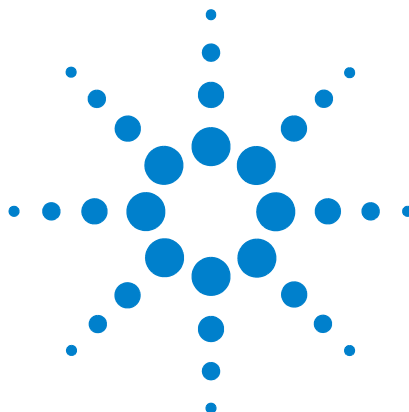




Газовый хроматограф Agilent 7820A

Устранение неполадок



Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2015г.

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

G4350-98015

Издание

Издание 5-е, август 2016 г.

Издание 4-е, июнь 2015 г.

Издание 3-е, июль 2011 г.

Издание 2-е, июнь 2010 г.

Издание 1-е, март 2007 г.

Отпечатано в Китае

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131 P.R. Китай

安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路 412 号
联系电话：（800）820 3278

Гарантия

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

Предупреждения о безопасности

ВНИМАНИЕ!

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

ОСТОРОЖНО!

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

Содержание

1 Способы и общие процедуры

Основные понятия	10
Устранение неполадок с помощью данного руководства	10
Экранная клавиатура	10
Клавиша [Состояние]	11
Ошибки	12
Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям	13
Конфигурация канала ввода и детектора	13
Конфигурация колонки	13
Конфигурация автоматического пробоотборника для жидких материалов	14
Настройка газа	14
Просмотр журнала циклов и журнала событий	15
Журнал циклов	15
Журнал событий	15
Информация, которую необходимо подготовить перед обращением в Agilent для обслуживания	16

2 Признаки неполадок жидкостного автосемплера (ALS) и детектора

Ошибки плунжера	20
Процедура	20
Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7693A/7650A	21
Игла шприца сгибается во время ввода в канал ввода	22
ПИД не проходит проверку на ток утечки	23
Возможные причины	23
Процедура	23
АФД не проходит проверку на ток утечки	24
ПИД не проходит проверку базовой линии	25
Устранение пониженной чувствительности ПИД	26
ПИД не воспламеняется	27
Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности зажигания	29
Коррозия коллектора ПИД или свечи воспламенителя	31
ПФД не воспламеняется	32

Не удается выполнить настройку смещения АФД	34
Таблетка АФД не зажигается	35
Температура ПФД ⁺ не переходит в состояние готовности	36
Выключение (неисправного) устройства	37

3 Хроматографические признаки

Время удерживания не воспроизводится	41
Пиковые области не воспроизводятся	42
Загрязнение или перенос	43
Изолирование источника	43
Проверка возможных причин — все сочетания канала ввода и детектора	43
Пики превышают ожидаемые	46
Пики не отображаются или отсутствуют	47
Подъем базовой линии при выполнении программы температуры термостата	49
Низкое разрешение пиков	50
Размывание заднего фронта пика	51
Размывание заднего фронта пика АФД	53
Пик точки кипения или низкая чувствительность к молекулярной массе	54
Для любого канала ввода, работающего в режиме с делением потока с любым детектором	54
Для любого канала ввода, работающего в режиме без деления потока с любым детектором	54
Деструкция пробы в канале ввода/отсутствие пиков	55
Фронтальный пик	56
Детектор с шумами, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии	57
Шумы в базовой линии	57
Отклонение и дрейф базовой линии	60
Выброс базовой линии	61
Шум и чувствительность микродетектора захвата электронов (иЭЗД)	63
Оценка отображаемого сигнала	64
Чувствительность	66
Загрязнение (высокая базовая линия)	67
Область или высота пика слишком малы (низкая чувствительность)	68

Устранение пониженной чувствительности ПИД	69
Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла и при попытке произвести повторное зажигание	71
Вывод базовой линии ПИД выше 20 пА	73
Вывод базовой линии ПИД на максимальном уровне (прибл. 8 млн.)	74
Пламя ПФД гаснет во время выполнения цикла и при попытке повторного зажигания	75
Подавление и повторяемость ПФД	76
Слишком высокий или слишком низкий вывод ПФД	77
Области низкого пика ПФД	78
Ширина большого пика ПФД на половине высоты	79
Высокий уровень выходной базовой линии ПФД, > 20 пА	80
Подавление растворителя АФД	81
Низкая реакция АФД	82
Выходная базовая линия АФД > 8 млн	83
Неправильная работа процесса настройки смещения АФД	84
Низкая селективность АФД	85
При использовании ДТП наблюдаются отрицательные пики	86
В базовой линии ДТП присутствуют приглушенные синусоидальные пики с сигналами шума (звонящая базовая линия)	87
В пиках ДТП на заднем фронте присутствует отрицательная ступенька	88

4 Признаки, связанные с неготовностью ГХ

ГХ не переходит в состояние готовности	90
Поток не переходит в состояние готовности	91
Температура термостата не опускается или опускается очень медленно	92
Термостат не нагревается	93
Температура не достигает состояния готовности	94
Не удается настроить поток или давление	95
Газ не достигает отрегулированного значения или заданного значения давления или потока	96
Превышено отрегулированное значение или заданное значение давления или потока газа	97

Неустойчивое давление или поток канала ввода 98

Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее заданному значению, в канале с делением потока 99

Измеряемый поток колонки не совпадает с отображаемым потоком 100

ПВД не воспламеняется 101

Воспламенитель ПВД не загорается во время последовательности ввода 102

Измеренные значения скорости потоков водорода и газа поддувки ПВД или АФД намного меньше заданного значения 103

Не удается выполнить настройку смещения АФД 104

ПФД не воспламеняется 105

Клапан не готов 107

Дозирующие газовые краны 107

5 Признаки, связанные с выключением

Выключения из-за проблем с колонкой 110

Отключения из-за проблем с подачей водорода 112

Водород используется в каналах ввода и вспомогательных струях газа 112

Выключения вследствие нарушений температуры 114

6 Признаки, связанные с включением ГХ и передачей данных

ГХ не включается 116

Не удается установить связь между ГХ и компьютером 117

ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время самопроверки) 118

7 Проверка отсутствия утечек

Советы по проверке отсутствия утечек 120

Проверка внешних утечек 121

Проверка утечек ГХ 122

Проверка отсутствия утечек в канале ввода 123

Установка пределов предупреждений для проверки отсутствия утечки 125

Отмена предела предупреждения для проверки отсутствия утечки в канале ввода 126

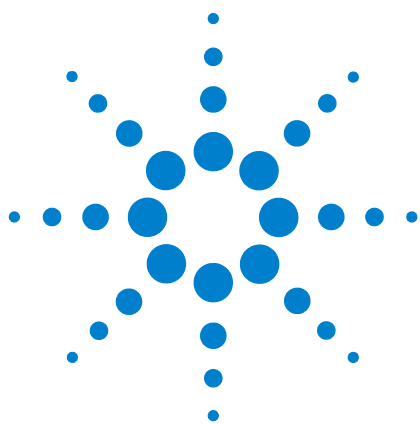
Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока 128

Не удается достичь отрегулированного значения или заданного значения давления	128
Низкая чувствительность или плохая повторяемость	129
Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в канале ввода с/без деления потока	131
Проверка затухания давления в канале ввода с/без деления потока с помощью экранной клавиатуры (Remote Controller)	131
Устранение утечек в каналах ввода с/без деления потока	136
Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой	137
Проверка затухания давления в набивном канале ввода с продувкой	137
Устранение утечек в набивном канале ввода с продувкой	141
Проверка отсутствия утечек в канале ввода с набивной колонкой	142
Устранение утечек в канале ввода с набивной колонкой	145
Проверка отсутствия утечек с помощью затухания давления в канале ввода СОС	146
Проверка затухания давления в канале ввода СОС	146
Устранение утечек в канале ввода СОС	150

8 Процедуры устранения неполадок

Измерение скорости потока колонки	152
Измерение скорости потока колонки с ПИД, ДТП, иЭЗД и ПФД	152
Измерение скорости потока колонки АФД	154
Измерение скорости потока сброса делителя или потока обдува септы	156
Измерение скорости потока детектора	158
Измерение скорости потока ПИД, ДТП, иЭЗД и ПФД	158
Измерение скорости потоков АФД	161
Выполнение самопроверки ГХ	163
Проверка или контроль противодавления в линии сброса делителя	164
Установка предела предупреждения для проверки ловушки канала ввода	165
Отмена предела предупреждения для проверки ловушки канала ввода	166
Проверка ловушки канала ввода	167
Проверка ограничений сброса делителя в канале ввода с/без деления потока	169

Проверка наличия загрязнений в линии сброса делителя	170
Настройка порога зажигания ПИД	172
Проверка горения пламени ПИД	173
Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания	174
Измерение тока утечки в ПИД	175
Измерение выходной базовой линии ПИД	176
Определение причины шума ПИД	177
Измерение тока утечки в АФД	178
Проверка наличия закупоренного сопла ПИД	179
Проверка наличия закупоренного сопла АФД	180
Проверка воспламенения таблетки АФД	181
Проверка горения пламени ПФД	182
Настройка смещения зажигания ПФД	183
Замена очистителей газа	184
Игнорирование состояния готовности устройства	185
Использование секундомера	187



1

Способы и общие процедуры

Основные понятия 10

Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям 13

Просмотр журнала циклов и журнала событий 15

Информация, которую необходимо подготовить перед обращением в Agilent для обслуживания 16



Основные понятия

В данном руководстве содержатся списки признаков и соответствующие процедуры, которые необходимо выполнить в случае возникновения ошибок, связанных с оборудованием ГХ или хроматографическим выводом, сообщениями ГХ о неготовности и другими общими случаями.

В каждом разделе описывается проблема и предоставляется список с описанием возможных причин неполадки. Эти списки не предназначены для разработки новых методов. Устраняйте неполадки на основании предположения о том, что метод(ы) работают правильно.

Это руководство содержит общие процедуры по устранению неполадок, а также информацию, которую необходимо собрать перед обращением в Agilent с просьбой об обслуживании.

Устранение неполадок с помощью данного руководства

Используйте следующие шаги в качестве общего подхода по устранению неполадок.

- 1 Изучите признаки проблемы.
- 2 Найдите необходимые признаки в этом руководстве с помощью содержания или средства **Поиск**. Просмотрите список возможных причин возникновения признака.
- 3 Рассмотрите все возможные причины или выполните проверку, которая сузит круг возможных причин и приведет к полному разрешению проблемы.

Экранная клавиатура

Во время поиска и устранения неполадок запустите экранную клавиатуру, чтобы получить доступ ко всей информации, доступной в ГХ. Если не указано иное, все процедуры в данном руководстве предполагают использование экранной клавиатуры (Remote Controller) при описании способов получения доступа к параметрам или информации ГХ.

Клавиша [Состояние]

Пользуйтесь клавишами [**Status**] (Состояние) и [**Info**] (Информация) на экранной клавиатуре при работе с данной информацией об устранении неполадок. Указанные клавиши позволяют просматривать дополнительные полезные сведения, относящиеся к состоянию ГХ и его компонентов.

Ошибки

При возникновении проблемы появляется сообщение о состоянии. Если сообщение указывает на неисправность оборудования, может быть доступна дополнительная информация. Откройте экранную клавиатуру (Remote Controller), подключитесь к ГХ и нажмите клавишу необходимого компонента (например, **[Front Det]** (Передний детектор), **[Oven]** (Термостат) или **[Front Inlet]** (Передний канал ввода)).

Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям

Определенные настраиваемые элементы ГХ должны всегда соответствовать текущим требованиям. В противном случае снизится чувствительность, возникнут ошибки хроматографирования и, возможно, появится угроза безопасности.

Конфигурация канала ввода и детектора

Убедитесь, что ГХ и все относящиеся к нему элементы настроены таким образом, чтобы отражать изменение канала ввода или детектора. Ниже приведены примеры элементов, которые должны соответствовать текущим требованиям после применения изменений к каналу ввода или детектору:

Лайнеры: Соответствие типа лайнера меняется в зависимости от режима канала ввода ГХ, например режима с делением потока или без деления потока, и результатов анализа.

Фильтры ПФД: фильтрам ПФД для правильной работы требуются различные потоки газа. Настройте поток в соответствии с установленным фильтром ПФД (фосфорный или серный).

Сопла ПИД и АФД: используйте сопло, соответствующее типу установленной колонки (капиллярная колонка или набивная колонка).

Конфигурация колонки

Изменяйте конфигурацию ГХ каждый раз при обрезке или смене колонки. Кроме того, всегда проверяйте, правильно ли в системе данных отображаются тип, длина и идентификатор колонки, а также толщина пленки. ГХ использует данную информацию при расчете потоков. Если не обновлять ГХ после замены колонки, это может привести к неправильным потокам, измененным или неправильным соотношениям деления потока, изменениям во времени удерживания и смене пиков.

Конфигурация автоматического пробоотборника для жидких материалов

Для обеспечения правильной работы необходимо, чтобы конфигурация жидкостного автосемплера всегда была актуальной. К элементам жидкостного автосемплера, которые должны соответствовать текущим требованиям, относятся: размер установленного шприца и используемые бутылки для растворителя и отходов.

Настройка газа

ОСТОРОЖНО! Всегда настраивайте ГХ надлежащим образом при работе с водородом. Водород подвержен быстрым утечкам, что приводит к угрозе безопасности в случае его чрезмерного попадания в воздух или в термостат ГХ.

Изменяйте настройки ГХ каждый раз при изменении типа газа. Если ГХ настроен на использование газа, отличного от применяемого в настоящий момент, может возникнуть нарушение скоростей потока.

Для выбора настройки газа выполните следующие действия.

- 1 Нажмите **[Config]** (Настройка).
- 2 Прокрутите экран до соответствующего детектора или колонки на дисплее и нажмите **[Enter]** (Ввод), чтобы увидеть настроенный тип газа.

Просмотр журнала циклов и журнала событий

В ГХ ведутся внутренние журналы событий, каждый из которых может содержать до 250 записей. Используйте эти журналы при устранении неполадок, особенно в тех случаях, когда сообщение не отображается на экране.

Для доступа к журналам нажмите [**Logs**] (Журналы) и переключитесь на необходимый журнал. На экране отобразится количество записей, содержащихся в журнале. Список можно прокручивать.

Журнал циклов

Для каждого запуска в журнале циклов записываются отклонения от запланированного метода. Данный журнал перезаписывается при запуске каждого нового цикла. Информацию журнала циклов можно использовать для поддержки стандартов Good Laboratory Practices (GLP), а также загружать в систему обработки данных Agilent. Если журнал циклов содержит записи, индикатор **Журнал циклов** на экранной клавиатуре светится.

Журнал событий

В журнале событий записываются сведения о таких событиях, как отключения, предупреждения, ошибки и изменения состояния ГХ (запуск цикла, остановка цикла и т. д.), происходящие во время работы ГХ. Когда журнал событий заполнен, ГХ перезаписывает записи, начиная с наиболее старой.

Информация, которую необходимо подготовить перед обращением в Agilent для обслуживания

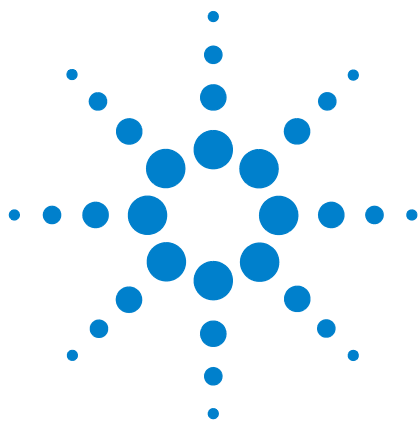
Подготовьте следующие сведения перед обращением в Agilent с просьбой об обслуживании.

- Признаки.
- Описание проблемы.
- Установленное оборудование и параметры/конфигурация на момент возникновения ошибки (проба, тип подаваемого газа, скорости потока газа, установленные детекторы/каналы ввода и т. д.).
- Все сообщения, появляющиеся на дисплее ГХ.
- Результаты всех проведенных проверок с целью устранения неполадок.
- Сведения о приборе. Подготовьте следующую информацию:
 - серийный номер ГХ, указанный на наклейке, расположенной в нижней правой части ГХ;
 - версия микропрограммного обеспечения ГХ (нажмите **[Status]** (Состояние), затем **[Clear]** (Очистка));
 - конфигурация электропитания ГХ (располагается на наклейке на задней панели ГХ слева от кабеля электропитания ГХ);



- Нажмите клавишу **[Status]** (Состояние), чтобы вывести на экран предыдущие сообщения **Ошибка, Не готов и Выключение**.

Контактные телефоны отделов обслуживания/поддержки можно найти на веб-сайте Agilent: www.agilent.com/chem.



2 Признаки неполадок жидкостного автосемплера (ALS) и детектора

Ошибки плунжера 20

Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода
7693A/7650A 21

Игла шприца сгибается во время ввода в канал ввода 22

ПИД не проходит проверку на ток утечки 23

АФД не проходит проверку на ток утечки 24

ПИД не проходит проверку базовой линии 25

Устранение пониженной чувствительности ПИД 26

ПИД не воспламеняется 27

Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности
зажигания 29

Коррозия коллектора ПИД или свечи воспламенителя 31

ПФД не воспламеняется 32

Таблетка АФД не зажигается 35

Температура ПФД⁺ не переходит в состояние готовности 36

Выключение (неисправного) устройства 37



Ошибки плунжера

Если ALS сообщает о возникновении ошибки переднего или заднего плунжера, проверьте следующие возможные причины.

- Плунжер шприца заливает или ненадежно соединен с держателем плунжера.
- Электромагнит плунжера заедает.
- Не работает кодовый датчик держателя плунжера.
- Механизм держателя плунжера ALS не двигается.
- Свободному перемещению плунжера мешают остатки пробы или износ. Установите новый шприц. Перед установкой убедитесь, что шприц заполнен растворителем.

Процедура

- 1 Извлеките шприц и проверьте плунжер на предмет заливаний или заеданий.
- 2 При необходимости замените шприц. См. документацию к [7693A](#) или [7650A](#), в зависимости от ситуации.
- 3 Проверьте соответствие вязкости пробы параметру вязкости.
- 4 При необходимости сбросьте параметр вязкости.
- 5 Перезапустите последовательность.
- 6 Если ошибка повторяется, обратитесь в сервисное представительство компании Agilent.

Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7693A/7650A

Если индикатор режима выравнивания включен, сначала убедитесь, что турель установлена правильно. Затем выполните процедуру выравнивания, как описано в руководстве [Установка, эксплуатация и обслуживание жидкостного автосемплера 7693A](#) или [Установка, эксплуатация и обслуживание жидкостного автосемплера 7650A](#).

Игла шприца сгибается во время ввода в канал ввода

ОСТОРОЖНО! При устранении неполадок в устройстве ввода не подносите руки близко к игле шприца. Игла острая и может содержать опасные химические соединения.

Для получения дополнительных сведений см. документацию ALS, указанную ниже.

[Установка, эксплуатация и обслуживание жидкостного автосемплера 7693A](#)

[Установка, эксплуатация и обслуживание автоматического пробоотборника для жидких материалов модели 7650A](#)

- Убедитесь, что гайка септы ГХ не затянута слишком туго.
- Убедитесь, что шприц правильно установлен в каретке.
- Убедитесь, что держатель и направляющая иглы чистые. Удалите все остатки вещества и налет септы. Установите при необходимости новое основание опоры иглы (7693A или 7650A).
- Убедитесь, что используется подходящий шприц. Общая длина цилиндра шприца и иглы должна составлять приблизительно 126,5 мм.
- Убедитесь, что размеры виалы с пробой соответствуют требованиям.
- Проверьте правильность установки винтовой крышки. См. документацию к пробоотборнику.

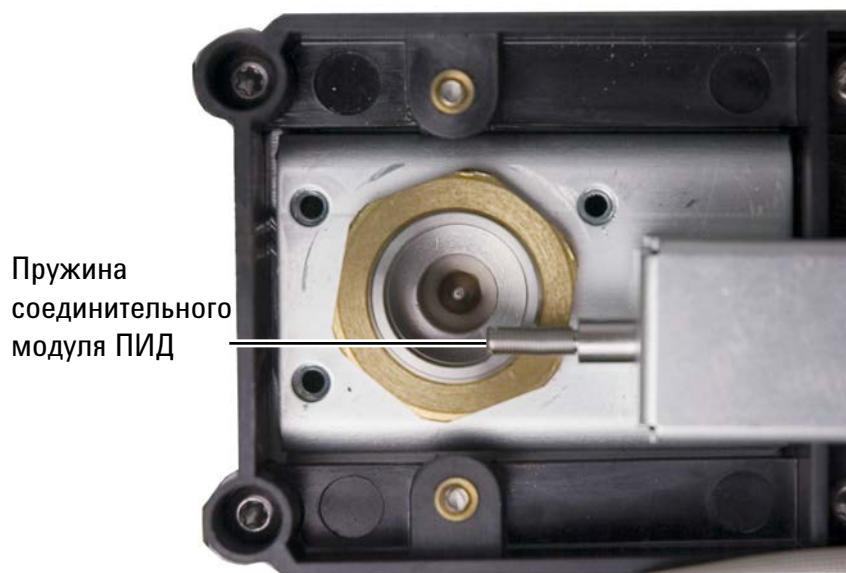
ПИД не проходит проверку на ток утечки

Возможные причины

Сбой проверки на ток утечки обычно свидетельствует о неправильной сборке, загрязнении или поврежденной детали.

Процедура

- 1 Если вы недавно выполнили обслуживание ПИД, перед устранением неполадок детектора сначала проверьте правильность его сборки.
- 2 **Замените** фторопластовый элемент (ПИД) при наличии загрязнений.
- 3 Убедитесь, что пружина соединительного модуля не повреждена, не погнута и не загрязнена. Пружина соединительного модуля должна касаться нижней части коллектора. Если соединительная пружина повреждена, согнута или загрязнена, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.



АФД не проходит проверку на ток утечки

Сбой проверки на ток утечки обычно свидетельствует о неправильной сборке, загрязнении или поврежденной детали.

Если вы недавно выполнили обслуживание АФД, перед устранением неполадок детектора сначала проверьте правильность его сборки.

- 1 Замените **керамические изоляторы**. Выполните повторную проверку.
- 2 Задайте для напряжения таблетки значение 0 В. Выключите настройку смещения. Осмотрите вывод (ток утечки).
- 3 Удалите таблетку и поместите ее для хранения в безопасном месте.
- 4 Открутите три винта, фиксирующие крышку, а затем снимите крышку.
- 5 Осмотрите пружину соединительного модуля. Убедитесь, что пружина соединительного модуля не повреждена, не погнута и не загрязнена. Пружина соединительного модуля должна касаться нижней части коллектора. Если соединительная пружина повреждена, согнута или загрязнена, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.
- 6 Если соединительная пружина не повреждена и не загрязнена, а уровень выходного сигнала детектора по-прежнему высок, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.

ПВД не проходит проверку базовой линии

Если вы недавно выполнили обслуживание ПВД, перед устранением неполадок детектора сначала проверьте правильность его сборки.

Если ПВД не проходит проверку базовой линии, выполните следующие действия.

- Убедитесь в чистоте и качестве газа.
- Замените грязные/изношенные ловушки химикатов.
- Выполните [отжиг](#) детектора.

Устранение пониженной чувствительности ПИД

См. [«Устранение пониженной чувствительности ПИД»](#).

ПИД не воспламеняется

- Убедитесь, что порог зажигания составляет ≈ 2 пА.
- Убедитесь, что температура ПИД достаточно высокая для зажигания (> 150 °C). Компания Agilent рекомендует установить температуру на уровне > 300 °C.
- Убедитесь, что воспламенитель ПИД загорается во время последовательности зажигания. (См. раздел [Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания](#).)
- Убедитесь, что давление воздуха и водорода соответствует рекомендациям компании Agilent (водород: > 35 фунт./кв. дюйм [210 кПа], воздух: > 55 фунт./кв. дюйм [380 кПа]).
- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПИД. Это упростит зажигание и не потребует изменения заданных значений.
- Продолжайте увеличивать поток водорода и уменьшать (или отключите) поток поддувочного газа, пока не произойдет зажигание, после этого снизьте их до значений, определенных в методе. Изменяйте значения для получения наилучших результатов.

Благодаря увеличению потока водорода и уменьшению потока поддувочного газа ПИД будет проще воспламеняться. Причиной зажигания в таких измененных условиях может быть частично закупоренное сопло, слабый воспламенитель или утечка в фитинге колонки.

- Проверьте, не закупорено ли сопло полностью или частично. (См. раздел [Проверка наличия закупоренного сопла ПИД](#).)
- Измерьте значения скорости потока ПИД. Фактические значения скорости потока должны отличаться от заданного значения не более, чем на 10% в большую или меньшую сторону. Соотношение водорода и воздуха существенно влияет на зажигание. Неоптимальные параметры потоков могут препятствовать зажиганию пламени. (См. раздел [Измерение скорости потока в детекторе](#).)

- Если пламя по-прежнему не зажигается, это может означать наличие крупной утечки в системе. Крупные утечки вызывают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки в ПИД. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)
- Проверьте скорость потока колонки. (См. раздел [Измерение скорости потока в колонке](#).) Скорость потока водорода должна превышать сумму значений скорости потока колонки и потока поддувочного газа.
- Если анализ позволяет, замените азот на гелий, чтобы использовать его в качестве поддувочного газа.

Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности зажигания

ОСТОРОЖНО!

