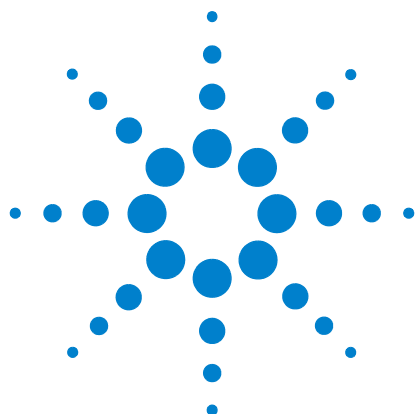




Agilent 7697A

顶空进样器

故障排除



Agilent Technologies

声明

© Agilent Technologies, Inc. 2011

按照美国和国际版权法的规定，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式或采取任何手段（包括电子存储和检索或翻译成其他语言）复制本手册中的任何内容。

手册部件号

G4556-97018

版本

第一版，2011 年 1 月

美国印刷

Agilent Technologies, Inc. 2850 Centerville
Road Wilmington, DE 19808-1610 USA

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

担保

本手册内容按“原样”提供，在将来的版本中如有更改，恕不另行通知。而且，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 不对本手册及其所包含的信息做出任何明示或暗示的担保，包括但不限于对适销性和对具体用途适用性的暗示的担保。Agilent 不对因提供、使用或执行本文档或其中所包含的信息而造成的任何错误或任何意外或附带的损失承担责任。如果 Agilent 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

安全声明

小心

“注意”声明表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致产品损坏或重要数据丢失。请您在完全理解注意声明并符合注意声明中指定的条件后，再继续进行操作。

警告

“警告”声明表示存在危险。它表示在执行某个操作步骤或操作方法时必须加以注意；如果操作不当或没有遵守相应的规程，则可能会导致人身伤亡。请您在完全理解警告声明并符合警告声明中指定的条件后，再继续进行操作。

目录

1 概念和常规任务

概念	7
如何使用本手册排除故障	7
[Status]（状态）键	8
错误条件	8
有何变化？	8
使配置设置保持最新状态	8
样品定量环体积	8
气体配置	9
色谱柱配置	9
顶空进样器日志	9
序列日志	9
事件日志	9
维护日志	9
查看事件日志、序列日志或维护日志	10
电话联系 Agilent 寻求服务时客户应该提供的信息	10

2 色谱征兆

一般信息	13
不显示峰 / 无峰	13
保留时间无法重复	14
峰面积无法重复	15
峰面积或峰高太低（低灵敏度）	16
污染或残留	16

3 日志条目和错误

序列日志条目	19
事件日志条目（错误）	20
维护日志条目	22
样品盘错误消息	22

4 泄漏

泄漏检查常规步骤	25
----------	----

流路	26
检查是否有外部泄漏	28
运行样品瓶泄漏测试	30
如果该测试通过	31
如果该测试失败	32
运行样品瓶泄漏测试（第二部分）	39
如果该测试通过	40
如果该测试失败	40
检查传输线是否有泄漏	42

5 样品瓶处理

顶空进样器如何处理样品瓶	45
在机械臂中未找到样品瓶 / 样品瓶在机械臂中	46
样品瓶容积错误	47
传送装置错误	47
样品探头提升器错误	48
六通阀错误	48
快门错误（111 样品瓶型号）	49
样品盘提升器错误（111 样品瓶型号）	49
条形码读取器错误	50
样品盘错误（111 样品瓶型号）	50
机械臂错误（111 样品瓶型号）	51
热平衡期间样品瓶损坏	51

6 压力和流量

流量和压力关闭	53
吹扫流量偏差	53
样品瓶加压设定值偏差	53
载气偏差或关闭	54
HS 提供所有载气流	54
HS 可在进样期间提供其他流量。	54
解决载气流量偏差或关闭问题	55

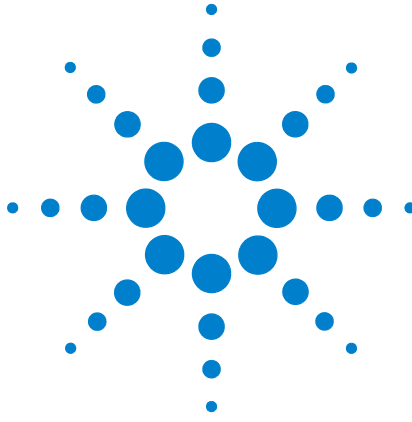
目录

7 通信

顶空进样器通信故障排除	57
一般信息	57
使用 DHCP	57
LAN 连接故障排除	58
如果 ping 失败并显示 “Request timed out”（请求超时）错误	60
如果 ping 成功，但仍然无法连接	60
GC 在 HS 进样后未启动	60

