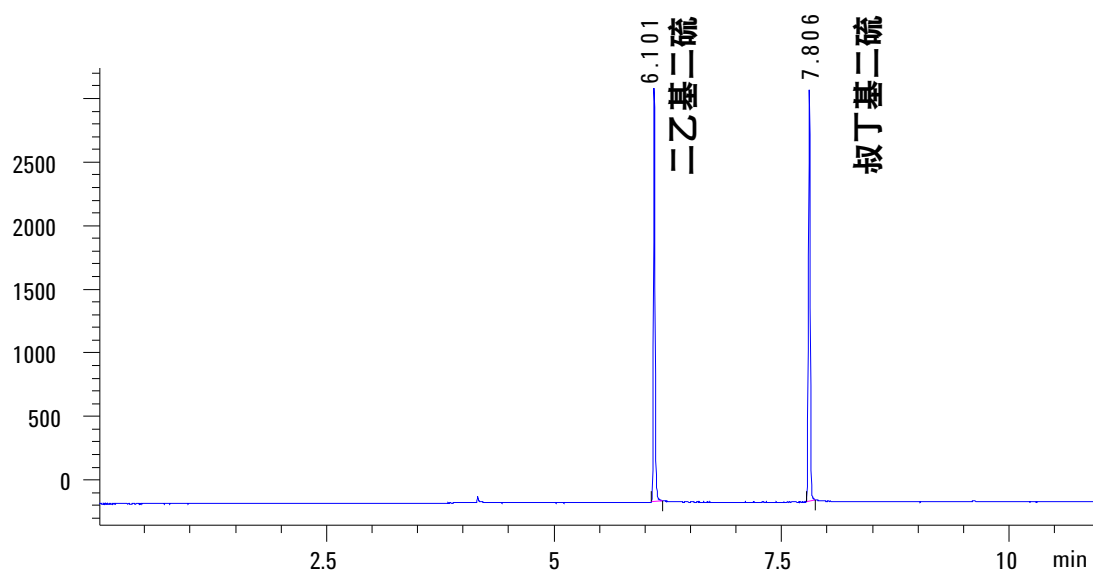
表 10 SCD 校验条件 (续)

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 C0C 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)

- 8 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。
- 9 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 安装的响应值约为本例所示响应值的 1/10。

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



对于新的安装，计算检测器对于硫的 MDL。MDL 的计算方法：

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

其中

噪音是指 Agilent 数据系统计算的 ASTM 噪音

灵敏度通过以下方式计算：

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

下表显示了基于校验标样进样 1 μL 时 MDL 计算的典型结果。

化合物	进样量 (mg/L)	硫含量	硫进样量 (pg/ μL)	典型 ASTM 噪音	典型灵敏度 (Area/pg $\cdot$ s)	典型 MDL (pg S/ μL)
二乙基二硫醚	0.700	52.50 %	367.500	2.453	9.504	0.469
叔丁基二硫醚	1.000	36.00 %	360.000	2.453	10.993	0.446

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 99 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，空气作为氧化气和臭氧供应气。
- 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）。请参见第 99 页上的“准备色谱图校验”。

4 安装评估色谱柱。（请参阅 GC 的《维护 GC》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《维护 GC》手册中的过程。）
- 配置色谱柱。

5 检查检测器基线输出。输出应该低于 150 pA 并且相对稳定（假设比较稳定的系统的色谱柱柱箱为 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 如果使用 AIB，请将模拟范围设置为 9。如果使用 Agilent 35900E A/D Converter，请设置为 10，或者在进行线性测试时设置为 12。该起点可能需要调整。
- 7 使用表 11 中列出的参数值创建或调用方法。

表 11 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

表 11 NCD 校验条件 (续)