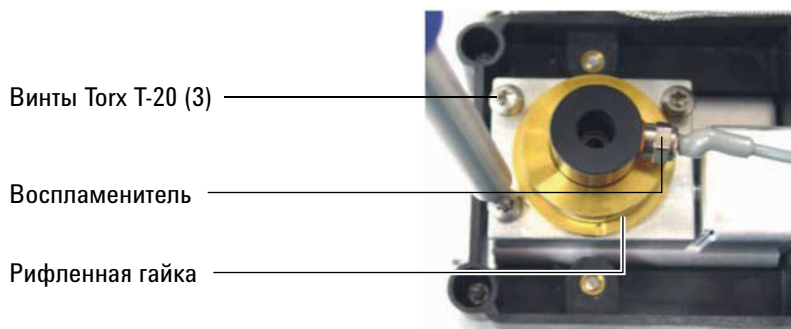
Находитесь на безопасном расстоянии от фторопластовой трубки ПИД при выполнении процедуры. При использовании водорода пламя ПИД будет невидимым.

- 1 Снимите верхнюю крышку детектора.
- 2 Включите пламя ПИД.
- 3 Осмотрите свечу воспламенителя через фторопластовую трубку ПИД. Малое отверстие должно светиться во время последовательности зажигания.

Если проверку не удастся выполнить, проверьте следующие возможные причины.

- Возможно, неисправен воспламенитель. Замените воспламенитель.
- Температура детектора установлена на уровне $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Компания Agilent рекомендует работать с ПИД при температуре $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- Отсутствует необходимое заземление воспламенителя.
 - Воспламенитель должен быть плотно прикручен к корпусу ПИД.
 - Три винта Torx T-20, удерживающих узел коллектора, должны быть плотно затянуты.
 - Латунная рифленая гайка, удерживающая корпус ПИД, должна быть плотно затянута.

Выполните обслуживание ПИД, если эти части подверглись коррозии или окислению.



2 Признаки неполадок жидкостного автосемплера (ALS) и детектора

Коррозия коллектора ПИД или свечи воспламенителя

Компания Agilent рекомендует при обслуживании ПИД проверять коллектор и свечу воспламенителя на наличие коррозии.

Процесс горения ПИД вызывает конденсацию. Конденсация в сочетании с хлорированными растворителями или пробами вызывает коррозию и утрату чувствительности.

Чтобы избежать коррозии, удерживайте температуру детектора на уровне выше 300 °C.

ПФД не воспламеняется

- Убедитесь, что температура ПФД достаточно высока для зажигания ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Убедитесь в соответствии скорости потока ПФД типу установленного в нем фильтра. Соотношение водорода и воздуха существенно влияет на зажигание. Неоптимальные параметры потоков могут препятствовать зажиганию пламени.

Таблица 1 Рекомендуемая скорость потока ПФД

	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин
Носитель (водород, гелий, азот, аргон)		
Набивные колонки	от 10 до 60	от 10 до 60
Капиллярные колонки	от 1 до 5	от 1 до 5
Газы детектора		
Водород	50	75
Воздух	60	100
Носитель и газ поддувки	60	60

- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. раздел [Измерение скорости потока в детекторе](#).)
- Убедитесь, что воспламенитель ПФД работает. (См. раздел [Проверка горения пламени ПФД](#).)
- Проверьте значение **Порог зажигания**. Обычное значение параметра **Порог зажигания** — 2. При нулевом значении функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- Если пламя по-прежнему не горит, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)

- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПФД. Это упростит зажигание и не потребует изменения заданных значений.
- В определенных рабочих условиях пламя проще зажечь, сняв трубку для напуска. После того как пламя зажжется, установите трубку для напуска на место.
- Попробуйте перейти к потокам фосфорного режима, зажечь пламя и постепенно перевести потоки на значения серного режима.
- Проверьте подключение кабелей к муфте, подключение муфты к свече, затяните свечу.

Не удается выполнить настройку смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. раздел [Проверка наличия закупоренного сопла АФД.](#))
- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. раздел [Измерение скорости потока в детекторе.](#)) Если скорости потоков водорода или поддувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние таблетки. [Замените ее](#) при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока. См. раздел [Информация о потоках, температуре и состоянии таблетки.](#)
- Если процедуру по-прежнему не удастся выполнить, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек.](#))
- Задайте для времени выравнивания значение 0,0.

Таблетка АФД не зажигается

- Задайте для времени выравнивания значение 0,0.
- Убедитесь в правильности и соответствии параметров потока. См. раздел [Информация о потоках, температуре и состоянии таблетки](#).
- Если процедуру по-прежнему не удастся выполнить, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки/адаптера детектора. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)
- Проверьте наличие сообщений о сбоях. Нажмите кнопку [**Service Mode**] (Режим обслуживания), затем выберите **Диагностика > Передний детектор** или **Задний детектор > Сигнал детектора**. Также можно просмотреть данные о напряжении таблетки.
- Проверьте состояние таблетки. [Замените ее](#) при необходимости.
- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. раздел [Проверка наличия закупоренного сопла АФД](#).)
- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. раздел [Измерение скорости потока в детекторе](#).) Если скорости потоков водорода или поддувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.

Температура ПФД⁺ не переходит в состояние готовности

Если температура эмиссионного блока ПФД⁺ не переходит в состояние готовности, выполните следующее.

- Проверьте температуру термостата. Если температура термостата остается высокой (больше 325 °C) в течение долгого времени, задайте для температуры эмиссионного блока наивысшее значение (165 °C).
- Проверьте температуру линии передачи. Если для линии передачи установлена очень высокая температура (около 400 °C), задайте для температуры эмиссионного блока значение не менее 150 °C.

Выключение (неисправного) устройства

По умолчанию ГХ отслеживает состояние всех настроенных устройств (каналов ввода, детекторов, нагревателей коробки клапанов, клапанов, нагревателя термостата, модулей ЭКД и т. д.) и переходит в состояние готовности, когда на всех устройствах достигается заданное значение. Если ГХ определяет проблему в одном из этих устройств, ГХ либо не переходит в состояние готовности, либо выключается в целях самозащиты и предотвращения угроз безопасности. Однако в некоторых случаях требуется, чтобы возможность запуска цикла не зависела от состояния готовности устройства. В качестве важного примера можно привести ситуацию, когда нагреватель канала ввода или детектора неисправен. Обычно такой сбой не позволяет ГХ перейти в состояние готовности и запустить цикл. Однако ГХ можно настроить таким образом, что эта неисправность не будет учитываться и можно будет использовать другой канал ввода или детектор до тех пор, пока устройство не будет отремонтировано.

Такое игнорирование состояния возможно лишь для некоторых устройств. В частности, можно не учитывать состояние готовности каналов ввода, детекторов, термостата или модуля ЭКД. Состояние готовности других устройств и компонентов, например таких устройств ввода, как переключающий клапан или автоматический пробоотборник для жидких материалов, всегда учитывается газовым хроматографом.

Чтобы не учитывать состояние устройства, выполните следующие действия.

- 1 Отключите нагреватель устройства и потоки газа, если такие используются. (Убедитесь, что это не создаст угрозу безопасности.)
- 2 Нажмите кнопку **[Config] (Настройка)**, затем выберите нужный элемент.
- 3 Прокрутите до параметра **Ignore Ready** (Не учитывать готовность), нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да) и установите значение **True** (Истина).

2 Признаки неполадок жидкостного автосемплера (ALS) и детектора

Теперь можно использовать ГХ до тех пор, пока устройство не будет отремонтировано. Чтобы состояние готовности

ВНИМАНИЕ!

того или иного устройства учитывалось, установите для параметра **Не учитывать готовность** значение **False** (Ложь).

3 Хроматографические признаки

- Время удерживания не воспроизводится 41
- Пиковые области не воспроизводятся 42
- Загрязнение или перенос 43
- Пики превышают ожидаемые 46
- Пики не отображаются или отсутствуют 47
- Подъем базовой линии при выполнении программы температуры термостата 49
- Низкое разрешение пиков 50
- Размывание заднего фронта пика 51
- Пик точки кипения или низкая чувствительность к молекулярной массе 54
- Деструкция пробы в канале ввода/отсутствие пиков 55
- Фронтальный пик 56
- Детектор с шумами, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии 57
- Шум и чувствительность микродетектора захвата электронов (иЭЗД) 63
- Область или высота пика слишком малы (низкая чувствительность) 68
- Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла и при попытке произвести повторное зажигание 71
- Вывод базовой линии ПИД выше 20 пА 73
- Вывод базовой линии ПИД на максимальном уровне (прибл. 8 млн.) 74
- Пламя ПФД гаснет во время выполнения цикла и при попытке повторного зажигания 75
- Подавление и повторяемость ПФД 76
- Слишком высокий или слишком низкий вывод ПФД 77
- Области низкого пика ПФД 78
- Ширина большого пика ПФД на половине высоты 79
- Высокий уровень выходной базовой линии ПФД, > 20 пА 80
- Подавление растворителя АФД 81
- Низкая реакция АФД 82
- Выходная базовая линия АФД > 8 млн 83
- Неправильная работа процесса настройки смещения АФД 84
- Низкая селективность АФД 85
- При использовании ДТП наблюдаются отрицательные пики 86



3 Хроматографические признаки

В базовой линии ДТП присутствуют приглушенные синусоидальные пики с сигналами шума (звонящая базовая линия) [87](#)

В пиках ДТП на заднем фронте присутствует отрицательная ступенька [88](#)

Время удерживания не воспроизводится

- Замените септу.
- Проверьте отсутствие утечек в канале ввода, лайнере (если используется) и соединении колонки. (См. «[Проверка отсутствия утечек](#)».)
 - [Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока](#)
 - [Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой](#)
- Убедитесь, что давление подаваемого газа-носителя является достаточным. Давление подаваемого на ГХ газа должно быть по крайней мере на 40 кПа (10 фунт./кв. дюйм) больше максимального давления в канале ввода, необходимого для воспроизведения конечной температуры термостата.
- Запустите обычные циклы с известными стандартами для подтверждения существующей проблемы.
- Убедитесь, что используемый тип лайнера соответствует вводимой пробе.
- Обратите внимание на то, являлся ли цикл первым. (Стабилизировался ли ГХ?)
- Если используется ПИД или АФД и время удерживания возросло (дрейф), проверьте сопло на наличие загрязнений или замените его.
 - [Замена сопла ПИД](#)
 - [Проверка наличия закупоренного сопла ПИД](#)
 - [Проверка наличия закупоренного сопла АФД](#)

Пиковые области не воспроизводятся

Проверьте работу шприца ALS. (См. раздел об устранении неполадок в руководстве по эксплуатации пробоотборника: [7693A, 7650A.](#))

- Замените шприц.
- Проверьте отсутствие утечек в канале ввода, лайнере (если используется) и соединении колонки. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)
- Проверьте уровень пробы в виалах.
- Запустите обычные циклы с известными стандартами для подтверждения существующей проблемы.
- Обратите внимание на то, являлся ли цикл первым. (Стабилизировался ли ГХ?)

Загрязнение или перенос

Если в выводе имеются загрязнения или неожиданные пики, выполните следующие действия.

Изолирование источника

- 1 Выполните запуск холостого цикла с растворителем, используя новый, чистый источник растворителя. Если загрязнение исчезнет, проблема заключается в пробе или растворителе.
- 2 Выполните запуск холостого цикла (извлеките шприц из устройства ввода и запустите цикл). Если загрязнение исчезнет, проблема заключается в шприце.
- 3 Извлеките колонку из детектора и наденьте колпачок на фитинг детектора. Выполните еще один холостой цикл. Если загрязнение исчезнет, проблема заключается во впускном канале или колонке. Если загрязнение остается, проблема заключается в детекторе.

Проверка возможных причин — все сочетания канала ввода и детектора

Канал ввода, пробоотборник, проба, подача газа

- Проверьте тип и установку септы. Возможно, септа виалы растворяется в пробе. Убедитесь, что септа виалы устойчива к используемому растворителю. Также убедитесь в том, что септа виалы плоская. Если это не так, игла может выбить центр септы, в результате чего ее частицы попадут в пробу, что приведет к появлению загрязнений и ложных пиков.
- Выполните полное [обслуживание](#) канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Проверьте, происходит ли перенос пробы из предыдущих циклов. Выполните несколько холостых циклов без ввода и проверьте, отсутствуют или уменьшились ли ложные пики.
- Проверьте поток обдува септы. Если он очень слабый, в септе могут скапливаться загрязнения или конденсат может создавать закупорку в линии обдува.
- Проверьте все индикаторы и даты ловушки газа.

- Проверьте чистоту газа. Запустите повторяющиеся циклы: несколько циклов с малым интервалом, несколько — с большим. Если пики загрязнений больше при циклах с большим интервалом, скорее всего в газе присутствуют загрязнения: у них больше времени, чтобы отложиться в колонке и лайнере.
- Проверьте наличие загрязнений в трубке и фитинге подачи.
- Если в канале ввода предположительно есть загрязнения, выполните процедуру отжига (SS, PP, PCI).
- Проверьте работу каналов ввода. Почистите канал ввода и замените его загрязненные детали.
 - Очистка канала ввода с/без деления потока
 - Очистка набивного канала ввода с продувкой
 - Очистка канала ввода с набивной колонкой
 - To Clean the Cool on Column Inlet
- Проверьте уровень растворителя в промывных емкостях ALS.
- Замените при необходимости шприц жидкостного автосемплера.
- Проверьте вводимый объем пробы. Убедитесь, что ALS вводит достаточное количество пробы в канал ввода. Используйте калькулятор объема испарения растворителя для определения объема пробы, который необходимо ввести.
- Вials для проб, содержащие примеси, иногда приводят к возникновению ложных пиков. Используйте новые или чистые вials, чтобы проверить, не исчезнут ли ложные пики.
- Некоторые виды проб изменяются под действием тепла или ультрафиолетового излучения. Убедитесь в стабильности пробы.

Колонка, метод

- Выполните обслуживание колонки: **проведите отжиг** для удаления загрязнений, **снимите** секцию колонки с загрязнениями вблизи канала ввода, затем **поменяйте положение колонки и при необходимости выполните отжиг**.
- Если предполагается наличие загрязнений в колонке, выполните **отжиг**.

- Убедитесь, что программные значения температуры и времени термостата являются достаточными для вводимых проб. Более широкие ложные пики, чем прилежащие пики проб, могут остаться от предыдущего цикла.
- Проверьте колонку на наличие загрязнений. Пробы с высоким молекулярным весом, которые содержат осадок, могут привести к появлению примесей в шприце, лайнере канала ввода или в нескольких первых дьюмах колонки.

Детектор, подача газа детектора

- Проверьте все индикаторы и даты ловушки газа.
- Проверьте чистоту газа. Запустите повторяющиеся циклы: несколько циклов с малым интервалом, несколько — с большим. Если пики загрязнений больше при циклах с большим интервалом, скорее всего в газе присутствуют загрязнения: у них больше времени, чтобы отложиться в колонке и лайнере.
- Проверьте наличие загрязнений в трубке и фитинге подачи.
- Если предполагается наличие загрязнений в детекторе, выполните отжиг (ПВД, ДТД, μ ЭЗД).
- Проверьте работу детекторов. Замените загрязненные детали детектора.
 - Обслуживание коллектора, керамических изоляторов и сопла АФД
 - Обслуживание ПВД

Пики превышают ожидаемые

- Проверьте размеры каждой настроенной колонки в сравнении с фактическими размерами колонки. (См. [«Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям»](#).)
- Проверьте вводимый пробоотборником объем пробы. При нормальном режиме ввода, пробоотборник использует быстрый ввод, чтобы воспроизвести характерное количество пробы. Быстрый ввод минимизирует фракционирование иглы. На хроматограммах, выполненных в режиме ручного ввода или с помощью более медленных устройств автоматизированного ввода, наблюдаются более высокие уровни низкомолекулярных веществ в сравнении с высокомолекулярными, потому что летучие соединения быстрее испаряются из иглы чем высокомолекулярные материалы.
- Проверьте колпачки виал. Неплотные колпачки виал могут привести к селективным потерям более легких материалов в пробе. Правильно установленный колпачок не должен свободно прокручиваться.
- Проверьте настроенный размера шприца. Некоторые размеры шприцов предназначены для работы при неполной мощности. Если максимальная отметка объема шприца находится на половине высоты цилиндра, а не на его высоте, при настраивании объема шприца введите значение, **в два раза** превышающее отмеченный объем.

Пики не отображаются или отсутствуют

- При использовании ALS выполните следующие действия.
 - Убедитесь, что в виале присутствует проба.
 - Убедитесь, что каретка плунжера ALS фиксирует плунжер шприца.
 - Убедитесь, что шприц правильно установлен и что он набирает пробу.
 - Убедитесь, что турель правильно загружена и ввод выполняется не из флаконов, отсутствующих в последовательности.
 - Проследите за тем, чтобы проба набиралась в шприц.
- Убедитесь, что используемый детектор предназначен для сигнала.
- Убедитесь в правильности установки колонки.
- Убедитесь, что колонка не закупорена. (См. [«Измерение скорости потока колонки»](#).) Выполните [обслуживание колонки](#).
- Убедитесь в отсутствии утечек. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. (См. [«Измерение скорости потока детектора»](#).)
- Некоторые виды проб изменяются под действием тепла или ультрафиолетового излучения. Проверьте стабильность пробы.
- Проверьте уровень пробы в виале.
- Если проба вязкая, выполните указанные ниже действия.
 - Увеличьте время задержки на вязкость.
 - Разведите пробу в соответствующем маловязком растворителе.
 - Выключите вентилятор башни.

Если проблема заключается в детекторе, см. [Таблица 2](#).

Таблица 2 Устранение неполадок детектора

Детектор	Решение
ПИД, ПФД	• Убедитесь, что электрометр включен. • Убедитесь, что пламя по-прежнему горит.
ДТП	• Убедитесь, что нить накала включена. • Убедитесь, что газ сравнения не установлен на ноль. (Нить накала не включится при нулевом потоке газа сравнения.)

Подъем базовой линии при выполнении программы температуры термостата

- Проверьте колонку на унос.
- Убедитесь в отсутствии утечек/кислорода во время подачи газа-носителя. Кислород может повредить капиллярные колонки связующей фазы.
- Проверьте индикатор и дату ловушки кислорода для газа-носителя.
- Выполните холостые циклы с растворителем для оценки состояния базовой линии при отсутствии пробы.
- Выполните холостые циклы без ввода (извлеките шприц из устройства ввода и запустите цикл) для оценки состояния базовой линии при отсутствии растворителя.
- Проверьте, присутствуют ли загрязнения. (См. [Загрязнение или перенос](#).)
- Учтите влияние толщины пленки колонки на унос. Попробуйте использовать колонку с более тонкой пленкой.
- Убедитесь в отсутствии утечек в фитингах колонки. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)
- Подготовьте и используйте профиль компенсации колонки.

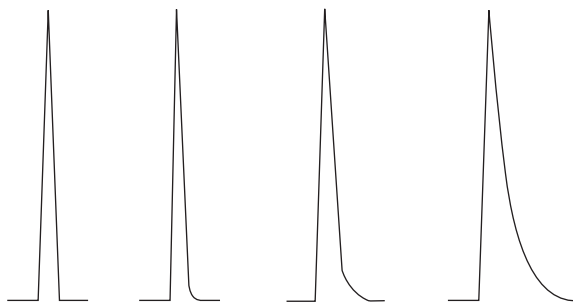
Низкое разрешение пиков

- Установите оптимальную линейную скорость потока колонки.
- Установите и используйте деактивированные расходные детали в канале ввода (например, лайнер).
- Выполните обслуживание колонки: **проведите отжиг** для удаления загрязнений, **снимите** секцию колонки с загрязнениями вблизи канала ввода, затем **поменяйте положение колонки и при необходимости выполните отжиг**.
- Проверьте **установку** колонки с обоих концов.
- Выберите колонку с более высоким разрешением.

Размывание заднего фронта пика

На рисунке ниже показан пример размывания заднего фронта пиков. При устранении неполадок, связанных с размыванием заднего фронта пиков, учитывайте следующее.

- У каких пиков появляется размывание?
- Отвечают ли пики с размыванием заднего фронта активным компонентам образца, всем компонентам или же наблюдается зависимость (например, размываются пики рано или поздно элюируемых веществ)?



- Проверьте колонку на наличие сильного загрязнения.
 - Если используется капиллярная колонка, **удалите** 0,5–1 м ее передней части.
 - В случае фазы связывания и фазы с поперечными связями промойте колонку растворителем.
 - Убедитесь в отсутствии загрязнений в канале ввода. Размывание фронта пика иногда возрастает при увеличении удерживания вещества. Почистите впускной канал и замените загрязненные детали впускного канала. (См. [Руководство по обслуживанию 7820A.](#))
- Обратите внимание на неподвижную фазу колонки (активной). Это касается только активных компонентов. Активная колонка обычно производит размывание заднего фронта, которое возрастает со временем удержания.
 - Замените колонку.
- Убедитесь, что колонка была правильно обрезана и установлена.
 - Сделайте чистый, ровный срез с помощью надежного инструмента.

- Убедитесь в отсутствии утечек после установки. Если в фитинге колонки есть протечка, вы увидите повышенное размывание заднего фронта для ранних элюирующих пиков. (См. «Проверка отсутствия утечек».)
- Примите во внимание используемый тип переходника, лайнера и уплотнителя канала ввода. Один или все элементы могут содержать загрязнения или быть активными.
 - Используйте новый, деактивированный лайнер. Это касается только активных компонентов.
 - Почистите или замените уплотнитель канала ввода.
- Проверьте переходники (если они установлены) и лайнер на наличие твердых частиц. Если видны твердые частицы, почистите или замените эти компоненты.
- В случае капиллярного ввода без деления потока проверьте совместимость растворителя и колонки.
 - Используйте другой растворитель. Это поможет в случаях, где присутствует большее размывание заднего фронта для ранних элюирующих пиков или пиков, ближайших к переднему пику растворителя.
 - Используйте промежуток удержания от 3 до 5 метров.
- Убедитесь, что используется правильный метод ввода. Это обычно относится к неравномерному утапливанию плунжера или наличию пробы в игле шприца.
- Проверьте температуру канала ввода.
 - Если температура слишком высока, размытие заднего фронта, как правило, сильнее для ранних элюирующих пиков. Уменьшите температуру канала ввода на 50 °C.
 - Если температура слишком низкая, размывание заднего фронта обычно возрастает с удержанием. Увеличьте температуру канала ввода на 50 °C.
- Проверьте наличие «мертвого объема» в системе. Проверьте правильность **установки** колонки с обоих концов.
 - Если размывание заднего фронта пика снижается со временем удержания, уменьшите «мертвый объем» в соединительных узлах линии передачи, соединительных муфтах из плавленого кварца и т. д.
 - Колонка, установленная слишком высоко в детекторе или канале ввода, может создавать участки «мертвого объема».

- Осмотрите все линии передачи на наличие холодных участков. Холодные участки являются причиной размывания заднего фронта, которое обычно возрастает со временем удержания.

Размывание заднего фронта пика АФД

В случае использования АФД выполните следующие действия.

- Убедитесь в использовании правильной таблетки для вводимой пробы. При анализе фосфора установите черную таблетку. Белые таблетки при анализе фосфора могут вызвать размывание заднего фронта пиков.
- Убедитесь, что установлено правильное **сопло**. Используйте расширенное сопло.
- **Замените** керамические изоляторы.

Пик точки кипения или низкая чувствительность к молекулярной массе

При возникновении проблемы с пиком точки кипения или низкой чувствительностью к молекулярной массе (чувствительность канала ввода), выполните следующее.

- Проверьте канал ввода на наличие загрязнений. Очистите и замените лайнер при необходимости. Замените все расходные элементы канала ввода. См. [Руководство по обслуживанию](#).
- Отрегулируйте температуру канала ввода.
- Выполните стандартные циклы на основе известного метода для определения ожидаемого результата.

Для любого канала ввода, работающего в режиме с делением потока с любым детектором

- Проверьте тип лайнера. Используйте лайнер, оптимизированный для анализа с делением потока. Такой лайнер содержит стекловолокно или другую набивку в области поверхности, обеспечивающую полное выпаривание пробы.
- Поднимите температуру канала ввода и убедитесь, что изоляционный колпачок установлен и имеет изоляцию.
- Проверьте, как колонка обрезана и установлена в канале ввода. См. раздел, посвященный каналу ввода [SS](#).

Для любого канала ввода, работающего в режиме без деления потока с любым детектором

- Убедитесь в отсутствии утечек в канале ввода. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)
- Проверьте тип лайнера. Используйте лайнер, оптимизированный для анализа без деления потока (деактивированный, большого объема).
- Убедитесь, что начальная температура термостата ниже точки кипения растворителя.
- Проверьте, как колонка обрезана и установлена в канале ввода. См. раздел, посвященный каналу ввода [SS](#).
- Убедитесь, что объем пара растворителя не превышает емкости лайнера.
- Проверьте правильность времени задержки обдува (объем лайнера/поток колонки).

Деструкция пробы в канале ввода/отсутствие пиков

- Снизьте температуру канала ввода.
- Проверьте газ-носитель на наличие воздуха или воды. Проверьте чистоту газа и функциональность ловушек.
- Убедитесь в использовании соответствующего лайнера для вводимой пробы.
- Выполните полное **обслуживание** канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Установите дезактивированный лайнер (если лайнер используется).
- Проверьте отсутствие утечек в фитингах септы, лайнера и колонки. (См. «Проверка отсутствия утечек».)
- Установите лайнер прямого соединения Agilent.
- Используйте метод импульсного давления для ускорения передачи пробы в колонку.
- Выполните отжиг канала ввода. См. следующие разделы.
 - **Отжиг для удаления загрязнений из канала ввода с/без деления потока**
 - **Отжиг для удаления загрязнений из набивного канала ввода с продувкой**
 - **Отжиг для удаления загрязнений из канала ввода с набивной колонкой**
- Очистите канал ввода. См. следующие разделы.
 - **Очистка канала ввода с/без деления потока**
 - **Очистка набивного канала с продувкой**
 - **Очистка канала ввода с набивной колонкой**
 - **To Clean the Cool on Column Inlet**

Фронтальный пик

На рисунке внизу показаны примеры трех типов пика: симметричный, фронтальный и перегруженный.