8 电子设备

检查顶空进样器电源配置	61
执行仪器自检	62
加热区关闭	62



1

概念和常规任务

概念	7
使配置设置保持最新状态	8
查看事件日志、序列日志或维护日志	10
电话联系 Agilent 寻求服务时客户应该提供的信息	10
有何变化?	8

本节提供适用于对顶空进样器系统中找到的问题进行故障排除的一般信息。

概念

本手册提供与顶空进样器 (HS) 硬件或相关色谱图输出、未就绪消息和其他常见问题相关的症状，还提供在遇到这些症状时应执行的相应任务。

每个部分介绍一个问题，并提供一个带有项目符号的可能原因列表供您排除故障使用。这些列表并非旨在供新方法开发使用。（要在开发方法时获得帮助，请参见[高级操作指南](#)。）在假设这些方法工作正常的条件下进行故障排除。

此外，本手册还包括一些常见的故障排除任务，以及电话联系 Agilent 寻求服务之前所需的信息列表。

如何使用本手册排除故障

使用以下步骤作为排除故障的一般方法：

- 1 观察问题的症状。
- 2 检查 HS 状态显示屏和日志，特别是序列日志和事件日志。检查 GC 日志、事件和显示。如果使用数据系统，还要检查数据系统日志。这些日志还包含直接表明问题根源的有用信息。
- 3 考虑最近有哪些变化。请参见 [“有何变化？”](#)。



- 4 分析 GC 是否可能导致此症状。
- 5 使用目录或搜索工具在本手册中查找这些症状。复查症状的可能原因列表。
- 6 检查每个可能的原因或执行测试来缩小可能的原因列表，直到问题得以解决。

[Status]（状态）键

使用此故障排除信息时，请务必使用 HS 键盘上的 **[Status]**（状态）和 **[Info]**（信息）键。按这些键将显示与 HS 及其组件的状态相关的其他有用信息。

错误条件

如果发生问题，则将显示一条状态消息。如果该消息提示存在硬件损坏，则可以查看更多相关信息。按 **[Status]**（状态）可循环查看状态视图。查看更多详细错误消息。

有何变化？

在排除故障时，记住以下几点：

- 如果问题发生比较突然，则查看发生了什么变化。突发事件通常由于不连续事件所导致，如维护、气源中的变化、改为其他方法或分析、部件出现故障等。解决突发变化问题时通常会涉及更改消耗品、调用正确方法或更换有故障的部件。
- 如果问题是逐渐发展的，例如，稳定上升的基线或意外峰面积逐渐增加，则检查日常维护或方法中的变化来解决该问题。这些问题可能与样品、样品准备、方法和消耗品（如分析柱）相关。

使配置设置保持最新状态

HS 中的某些可配置项目必须始终保持最新。否则将导致灵敏度降低、色谱仪错误，并可能出现安全隐患。

样品定量环体积

每次更改样品定量环时都要重新配置样品定量环体积。

要确认样品定量环体积，请执行以下操作：

- 1 按 **[Config]**（配置）。
- 2 滚动至 **Loop Volume (mL)**（定量环体积（毫升））。

气体配置

警告

使用氢气时始终要适当地配置 HS。氢气会迅速泄漏，且过多氢气释放到空气中或 GC 柱箱中会造成安全隐患。

每次更改气体类型时都要重新配置 HS。如果将 HS 配置为实际所探测的气体以外的气体，则会产生错误的流速。

要确认气体配置，请执行以下操作：

- 1 按 **[Config]**（配置）。
- 2 滚动浏览显示屏条目，以查看已配置的气体类型。

色谱柱配置

如果使用 HS 载气控制，每次裁剪或更改 GC 色谱柱时需重新配置 HS。此外，还要验证数据系统是否反映了正确的色谱柱类型、长度、ID 和膜厚。HS 依靠此信息计算流量。更改 GC 色谱柱之后不更新 HS 配置会导致流量错误、分流比变化或错误、保留时间变化和峰值移动。

顶空进样器日志

HS 将维护内部事件日志。使用这些日志排除故障，尤其是显示屏上不再显示消息时。用于排除故障的最有用的日志包括**序列**日志和**事件**日志。

序列日志

序列日志包含在序列过程中发生的多达 256 个重要事件的条目。这些条目包括样品瓶开始和停止时间以及方法的偏差。HS 还记录参数变化、方法变化和序列变化（如果这些变化是在序列执行过程中发生的）。如果日志已满，HS 将覆盖最早的条目。HS 每次启动新序列时都会清除日志。