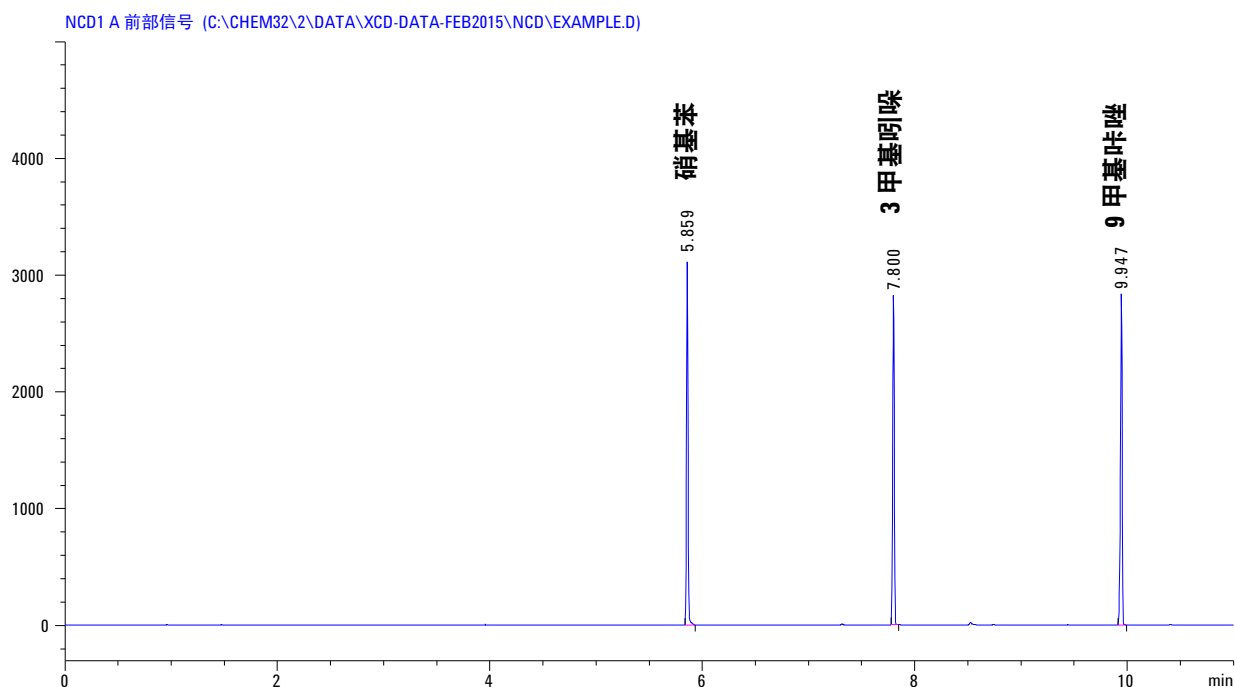
H ₂ 流量	3 mL/min
氧化气流量	8 mL/min (氧气)
O ₃ 发生器流量	打开
臭氧发生器电源	打开
真空泵	打开
柱箱	
初始温度	50 °C
初始时间	3.0 min
速率 1	25 °C/min
梯度 1 温度	250 °C
梯度 1 保持时间	2 min
后运行温度	50 °C
ALS 设置 (如果已安装)	
样品清洗次数	2
样品抽吸次数	6
样品清洗量	8 µL (最大值)
进样量	1 µL
进样针体积	10 µL
溶剂 A 预清洗次数	0
溶剂 A 后清洗次数	3
溶剂 A 清洗量	8 µL (最多)
溶剂 B 预清洗次数	0
溶剂 B 后清洗次数	3
溶剂 B 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

表 11 NCD 校验条件 (续)

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 μ L
数据系统	
数据采集频率	5 Hz (前检测器, NCD)

- 8 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。
- 9 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 μ L 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。



对于新的安装，计算检测器对于氮的 MDL。MDL 的计算方法：

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

其中

噪音是指 Agilent 数据系统计算的 ASTM 噪音

灵敏度通过以下方式计算：

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

下表显示了基于校验标样进样 1 μL 时 MDL 计算的典型结果。

化合物	进样量 (mg/L)	氮含量	氮进样量 (pg/ μL)	典型 ASTM 噪音	典型灵敏度 (Area/pg*s)	典型 MDL (pg N/ μL)
硝基苯	9.510	11.37 %	1081.29	1.080	2.813	0.7679
3-甲基吡啶	10.000	10.67 %	1067.00	1.080	2.668	0.810
9- 甲基咪唑	14.100	7.72 %	1088.52	1.080	2.795	0.773