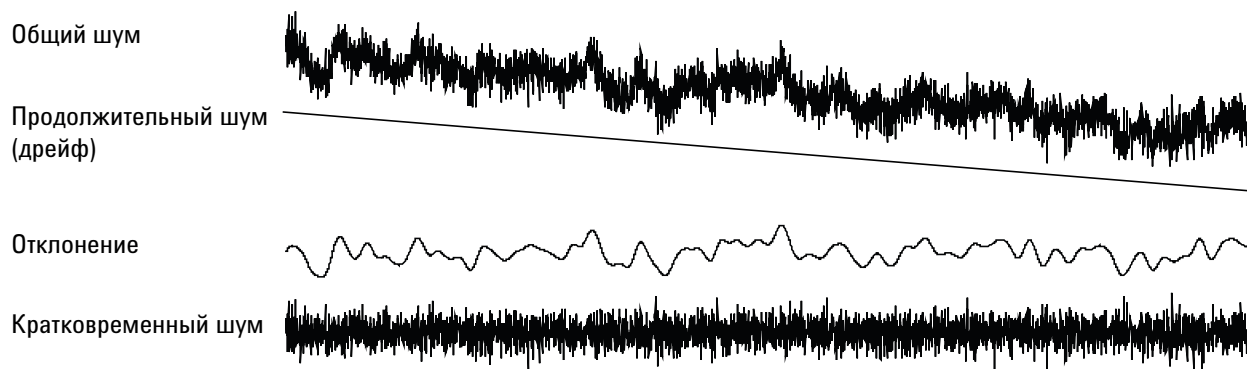
Если возникает фронтальный или перегруженный пик, попробуйте выполнить следующие действия.

- Убедитесь в правильности вводимого объема пробы. Перегрузка колонки является самой распространенной причиной фронтальных пиков.
 - Уменьшите объем ввода, разведите пробу и/или увеличьте соотношение деления.
 - Измените тип колонки или толщину пленки.
- Убедитесь, что колонка **установлена** правильно. Если это не так, переустановите колонку в канале ввода.
- Убедитесь, что используется надлежащий метод ввода. Это обычно относится к неравномерному утапливанию плунжера или наличию пробы в игле шприца.
- При использовании капиллярного ввода без деления потока проверьте растворимость вещества во вводимом растворителе.
 - Замените растворитель.
 - Используйте предколонку.
- Проверьте чистоту растворителя пробы. В случае растворителей с большой разницей в полярности или точках кипения смешанный растворитель пробы может вызвать фронтальный пик. Замените растворитель пробы.

Детектор с шумами, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии

Шум должен измеряться при «нормальных» рабочих условиях, наличии подсоединенной колонки и подаче газа-носителя. Шум или дрейф (пламя выключено) электрометра ПИД, например, не даст много информации о том, как будет работать детектор на практике, потому что основные источники шума не включаются в это измерение. Обычно шум включает в себя высокочастотную составляющую (электронного происхождения) и низкочастотную составляющую, которые называются отклонением и дрейфом.

Направление отклонения случайно, но при этом находится на более низкой частоте в сравнении с кратковременным электронным шумом. Долгосрочный шум (дрейф) является монотонным изменением сигнала, превышающим по длительности отклонение и электронный шум (см. ниже). Термины «короткий» и «длинный» относятся к ширине хроматографических пиков. В целом, шум следует измерять за период времени, который примерно в 10 раз больше ширины пика на половине высоты (или в 10 раз больше соотношения площади/высоты для пика Гаусса). Измерение за более длинные промежутки времени может привести к переоценке шума, а за более короткие промежутки времени – к недооценке шума.



Шумы в базовой линии

Шумы в базовой линии или высокий вывод детектора указывают на возможное присутствие утечек, примесей или проблем с электричеством. Некоторый шум производит сам

детектор, однако высокие затухания могут его перекрывать. Поскольку шум ограничивает полезную чувствительность детектора, его следует сводить к минимуму.

- Все детекторы следует проверить на отсутствие утечек в фитингах колонки. (См. «Проверка отсутствия утечек».)
- Для ПИД см. [Определение причины шума ПИД](#).
- Для ДТП: проверьте сбор данных при ≤ 5 Гц.

При неожиданном возникновении шума на чистой базовой линии выполните следующее.

- Проанализируйте последние изменения, внесенные в систему.
- Выполните отжиг канала ввода. См. следующие разделы.
 - [Отжиг для удаления загрязнений из канала ввода с/без деления потока](#)
 - [Отжиг для удаления загрязнений из набивного канала ввода с продувкой](#)
 - [Отжиг для удаления загрязнений из канала ввода с набивной колонкой](#)

Отжиг может уменьшить унос септы и наличие загрязнений. Новая септа может быть источником шума, вызванного уносом материала с низким молекулярным весом. Если шум снижается при понижении температуры канала ввода, скорее всего это и есть причина шума. Используйте только септы высокого качества и храните их там, где на них не смогут попасть загрязнения.

- Проверьте [чистоту](#) газа-носителя и газа детектора. Если резервуар был недавно заменен, но старый резервуар еще находится в вашем распоряжении и все еще содержит остатки газа, попробуйте использовать старый резервуар и посмотрите, снизится ли шум.

Если новый газ имеет так много загрязнений, что он пропитывает ловушки, возврат к старому резервуару может немного улучшить ситуацию, пока ловушки не будут заменены или восстановлены. Это самая распространенная проблема при использовании азота в качестве газа-носителя. Работайте с надежным поставщиком газа-носителя.

- В случае ДТП проверьте колебания давления окружающей среды в ГХ. Потоки воздуха от вентилятора или кондиционера, обдувающего ГХ, могут примешиваться к газу, выходящему из детектора. Это возможная, хотя и не самая вероятная причина появления шумов, так как детекторы хорошо защищены. Выявить эту проблему поможет выключение источника потока воздуха или экранирование выхода детектора. Установите ограничитель выхода ДТП (G1532-60070).
- Неплотные соединения в детекторе или его сигнальном пути производят шум.
- Проверьте правильность сборки после последнего обслуживания.
- Проверьте детектор на наличие загрязнений.

Если шум постепенно возрастает до неприемлемого уровня, выполните следующее.

- Выполните отжиг детектора (ПВД, ДТП, иЭЗД).
- Проверьте детектор на наличие загрязнений. Замените детали при необходимости.
- Проверьте колонку и канал ввода на наличие загрязнений.
- Проверьте сопло ПВД или АФД на наличие загрязнений.
 - Проверка наличия закупоренного сопла ПВД
 - Замена сопла ПВД
 - Проверка наличия закупоренного сопла АФД
 - Обслуживание коллектора, керамических изоляторов и сопла АФД
- Убедитесь, что трубка фотоумножителя ПФД правильно установлена. Если это не так, возникнет утечка света, что в свою очередь вызовет шум.

ПВД восприимчивы к постепенному накоплению отложений в детекторе. В крайних случаях происходят выбросы, сопровождающиеся повышенным уровнем шума.

Углеродные (черные) отложения могут формироваться из растворителей, которые плохо горят (в основном, это хлорсодержащие материалы и ароматические соединения). Не используйте такие растворители, если это возможно. Если все же пришлось их использовать, будьте готовы регулярно чистить детектор.

Диоксид кремния (белый) образуется, когда унос из кремниевой колонки сгорает в пламени. Чтобы минимизировать это явление, используйте низкие посадки колонки, выбирайте фазы с ограничениями высокой температуры, тщательно регулируйте колонки перед использованием, используйте самые низкие возможные температуры термостата для анализа.

Для удаления любого типа отложений разберите детектор и почистите его маленькой щеткой. Растворитель (подойдет почти любой) поможет смыть частицы.

Далее приведены другие факторы, способствующие возникновению шума.

- Колонка установлена слишком высоко в детекторе.
- Температура термостата превышает максимальные рекомендованные значения.

Отклонение и дрейф базовой линии

Отклонение или дрейф базовой линии может произойти при изменении параметров потока или температуры. Если система не стабилизировалась при новых условиях перед запуском нового цикла, следует ожидать некоторых изменений в базовой линии. В следующих случаях считается, что с момента последнего изменения в условиях работы прошло достаточное время стабилизации.

Если происходит отклонение базовой линии, убедитесь в отсутствии утечек, особенно в септе и колонке. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).) Если протечка находится на конце колонки, который направлен к детектору, время удержания будет стабильно от цикла к циклу, но чувствительность снизится. Если же она находится на конце, направленном к каналу ввода, чувствительность снижается, а время удержания возрастает.

Также проверьте, достаточно ли запрограммированная температура термостата.

Дрейф базовой линии наиболее часто наблюдается во время программирования температуры. Чтобы исправить дрейф базовой линии, выполните следующие действия.

- Убедитесь, что используется компенсация колонки и текущий профиль. (Для компенсации уноса.)
- Убедитесь, что в колонке присутствует кондиционирование.

- Проверьте присутствие уноса колонки при рабочей температуре.
- Проверьте режим сигнала, назначенного колонке, в системе данных.
- Проверьте профиль компенсации колонки. Возможно, он слишком мал (вертикальный дрейф вверх) или слишком велик (вертикальный дрейф вниз).

Эта причина дрейфа минимизируется тщательным кондиционированием колонки. Работа при более низкой температуре снижает дрейф, но увеличивает время анализа. Также можно использовать хроматографически эквивалентную колонку с более высокой допустимой температурой.

Выброс базовой линии

Существует два типа выброса выходной базовой линии: циклический и случайный. При обычной работе выбросы не будут заметны на дисплее. Их обычно замечают только на графике или при отслеживании процесса в режиме реального времени.

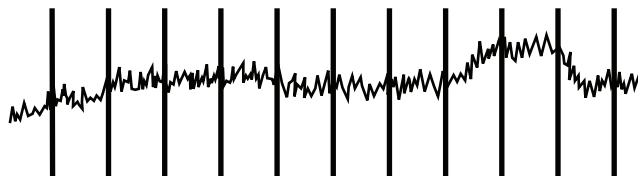


Рис. 1 Циклический выброс

Циклический выброс может быть вызван следующим.

- Электродвигателем.
- Системой отопления/охлаждения здания.

- Прочими электронными помехами в помещении лаборатории.

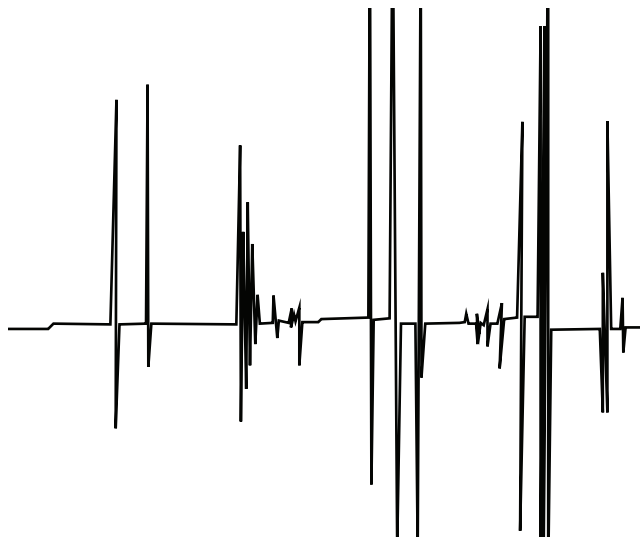


Рис. 2 Случайный выброс

Выбросами являются изолированные помехи базовой линии, обычно появляющиеся в виде непредвиденных (и больших) вертикальных движений на шкале. При сопровождении шумом устраните проблему шума в первую очередь, т. к. одновременно могут исчезнуть и выбросы.

- Проверьте детектор на наличие загрязнений. В чрезмерно загрязненном ПИД частицы углерода или диоксида кремния могут отделиться и упасть в зону определения.
- Если используется набивная колонка, необходимо проверить надежность уплотнения стеклянным волокном на выходе. Частицы набивки могут быть занесены потоком в детектор. Причиной этого послужит поврежденная заглушка из стекловолокна на выходе из набивной колонки или ее отсутствие. Это может случиться с любым детектором, но пламенный детектор особенно чувствителен, так как он имеет узкий внутренний диаметр сопла.
- Проверьте установку набивной колонки. Дно сопла или конец трубки передачи должен входить в конец колонки. Если он касается заглушки из стекловолокна, появляются выбросы.
- Проверьте правильность типа сопла. См. следующие разделы.

Шум и чувствительность микродетектора захвата электронов (иЭЗД)

ВНИМАНИЕ!

Процедуры разборки и/или очистки детектора, кроме термических, должны выполняться только квалифицированными специалистами, имеющими разрешение на обращение с радиоактивными материалами. Остаточные количества радиоактивного никеля 63 могут быть высвобождены во время этих других процедур, становясь источником возможного опасного облучения.

ОСТОРОЖНО!

Чтобы избежать возможного опасного загрязнения территории радиоактивными материалами, вытягивающий вентилятор детектора должен быть всегда подсоединен к газоуловителю или же вентилироваться другим способом в соответствии с местными нормами.

Проблемы производительности, связанные с ЭЗД, включают в себя (среди прочего) потерю чувствительности (реальной или воспринимаемой), высокий фоновый сигнал, шумы в базовой линии и хроматографические пики или высокие точки, не характерные для вводимых проб.

Если проблемы не сопровождаются возрастанием в выводе сигнала, как прочитано с передней клавиатуры ГХ, то рассматривайте детектор в качестве причины проблемы только после проверки других деталей хроматографической системы.

Перед тем как начать обширный поиск и устранение неполадок, прежде всего определите сущность проблемы.

- 1 Если в систему недавно были внесены изменения, например был заменен газ-носитель или газ детектора, выполнено обслуживание канала ввода или колонки либо была изменена колонка, рассмотрите возможность того, что при этом произошла протечка или попали примеси.
- 2 Если проблема носит хронический характер и уже существенно влияет на результаты анализа, ее причина, скорее всего, кроется в попадании примесей, ухудшении качества колонки или, в конце концов, вышедшей из строя камере ЭЗД.

См. также следующие материалы.

[«Оценка отображаемого сигнала»](#)

[«Чувствительность»](#)

Оценка отображаемого сигнала

Первый учитываемый фактор — значение сигнала во время пребывания ГХ в бездействующем состоянии. Уровень сигнала при бездействии — это функция типа и качества газа-носителя и газа детектора, а также потоков и практического применения. Этот уровень может быть разным в зависимости от ситуации, но в большинстве случаев применяются следующие значения (Таблица 3). Рис. 3 показаны типичные этапы жизненного цикла иЭЗД.

Таблица 3 Оценка сигнала иЭЗД

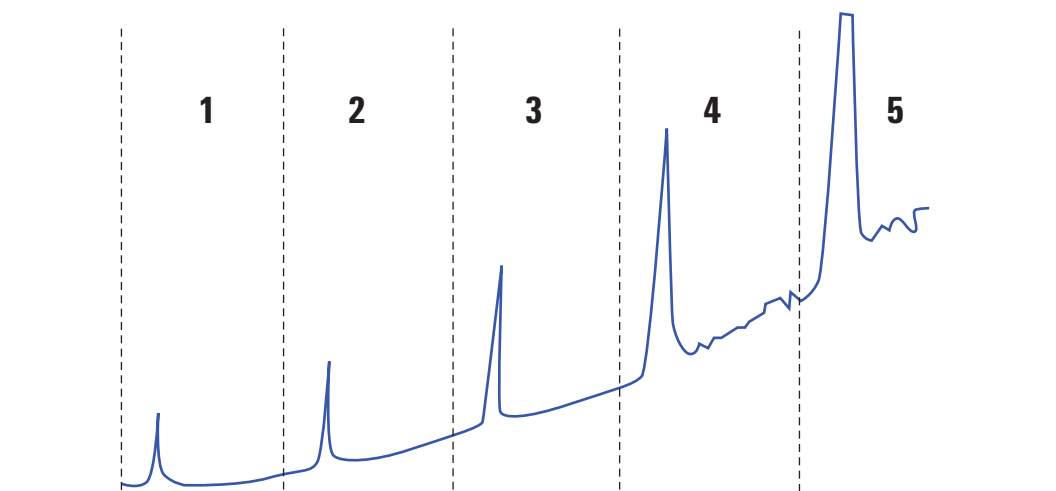
Сигнал ЭЗД	Комментарии
< 200	иЭЗД в отличном состоянии.
от 200 до 400	Слегка выше нормы, на этой стадии нет причин для беспокойства. Сигнал все еще находится в диапазоне с оценкой «хорошо».
от 400 до 1000	В системе появились признаки примесей из газов, колонки или проб. Если сигнал возрастает в ответ на повышение температуры термостата, скорее всего причиной проблемы является колонка.
от 1000 до 2000	Скорее всего, причиной проблемы является существенное загрязнение. Выполните рекомендации по устранению неполадок.
> 2000	Если следующие процедуры не работают, скорее всего, причиной проблемы является ячейка иЭЗД.

ПРИМЕЧАНИЕ

Полная стабилизация базовой линии иЭЗД может занять 24 часа, особенно если в начале система холодная и вы хотите добиться высокочувствительной работы. Для получения наиболее точных результатов запустите детектор в нормальных эксплуатационных условиях на самый длинный возможный срок (как минимум от 2 до 24 часов) перед тем, как проводить частотный тест.

Если вы будете выполнять ввод в неиспользованный канал ввода, необходимо использовать септу с низким уносом. Перед использованием приведите новую септу в надлежащее состояние, продержав ее в канале ввода на протяжении нескольких часов при потоке носителя 1–5 мл/мин.

Типичные этапы цикла службы ЭЗД



Этап 1: Новая ячейка

Фон = 100 Гц. Ячейка соответствует стандарту отношения сигнал/шум Agilent.

Этап 2: от 6 месяцев до 1 года

Фон = 180 Гц. Повышенный уровень ответа.

Этап 3: 1–2 года

Фон = 350 Гц. Еще больший ответ, возрастающий шум, пониженное отношение сигнал/шум.

Этап 4: от 2 до 4 лет

Фон > 500 Гц. Базовая линия с шумами, отрицательные пики. Требуется термическая очистка.

Этап 5: 4–10 лет

Фон > 1000 Гц. Крайне высокий ответ. Очень много шумов, загрязнение ячейки. Требуется замена ячейки.

Рис. 3 Типичный жизненный цикл ЭЗД

Чувствительность

Если ЭЗД находится в «хорошей» области сигнала и проблема заключается в чувствительности, скорее всего причина может быть связана с каналом ввода или колонкой. Учтите приведенные ниже факторы.

- 1 При использовании канала ввода в режимах с/без деления потока убедитесь, что режим не поменялся и что клапан с делением потока функционирует. Для этого необходимо проверить наличие соответствующих изменений в ответе при выполнении сначала ввода с делением потока, а затем без деления потока, при этом все остальные параметры метода следует оставить неизменными. При использовании режима с делением

потока проверьте поток с делением с помощью измерителя потоков.

- 2 Проверьте все скорости потока. См. [«Измерение скорости потока ПИД, ДТП, иЭЗД и ПФД»](#).
- 3 Убедитесь, что было проведено полное обслуживание канала ввода. Оно включает в себя подгонку и переустановку колонки.
- 4 Убедитесь, что устройство ввода работает правильно. Если в методе используется дозирующий кран, сделайте шприцем прямой ввод загустителя, подобного тому, который вводится краном. Исключите проблему с краном.
- 5 Осмотрите смесительный лайнер в переходнике поддувочного газа. Маленький кусочек графита или примеси в пробе могут понизить чувствительность. См. раздел [Замена смесительного лайнера из плавленого кварца и установка переходника для газа поддувки в иЭЗД](#).

Загрязнение (высокая базовая линия)

Если ЭЗД имеет базовую линию выше ожидаемой для своего срока службы, выполните следующее.

- Исключите все другие возможные причины. См. [«Чувствительность»](#) выше. Также проверьте подачу газа-носителя и газа детектора, ловушки подачи газа и колонку.
- Осмотрите смесительный лайнер в переходнике поддувочного газа. Маленький кусочек графита может исказить результаты. См. раздел [Замена смесительного лайнера из плавленого кварца и установка переходника для газа поддувки в иЭЗД](#).
- Если базовая линия детектора находится на уровне > 500 Гц, независимо от срока службы детектора, проведите [отжиг](#) детектора. Запустите его на 1–2 дня.

Область или высота пика слишком малы (низкая чувствительность)

- При использовании канала ввода в режиме с/без деления потока, проверьте соотношение деления.
- Убедитесь в отсутствии утечек. (См. «Проверка отсутствия утечек».) Для устранения небольших утечек в канале ввода с/без деления потока см. раздел [Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока](#).
- Проверьте канал ввода на наличие загрязнений. (См. «Загрязнение или перенос».)
- Убедитесь, что все колонки обрезаны и правильно установлены с обоих концов.
- Убедитесь в правильности типа колонки.
- Выполните обслуживание колонки: [проведите отжиг](#) для удаления загрязнений, [снимите](#) секцию колонки с загрязнениями вблизи канала ввода, затем [поменяйте положение колонки и при необходимости выполните отжиг](#).
- Убедитесь, что выбранный тип лайнера подходит для пробы.
- Проверьте правильность параметров потока детектора.

Измерьте фактическую скорость потоков детектора. Если фактический поток не соответствует отображаемому на дисплее ГХ, убедитесь в отсутствии загрязнений и препятствий, например в случае закупоренного сопла. См. следующие разделы.

- [Измерение скорости потока детектора](#)
- [Проверка наличия закупоренного сопла ПИД](#)
- [Проверка наличия закупоренного сопла АФД](#)
- Проверьте [чистоту](#) подаваемого газа.
- Проверьте все индикаторы ловушки и даты.
- Проверьте правильность параметров метода.
- Некоторые виды проб изменяются под действием тепла или ультрафиолетового излучения. Проверьте стабильность пробы.
- Проверьте настроенный размер шприца. Некоторые размеры шприцов предназначены для работы при неполной мощности. Если максимальная отметка объема шприца находится на половине высоты цилиндра, а не на его высоте, при настраивании объема шприца введите значение, **в два раза** превышающее отмеченный объем.

- Если падение в пиковой области или по высоте происходило постепенно в связи с ростом базовой линии, а не в виде резкого изменения, проверьте детектор на наличие загрязнений. Выполните отжиг детектора (ПВД, ДТД, иЭЗД).

При использовании ПВД выполните следующее.

- Убедитесь, что установлено правильное сопло.
- Убедитесь, что сопло не загрязнено.
- Убедитесь в отсутствии загрязнений на деталях детектора.
 - Обслуживание узла коллектора ПВД
 - Проверка наличия закупоренного сопла ПВД

При использовании ЭЗД выполните следующее.

- Замените смесительный лайнер из плавленого кварца.
- Установите новую колонку.

При использовании АФД выполните следующее.

- Проверьте детектор на наличие загрязнений.
- Замените керамические изоляторы.
- Замените таблетку.

При использовании ПФД выполните следующее.

- Проверьте правильность установки колонки.
- Убедитесь, что установлен правильный чистый фильтр.
- Проверьте скорости потока.
- Проверьте тип поддувочного газа.

Устранение пониженной чувствительности ПВД

При обычном использовании ПВД может образовывать отложения на коллекторе, изоляторе, сопле и т. д. Чтобы уменьшить накопление примесей, компания Agilent рекомендует использовать детектор при температуре 300 °C или выше. Однако даже при нормальном использовании отложения образуются в сопле (обычно белый кремний — от уноса колонки или черный — углеродная сажа). Эти отложения снижают чувствительность и являются причиной хроматографического шума и выбросов. Сопла нуждаются в периодической чистке или замене. Следующая процедура позволяет выявить причины низкой чувствительности с помощью частоты возникновения.

Для получения дополнительной информации о потере чувствительности, связанной с шумом, отклонением или дрейфом, также см. [«Детектор с шумами, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии»](#).

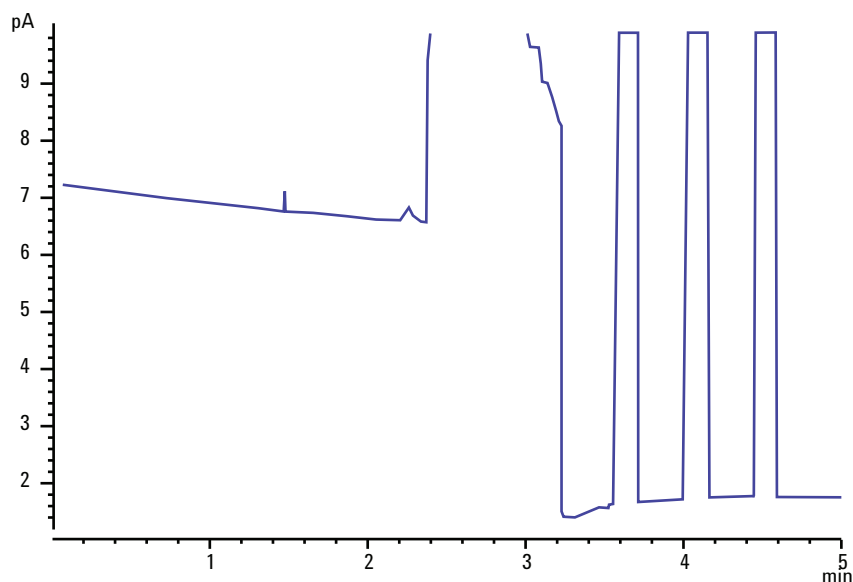
- 1 Проверьте параметры потока детектора. См. раздел [Рекомендованные начальные условия для новых методов ПИД](#).