事件日志

事件日志记录 HS 中发生的一般事件（与序列不相关的事件），最多包含 250 个条目。例如，该日志将记录电源打开 / 关闭事件、故障和固件更新。如果日志已满，HS 将覆盖最早的条目。

维护日志

维护日志将在每次维护计数器超过限值或计数器重置时进行记录，

它最多包含 128 个条目。如果日志已满，HS 将覆盖最早的条目。

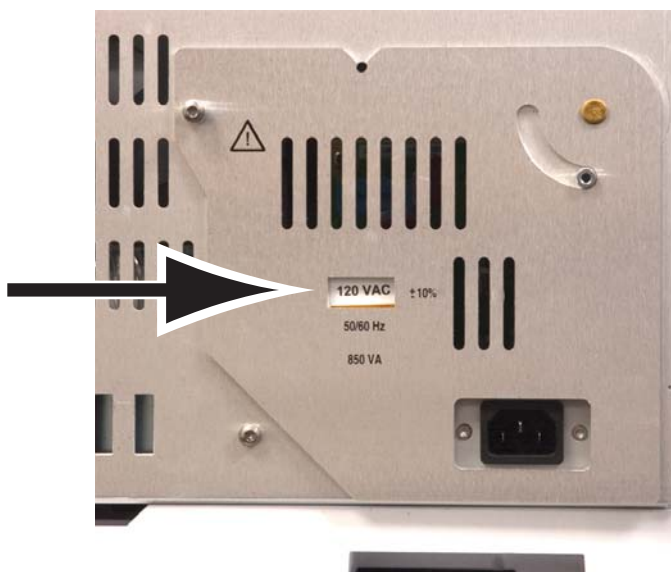
查看事件日志、序列日志或维护日志

要访问这些日志，请按 **[Logs]**（日志），直到所需的日志显示。显示屏将显示日志所包含的条目数量。可滚动浏览日志条目。

电话联系 Agilent 寻求服务时客户应该提供的信息

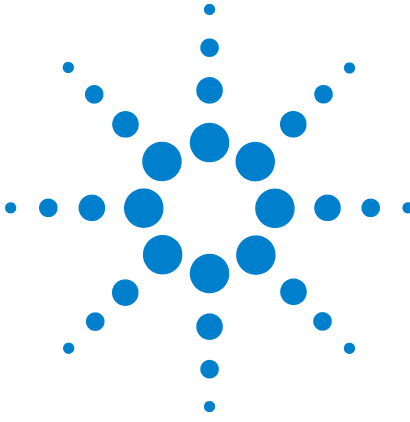
电话联系 Agilent 寻求服务之前请收集以下信息：

- 症状。
- 问题说明。记录仪器日志和状态屏幕中的详细信息。
- 出现错误时已安装的硬件和参数 / 配置：样品、气源类型、气体流速、安装的 GC 检测器 / 进样口以及载气配置。
- 数据系统信息：数据系统名称、版本以及驱动程序版本。（从实时状态显示屏或仪器配置实用程序中获取驱动程序版本。）
- GC 显示屏上显示的所有消息。
- 已运行的所有故障排除测试的结果。
- 仪器详细信息。请获取下列信息：
 - HS 序列号可以在位于仪器右下角键盘下方的不干胶贴纸上找到。
 - HS 固件修订版（按 **[Status]**（状态），然后按 **[Clear]**（清除）。
 - HS 电源配置（位于 HS 电源线左侧的 HS 后面板上的标签上）



- 按 [**Status**]（状态）键显示以前的错误、未就绪和其他消息。
要获取服务 / 支持联系号码，请访问 Agilent 网站，网址是：
www.agilent.com/chem。

1 概念和常规任务



2 色谱征兆

一般信息	13
不显示峰 / 无峰	13
保留时间无法重复	14
峰面积无法重复	15
峰面积或峰高太低（低灵敏度）	16
污染或残留	16

本节提供用于解决顶空进样器系统中的色谱图问题的故障排除信息。

一般信息

在排除色谱图症状问题时，应记住顶空进样器只是系统的一个组成部分。**评估整个系统以找出问题。**色谱图中出现的问题通常是由以下一项或多项中的问题造成的（按顺序）：

- 样品。
- 样品准备（包括消耗硬件，如样品瓶、隔垫、进样针、溶剂等）。
- 数据系统（采集设定值、积分参数、峰识别设置、定量设置和报告）。
- GC（方法或硬件）。
- 顶空进样器（方法或硬件）。