Общее правило — использовать коэффициент потока водорода к (колонка + поддувочный газ) 1:1.

- 2 Измерьте фактические скорости потоков детектора. См. [«Измерение скорости потока детектора»](#). Если фактические потоки водорода, поддувочного газа и капиллярной колонки ниже отображаемых, происходит закупорка сопла. См. [«Проверка наличия закупоренного сопла ПИД»](#).
- 3 Убедитесь, что колонка установлена правильно. Переустановите ее. См. раздел [Установка капиллярной колонки в ПИД](#). Убедитесь, что колонка установлена на всем протяжении до тонкого конца и извлечена на 1–2 мм. (внутренний диаметр колонки > 100 мкм).
- 4 Проверьте параметры канала ввода, которые контролируют напуск, например соотношение деления и время задержки обдува без деления потока. Убедитесь, что на пробу случайно не направлен напуск.
- 5 Проведите обслуживание канала ввода (замените все расходуемые элементы) и проверьте канал ввода под давлением по завершении. См. [руководство по обслуживанию](#) и [«Проверка отсутствия утечек»](#).
- 6 Проведите полное обслуживание ПИД. Разберите ПИД и почистите или замените все детали. Ознакомьтесь со следующими материалами:
 - [Обслуживание узла коллектора ПИД](#)

Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла и при попытке произвести повторное зажигание

Ниже приведен пример хроматограммы с гашением пламени при возникновении большого пика растворителя.



При гашении пламени ГХ выполнит три попытки зажигания пламени. ГХ пытается произвести повторное зажигание пламени каждый раз, когда выходной сигнал детектора падает ниже заданного значения параметра **Порог зажигания**, независимо от того, погасло ли пламя. (В очень чистой системе выходная базовая линия может быть меньше 2 пА.)

Если пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла, выполните следующие действия:

- Проверьте, не является ли причиной гашения пик ароматического растворителя или вода.
- Убедитесь, что сопло не закупорено.
- Проверьте правильность параметров потока газа. Убедитесь, что параметр **Порог зажигания** задан правильно.

Если осуществляются попытки зажигания, но пламя ПИД при этом уже горит, выполните следующие действия.

- Убедитесь, что параметр ПИД **Порог зажигания** соответствует циклу (обычно составляет < 2 пА).

- Проверьте, не является ли причиной гашения ароматический пик или вода.
- Проверьте, не закупорено ли частично сопло. Измерьте фактические потоки водорода, воздуха и поддувочного газа в детекторе. (См. [«Измерение скорости потока детектора»](#).)
- Проверьте отсутствие утечек в фитинге колонки детектора. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)

Вывод базовой линии ПИД выше 20 пА

- Проверьте чистоту подаваемых газа-носителя и газа детектора.
- Проверьте колонку на присутствие уноса. Снизьте температуру термостата до температуры окружающей среды. Если вывод детектора значительно падает, скорее всего причина заключается в загрязнении или уносе колонки или присутствии примесей в газе-носителе. Подтвердите унос в колонке, выключив поток колонки (при холодном термостате) и проверив вывод детектора.
- Проверьте индикаторы/даты ловушки подачи газа и убедитесь, что ловушки не изношены.
- Проверьте правильность сборки детектора после последнего обслуживания.
- Проверьте детектор на наличие загрязнений. [Выполните отжиг](#) детектора.
- Убедитесь, что ток утечки ПИД составляет < 2 пА. (См. [«Измерение тока утечки в ПИД»](#).)

Вывод базовой линии ПИД на максимальном уровне (прибл. 8 млн.)

Если вывод ПИД кажется застывшим на очень высоком значении (до 8 миллионов), проверьте, не закорочен ли коллектор.

- 1 Проверьте, не погнута ли пружина соединительного модуля. **Достаньте** узел коллектора и осмотрите пружину.
- 2 **Разберите** узел коллектора и осмотрите все его детали на предмет накопления ржавчины. Замените детали при необходимости. Чтобы избежать этой проблемы, используйте детектор при температуре $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 3 Проверьте, не образовался ли нагар в детекторе вследствие ввода ароматических или хлорсодержащих растворителей. Чтобы избежать этой проблемы, используйте детектор при температуре $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$. **Снова соберите** и установите коллектор, после чего используйте детектор с более сильными потоками воздуха и водорода (поток воздуха — 450 мл/мин, поток водорода — 35 мл/мин).

Пламя ПФД гаснет во время выполнения цикла и при попытке повторного зажигания

Если пламя гаснет во время цикла, выполните следующие действия.

- Проверьте систему ГХ на наличие утечек, особенно в фитинге колонки детектора. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)
- ПФД: Убедитесь, что для детектора установлена температура ≥ 200 °C.
- Убедитесь, что конденсат в трубке напуска не попадает обратно в детектор. Для правильного высушивания водного конденсата гибкая пластиковая трубка напуска должна вести, не провисая, от детектора к контейнеру. Открытый конец трубки должен находиться над водой в контейнере.

Если пламя ПФД гаснет, а затем вновь зажигается, выполните следующие действия.

- Убедитесь, что параметр **Порог зажигания** ниже нормальной базовой линии.
- Убедитесь в отсутствии утечек. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. (См. [«Измерение скорости потока детектора»](#).)
- Определенные условия окружающей среды, например:
 - сильные электромагнитные поля,
 - большие колебания температуры окружающей среды,
 - большие колебания атмосферного давления,

могут вызвать искусственное понижение сигнала в ГХ, при этом будет ошибочно указываться, что пламя погасло. В результате, цикл прерывается и ГХ пытается снова зажечь уже зажженное пламя.

Вы можете убедиться, что пламя горит, подержав холодную, блестящую поверхность (например, зеркало или гаечный ключ) над выходной трубкой. Конденсат на поверхности будет означать, что пламя горит.

Измените значение параметра **Порог зажигания** на 2.

Подавление и повторяемость ПФД

Подавление углеводорода происходит, когда высокая концентрация диоксида углерода от пика углеводорода попадает в пламя одновременно с образцами серы. Часть света, излученного образцами серы, поглощается некоторыми образцами CO₂.

Самоподавление происходит при высоких концентрациях образцов гетероатомов. Некоторые другие образцы в основных состояниях (неактивных) перепоглощают излученный фотон, не давая ему долететь до трубки фотоумножителя.

Для устранения подавления углеводорода выполните следующее.

- Колонка должна обеспечивать хорошее отделение компонентов, которые содержат серу или фосфор, а также тех, которые не поглощают свет, но способны на это.
- Оптимизируйте хроматографическое разделение таким образом, чтобы углеводородные пики отделялись от серных или фосфорных пиков.
 - 1 Проведите сначала анализ на ПИД, чтобы увидеть все пики (ПИД игнорирует углеводороды).
 - 2 Проведите анализ на ПФД.
 - 3 Измените метод таким образом, чтобы необходимый пик отделялся от остальных пиков.

Слишком высокий или слишком низкий вывод ПФД

- Убедитесь, что используется правильный фильтр. Не используйте фосфорный фильтр с серно-оптимизированными потоками или серный фильтр с фосфорно-оптимизированными потоками.
- Проверьте положение колонки, установленной в детекторе.
- Проверьте [чистоту](#) газа.
- Убедитесь, что потоки оптимизированы для используемого фильтра. Проверьте вывод ПФД. В таблице ниже представлены примеры вывода детектора, когда установленный в детекторе фильтр и потоки используемого газа не совпадают.

Потоки газа оптимизированы для	Выводы	
	С серным фильтром	С фосфорным фильтром
серы	от 30 до 50	от 10 до 12 (низкий)
фосфора	от 240 до 250 (высокий)	от 30 до 50

Проверьте сигнал вывода ПФД с зажженным пламенем, исключая наличие несоответствия между установленным фильтром и определенным набором потоков газа:

- Если вывод составляет от 0,5 до 3,0, убедитесь, что пламя **ВКЛЮЧЕНО**.
- Если вывод равен 0, проверьте не **ВЫКЛЮЧЕН** ли электрометр или не отсоединен ли сигнальный кабель.
- Если выходной сигнал < 30, пламя может быть в неправильном положении. Проверьте потоки детектора, поток колонки и положение колонки. См. следующие разделы.
 - [Измерение скорости потока колонки](#)
 - [Измерение скорости потока детектора](#)

Области низкого пика ПФД

- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. (См. [«Измерение скорости потока детектора»](#).)
- Выполните полное [обслуживание](#) канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Выполните обслуживание колонки: [проведите отжиг](#) для удаления загрязнений, [снимите](#) секцию колонки с загрязнениями вблизи канала ввода, затем [поменяйте положение колонки и при необходимости выполните отжиг](#).
- Убедитесь, что колонка установлена правильно.
- Проанализируйте тип фильтра (серный или фосфорный).
- Проверьте систему на отсутствие утечек. (См. [«Проверка отсутствия утечек»](#).)
- Убедитесь в соответствии параметров метода.
- Проверьте скорости потока.
- Проверьте тип поддувочного газа.

Ширина большого пика ПФД на половине высоты

Если ПФД воспроизводит пики, ненормально широкие на половине высоты, выполните следующие действия.

- Проверьте фактический вводимый объем и снизьте его при необходимости.
- Убедитесь, что лайнер не вступает в реакцию с пробой.

Высокий уровень выходной базовой линии ПФД, > 20 пА

- Проверьте **чистоту** подаваемого газа.
- Проверьте все индикаторы ловушки и даты.
- Проверьте детектор на наличие загрязнений.
- Убедитесь в отсутствии утечек света в трубке фотоумножителя. Затяните ее, если крепление ослаблено.
- Выполните полное **обслуживание** канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Выполните обслуживание колонки: **проведите отжиг** для удаления загрязнений при необходимости.

Подавление растворителя АФД

Если базовая линия не восстанавливается после пика растворителя, попробуйте выполнить следующие действия.

- Отключите/включите подачу водорода возле пика растворителя.
- Используйте азот в качестве поддувочного газа.
- Установите общую скорость потока колонки и газа поддувки на уровне до 10 мл/мин.
- Увеличьте поток воздуха на 10 мл/мин.
- Установите для детектора температуру 325 °C.

Низкая реакция АФД

- Выполните полное **обслуживание** канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Выполните обслуживание колонки: **проведите отжиг** для удаления загрязнений при необходимости. **Проверьте** правильность установки колонки.
- Из-за большой концентрации растворителя погасла плазма водорода/воздуха. Увеличьте напряжение таблетки. Запустите поддувочный газ со скоростью потока 5 мл/мин.
- Убедитесь, что из внешнего источника поступает водород. Убедитесь, что поток и давление включены на клавиатуре. Скорость потока водорода должна быть между 1,0 и 5,5 мл/мин. Измерьте фактический поток газа в детекторе. (См. «**Измерение скорости потока детектора**».)
- Проверьте, не закупорено ли частично сопло. См. **Проверка наличия закупоренного сопла ПИД**.
- Если в верхнем керамическом изоляторе есть загрязнения, при выключении таблетки произойдет сильное смещение (от 2 до 15 пА или больше). Это напрямую влияет на чувствительность.
- Убедитесь, что таблетка активирована. Осмотрите крышку детектора через отверстие для напуска и проверьте, светится ли таблетка оранжевым светом. Если таблетка не светится, проверьте фоновый сигнал детектора. Снизьте напряжение таблетки до нуля для достижения эталонного уровня и затем ожидайте внезапного резкого подъема в выводе по мере повышения напряжения таблетки, что будет указывать на накаливание. Если на таблетку подается напряжение в 4 В, но она не накаливается, возможно, таблетка выгорела. Замените таблетку.
- **Замените** изоляторы/коллектор.
- Проверьте жидкую фазу на наличие загрязнений (полярные фазы).

Выходная базовая линия АФД > 8 млн

- Коллектор закорочен в корпусе детектора. Разберите коллектор и изоляторы, а затем снова установите их.

Неправильная работа процесса настройки смещения АФД

- Inspect the jet to see if it is clogged. (See [To Check for a Plugged NPD Jet.](#))
- Measure the actual detector flows. (See [To Measure a Detector Flow.](#)) If the hydrogen or makeup flows are zero or much lower than the displayed flow, suspect a plugged jet.
- Check the condition of the bead. [Replace](#) if necessary.
- Verify that the flow settings are correct. See [Flows, temperatures, and bead information.](#)
- If the process still fails, there could be a large leak in the system. This causes measured flow rates to be different from actual flow rates. Thoroughly leak check the whole system, especially the detector column fitting. (See [Checking for Leaks.](#))
- Set the equilibration time to 0.0.

Низкая селективность АФД

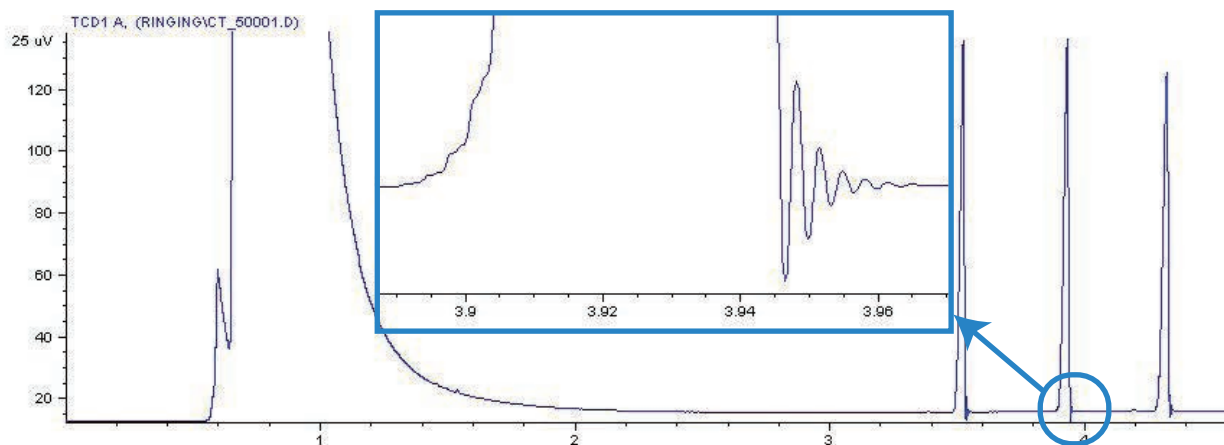
(Высокий ответ углеводорода по отношению к азоту или фосфору.)

- Проверьте уровень потока водорода (должен быть < 3 мл/мин).
- Осмотрите таблетку. Она может быть неисправна или изношена.
- Проверьте напряжение таблетки.
- **Замените** коллектор и изоляторы.

При использовании ДТП наблюдаются отрицательные пики

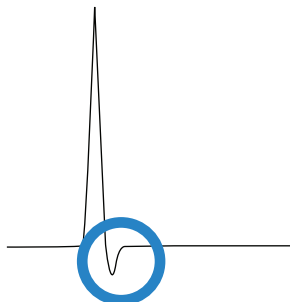
- Убедитесь, что используется правильный тип газа.
- Проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)
- Проверьте теплопроводимость аналитов по отношению к носителю.
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. (См. раздел [Измерение скорости потока в детекторе](#).)

В базовой линии ДТП присутствуют приглушенные синусоидальные пики с сигналами шума (звнящая базовая линия)

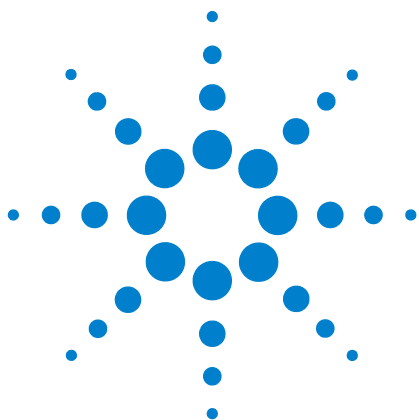


В системе данных выбрана неправильная скорость данных.
Для ДТП скорость передачи данных должна быть ≤ 5 Гц.

В пиках ДТП на заднем фронте присутствует отрицательная ступенька



- Проверьте отсутствие утечек в фитинге переходника колонки детектора. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек.](#))
- Установите в детекторе пассивированную нить накала.



4 Признаки, связанные с неготовностью ГХ

- ГХ не переходит в состояние готовности 90
- Поток не переходит в состояние готовности 91
- Температура термостата не опускается или опускается очень медленно 92
- Термостат не нагревается 93
- Температура не достигает состояния готовности 94
- Не удастся настроить поток или давление 95
- Газ не достигает отрегулированного значения или заданного значения давления или потока 96
- Превышено отрегулированное значение или заданное значение давления или потока газа 97
- Неустойчивое давление или поток канала ввода 98
- Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее заданному значению, в канале с делением потока 99
- Измеряемый поток колонки не совпадает с отображаемым потоком 100
- ПИД не воспламеняется 101
- Воспламенитель ПИД не загорается во время последовательности ввода 102
- Измеренные значения скорости потоков водорода и газа поддувки ПИД или АФД намного меньше заданного значения 103
- Не удастся выполнить настройку смещения АФД 104
- ПФД не воспламеняется 105
- Клапан не готов 107

В этом разделе описаны сбои и признаки, возникающие в случае неготовности включенного ГХ к выполнению анализов. На это будут указывать предупреждение «Не готов», сообщения о сбоях или другие признаки.



ГХ не переходит в состояние готовности

Обычно ГХ переходит в состояние готовности после того, как достигается заданное значение потоков и температуры. Если ГХ не переходит в состояние готовности в течение длительного периода времени, выполните следующие действия.

- Нажмите клавишу **[Status]** (Состояние) или клавишу компонента (например, **[Front inlet]** (Передний канал ввода)), чтобы проверить, какие заданные значения или условия не готовы.
- Проверьте пробоотборник на наличие неполадок.
- Проверьте систему данных на наличие неполадок.
- При вводе проб вручную в режиме без деления потока или в режиме экономии газа может потребоваться нажать кнопку **[Prep Run]** (Предварительный цикл) для подготовки канала ввода перед вводом. Таким образом, например, могут решаться следующие задачи.
 - Переключение клапана продувки канала ввода перед вводом пробы без деления потока.
 - Подготовка импульсного ввода.
 - Выключение режима экономии газа.

Подробнее о команде **[Prep Run]** (Предварительный цикл) см. в [Расширенном руководстве пользователя ГХ Agilent 7820](#)

Поток не переходит в состояние готовности

Если не удастся перевести поток газа в состояние готовности, выполните следующее.

- Убедитесь, что газ подается под [достаточным давлением](#).
- Проверьте ограничители, установленные в модуле доп. ЭКД (если есть).
- Проверьте правильность настроенного типа газа. Настроенный тип газа должен соответствовать газу, который фактически подается в ГХ.
- Проверьте газовые трубки и ГХ на отсутствие утечек. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)

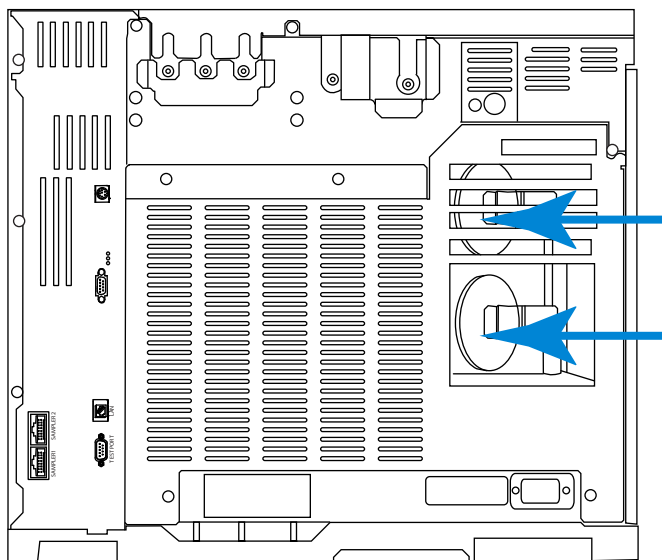
Температура термостата не опускается или опускается очень медленно

Если термостат не охлаждается или охлаждается очень медленно, выполните следующее.

ОСТОРОЖНО!

Выброс из задней стороны ГХ очень горячий. Не подносите руки и лицо к выходу напуска.

- Проверьте работу откидного клапана термостата.
 - 1 Уменьшите температуру термостата минимум на 20 градусов.
 - 2 Убедитесь, что откидные клапаны термостата на задней панели ГХ **открыты**. Прислушайтесь, чтобы убедиться в работе вентилятора. На рисунке ниже показано расположение двух откидных клапанов термостата.



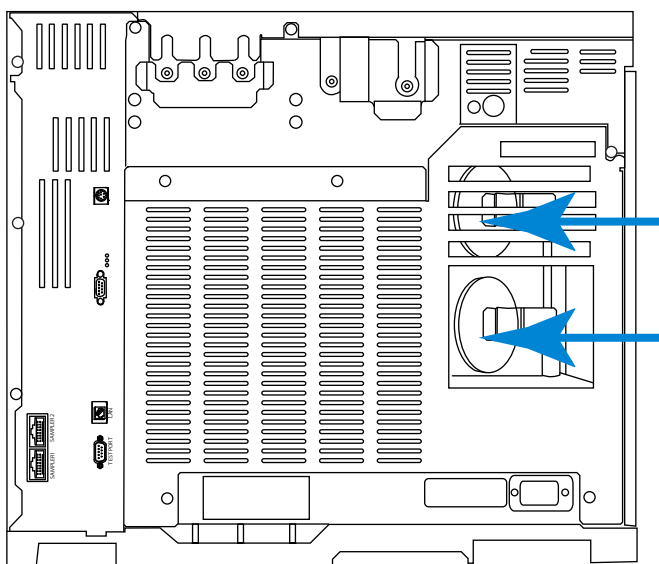
Термостат не нагревается

- Нажмите клавишу **[Status]** (Состояние), чтобы отправить отчет об ошибках в Agilent.

ОСТОРОЖНО!

Выброс из задней стороны ГХ очень горячий. Не подносите руки и лицо к выходу напуска.

- Отключите и снова включите электропитание ГХ.
- Проверьте работу откидного клапана термостата.
 - 1 Увеличьте температуру термостата минимум на 20 градусов.
 - 2 Убедитесь, что откидные клапаны на задней панели ГХ **закрыты**. На рисунке ниже показано расположение двух откидных клапанов термостата.



Температура не достигает состояния готовности

Чтобы достичь состояния готовности, температура должна оставаться на уровне заданного значения ± 1 °C в течение 30 с. Если температура не достигает состояния готовности, выполните следующие действия.

- Проверьте, присутствует ли изоляционный колпачок в канале ввода или детекторе.
- Проверьте, нет ли существенной разницы между температурой термостата и канала ввода или детектора.
- Проверьте изоляцию вокруг канала ввода или детектора.

Не удается настроить поток или давление

Если не удастся установить поток или давление с помощью канала ввода с/без деления потока, выполните следующие действия.

- Проверьте режим колонки.
- Убедитесь, что капиллярная колонка настроена в правильном канале ввода.
- Проверьте размеры настроенной колонки.
- Убедитесь, что поток включен.

Газ не достигает отрегулированного значения или заданного значения давления или потока

Если в канале ввода не достигается давление заданного значения или отрегулированного значения, поток в канале выключается по истечении периода времени, установленного для данного типа канала ввода. (Если канал ввода оснащен ЭПР, о недостаточном давлении или неготовности будет сигнализировать мигающий знак звездочки.) Выполните следующее.

- Проверьте давление подаваемого газа. Давление при подаче должно быть минимум на 10 psi выше заданного значения.
- Убедитесь в отсутствии утечек. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).) Возможно, в системе присутствует крупная утечка. Используйте электронный детектор утечек для поиска и последующего устранения утечек. Не забудьте проверить колонку — сломанная колонка создает очень большую утечку.
- При использовании режима экономии газа убедитесь, что скорость потока в этом режиме достаточно высока для обеспечения наибольшего давления на входе в колонку в течение цикла.
- Убедитесь, что колонки установлены правильно.
- Проверьте канал ввода и датчик давления на наличие повреждений.

При использовании канала ввода с/без деления потока выполните следующее.

- Проверьте соотношение деления потока. Увеличьте объем разделенного потока.

Превышено отрегулированное значение или заданное значение давления или потока газа

Если превышено отрегулированное значение или заданное значение давления или потока газа, выполните следующее.

При использовании канала ввода с/без деления потока выполните следующее.

- Уменьшите соотношение деления потока.
- Замените фильтр напуска с делением потока.
- Убедитесь, что выбран правильный лайнер (если используется).
- Убедитесь, что значения параметров давления выбранного метода для канала ввода с/без деления потока выше, чем минимальные возможные значения, доступные на ГХ.
- Проверьте золотой уплотнитель на наличие загрязнений. См. раздел [Замена золотого уплотнителя в канале ввода с/без деления потока](#).

При использовании ПИД или АФД выполните следующее.

- Убедитесь, что сопло не закупорено. См. раздел [Проверка наличия закупоренного сопла ПИД](#) или [Проверка наличия закупоренного сопла АФД](#).

В отношении клапанов выполните следующее.

- Убедитесь, что не смещен винт. [Выровняйте винт](#).

Неустойчивое давление или поток канала ввода

Неустойчивость давления канала ввода вызывает различия в скорости потока и во времени удерживания в течение цикла. Выполните следующее.

- Убедитесь, что газовый очиститель или генератор газа работают на полную мощность или близко к ней.
- Убедитесь, что газ подается под **достаточным давлением**.
- Убедитесь, что регулятор давления при подаче исправно функционирует. Для систем с длинными трубками подачи может понадобиться установить возле ГХ пошаговый стабилизатор. Также используйте дополнительный стабилизатор для уменьшения колебаний, вызванных генераторами газа.
- Убедитесь в отсутствии утечек. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).) Возможно, в системе присутствует крупная утечка. Используйте электронный детектор утечек для поиска и последующего устранения утечек. Не забудьте проверить колонку — сломанная колонка создает очень большую утечку.
- Проверьте канал ввода или ловушку напуска с делением потока на наличие крупных препятствий.
- Убедитесь, что установлен правильный лайнер. У некоторых лайнеров присутствуют большие перепады давления, связанные с конструкцией или плотной набивкой.
- Во время циклов исключите резкие изменения комнатной температуры. Исправьте проблему температуры в лаборатории или переместите прибор в более подходящее место.
- Убедитесь, что функция автоматического обнуления потока включена. См. раздел [Автоматическое обнуления потока](#).

Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее заданному значению, в канале с делением потока

Если ГХ не удается поддерживать низкое давление в соответствии с заданным значением, выполните следующее.

- Примените лайнер, предназначенный для анализа с делением потока.
- Значение давления в выбранном методе (или давления, получаемого при настройке потока) слишком низкое для данного типа газа-носителя.
- Убедитесь, что лайнер не закупорен.
- Проверьте линию напуска с делением потока на наличие загрязнений или посторонних предметов. См.:
 - [Проверка ограничения напуска с делением потока в канале ввода с/без деления потока.](#)
 - [Проверка наличия загрязнений в линии сброса делителя](#)
- Если используется канал ввода с/без деления потока, замените золотистый уплотнитель.

Измеряемый поток колонки не совпадает с отображаемым потоком

Если разница между фактическим потоком колонки и рассчитанным потоком, отображаемым на ГХ, составляет до 10%, выполните следующее.

- Убедитесь, что для параметров измеряемых потоков установлены значения 25 °C и 1 атмосфера.
- Убедитесь в правильности размеров колонки, в том числе фактической (усеченной) длины колонки.
- Короткая (< 15 м) WCOT-колонка с внутренним диаметром 0,58–0,75 мм используется с капиллярным каналом ввода с/без деления потока. Контроллер суммарного потока настроен на высокую скорость потока, вследствие чего возникает некоторое давление в канале ввода, а также поток колонки, даже если заданное значение давления равно нулю. (В таких ситуациях на дисплее может отображаться фактическое давление, даже при заданном нулевом значении.) При использовании коротких (от 530 до 750 мм) колонок удерживайте наиболее низкую общую скорость потока (например, от 20 до 30 мл/мин). Установите более длинную колонку с более высоким сопротивлением (например, от 15 до 30 м).
- Линия или ловушка напуска с делением потока может быть частично закупорена, что создает более высокое фактическое давление канала ввода по отношению к заданному значению. Проверьте линию напуска с делением потока на наличие посторонних предметов.
- Убедитесь, что включена функция автоматического обнуления потока. Установите значение датчика потока и давления для модуля потока на ноль (если допустимо). Если проблема не устраняется, замените модуль потока.

ПВД не воспламеняется

- Verify that the Lit Offset is < 2.0 pA.
- Ensure that the FID temperature is high enough for ignition (>150 °C). Agilent recommends >300 °C.
- Check that the FID ignitor glows during ignition sequence. (See [To Verify FID Ignitor Function During Ignition Sequence](#).)
- Check that the air and hydrogen pressures meet Agilent's recommendations (hydrogen > 35 psi [210 kPa] and air > 55 psi [380 kPa]).
- Try increasing the supply pressures to the FID flow module. This makes the flame easier to light without changing the setpoints.
- Increase hydrogen and air flow rates until ignition occurs, then reduce them toward the method values. Experiment for the best values.
- Check for a plugged or partially plugged jet. (See [To Check for a Plugged FID Jet](#).)
- Measure the FID flow rates. Actual flow rates should be within +/-10% of the setpoint. The hydrogen:air ratio greatly impacts ignition. Nonoptimal flow settings can prevent flame ignition. (See [To Measure a Detector Flow](#).)
- There could be a large leak in the system if the flame still will not light. Large leaks result in measured flow rates being different from actual flow rates, causing nonideal ignition conditions. Thoroughly leak check the whole system, especially the column fitting at the FID. (See [Checking for Leaks](#).)
- Check the column flow rate. (See [To Measure a Column Flow](#).) Hydrogen flow should be greater than the sum of the column flow and makeup flow.
- If the analysis permits, substitute nitrogen for helium as makeup.

Воспламенитель ПИД не загорается во время последовательности ввода

ОСТОРОЖНО!

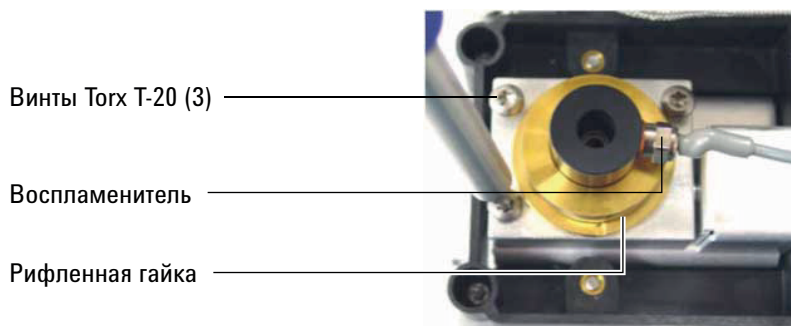
Находитесь на безопасном расстоянии от фторопластовой трубки ПИД при выполнении процедуры. При использовании водорода пламя ПИД будет невидимым.

- 1 Снимите верхнюю крышку детектора.
- 2 Включите пламя ПИД.
- 3 Осмотрите свечу воспламенителя через фторопластовую трубку ПИД. Малое отверстие должно светиться во время последовательности зажигания.

Если проверку не удастся выполнить, проверьте следующие возможные причины.

- Возможно, неисправен воспламенитель. Замените воспламенитель.
- Температура детектора установлена на уровне $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Компания Agilent рекомендует работать с ПИД при температуре $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- Отсутствует необходимое заземление воспламенителя.
 - Воспламенитель должен быть плотно прикручен к корпусу ПИД.
 - Три винта Torx T-20, удерживающих узел коллектора, должны быть плотно затянуты.
 - Латунная рифленая гайка, удерживающая корпус ПИД, должна быть плотно затянута.

Выполните обслуживание ПИД, если эти части подверглись коррозии или окислению.



Измеренные значения скорости потоков водорода и газа поддувки ПИД или АФД намного меньше заданного значения

- Проверьте, не закупорено ли сопло полностью или частично. Закупоренное сопло вызывает противодействие. Поскольку модуль потока использует управление давлением, увеличенное противодействие позволяет смодулировать правильный поток. Фактическая скорость потока снизится, но ГХ все равно будет работать. См.:

[Проверка наличия закупоренного сопла ПИД](#)

[Проверка наличия закупоренного сопла АФД](#)

- Убедитесь в отсутствии утечек в фитинге колонки в основании детектора.
- Замените сопло [ПИД](#) или [АФД](#).

Не удастся выполнить настройку смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. раздел [Проверка наличия закупоренного сопла АФД.](#))
- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. раздел [Измерение скорости потока в детекторе.](#)) Если скорости потоков водорода или поддувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние таблетки. [Замените ее](#) при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока. См. раздел [Информация о потоках, температуре и состоянии таблетки.](#)
- Если процедуру по-прежнему не удастся выполнить, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек.](#))
- Задайте для времени выравнивания значение 0,0.

ПФД не воспламеняется

- Убедитесь, что температура ПФД достаточно высока для зажигания ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Убедитесь в соответствии скорости потока ПФД типу установленного в нем фильтра. Соотношение водорода и воздуха существенно влияет на зажигание. Неоптимальные параметры потоков могут препятствовать зажиганию пламени.

Таблица 4 Рекомендуемая скорость потока ПФД

	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин
Носитель (водород, гелий, азот, аргон)		
Набивные колонки	от 10 до 60	от 10 до 60
Капиллярные колонки	от 1 до 5	от 1 до 5
Газы детектора		
Водород	50	75
Воздух	60	100
Носитель и газ поддувки	60	60

- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. раздел [Измерение скорости потока в детекторе](#).)
- Убедитесь, что воспламенитель ПФД работает. (См. раздел [Проверка горения пламени ПФД](#).)
- Проверьте значение **Порог зажигания**. Обычное значение параметра **Порог зажигания** — 2. При нулевом значении функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- Если пламя по-прежнему не горит, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)

- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПФД. Это упростит зажигание и не потребует изменения заданных значений.
- В определенных рабочих условиях пламя проще зажечь, сняв трубку для напуска. После того как пламя зажжется, установите трубку для напуска на место.
- Попробуйте перейти к потокам фосфорного режима, зажечь пламя и постепенно перевести потоки на значения серного режима.
- Проверьте подключение кабелей к муфте, подключение муфты к свече, затяните свечу.

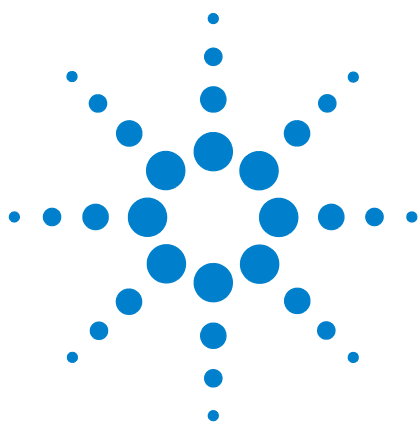
Клапан не готов

Поиск и устранение проблем зависит от типа клапана.

Дозирующие газовые краны

Как правило, ГХ находится в состоянии неготовности, если время ввода или загрузки не истекло. Он приходит в состояние готовности по истечении указанного времени загрузки или ввода.

4 Признаки, связанные с неготовностью ГХ



5 Признаки, связанные с выключением

Выключения из-за проблем с колонкой [110](#)

Отключения из-за проблем с подачей водорода [112](#)

Выключения вследствие нарушений температуры [114](#)



Выключения из-за проблем с колонкой

ГХ контролирует канал ввода и вспомогательные струи газа. Если газу-носителю (к которому может относиться дополнительный модуль потока) не удастся достичь заданного значения потока или давления, ГХ регистрирует утечку. По прошествии 25 секунд подается предупреждающий звуковой сигнал, затем звуковой сигнал подается с некоторым интервалом. По прошествии приблизительно 5 минут ГХ выключает компоненты, чтобы создать безопасное состояние. ГХ выполняет следующие действия.

- Выводит на экран сообщение **Отключение давления в переднем канале ввода**.
- Выключается для предотвращения повреждения колонок.
- Наполовину открывает откидные клапаны сзади термостата.
- Включает мигание индикатора **Выкл.** для заданного значения температуры термостата.
- Отключает все потоки колонки. Во время просмотра мигает индикатор параметров **Выкл** для потоков. Например, выключаются потоки колонки для канала ввода с/без деления потока.
- Выключает все остальные нагреватели. Во время просмотра мигает индикатор параметров температуры **Выкл.**
- При попытке активации зоны выключения появляется сообщение об ошибке.
- Выключает нить накала ДТП.
- Выключает воспламенитель ПИД или ПФД, а также потоки воздуха и газа горения.
- Выключает таблетку АФД, а также потоки воздуха и газа горения.

Чтобы выйти из этого состояния, выполните следующее.

- 1 Устраните причину выключения. Проверьте подачу газа-носителя. Для ГХ требуется подача газа под давлением на 70 кПа (10 фунт./кв. дюйм) выше максимального давления, используемого во время цикла.
 - Убедитесь, что колонка рядом с каналом ввода не повреждена.
 - Убедитесь в отсутствии утечек.

- Замените септу канала ввода.
 - Замените кольцевой уплотнитель канала ввода.
 - Проверьте давление подачи.
- 2 Нажмите соответствующую клавишу, чтобы выбрать устройство, запустившее процесс выключения. Прокрутите список до параметра пневматической системы, для которого мигает индикатор **Выкл.**, затем нажмите [**On**] (Вкл.) или [**Off**] (Выкл.).

Например, если в переднем канале ввода нет газа-носителя, нажмите [**Front Inlet**] (Передний канал ввода), прокрутите список до параметра давления или потока, затем нажмите [**On**] (Вкл.).

Отключения из-за проблем с подачей водорода

Водород можно использовать в качестве газа-носителя или газа горения для некоторых детекторов. При контакте с воздухом водород может образовывать взрывоопасные смеси.

Водород используется в каналах ввода и вспомогательных струях газа

ГХ контролирует канал ввода и вспомогательные струи газа. Если потоку не удастся достичь заданного значения скорости или давления и он настроен на использование водорода, ГХ регистрирует утечку. По прошествии 25 секунд подается предупреждающий звуковой сигнал, затем звуковой сигнал подается с некоторым интервалом. По прошествии приблизительно 5 минут ГХ выключает компоненты, чтобы создать безопасное состояние. ГХ выполняет следующие действия.

- Выводит на экран сообщение **Безопасное отключение, связанное с водородом**.
- Закрывает клапан подачи газа-носителя в канал ввода и отключает элементы управления давлением и потоком. Во время просмотра мигает индикатор этих параметров **Выкл.**
- Открывает клапаны напуска с делением потока в канале ввода с/без деления потока.
- Выключает нагреватель термостата и вентилятор, а также открывает откидные клапаны термостата.
- Выключает все нагреватели (в том числе все устройства, подключенные к вспомогательному пульту управления нагревателя, например нагреватели коробки клапанов или нагреватели линии передачи). Во время просмотра мигает индикатор этих параметров **Выкл.**
- Выключает нить накала ДТП.
- Выключает воспламенитель ПИД или ПФД, а также потоки воздуха и газа горения.
- Выключает таблетку АФД, а также потоки воздуха и газа горения.
- Подает сигнал тревоги.

ОСТОРОЖНО! ГХ не может обнаруживать утечки в струях газа детектора. По этой причине фитинги колонки ПИД, АФД и любых других детекторов, использующих водород, всегда должны быть подключены к колонке либо закрыты крышками или заглушками. Струи водорода должны быть настроены таким образом, чтобы ГХ было известно о них.

Чтобы выйти из состояния выключения из-за проблем с подачей водорода, выполните следующее.

- 1 Устраните причину выключения.
 - Замените септу канала ввода. См. руководство по [обслуживанию](#).
 - Замените кольцевой уплотнитель канала ввода. См. руководство по [обслуживанию](#).
 - Убедитесь, что колонка не повреждена.
 - Проверьте давление подачи.
 - Проверьте систему на отсутствие утечек. См. [Советы по проверке отсутствия утечек](#).
- 2 Отключите и снова включите электропитание ГХ.
- 3 После включения питания ГХ нажмите соответствующую клавишу, чтобы выбрать устройство, запустившее процесс выключения. Прокрутите список до параметра пневматической системы, для которого мигает индикатор **Выкл.**, затем нажмите [**On**] (Вкл.) или [**Off**] (Выкл.). Например, если в переднем канале ввода нет газа-носителя, нажмите [**Front Inlet**] (Передний канал ввода), прокрутите список до параметра давления или потока, затем нажмите [**On**] (Вкл.).

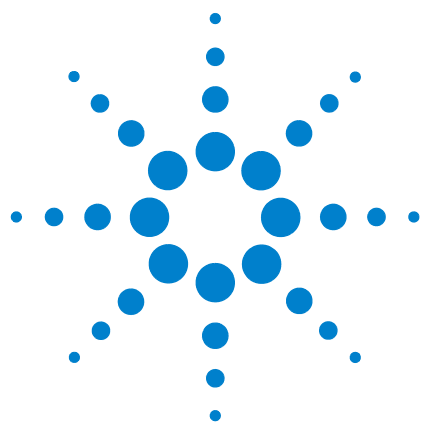
Выключения вследствие нарушений температуры

Выключение при нарушении температуры означает, что температура термостата или другой нагреваемой зоны находится вне допустимого диапазона (ниже минимальной или выше максимальной температуры). Такая ошибка может возникнуть в связи с несколькими причинами, указанными ниже.

- Проблема подачи электричества на прибор.
- Неисправность электронных средств управления зоной.
- Закороченный датчик температуры.
- Закороченный нагреватель.

Чтобы выйти из этого состояния, выполните следующее.

- 1** Устраните причину выключения.
 - Убедитесь, что установлены все изоляторы.
- 2** Для устранения большинства проблем с температурой достаточно отключить тепловую зону.



6

Признаки, связанные с включением ГХ и передачей данных

ГХ не включается [116](#)

Не удается установить связь между ГХ и компьютером [117](#)

ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время самопроверки) [118](#)



ГХ не включается

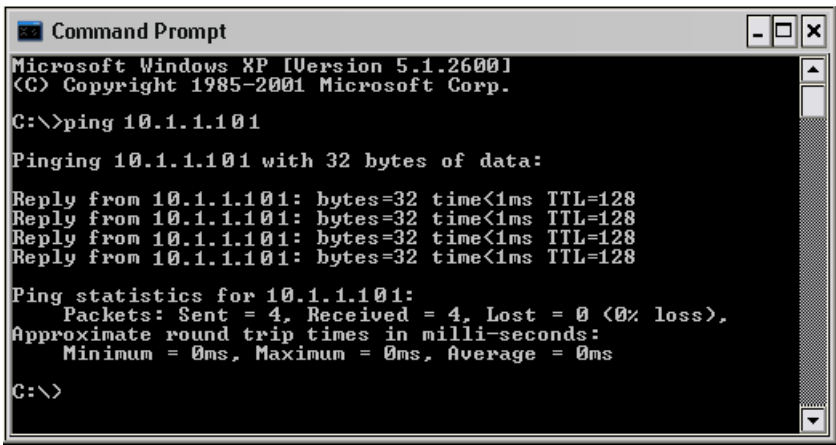
Если ГХ не включается, выполните следующее.

- Проверьте кабель электропитания.
- Проверьте наличие подачи электропитания в здании.
- Если проблема возникла с ГХ, выключите электропитание. Подождите 30 секунд, а затем включите электропитание ГХ.

Не удается установить связь между ГХ и компьютером

- Запустите проверку **ping**.

Команда MS-DOS **ping** проверяет связь по соединению TCP/IP. Для ее использования откройте окно командной строки. Введите **ping** и IP-адрес. Например, если IP-адрес — 10.1.1.101, введите **ping 10.1.1.101**. Если соединение по локальной сети работает правильно, появится ответ об успешном результате. Например:



```

Microsoft Windows XP [Version 5.1.2600]
(C) Copyright 1985-2001 Microsoft Corp.

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

C:\>
  
```

Если тест **ping** выполнен успешно, проверьте настройки программного обеспечения.

Если во время проверки **ping** произошел сбой, выполните следующее.

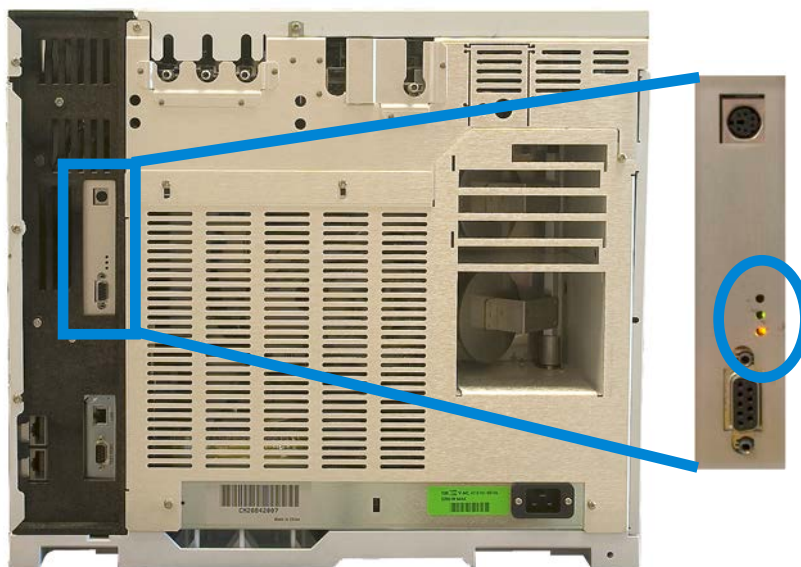
- Проверьте кабели локальной сети.
- Проверьте IP-адрес, маску подсети и адрес шлюза.
- Убедитесь, что все сетевые устройства (концентраторы, коммутаторы и т. д.) включены, подключены правильно и работают.
- Проверьте исправность сетевой карты в компьютере.
- Убедитесь, что другое программное обеспечение не подключено к ГХ. Например, к ГХ одновременно может быть подключена только одна экранная клавиатура. Системы обработки данных Agilent также блокируют подключения со стороны других систем обработки данных.

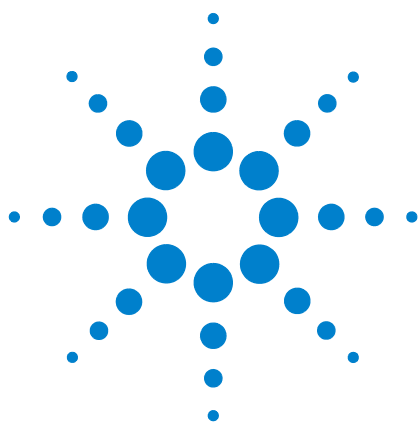
ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время самопроверки)

Если ГХ включается, но обычное изображение экрана не появляется, выполните следующее.

- 1 Переведите выключатель электропитания ГХ в положение **Выкл.** Подождите 1 минуту, затем переведите выключатель электропитания ГХ в положение **Вкл.**
- 2 Если ГХ не возвращается в нормальное состояние, запишите сообщения, отобразившиеся на дисплее. Осмотрите заднюю панель ГХ. Над соединителем REMOTE располагаются индикаторы (зеленый, желтый или красный), которые могут мигать или светиться непрерывно. Обратитесь в компанию Agilent за обслуживанием и сообщите сотруднику службы поддержки Agilent информацию, показанную на дисплее,. (См. также раздел [Информация, которую необходимо подготовить перед обращением в Agilent за обслуживанием.](#))

Старая модель ГХ. индикаторы можно увидеть на боковой панели.





7 Проверка отсутствия утечек

- Советы по проверке отсутствия утечек 120
- Проверка внешних утечек 121
- Проверка утечек ГХ 122
- Проверка отсутствия утечек в канале ввода 123
- Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока 128
- Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в канале ввода с/без деления потока 131
- Устранение утечек в каналах ввода с/без деления потока 136
- Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой 137
- Устранение утечек в набивном канале ввода с продувкой 141
- Проверка отсутствия утечек в канале ввода с набивной колонкой 142
- Устранение утечек в канале ввода с набивной колонкой 145
- Проверка отсутствия утечек с помощью затухания давления в канале ввода СОС 146
- Устранение утечек в канале ввода СОС 150



Советы по проверке отсутствия утечек

При поиске утечек в системе условно разделите их на две части: внешние точки утечек и точки утечек ГХ.

- **Внешние точки утечек** относятся к газовому баллону (или очистителю газа), регулятору и его фитингам, стопорным клапанам в линии подачи и соединениям фитингов линии подачи на ГХ.
- **Точки утечек ГХ** относятся к каналам ввода, детекторам, соединениям колонки, соединениям клапанов и соединениям между модулями потоков и каналами ввода/детекторами.

ОСТОРОЖНО!

ОСТОРОЖНО! Водород (H_2) является легковоспламеняющимся газом и при смешивании с воздухом в закрытом пространстве (например, в измерителе потока) может взорваться. Промывайте измеритель потока инертным газом по мере необходимости. Всегда измеряйте газы по отдельности. Всегда выключайте детекторы для предотвращения возгорания/самовоспламенения.

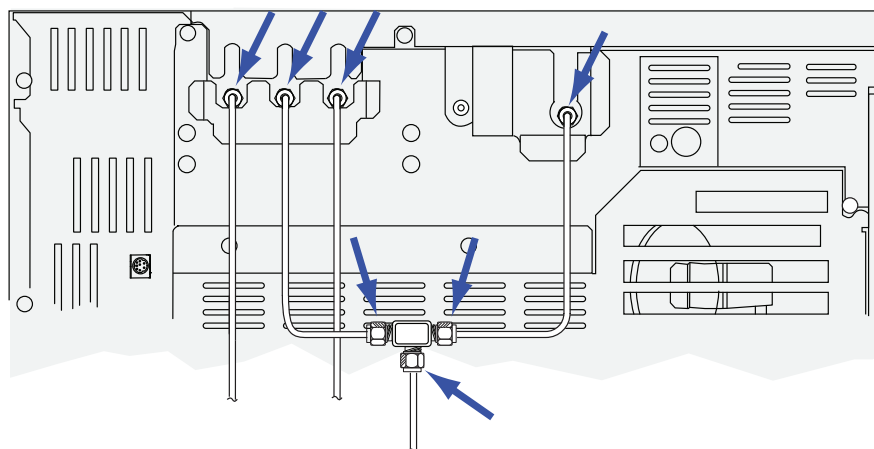
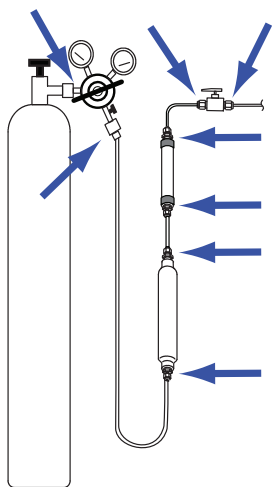
ОСТОРОЖНО!

Могут присутствовать опасные образцы газов.

- 1 Подготовьте следующее.
 - Электронный детектор утечек, способный определять тип газа.
 - Гаечные ключи 7/16", 9/16" и 1/4" для затягивания фитингов Swagelok и фитингов колонки.
- 2 Проверьте точки потенциальных утечек, связанные с выполнявшимся обслуживанием.
- 3 Проверьте фитинги и соединения ГХ, которые подвергались значительным изменениям температуры. Такие изменения могут ослаблять соединения некоторых фитингов. Используйте электронный детектор утечек для проверки наличия утечек на фитинге.
 - Сначала проверяйте недавно созданные соединения.
 - После замены ловушек или цилиндров подачи не забывайте проверить соединения в линиях подачи газа.

Проверка внешних утечек

Проверьте отсутствие утечек в следующих соединениях.



- Верхние фитинги подачи газа.
- Фитинг газового цилиндра.
- Фитинги регулятора.
- Ловушки.
- Клапаны-отсекатели.
- Т-образные фитинги

Выполните проверку падения давления.

- 1 Отключите ГХ.
- 2 Установите давление регулятора на уровне 415 кПа (60 фунтов/кв. дюйм).
- 3 Поверните ручку настройки давления регулятора против часовой стрелки до конца, чтобы отключить клапан.
- 4 Подождите 10 минут. Если давление снизилось больше, чем на 7 кПа (1 фунт/кв. дюйм), значит, во внешних соединениях имеется утечка.

Проверка утечек ГХ

Проверьте отсутствие утечек в следующих соединениях.

- Септа канала ввода, головка с септой, лайнер, ловушка напуска с делением потока, фитинги линии ловушки напуска с делением потока и напуска обдува.
- Соединения колонки с каналами ввода, детекторами, клапанами, разделителями и соединителями.
- Фитинги, соединяющие модули потоков и каналы ввода, детекторы и клапаны.
- Переходники колонки

Сначала используйте встроенное средство ГХ для проверки отсутствия утечек в фитинге колонки канала ввода, септе, лайнере, линии ловушки напуска с делением потока и т. д. См. [«Проверка отсутствия утечек в канале ввода»](#). Устраните утечки, найденные в ходе этой проверки. Если в ГХ все еще имеются признаки утечки, проверьте другие возможные точки утечек.

Используя ПО Agilent Instrument Utilities, можно удаленно запустить проверку наличия утечки канала ввода (для выбранных типов каналов).

Если канал ввода проходит проверку на наличие утечки, но все еще есть подозрения, что утечка существует, можно использовать программное обеспечение Instrument Utilities для проведения испытания затухания давления для большинства каналов. (Также можно провести испытания затухания давления в ручном режиме для любого канала ввода.) Любой канал ввода, который прошел испытания затухания давления, может рассматриваться как не имеющий утечек.

- [Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в канале ввода с/без деления потока](#)
- [Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой](#)

Используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить соединения колонок и трубопроводов. См. также следующие материалы.

- [Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока](#)

Проверка отсутствия утечек в канале ввода

ГХ предоставляет встроенное средство проверки отсутствия утечек для всех каналов ввода в реальном времени. Это средство проверки наиболее полезно при поиске утечек каналов ввода во время и после их обслуживания. Эта проверка не так точна и чувствительна, как полная проверка давления в каналах ввода. Она обычно выполняется с установленной и настроенной колонкой. В течение короткого времени вы получаете гарантии, что все соединения на канале ввода достаточно герметичны. Компания Agilent рекомендует проводить эту проверку до и во время обслуживания канала ввода с тем, чтобы при затяжке фитингов можно было непосредственно наблюдать процесс устранения утечки канала ввода. Эта проверка подходит для всех условий применения, однако в некоторых случаях может потребоваться выполнить более трудоемкую проверку отсутствия утечек.

Проверка отсутствия утечек канала ввода позволяет выявлять утечки на следующих соединениях.

- Фитинг колонки канала ввода.
- Золотистый уплотнитель (если используется).
- Корпус ловушки напуска с делением потока (если используется).
- Гайка септы и септа (если используется).
- Гайка вставки/узел головки с септой (если используется).

Для запуска проверки выполните следующие действия.

- 1 На клавиатуре ГХ нажмите **[Service Mode]** (**Режим обслуживания**), прокрутите до пункта **Проверка утечек в**

переднем канале ввода или **Проверка утечек в заднем канале ввода**, затем нажмите **[Enter]** (Ввод).

- 2 На дисплее отобразится такая же информация, как и на [Рис. 4](#):

```

      FRONT INLET LEAK CHECK
TotalFlow   1.74   Col   1.34<
Test Inlet      (ON to Start)
Test pressure      10.0 psi
Warning if check flow      OFF
Fault if check flow      OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test flow OK:              4.8
Reset the test results? (yes)

```

Рис. 4 Пример: отображаемая на дисплее информация по проверке отсутствия утечек переднего канала ввода. В этом примере предполагается, что проверка уже проведена. (Прокрутите дисплей для просмотра всех строк.)

- 3 Убедитесь, что **Давление при проверке** является приемлемым. Обычно давление по умолчанию в 10 фунт./кв. дюйм вполне подходит. При необходимости введите другое значение давления для канала ввода.
 - При повторяющихся результатах используйте одинаковое значение для одинакового оборудования.
 - Введите более высокое значение испытательного давления при использовании колонки с высоким обратным давлением.
- 4 Прокрутите до пункта **Проверить канал ввода** и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да).
- 5 Через несколько секунд проверка стабилизируется.
 - Значение **Общий поток** — это суммарный поток газа-носителя, который проходит через канал ввода. Значение **Колонка** — поток, который проходит через колонку.
 - Приблизительный коэффициент утечки равняется **Общий поток – Колонка**, в мл/мин.
 - Утечки в канале ввода отсутствуют, если значение **Колонка** *приблизительно соответствует* значению **Общий поток**.

- 6 Отслеживая показания, по мере необходимости затяните фитинги, замените септу, замените кольцевой уплотнитель лайнера и т. д. Если в ходе ремонта утечка прекратится, значение **Колонка** уменьшится и будет *приблизительно* соответствовать значению **Общий поток**.

ПРИМЕЧАНИЕ

Если провести проверку канала ввода, в котором утечка отсутствует, до выполнения обслуживания, результаты проверки утечки после обслуживания должны приблизительно соответствовать показателям до обслуживания.

- 7 Если проверка все еще не пройдена, выполните следующие действия.
- [Замените септу](#)
 - [Заново установите колонку в канал ввода.](#)
 - [Замените лайнер и его кольцевой уплотнитель.](#)
 - Откройте ловушку напуска с делением потока и проверьте положение кольцевого уплотнителя. [Замените](#) при необходимости ловушку сброса делителя.

Если проверка пройдена успешно, но все еще есть подозрения о наличии утечки в канале ввода, выполните проверку затухания давления. См.:

- [Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в канале ввода с/без деления потока](#)
- [Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой](#)

Установка пределов предупреждений для проверки отсутствия утечки

В ГХ предусмотрено два предупреждения, связанных с проверкой отсутствия утечек в канале ввода.

- **Предупреждение при проверке давления:** Если измеренное давление превышает допустимый предел, включается индикатор «Необходимо обслуживание».
- **Сбой при проверке давления:** Если измеренное давление превышает допустимый предел, ГХ переходит в состояние «Не готов».

Можно определить приемлемые результаты проверки канала ввода на отсутствие утечки, а затем установить для ГХ переход в состояние «Не готов» или включение

индикатора «Необходимо обслуживание» в случае сбоя проверки на отсутствие утечек. Чтобы установить один или оба предела, выполните следующие действия.

- 1 Если предполагается, что в канале ввода не должно быть утечки, запустите проверку утечек в канале ввода. (Предполагается, что в канале ввода нет утечки, если показатель **Общий поток** очень близок по значению к показателю **Колонка** и хроматографические результаты ГХ являются удовлетворительными.)
- 2 Запишите результат показателя **Общий поток**.
- 3 Прокрутите до пункта **Предупреждение при проверке давления** или **Сбой при проверке давления**.
- 4 Введите предельное значение с клавиатуры, затем нажмите **[Enter]** (Ввод).
 - Выберите скорость потока выше приемлемого значения **Общий поток**. Лучше всего ввести значение, которое соответствует известным хроматографическим задачам.
 - Предел для предупреждения может отличаться от предела для сбоя, например предупреждение возникает при более низком значении предела, а сбой — при более высоком значении.
- 5 При необходимости задайте предел **Сбой при проверке давления** **Сбой при проверке давления**.
- 6 Проверка настроена.
- 7 Регулярно повторяйте проверку. В случае неудачного прохождения проверки устраните утечки.

Чтобы отменить состояние «Не готов» или выключить индикатор «Ремонт», выполните следующие действия.

- 1 Нажмите **[Service Mode]** (Режим обслуживания), прокрутите до пункта **Проверка утечек в переднем канале ввода** или **Проверка утечек в заднем канале ввода**, затем нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 2 Прокрутите до пункта **Сбросить результаты проверки?** и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да).

Отмена предела предупреждения для проверки отсутствия утечки в канале ввода

- 1 Нажмите **[Service Mode]** (Режим обслуживания), прокрутите до пункта **Проверка утечек в переднем канале**

ввода или **Проверка утечек в заднем канале ввода**, затем нажмите **[Enter]** (Ввод).

- 2 Прокрутите до предельного значения предупреждения, затем нажмите **[Off/No]** (Выкл./Нет).

Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока

Эта процедура описывает, как проверить и исправить утечки в канале ввода с/без деления потока. Следуйте указаниям, приведенным ниже, в зависимости от признаков проблемы в канале ввода.

Не удается достичь отрегулированного значения или заданного значения давления

Если канал ввода с/без деления потока не достигает отрегулированного значения или заданного значения давления, ГХ будет находиться в режиме «Не готов». (Если канал ввода оснащен ЭПР, о недостаточном давлении или неготовности будет сигнализировать мигающий знак звездочки.) Нажатие кнопки [**Status**] (Состояние) позволит выяснить, что давление в переднем (или заднем) канале ввода не достигло уровня готовности. При двойном нажатии кнопки [**Status**] (Состояние) будет показано фактическое значение. ГХ выключится примерно через 5,5 минуты, если канал ввода не достигнет необходимых показателей давления и управляемости.

Если техническое обслуживание выполнялось недавно, сначала проверьте наличие утечек из всех фитингов и деталей, которые проверялись.

- 1 Убедитесь в достаточном давлении подачи газа, поступающего в ГХ, и убедитесь в отсутствии утечек в системе подачи газа (см. [Проверка внешних утечек](#)). Давление в канале ввода должно быть на 70 кПа (10 фунт./кв. дюйм) выше самого высокого давления, используемого в методе.
- 2 Проверьте настройку суммарной скорости потока. Суммарный поток должен быть достаточно сильным, чтобы поддерживать давление в канале ввода на всем протяжении цикла. Колонки большого диаметра требуют более высокой скорости потоков. Как правило, достаточный уровень скорости — 50 мл/мин. Для увеличения суммарной скорости потока выполните следующие действия.
 - Увеличьте соотношение деления при режиме с делением потока
 - Увеличьте поток продувки при режиме без деления потока

- 3 Положите большой палец (или септу) на выходное отверстие напуска с делением потока. Если давление канала ввода начинает расти до заданного значения, обратитесь в Agilent за обслуживанием. Если давление остается низким, переходите к следующему шагу.
- 4 Выполните проверку на наличие утечек в канале ввода во время цикла. См. [«Проверка отсутствия утечек в канале ввода»](#). О величине утечки можно судить по общей скорости потока. Следите за суммарной скоростью потока при проверке или затяжке следующих креплений.
 - Гайка септы
 - Колонка
 - Ловушка напуска с делением потока и кольцевые уплотнители
 - Лайнер/кольцевые уплотнители
 - Золотой уплотнитель
 - Соединение линии напуска с делением потока с корпусом канала ввода
 - Фитинги блокировки потока на коллекторе потока

Или используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить эти соединения и фитинги.

Если проверка не помогла решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Низкая чувствительность или плохая повторяемость

Небольшая утечка в канале ввода с/без деления потока может привести к низкой чувствительности или плохой повторяемости. Найдите и устраните небольшую утечку, как описано ниже.

Если техническое обслуживание выполнялось недавно, сначала проверьте наличие утечек из всех фитингов и деталей, которые проверялись.

- 1 Проведите проверку затухания давления в канале ввода. См. [«Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в канале ввода с/без деления потока»](#). Если проверка пройдена успешно, канал ввода может считаться герметичным. Проверьте другие возможные причины низкой чувствительности или плохой повторяемости.
- 2 Если проверка затухания давления не пройдена, выполните поиск утечки в канале ввода. См. [«Проверка](#)

отсутствия утечек в канале ввода». Следите за общей скоростью потока при проверке или затягивании следующих креплений.

- Гайка септы
- Колонка
- Ловушка напуска с делением потока
- Лайнер/кольцевой уплотнитель
- Золотой уплотнитель
- Соединение линии напуска с делением потока с корпусом канала ввода
- Фитинги блокировки потока на коллекторе потока

- 3** Если проверка на наличие утечек в канале ввода (предварительный цикл) не решит проблему, утечка может быть слишком мала для обнаружения с помощью этой проверки. Используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить соединения и фитинги.

Если проверка не помогла решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в канале ввода с/без деления потока

Используйте проверку отсутствия утечки по затуханию давления в канале с/без деления потока (Split/Splitless Inlet Pressure Decay Test) в Agilent Instrument Utilities для определения наличия утечки в канале ввода. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для канала ввода. См. [Проверка отсутствия утечек в канале ввода](#) и [Проверка ограничений сброса делителя в канале ввода с/без деления потока](#).

Если программное обеспечение Instrument Utilities недоступно, см. процедуру ниже.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- См. раздел [Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока](#).
- Проверьте фитинг колонки с заглушкой и колпачок обдува септы.

Проверка затухания давления в канале ввода с/без деления потока с помощью экранной клавиатуры (Remote Controller)

Проверка затухания давления позволяет обнаружить утечки от модуля потока канала ввода до фитинга колонки.

После выполнения технического обслуживания в первую очередь проверьте наличие утечек в доступных извне местах. См. «[Проверка внешних утечек](#)».

Если утечка определенно существует, сначала проверьте доступные извне фитинги канала ввода, особенно те соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как гайка септы, переходник колонки, соединение колонки и так далее.

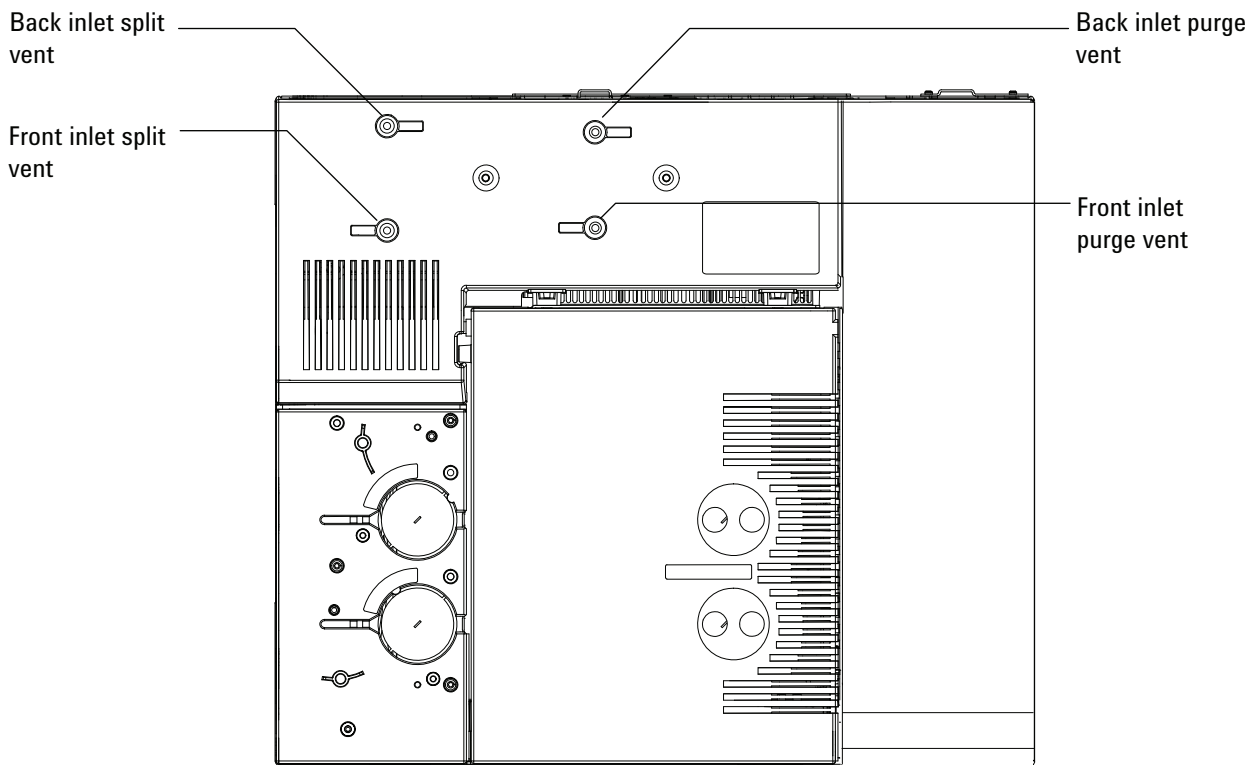
Для описанной ниже проверки утечки по затуханию давления требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки канала ввода. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Септа	Фитинг колонки
Гайка септы	Проходные фитинги подачи газа к модулю потока
Кольцевой уплотнитель лайнера	Трубки и соединения в линии передачи, соединенной с каналом ввода
Золотой уплотнитель/шайба и переходная гайка	Внутренние утечки в модуле ЭКД или ЭПР
Корпус канала ввода	
Клапан напуска с делением потока коллектора потока	
Ловушка и трубки напуска с делением потока	
Трубки обдува септы	
Уплотнения в трубках между модулем потока и корпусом канала ввода	

- 1 Подготовьте следующие компоненты (см. раздел [Расходные материалы и детали для канала ввода с/без деления потока](#)).
 - Ферула без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4".
 - Термостойкие перчатки (если канал ввода горячий).
 - Гайка колонки.
 - Новая септа.
 - Кольцевой уплотнитель
 - Пробка детектора ЭЗД/ДТП (каталожный номер 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания канала ввода](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закупорьте фитинг колонки гайкой колонки и ферулой без отверстия.

- 5 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. раздел [Замена септы в канале ввода с/без деления потока](#).
- 6 Осмотрите кольцевой уплотнитель и замените его, если он стал твердым и хрупким или потрескался. См. раздел [Замена лайнера и кольцевого уплотнителя в канале ввода с/без деления потока](#).
- 7 Переведите канал ввода в **Режим с делением потока**.
- 8 Установите для колонки значение **Канал ввода: не указан**.
- 9 Установите для канала ввода температуру 70 °C.
- 10 Если в ГХ установлен ЭКД, введите заданное значение давления 25 фунт./кв. дюйм (172 кПа). (Если ГХ оснащен ЭПР, воспользуйтесь экранной клавиатурой, чтобы установить давление 25 фунт./кв. дюйм (172 кПа).) Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 фунт./кв. дюйм (70 кПа) превышает давление канала ввода.
- 11 Если нужное давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 12 Дождитесь, пока температура канала ввода стабилизируется. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.

- 13 Закройте фитинг обдува септы пробкой детектора ЭЗД/ДТП.



- 14 Нажмите **[Front Inlet]** (Передний канал ввода) или **[Back Inlet]** (Задний канал ввода). Прокрутите до пункта **Давление** и нажмите **Выкл./Нет**.

- 15 Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике, если это возможно, чтобы предотвратить попадание остаточного давления из линий подачи в закрытую систему, поскольку это может привести к повышению давления и скрытию утечек. (Такие попадания через модуль потока обычно не влияют на циклы.) Если в настройке ГХ не предусмотрены перекрывающие клапаны или если изменить давление источника нет возможности, пропустите этот шаг. Если в трубке подачи, ведущей к ГХ, присутствует относительно большой объем, узнайте, была ли протечка в систему во время оценки результатов проверки.

- 16 Следите за давлением в течение 10 минут. Воспользуйтесь таймером, нажав **[Time]** (Время) и **[Enter]** (Ввод).

Для ГХ без устройств, установленных на пути потока носителя, характерно следующее.

Падение давления менее чем на 0,5 фунт./кв. дюйм (м) (0,05 фунт./кв. дюйм/мин или меньше; 3,4 кПа или 0,34 кПа/мин) является приемлемым.

Если давление падает гораздо быстрее, чем с приемлемой скоростью, см. [«Устранение утечек в каналах ввода с/без деления потока»](#). Проведите повторную проверку.

Для ГХ с парофазным пробоотборником 7697A характерно следующее.

Падение давления менее чем на 1,7 фунт./кв. дюйм (м) (0,17 фунт./кв. дюйм/мин или меньше; 11,7 кПа или 1,17 кПа/мин) является приемлемым. Если 7697A проходит все проверки на отсутствие утечек (проверка препятствий, затухания давления и проверка портов) и если проверка утечки по затуханию давления проходит без установленного пробоотборника 7697A, проверьте путь потока носителя в пробоотборнике 7697A. См. документацию по парофазному пробоотборнику.

Для ГХ с парофазным пробоотборником G1888 характерно следующее.

Падение давления менее чем на 2 фунт./кв. дюйм (м) за 5 минут (0,4 фунт./кв. дюйм/мин или меньше; 13,8 кПа или 2,76 кПа/мин) является приемлемым при использовании пробоотборной петли объемом 1 куб. см.

Для всех ГХ характерно следующее.

Обратите внимание, что размер лайнера влияет на падение давления. Канал ввода с лайнером меньшего объема не выдерживает такой большой утечки, как канал с лайнером большего объема.

17 После того как канал ввода пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.

- Восстановите давление в источнике.
- Снимите все колпачки и заглушки.
- Переустановите колонку.
- Восстановите правильную конфигурацию колонки.
- Загрузите рабочий метод.

Устранение утечек в каналах ввода с/без деления потока

Если канал ввода не проходит проверку затухания давления, проверьте следующее.

- Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
- Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы. См. раздел [Замена септы в канале ввода с/без деления потока](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте установку узла вставки.
- Проверьте лайнер и его кольцевой уплотнитель. См. раздел [Замена лайнера и кольцевого уплотнителя в канале ввода с/без деления потока](#).
- Если золотой уплотнитель был заменен, проверьте правильность установки. См. раздел [Замена золотого уплотнителя в канале ввода с/без деления потока](#).
- Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.

Если эти шаги не помогли решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой

Используйте проверку затухания давления в набивном канале ввода с продувкой в Agilent Instrument Utilities для поиска утечек в канале ввода данного типа. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для канала ввода.

Если программное обеспечение Instrument Utilities недоступно, см. процедуру ниже.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Затяните гайку септы или колпачок Merlin.
- [Замените](#) септу или микроуплотнитель Merlin.
- Затяните верхнюю вставку. [Замените](#) лайнер.
- [Замените](#) кольцевой уплотнитель и затяните соединение переходника колонки. [Переустановите](#) при необходимости.
- Проверьте фитинг колонки с набивкой и колпачок обдува септы.

Проверка затухания давления в набивном канале ввода с продувкой

Проверка затухания давления позволяет обнаружить утечки от модуля потока канала ввода до фитинга колонки.

После выполнения технического обслуживания в первую очередь проверьте наличие утечек в доступных извне местах. См. «[Проверка внешних утечек](#)».

Если утечка определенно существует, сначала проверьте доступные извне фитинги канала ввода, особенно те соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как гайка септы, переходник колонки, соединение колонки и так далее.

Для описанной ниже проверки утечки по затуханию давления требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки канала ввода. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

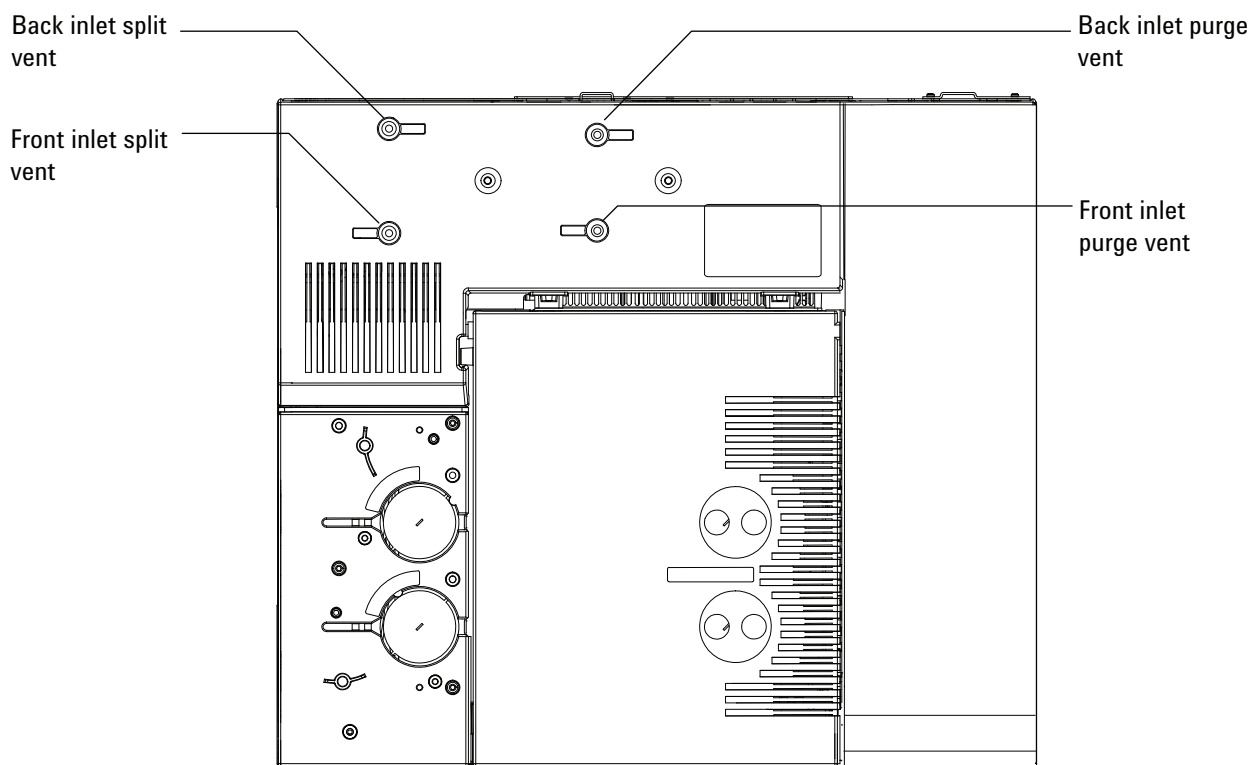
При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Септа	Фитинг колонки
Гайка септы	Проходные фитинги подачи газа к модулю потока
Кольцевой уплотнитель стеклянной вставки	
Переходник и ферула	
Корпус канала ввода	
верхняя вставка	
Уплотнения в трубках между модулем потока и корпусом канала ввода	

ОСТОРОЖНО!

Эта проверка на наличие утечек не подходит для легковоспламеняющихся газов-носителей, например водорода.

- 1 Подготовьте следующие компоненты (см. раздел [Расходные материалы и детали для набивного канала ввода с продувкой](#)).
 - Ферула без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4".
 - Гаечный ключ 7/16".
 - Термостойкие перчатки (если канал ввода горячий).
 - Гаечный ключ 9/16".
 - Колпачки Swagelok 1/8 и 1/4 дюйма.
 - Пробка детектора ЭЗД/ДТП (каталожный номер 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания канала ввода](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закройте фитинг колонки.
 - Если установлен переходник капиллярной колонки, используйте гайку колонки и ферулу без отверстия.
 - Если установлен переходник набивной колонки 1/8", используйте заглушку Swagelok 1/8" (5180-4121).

- Если установлен переходник набивной колонки 1/4", используйте заглушку Swagelok 1/4" (5180-4120).
- 5 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. раздел [Замена септы в набивном канале ввода с продувкой](#).
 - 6 Осмотрите кольцевой уплотнитель и замените его, если он стал твердым и хрупким или потрескался. См. раздел [Замена кольцевого уплотнителя в набивном канале ввода с продувкой](#).
 - 7 Если вы не уверены в качестве ферулы переходника, замените ее. См. раздел [Замена стеклянной вставки в набивном канале ввода с продувкой](#).
 - 8 Установите для канала ввода температуру 150 °C.
 - 9 Дождитесь, пока температура канала ввода стабилизируется. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
 - 10 Следите за давлением в канале ввода. Оно должно



увеличиться. Когда давление превысит 25 фунт./кв. дюйм (172 кПа), выключите поток газа-носителя. (Нажмите **[Front Inlet]** (Передний канал ввода) или **[Back Inlet]** (Задний канал ввода). Перейдите к пункту **Общий поток** и нажмите **Выкл./Нет.**)

- 11** Если нужное давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 12** Подождите примерно 10 секунд, пока стабилизируется давление. Давление должно быть в диапазоне от 25 до 28 фунт./кв. дюйм (172–193 кПа). Следите за давлением в течение 5 минут. Воспользуйтесь таймером, нажав **[Time]** (Время) и **[Enter]** (Ввод).
- 13** Падение давления менее чем на 0,25 фунт./кв. дюйм (м) (0,05 фунт./кв. дюйм/мин или меньше; 1,72 кПа или 0,34 кПа/мин) является приемлемым.
- 14** Если давление падает гораздо быстрее, чем с приемлемой скоростью, см. «Устранение утечек в набивном канале ввода с продувкой». Проведите повторную проверку.
- 15** После того как канал ввода пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.
 - Снимите все колпачки и заглушки.
 - Восстановите давление в источнике.
 - Переустановите колонку.
 - Восстановите правильную конфигурацию колонки.
 - Загрузите рабочий метод.

Устранение утечек в набивном канале ввода с продувкой

Если канал ввода не проходит проверку затухания давления, проверьте следующее.

- Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
- Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы. См. раздел [Замена септы в набивном канале ввода с продувкой](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте надежность затяжки верхней вставки.
- Замените кольцевой уплотнитель. См. раздел [Замена кольцевого уплотнителя в набивном канале ввода с продувкой](#). Также проверьте стеклянную вставку. См. раздел [Замена стеклянной вставки в набивном канале ввода с продувкой](#).
- Замените уплотнитель ферулы на переходнике.
- Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.

Если эти шаги не помогли решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Проверка отсутствия утечек в канале ввода с набивной колонкой

ПРИМЕЧАНИЕ

В каналах ввода с набивной колонкой не проводится проверка затухания давления.

Этот метод позволяет обнаружить утечки на участке от модуля потока канала ввода до фитинга колонки.

После выполнения технического обслуживания в первую очередь проверьте наличие утечек в доступных извне местах. См. «Проверка внешних утечек».

Если утечка определенно существует, сначала проверьте доступные извне фитинги канала ввода, особенно те соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как гайка септы, переходник колонки, соединение колонки и так далее.

Для описанной ниже проверки утечек требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки канала ввода. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Септа	Фитинг колонки
Гайка септы	
Переходник и ферула	
Корпус канала ввода	
верхняя вставка	
Уплотнения в трубках между модулем потока и корпусом канала ввода	

ОСТОРОЖНО!

Эта проверка на наличие утечек не подходит для легковоспламеняющихся газов-носителей, например водорода.

- 1 Подготовьте следующие компоненты (см. раздел [Расходные материалы и детали для канала ввода с набивной колонкой](#)).
 - Гаечный ключ 9/16".
 - Гаечный ключ 7/16".
 - Термостойкие перчатки (если канал ввода горячий).
 - Колпачки Swagelok 1/8 и 1/4 дюйма.
- 2 Установите для канала ввода и термостата температуру 35 °C.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. раздел [Замена септы в набивном канале ввода с продувкой](#).
- 5 Осмотрите кольцевой уплотнитель и замените его, если он стал твердым и хрупким или потрескался. См. раздел [Замена кольцевого уплотнителя в набивном канале ввода с продувкой](#).
- 6 Если вы не уверены в качестве ферулы переходника, замените ее. См. раздел [Замена стеклянной вставки в набивном канале ввода с продувкой](#).
- 7 С помощью клавиш **2/+** и **8/-** на экранной клавиатуре установите для потока колонки значение 5 мл/мин.
- 8 Закройте фитинг колонки.
 - Если установлен переходник набивной колонки 1/8", используйте заглушку Swagelok 1/8" (5180-4121).
 - Если установлен переходник набивной колонки 1/4", используйте заглушку Swagelok 1/4" (5180-4120).
- 9 Заглушка на фитинге колонки не выпустит газ, поэтому поток в колонке должен упасть до 0 мл/мин или составить меньше 0,1 мл/мин.
- 10 Дважды щелкните кнопку **Состояние**, чтобы просмотреть фактическое значение потока в канале ввода.
- 11 Если будет показана скорость потока в колонке, превышающая 0,1 мл/мин, или если она достигнет отрегулированного значения, это означает, что есть утечка. Если нет — утечки в системе отсутствуют.
- 12 После того как канал ввода пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.
 - Снимите все колпачки и заглушки.
 - Переустановите колонку.
 - Восстановите правильную конфигурацию колонки.

- Загрузите рабочий метод.

Устранение утечек в канале ввода с набивной колонкой

Если канал ввода не проходит проверку на наличие утечек, проверьте следующее.

- Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
- Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы. См. раздел [Замена септы в канале ввода с набивной колонкой](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте надежность затяжки верхней вставки.
- Замените кольцевой уплотнитель. См. раздел [Замена кольцевого уплотнителя в канале ввода с набивной колонкой](#). Также проверьте стеклянную вставку. См. раздел [Замена стеклянной вставки в набивном канале ввода с продувкой](#).
- Замените уплотнитель ферулы на переходнике.
- Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.

Если эти шаги не помогли решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Проверка отсутствия утечек с помощью затухания давления в канале ввода СОС

Используйте проверку отсутствия утечки по затуханию давления в канале ввода СОС (Cool On-Column Inlet Pressure Decay Test) в Agilent Instrument Utilities для определения наличия утечки в канале ввода. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для канала ввода.

Если программное обеспечение Instrument Utilities недоступно, см. процедуру ниже.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить точки подключения к модулю потока. При необходимости затяните соединения или замените кольцевые уплотнители.
- Проверьте модуль потока на наличие утечек.
- Используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить трубки, соединяющие корпус канала ввода и модуль потока.
- Проверьте фитинг колонки с набивкой и колпачок обдува септы.
- Затяните гайку септы.
- [Замените](#) септу при необходимости.

Проверка затухания давления в канале ввода СОС

Проверка затухания давления позволяет обнаружить утечки от модуля потока канала ввода до фитинга колонки.

После выполнения технического обслуживания в первую очередь проверьте наличие утечек в доступных извне местах. См. [«Проверка внешних утечек»](#).

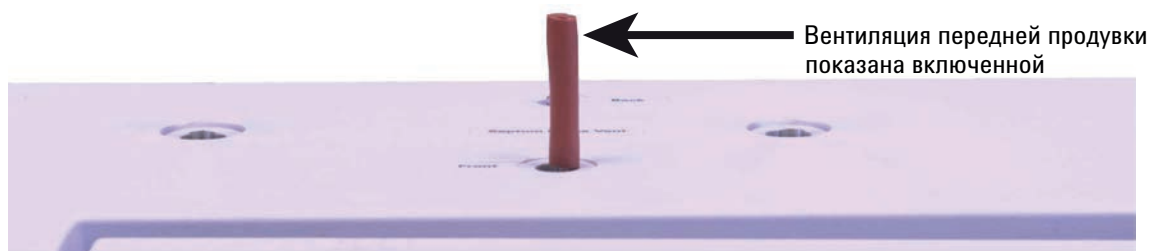
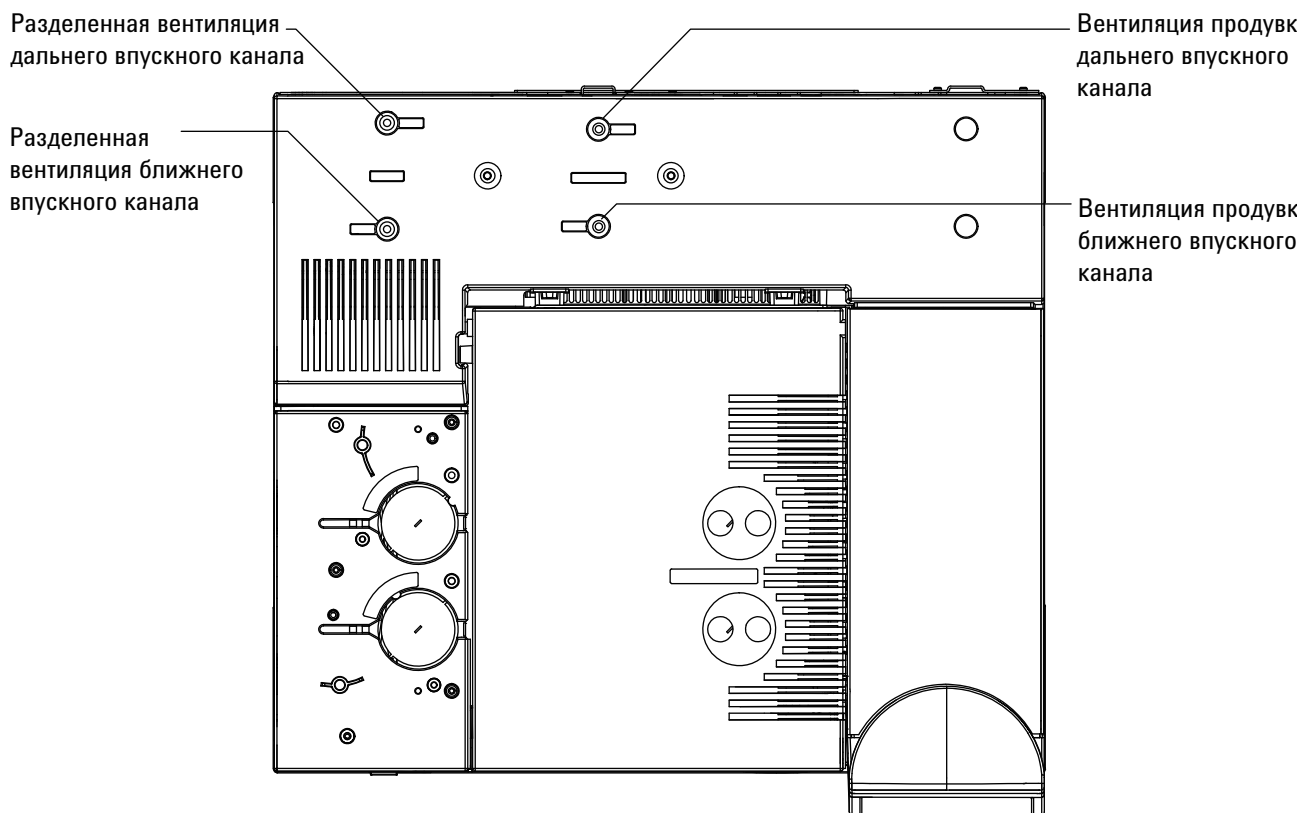
Если утечка определенно существует, сначала проверьте доступные извне фитинги канала ввода, особенно те соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как гайка септы, переходник колонки, соединение колонки и так далее. См. [«Проверка внешних утечек»](#).

Для описанной ниже проверки утечки по затуханию давления требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки канала ввода. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Септа	Фитинг колонки
Гайка септы или охлаждающая башня	Проходные фитинги подачи газа к модулю потока
Уплотнения в трубках между модулем потока и корпусом канала ввода	
Корпус канала ввода	

- 1 Подготовьте следующие компоненты (см. раздел [Расходные материалы и детали для канала ввода с охлаждением на колонке \(СОС\)](#)).
 - Ферула без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4".
 - Термостойкие перчатки (если канал ввода горячий).
 - Гайка колонки.
 - Новая септа.
 - Пробка детектора ЭЗД/ДТП (каталожный номер 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания канала ввода](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закупорьте фитинг колонки гайкой колонки и ферулой без отверстия.
- 5 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. раздел [Замена септы в канале ввода с охлаждением на колонке \(СОС\)](#).
- 6 Введите заданное значение давления 25 фунт./кв. дюйм (172 кПа). Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 фунт./кв. дюйм (70 кПа) превышает давление канала ввода.
- 7 Подождите 5 минут, пока уравновесится давление. Если нужное давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 8 Установите значение потока **Обдув септы** 3 мл/мин.

- 9 Дождитесь, пока температура канала ввода стабилизируется. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
- 10 Закройте фитинг обдува септы пробкой детектора ЭЗД/ДТП.



- 11 Нажмите на клавиатуре [**Service Mode**] (Режим обслуживания). Выберите **Диагностика > Передний или задний канал ввода > Управление пневматикой > Управление обдувом септы**.
- 12 Прокрутите список до пункта **Постоянный цикл работы** и введите **50**. Подождите 10 секунд.

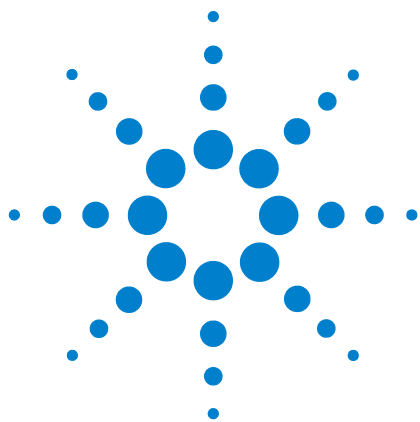
- 13** Нажмите **[Front or Back Inlet]** (Передний или задний канал ввода). Прокрутите до пункта **Давление** и нажмите **Выкл./Нет**.
- 14** Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике, если это возможно, чтобы предотвратить попадание остаточного давления из линий подачи в закрытую систему, поскольку это может привести к повышению давления и скрытию утечек. (Такие попадания через модуль ЭКД обычно не влияют на циклы.) Если в настройке ГХ не предусмотрены перекрывающие клапаны или если изменить давление источника нет возможности, пропустите этот шаг. Если в трубке подачи, ведущей к ГХ, присутствует относительно большой объем, узнайте, была ли протечка в систему во время оценки результатов проверки.
- 15** Следите за давлением в течение 10 минут. Воспользуйтесь таймером, нажав **[Time]** (Время) и **[Enter]** (Ввод).
- Падение давления менее чем на 1,0 фунт./кв. дюйм (м) (0,1 фунт./кв. дюйм/мин или меньше; 6,9 кПа или 0,69 кПа/мин) является приемлемым.
- Если давление падает гораздо быстрее, чем с приемлемой скоростью, см. [«Устранение утечек в канале ввода СОС»](#). Проведите повторную проверку.
- 16** После того как канал ввода пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.
- Восстановите давление в источнике.
 - Снимите все колпачки и заглушки.
 - Переустановите колонку.
 - Восстановите правильную конфигурацию колонки.
 - Загрузите рабочий метод.

Устранение утечек в канале ввода СОС

Если канал ввода не проходит проверку затухания давления, проверьте следующее.

- Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
- Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы или узел охлаждающей башни. См. раздел [Замена гайки септы или охлаждающей башни и септы в канале ввода СОС](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.

Если эти шаги не помогли решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.



8 Процедуры устранения неполадок

- Измерение скорости потока колонки 152
- Измерение скорости потока сброса делителя или потока обдува септы 156
- Измерение скорости потока детектора 158
- Выполнение самопроверки ГХ 163
- Проверка или контроль противодавления в линии сброса делителя 164
- Проверка ловушки канала ввода 167
- Проверка ограничений сброса делителя в канале ввода с/без деления потока 169
- Проверка наличия загрязнений в линии сброса делителя 170
- Настройка порога зажигания ПИД 172
- Проверка горения пламени ПИД 173
- Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания 174
- Измерение тока утечки в ПИД 175
- Измерение выходной базовой линии ПИД 176
- Определение причины шума ПИД 177
- Измерение тока утечки в АФД 178
- Проверка наличия закупоренного сопла ПИД 179
- Проверка наличия закупоренного сопла АФД 180
- Проверка воспламенения таблетки АФД 181
- Проверка горения пламени ПФД 182
- Настройка смещения зажигания ПФД 183
- Замена очистителей газа 184
- Игнорирование состояния готовности устройства 185
- Использование секундомера 187



Измерение скорости потока колонки

Измерение скорости потока колонки с ПИД, ДТП, иЭЗД и ПФД

С помощью следующей процедуры можно измерять скорость потока колонки с ПИД, ДТП, иЭЗД и ПФД.

ОСТОРОЖНО!

ОСТОРОЖНО! Водород (H_2) является легковоспламеняющимся газом и при смешивании с воздухом в закрытом пространстве (например, в измерителе потока) может взорваться. Промывайте измеритель потока инертным газом по мере необходимости. Всегда измеряйте газы по отдельности. Всегда выключайте детекторы для предотвращения возгорания/самовоспламенения.

ОСТОРОЖНО!

Будьте осторожны. Детектор может быть горячим и вызвать ожоги. Если детектор имеет высокую температуру, наденьте термостойкие перчатки для защиты рук.

- 1 Подготовьте следующее.
 - Подходящая переходная трубка измерителя скорости потока (прилагается к ГХ).
 - Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.
- 2 Отключите детектор.
- 3 Отключите потоки в детекторе.
- 4 Подключите подходящий переходник к вытяжке детектора.

ПРИМЕЧАНИЕ

Диаметр трубки измерителя скорости потока зависит от модели. Требуемым образом подгоните переходник к трубке измерителя.

Резиновая переходная трубка 1/8 дюйма подключается непосредственно к выходу напуска иЭЗД или ДТП.

Для ПИД предоставляется отдельный переходник (19301-60660). Вставьте переходник непосредственно в выход напуска детектора на максимально возможную

глубину. При установке кольцевого уплотнителя переходника в выход напуска детектора будет ощущаться сопротивление. Поворачивайте переходник и надавливайте на него для обеспечения надежного уплотнения.



В случае ПФД: извлеките пластиковую трубку из вытяжки ПФД и подсоедините измеритель скорости потока непосредственно к трубке напуска ПФД. При необходимости соедините вытяжку детектора с трубкой измерителя переходником трубки 1/4 дюйма.



- 5 Подключите измеритель скорости потока к переходнику для измерения скорости потока.

Измерение скорости потока колонки АФД

- 1 Подготовьте следующее.
 - Переходной инструмент для измерителя скорости потока АФД (G1534-60640).



- Вставку для измерения скорости потока (19301-60660).
 - Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.
- 2 Задайте для напряжения таблетки значение 0 В.
 - 3 Остудите АФД до 100 °С.

ОСТОРОЖНО!

Будьте осторожны. Детектор может быть горячим и вызвать ожоги. Если детектор имеет высокую температуру, наденьте термостойкие перчатки для защиты рук.

- 4 Извлеките таблетку и осторожно отложите ее в сторону для последующей установки на место.
- 5 Вставьте переходной инструмент для измерителя скорости потока АФД в коллектор АФД.

- 6 Установите вставку для измерения скорости потока в переходной инструмент измерителя скорости потока АФД.



- 7 Поместите трубку измерителя скорости потока на вставку, чтобы начать измерение.

Измерение скорости потока сброса делителя или потока обдува септы

Помните, что ГХ регистрирует потоки, откалиброванные для 25 °C и 1 атм. Откорректируйте результаты измерителя скорости потока соответственно.

ОСТОРОЖНО!

ОСТОРОЖЖ Водород (H₂) является легковоспламеняющимся газом и при смешивании с воздухом в закрытом пространстве (например, в измерителе потока) может взорваться. Промывайте измеритель потока инертным газом по мере необходимости. Всегда измеряйте газы по отдельности. Всегда выключайте детекторы для предотвращения возгорания/самовоспламенения.

Потоки обдува септы и напуска с делением потока выходят через пневматический модуль в верхней части на задней стороне ГХ. См. рис. ниже.

Чтобы измерить скорость потока сброса делителя или потока обдува септы, подсоедините измеритель скорости потока к соответствующей трубке. Снимите пневматическую крышку ГХ для доступа к выходам задних каналов ввода.

- Для сброса делителя имеется фитинг 1/8" Swagelok с резьбой. Подготовьте и используйте переходную трубку 1/8" (как показано ниже) для преобразования фитинга 1/8" с резьбой в трубку 1/8". Это предотвратит утечки в области резьбы резиновых трубок измерителя скорости потока, которые приведут к получению неправильных значений измерения.



- Для обдува септы используется трубка 1/8". Для измерения скорости потока используйте красный резиновый переходник, как показано на изображении.

Измерение скорости потока детектора

Детекторы, особенно детекторы с горелкой, требуют точного измерения скорости потока для правильной работы. Неправильная скорость потока может быть вызвана следующими факторами.

- Препятствия в линии подачи, которые приводят к появлению сообщения **не готов** на дисплее ГХ (все детекторы)
- Утечка в колонке или фитинге адаптера колонки (все детекторы)
- Закупоренное сопло (ПВД, АФД).
- Утечка в камере сгорания, через уплотнение окна или воспламенителя (ПФД)
- Датчик давления, требующий обнуления. (См. раздел [Обнуление датчика давления модуля ЭКД или ЭПР.](#))
- Клапан ЭКД или ЭПР, работающий неправильно.

Чтобы локализовать проблему, сравните скорость потока в **одном газовом канале** с фактической скоростью потока.

Измерение скорости потока ПВД, ДТД, uЭЗД и ПФД

ОСТОРОЖНО!

ОСТОРОЖНО! Водород (H_2) является легковоспламеняющимся газом и при смешивании с воздухом в закрытом пространстве (например, в измерителе потока) может взорваться. Промывайте измеритель потока инертным газом по мере необходимости. Всегда измеряйте газы по отдельности. Всегда выключайте детекторы для предотвращения возгорания/самовоспламенения.

1 Подготовьте следующее.

- Подходящая переходная трубка измерителя скорости потока (прилагается к ГХ).
- Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.

ВНИМАНИЕ!

Для предотвращения повреждения колонки охладите термостат перед отключением потока колонки.

- 2 Установите для термостата температуру окружающей среды (35 °C).
- 3 Отключите поток и давление колонки.
- 4 Отключите подачу всех газов в детекторах.
- 5 Выключите (где это применимо): горелку ПИД, горелку ПФД, нить накала ДТП.
- 6 Охладите детектор.
- 7 Подключите подходящий переходник к вытяжке детектора.

ПРИМЕЧАНИЕ

Диаметр трубки измерителя скорости потока зависит от модели. Требуемым образом подгоните переходник к трубке измерителя.

Резиновая переходная трубка подключается непосредственно к выходу напуска иЭЗД или ДТП.



Для ПИД предоставляется отдельный переходник (19301-60660). Вставьте переходник непосредственно в выход напуска детектора на максимально возможную глубину. При установке кольцевого уплотнителя переходника в выход напуска детектора будет ощущаться сопротивление. Поворачивайте переходник и надавливайте на него для обеспечения надежного уплотнения.



8 Процедуры устранения неполадок

В случае ПФД: извлеките пластиковую трубку из вытяжки ПФД и подсоедините измеритель скорости потока непосредственно к трубке напуска ПФД. При необходимости соедините вытяжку детектора с трубкой измерителя переходником трубки 1/4 дюйма.



- 8 Подсоедините измеритель скорости потока к переходнику измерителя.
- 9 Измерьте фактическую скорость потока для каждого газа по очереди.

Измерение скорости потоков АФД

- 1 Подготовьте следующее.
 - Переходной инструмент для измерителя скорости потока АФД (G1534-60640).



- Вставку для измерения скорости потока (19301-60660).
 - Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.
- 2 Задайте для напряжения таблетки значение 0 В.
 - 3 Остудите АФД до 100 °С.

ОСТОРОЖНО!

Будьте осторожны. Детектор может быть горячим и вызвать ожоги. Если детектор имеет высокую температуру, наденьте термостойкие перчатки для защиты рук.

- 4 Извлеките таблетку и осторожно отложите ее в сторону для последующей установки на место.
- 5 Вставьте переходной инструмент для измерителя скорости потока АФД в коллектор АФД.

- 6** Установите вставку для измерения скорости потока в переходной инструмент измерителя скорости потока АФД.



- 7** Поместите трубку измерителя скорости потока на вставку, чтобы начать измерение.

Выполнение самопроверки ГХ

- 1 Выключите ГХ.
- 2 Подождите 1 минуту, а затем снова включите ГХ. Если отображается основной экран состояния ГХ, это означает, что самопроверка пройдена.

Проверка или контроль противодавления в линии сброса делителя

В ГХ Agilent есть функция проверочного измерения противодавления в линии и ловушке сброса делителя для канала ввода с/без деления потока. В ходе этой проверки измеряется давление, образуемое на пути напуска с делением потока при заданной пользователем скорости потока. Эта скорость потока может быть заданным значением метода **Поток с делителя** или по умолчанию равняться 400 мл/мин (значение, которое используется в Agilent для сравнения с «типичными» значениями).

Запустив проверку в чистой системе, можно установить базовую линию для ожидаемого противодавления в линии напуска с делением потока. После этого можно регулярно повторять проверку для определения необходимости замены ловушки до того, как это она начнет влиять на результаты хроматографического анализа.

Уровень давления, измеряемый в ходе проверки, зависит от следующих факторов.

- Установленный лайнер.
- Используемая скорость потока.

Поэтому при разных настройках и в разных ГХ фактическое измеренное значение будет отличаться.

В ходе проверки выявляется следующее.

- Ограничения лайнера.
- Наличие загрязнения на золотом уплотнителе (только для канала ввода с/без деления потока).
- Ограничения в линии напуска с делением потока, например конденсированные остатки проб в линии напуска с делением потока и ловушке напуска с делением потока.

Эта проверка также позволяет оценить пригодность установленного оборудования. Запустите проверку, используя заданное значение и оборудование метода. Если измеренное в процессе проверки давление близко по значению к необходимому давлению на входе в колонку, это означает, что даже небольшое число препятствий в линии напуска с делением потока может привести ГХ в состояние неготовности. Также можно установить другой лайнер или настроить другой метод. (В случае лайнеров без деления потока сначала попробуйте переустановить лайнер. Лайнеры без деления потока создают большее

противодавление, чем лайнеры с делением потока, и поэтому небольшие отклонения в направлении могут иметь значение при низком давлении на входе в колонку.)

Установка предела предупреждения для проверки ловушки канала ввода

Чтобы отслеживать состояние ловушки напуска с делением потока с помощью проверки ловушки канала ввода, выполните следующие действия.

- 1 Если имеющаяся ловушка напуска с делением потока использовалась для большого количества операций по вводу проб, замените ее. Убедитесь в чистоте ГХ.
 - При необходимости замените детали канала ввода.
 - Убедитесь, что в линии напуска с делением потока отсутствуют примеси или препятствия.
- 2 Запустите проверку ловушки канала ввода. См. [«Проверка ловушки канала ввода»](#).
- 3 Запишите давление. Полученное значение является противодавлением, которое ожидается в чистой системе с установленным лайнером.
- 4 Определите практический предел противодавления напуска с делением потока.

Используйте ГХ в нормальном режиме. Проводите проверку ловушки канала ввода регулярно. В следующих случаях требуется заменить ловушку напуска с делением потока.

- Возникают хроматографические проблемы, связанные с ограничением в напуске с делением потока (обычно низкая воспроизводимость области в режиме с делением потока).
- Полученное в ходе проверки значение давления достигает или превышает заданное значение давления на входе в колонку.

Запустите проверку ловушки канала ввода и запишите давление. Замените ловушку напуска с делением потока.

- 5 При необходимости установите поведение и предел для предупреждения.

Теперь, когда вы знаете о необходимости замены ловушки, можно установить один или два предела в проверке. Используйте эти пределы для настройки

индикатора «Ремонт» или для принудительного перевода ГХ в состояние «Не готов». Доступны два следующих предела.

- **Предупреждение при проверке давления:** Если измеренное давление превышает допустимый предел, включается индикатор «Необходимо обслуживание».
- **Сбой при проверке давления:** Если измеренное давление превышает допустимый предел, ГХ переходит в состояние «Не готов».

Чтобы задать предел предупреждения, выполните следующие действия.

- a Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до пункта **Проверка ловушки переднего канала ввода** или **Проверка ловушки заднего канала ввода**, затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
- b Прокрутите до необходимого предела.
- c Введите предельное значение с клавиатуры, затем нажмите [**Enter**] (Ввод).

(Чтобы отключить предупреждение, выберите его, а затем нажмите [**Off/No**] (Выкл./Нет).)

Проверка настроена.

- 6 Регулярно повторяйте проверку. В случае сбоя проверки замените ловушку напуска с делением потока.

Чтобы отменить состояние «Не готов» или выключить индикатор «Ремонт», выполните следующие действия.

- 1 Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до пункта **Проверка ловушки переднего канала ввода** или **Проверка ловушки заднего канала ввода**, затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
- 2 Прокрутите до пункта **Сбросить результаты проверки?** и нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да).

Отмена предела предупреждения для проверки ловушки канала ввода

- 1 Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите экран до пункта **Проверка ловушки переднего канала ввода** или **Проверка ловушки заднего канала ввода**, затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
- 2 Прокрутите экран до предупреждения, затем нажмите [**Off/No**] (Выкл./Нет).

Проверка ловушки канала ввода

С помощью экранной клавиатуры (Remote Controller):

- 1 Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите экран до пункта **Проверка ловушки переднего канала ввода** или **Проверка ловушки заднего канала ввода**, затем нажмите [**Enter**] (Ввод). На дисплее отобразится такая же информация, как и на [Рис. 5](#):

```

      FRONT INLET LEAK CHECK
Leak rate is           0.00<
Test Inlet             (ON to Start)
Test pressure          20.0 psi
Warning if leak >      OFF
Fault if leak >        OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2013
Test flow OK:          4.8
Reset the test results? (yes)

```

Рис. 5 Пример отображаемой на дисплее информации при проверке ловушки переднего канала ввода. В этом примере предполагается, что проверка уже проведена. (Прокрутите для просмотра всех строк отображаемого текста.)

- 2 Прокрутите экран до строки **Проверка скорости потока** и введите скорость потока. Типичная скорость потока для этой проверки составляет 400 мл/мин при использовании гелия и водорода в качестве газа-носителя или 150 мл/мин при использовании азота в качестве газа-носителя, однако вы можете счесть другие значения более подходящими для вашей ситуации.
- 3 Прокрутите экран до строки **Проверка канала ввода** и нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да) для запуска проверки.
- 4 Дождитесь, пока давление стабилизируется. Когда давление стабилизируется, строка **Проверка канала ввода** на дисплее изменится на **Тестовое давление ОК** **х,хх**, где **х,хх** — это текущее давление.

Если канал ввода не может достичь заданного значения проверки, проверьте отсутствие утечек (в канале ввода, в ловушке или линии напуска с делением потока) или снизьте давление подаваемого газа.

- 5 Запишите полученное значение **Давление канала ввода**. Если измеренное давление превышает установленные вами пределы, ГХ ответит соответствующим образом. См. [«Проверка или контроль противодействия в линии сброса делителя»](#).

Если давление лайнера без деления потока выглядит недопустимо высоким для чистой системы, попробуйте переустановить лайнер.

Если давление в чистой системе находится в указанных диапазонах, но близко по значению к рабочему давлению для выбранного метода, то, возможно, метод или компонент оборудования требует изменения. См. также раздел [Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее заданному значению для канала ввода с делением потока](#).

- 6 Нажмите **[Off/No]** (Выкл./Нет), чтобы остановить проверку.

ПРИМЕЧАНИЕ

Результаты последней проверки отображаются в нижней части дисплея. Прокрутите вниз, чтобы просмотреть их.

Чтобы отменить состояние «Не готов» или отключить индикатор «Необходимо обслуживание», прокрутите экран до пункта **Сбросить результаты проверки?** и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да).

Проверка ограничений сброса делителя в канале ввода с/без деления потока

Используйте средство «Проверка ограничения напуска с делением потока» в программе Agilent Instrument Utilities, чтобы определить наличие необычного препятствия на пути потока напуска с делением потока. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для канала ввода.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Обратите внимание на тип используемого лайнера. Для анализа с делением потока компания Agilent [рекомендует](#) лайнер перепада низкого давления (каталожный номер 5183-4647).
- [Замените](#) фильтр ловушки сброса делителя.
- Осмотрите и [замените](#) золотой уплотнитель. Если вы не используете лайнер перепада низкого давления, следует установить золотой уплотнитель для интенсивного потока (5182-9652).

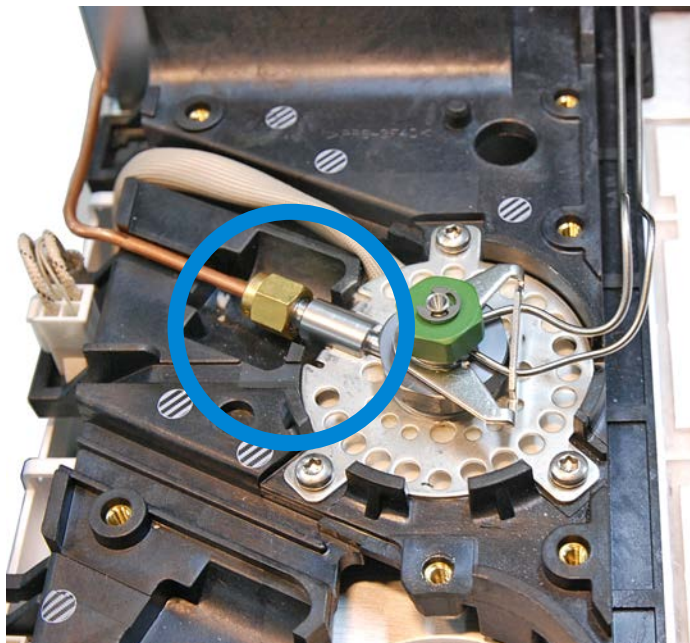
Если проблема не устранена, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Проверка наличия загрязнений в линии сброса делителя

ОСТОРОЖНО!

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

- 1 Подготовьте следующее.
 - Гаечный ключ 7/16".
 - Термостойкие перчатки (если канал ввода горячий).
 - Чистящие щетки.
- 2 Ослабьте 1/8-дюймовую гайку Swagelok, которая соединяет медную линию напуска с делением потока и порт ввода.



- 3 Осмотрите 1/8-дюймовую медную линию с делением потока на наличие конденсированных остатков проб. Промойте или замените медную линию сброса делителя.
- 4 Снимите головку с септой.
- 5 Проверьте фитинг трубки с делением потока в сварной оболочке на наличие закупорки. Очистите трубку делителя потока с помощью щетки и подходящего растворителя.

- 6 Соберите канал ввода с/без деления потока и запустите проверку ограничения напуска с делением потока, чтобы определить наличие препятствий на пути напуска с делением потока. Если проверка канала ввода не пройдена, причиной может быть загрязнение или дефекты модуля потока.

Настройка порога зажигания ПИД

Чтобы настроить значение параметра **Порог зажигания** для ПИД, выполните следующее.

- 1 Нажмите **[Config]** (Настройка).
- 2 Прокрутите экран до пункта **Передний детектор** или **Задний детектор** (в зависимости от того, где установлен детектор) и нажмите кнопку **[Enter]** (Ввод).
- 3 Прокрутите экран до пункта **Порог зажигания**. Когда выделена строка **Порог зажигания**, введите новое значение для детектора и нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 4 Порог зажигания должен быть < 2 пА или ниже обычного выходного значения ПИД при горении.

Проверка горения пламени ПИД

Чтобы проверить горение пламени ПИД, поднесите зеркало или другой отражающий предмет к выходу коллектора. Непрерывное появление конденсата указывает на то, что пламя горит.

Обычно при горении пламени в ПИД выходное значение составляет от 5 до 20 пА, а при отсутствии горения — < 2 пА.

Если пламя не горит, выполните следующие действия.

- Убедитесь, что температура детектора выше 150°C . Agilent рекомендует использовать ПИД при $\geq 300^{\circ}\text{C}$.
- Проверьте правильность параметров потока детектора.
- Проверьте сопло на наличие загрязнений.
- Убедитесь, что сопло установлено правильно.
- Проверьте соединения колонки на отсутствие утечек.

Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания

ОСТОРОЖНО!

Находитесь на безопасном расстоянии от фторопластовой трубки ПИД при выполнении процедуры. При использовании водорода пламя ПИД будет невидимым.

- 1 Снимите верхнюю крышку детектора.
- 2 Включите пламя ПИД.
- 3 Осмотрите свечу воспламенителя через фторопластовую трубку ПИД. Малое отверстие должно светиться во время последовательности зажигания.

Измерение тока утечки в ПИД

- 1 Загрузите аналитический метод.
 - Убедитесь в наличии приемлемых потоков для зажигания.
 - Нагрейте детектор до рабочей температуры или до 300 °C.
- 2 Выключите пламя ПИД.
- 3 Нажмите кнопку **[Front Det]** (Передний детектор) или **[Back Det]** (Задний детектор), затем прокрутите экран до пункта **Вывод**.
- 4 Убедитесь, что выходной сигнал стабилен и составляет < 1,0 пА.

Если выходной сигнал нестабилен или составляет > 1 пА, выключите газовый хроматограф и убедитесь в правильной сборке компонентов в верхней части ПИД и отсутствии загрязнений. Если в детекторе присутствуют загрязнения, выполните [отжиг ПИД](#).

- 5 Включите горелку.

Измерение выходной базовой линии ПИД

- 1 При установленной колонке загрузите метод проверки.
- 2 Установите для термостата температуру 35 °C.
- 3 Нажмите кнопку **[Front Det]** (Передний детектор) или **[Back Det]** (Задний детектор), затем прокрутите экран до пункта **Вывод**.
- 4 После зажигания пламени и приведения ГХ в состояние готовности убедитесь, что выходной сигнал стабилен и составляет < 20 пА (это может занять некоторое время).
- 5 Если выходной сигнал нестабилен или составляет > 20 пА, возможно, в системе или газе присутствуют загрязнения. If this contamination is isolated to the detector, [bakeout the FID](#).

Определение причины шума ПИД

Наличие шума ПИД обуславливается механическими, электрическими и химическими факторами. Восприятие шума ПИД субъективно. Часто шумы в базовой линии ПИД рассматриваются на основании опыта работы с данным детектором или в сравнении с другим детектором в лаборатории. Для правильной диагностики шумов важно оценивать шум детектора согласно задокументированным условиям в сравнении с известным стандартом. См. более подробную информацию о шуме в разделе [Детектор с шумами, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии](#).

Перед устранением неполадок детектора проведите проверку на шум с помощью системы данных Agilent. Если детектор не проходит проверку на шум, устраните причину, как описано ниже.

Для определения причины шума ПИД выполните следующие действия.

- 1 Если проверка на шум не пройдена, снимите колонку и повторно изучите шум детектора с закрытым ПИД и горящим пламенем, используя только водород/воздух и поддувочные газы детектора. Если проверка пройдена, причина заключается в загрязненной колонке или газе-носителе.
- 2 Если проверка на шум не пройдена без установленной колонки, повторите испытания только с водородом и воздухом, отключив поток поддувочного газа. Если проверка пройдена, причина заключается в загрязненном поддувочном газе.
- 3 Если проверка на наличие утечки пройдена, причина заключается в загрязненном сопле или загрязненных элементах подачи водорода или воздуха в детектор (газы, трубки, ловушки), особенно если фоновый сигнал детектора в состоянии горения составляет > 20 пА.

Измерение тока утечки в АФД

- 1 Загрузите аналитический метод.
- 2 Выберите для параметра **Настройка смещения АФД** значение **Выкл.**, а **Напряжение таблетки** установите на уровне **0,00 В**.
 - Оставьте АФД на рабочей температуре.
 - Оставьте потоки включенными или выключенными.
- 3 Нажмите кнопку **[Front Det]** (Передний детектор) или **[Back Det]** (Задний детектор), затем прокрутите экран до пункта **Вывод**.
- 4 Убедитесь, что выходной сигнал (ток утечки) стабилен и составляет < 1 пА.
- 5 Уровень выходного сигнала должен медленно упасть до 0 пА и стабилизироваться в десятой части пикоампера. Значение силы тока > 2 пА указывает на проблему.

Проверка наличия закупоренного сопла ПИД

Наиболее распространенной причиной проблемы зажигания ПИД является закупоренное или частично закупоренное сопло. Если сопло закупорено не полностью и пламя по-прежнему зажигается, вторичным признаком будет увеличение времени сохранения пиков. Закупорка сопла чаще всего происходит в колонках с толстой пленкой, высоким уносом или набивкой, а также во время эксплуатации в условиях высокой температуры. Лучше всего использовать термостат колонки в рамках ее температурных пределов, а также эксплуатировать ПИД при температуре по крайней мере на 20 °C выше, чем максимальная температура термостата в методе ГХ. Если сопло ПИД закупоривается, фактические значения скорости потока водорода, поддувочного газа и носителя капиллярной колонки будут ниже значений, указанных в ГХ.

Чтобы проверить наличие закупоренного сопла ПИД, выполните следующие действия.

- 1 Оставьте колонку в ПИД. Если она уже демонтирована, снимите колпачок с фитинга колонки детектора в термостате. (При установленной колонке можно определить, не установлена ли она с лишком высоко в сопле, закупоривая отверстие.)
- 2 Установите для потока поддувочного газа значение «Выкл.». Подтвердите значение 0 мл/мин для фактического потока газа поддувки на дисплее ГХ.
- 3 Установите для скорости потока водорода значение 75 мл/мин (увеличьте давление подачи водорода до необходимого для достижения данной настройки скорости потока).
- 4 Следите за фактическими показаниями потока поддувочного газа.

Если значение потока газа поддувки превышает 1 мл/мин, это означает, что сопло полностью или частично закупорено. Давление из канала водорода переходит в поддувочный канал модуля ЭКД или ЭПР, что приводит к ложным показателям скорости потока в поддувочном канале.

Еще один способ — удалить сопло из корпуса и удерживать его напротив источника света. Проверьте отверстия в сопле на наличие засорения. При наличии закупорки **замените** сопло.

Проверка наличия закупоренного сопла АФД

Модуль детектора ЭКД контролирует поток, поддерживая откалиброванное давление газа в соответствии с фиксированным ограничением. Закупорка сопла приведет к неточным показаниям скорости потока.

Чтобы проверить наличие закупоренного сопла АФД, измерьте фактическую скорость потоков водорода и поддувочного газа. (См. [Измерение скорости потоков АФД.](#)) Если скорость потоков ниже отображаемых значений, [замените](#) сопло.

Проверка воспламенения таблетки АФД

ОСТОРОЖНО!

Возможны ожоги! Выход детектора имеет очень высокую температуру и может вызвать ожоги.

Для проверки воспламенения таблетки посмотрите через отверстие для напуска на крышке детектора и убедитесь в наличии оранжевого свечения.

Выходной сигнал АФД выбирается оператором при настройке смещения и обычно составляет от 5 до 50 пА.

Проверка горения пламени ПФД

Чтобы проверить горение пламени ПФД, выполните следующее.

- 1** Снимите резиновую трубку с канала напуска детектора.
- 2** Поднесите зеркало или блестящий предмет к алюминиевой выходной трубке. Непрерывное появление конденсата указывает на то, что пламя горит.

Настройка смещения зажигания ПФД

Чтобы настроить значение параметра **Порог зажигания** для ПФД, выполните следующее.

- 1 Нажмите **[Config]** (Настройка).
- 2 Прокрутите экран до пункта **Передний детектор** или **Задний детектор** (в зависимости от того, где установлен детектор) и нажмите кнопку **[Enter]** (Ввод).
- 3 Прокрутите экран до пункта **Порог зажигания**. Когда выделен пункт **Порог зажигания**, введите новое значение для ПФД (обычно 2 пА) и нажмите **[Enter]** (Ввод).

Замена очистителей газа

Компания Agilent настоятельно рекомендует использовать очищающие ловушки в газовых линиях для предотвращения попадания загрязняющих элементов в систему ГХ или повреждения колонки. Некоторые ловушки предназначены только для удаления кислорода, влаги или углеводородов, в то время как комбинированные ловушки удаляют все загрязняющие вещества.

Наилучший способ узнать время смены ловушки заключается в использовании указывающей ловушки, которую следует разместить после ловушки высокой емкости. Компания Agilent рекомендует использовать стеклянные указывающие ловушки, например систему Gas Clean Filter (фильтр для очистки газов), в которой прозрачные трубки изменяют цвет в результате загрязнения. Это изменение цвета говорит о том, что ловушки пора менять.

Если указывающие ловушки не используются, то лучше следовать рекомендациям производителя в отношении частоты замены. Как правило, производитель указывает, сколько газовых баллонов может быть очищено с помощью данной ловушки. При желании время замены ловушки можно определить, выполнив грубый подсчет. Например: имеется стандартный баллон размера «К» с гелием чистотой 99,995 %. Этот баллон содержит 7800 л гелия. Если предположить наихудший сценарий, при котором оставшиеся 0,005 % являются кислородом, то получится результат – 39 мл (или около 56 мг) кислорода в резервуаре. Кислородная ловушка ОТЗ компании Agilent, например, рассчитана на 600 мг кислорода. Таким образом, необходимо менять ловушку ОТЗ после очистки каждые 10 баллонов. Это всего лишь грубая оценка, и будет разумнее менять ловушки заранее, чем слишком поздно.

Игнорирование состояния готовности устройства

По умолчанию ГХ отслеживает состояние всех настроенных устройств (каналов ввода, детекторов, нагревателей коробки клапанов, клапанов, нагревателя термостата, модулей ЭКД и т. д.) и переходит в состояние готовности, когда на всех устройствах достигается заданное значение. Если ГХ определяет проблему в одном из этих устройств, ГХ либо не переходит в состояние готовности, либо выключается в целях самозащиты и предотвращения угроз безопасности. Однако в некоторых случаях требуется, чтобы возможность запуска цикла не зависела от состояния готовности устройства. В качестве важного примера можно привести ситуацию, когда нагреватель канала ввода или детектора неисправен. Обычно такой сбой не позволяет ГХ перейти в состояние готовности и запустить цикл. Однако ГХ можно настроить таким образом, что эта неисправность не будет учитываться и можно будет использовать другой канал ввода или детектор до тех пор, пока устройство не будет отремонтировано.

Такое игнорирование состояния возможно лишь для некоторых устройств. В частности, можно не учитывать состояние готовности каналов ввода, детекторов, термостата или модуля ЭКД. Состояние готовности других устройств и компонентов, например таких устройств ввода, как переключающий клапан или автоматический пробоотборник для жидких материалов, всегда учитывается газовым хроматографом.

Чтобы не учитывать состояние устройства, выполните следующие действия.

- 1 Отключите нагреватель устройства и потоки газа, если такие используются. (Убедитесь, что это не создаст угрозу безопасности.)
- 2 Нажмите кнопку **[Config] (Настройка)**, затем выберите нужный элемент.
- 3 Прокрутите до параметра **Ignore Ready** (Не учитывать готовность), нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да) и установите значение **True** (Истина).

Теперь можно использовать ГХ до тех пор, пока устройство не будет отремонтировано. Чтобы состояние готовности

ВНИМАНИЕ!

того или иного устройства учитывалось, установите для параметра **Не учитывать готовность** значение **False** (Ложь).

Использование секундомера

В режиме секундомера на дисплее отображаются время (до 0,1 секунды) и обратное время (до 0,01 мин–1). Используйте секундомер при измерении скорости потоков пузырьковым измерителем скорости потока.

- 1 Нажмите [**Time**] (Время) и прокрутите экран до строки «time =».

Нажмите [**Enter**

] (Ввод) для запуска секундомера.

Нажмите еще раз [**Enter**

] (Ввод) для остановки.

Нажмите [**Clear**

] (Очистить) для установки нулевого значения.

Во время работы секундомера доступны остальные функции. Нажмите еще раз [**Time**] (Время) для просмотра показаний секундомера.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Отпечатано в США, август 2016 г.



G4350-98015