要排除色谱征兆问题，请从样品和样品准备开始进行排除。

不显示峰 / 无峰

此主题假定在使用现有方法分析样品时不再显示峰（不在方法开发过程中）。

- 检查 GC。
 - 查看错误消息和日志条目。



- 如果可能，可在进样口上安装自动液体进样器 (ALS)，并将内部或校正标样序列直接注入进样口。如果出现峰，则问题不在 GC 中。
- 如果问题在 GC 中，请参考 GC 文档以了解故障排除步骤。
- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。特别是要查看序列日志以检查方法偏差和动态泄漏检查故障。
- 检查样品瓶加压气体压力设置。样品瓶加压设定值不应小于平衡期间源自样品瓶中的压力。（如果不是这样，则将放空样品。）
- 检查输送到 HS 的气体压力。请参见[现场准备指南](#)。HS 样品瓶气体密封接头处的气体输送压力应比所需的最高样品瓶加压设定值高 138 kPa (20 psi)。
- 启用动态泄漏检查。此功能将确认每个样品瓶是否无泄漏。
 - 如果未启用，则检查样品瓶是否有裂缝或有其他泄漏情况。请参见[操作指南](#)。
 - 如果使用动态泄漏检查，则确保所输入的泄漏率对于样品及其准备技术是合适的。
- 确认六通阀可以转动。
- 检查 HS 是否有泄漏。
 - 检查到 GC 进样口的传输线是否有泄漏，包括与进样口的连接。
 - 检查传输线是否断开。确认有载气流从 HS 流到 GC 进样口。
 - 检查采样系统中的其他部件是否有泄漏（探头、六通阀及其间的管线和接头）。
- 检查阻碍填充样品定量环的样品瓶加压流路的限制情况。运行[样品瓶泄漏测试](#)。
- 如果使用 HS 载气控制，则确认当前 HS 色谱柱配置与 GC 中实际安装的色谱柱是匹配的。

保留时间无法重复

- 检查 GC。请参见 GC 的故障排除信息。GC 问题包括：
 - 进样口（包括隔垫）有泄漏
 - 进样口衬管（如果适用）周围有泄漏
 - 气源压力
 - 使用的衬管类型（如果适用）不正确
 - 首次运行效果（GC 是否已稳定？）

- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。特别是要查看序列日志以检查方法偏差和动态泄漏检查故障。
- 如果使用 HS 载气控制，则确认当前 HS 色谱柱配置与 GC 中实际安装的色谱柱是匹配的。
- 检查到 GC 进样口的传输线是否有泄漏，包括与进样口的连接。
- 检查采样系统中的其他部件是否有泄漏（探头、六通阀及其间的管线和接头）。
- 启用动态泄漏检查。此功能将确认每个样品瓶是否无泄漏。
 - 如果未启用，则检查样品瓶是否有裂缝或有其他泄漏情况。请参见[操作指南](#)。
 - 如果使用动态泄漏检查，则确保所输入的泄漏率对于样品及其准备技术是合适的。

峰面积无法重复

面积计数可重复性不理想是由于到达 GC 检测器的样品量发生变化而导致的。检查以下一般面积：

- 检查样品准备技术（包括样品瓶密封盖）的不一致情况。
- 检查 GC。
 - 如果可能，可在进样口上安装自动液体进样器 (ALS)，并将内部或校正标样序列直接注入进样口。检查面积计数可重复性。如果可接受，则检查 HS。如果不可接受，则问题在于 GC。
 - 如果问题在 GC 中，请参考 GC 文档以了解故障排除步骤。
- 检查样品瓶容积。（HS 无法区分 20-mL 和 22-mL 样品瓶。）
- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。特别是要查看序列日志以检查方法偏差和动态泄漏检查故障。
- 重复运行已知标样来确认问题。
- 启用动态泄漏检查。此功能将确认每个样品瓶是否无泄漏。
 - 如果未启用，则检查样品瓶是否有裂缝或有其他泄漏情况。请参见[操作指南](#)。
 - 如果使用动态泄漏检查，则确保所输入的泄漏率对于样品及其准备技术是合适的。
- 选择的平衡温度或时间不合适。要获得最佳可重复性，样品和样品瓶的顶空中的分析物必须达到静态平衡状态。增加平衡时间和 / 或提高平衡温度。
- 尝试摇动样品以增加平衡时间。

峰面积或峰高太低（低灵敏度）

- 检查气源纯度。
- 检查所有捕集阱指示灯和日期。
- 检查 GC。
 - 如果可能，可在进样口上安装自动液体进样器 (ALS)，并将内部或校正标样序列直接注入进样口。检查灵敏度。如果可接受，则检查 HS。如果不可接受，则问题在于 GC。
 - 如果问题在 GC 中，请参考 GC 文档以了解故障排除步骤。
- 检查样品瓶容积。（HS 无法区分 20-mL 和 22-mL 样品瓶。）
- 检查已配置的样品定量环体积。
- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。特别是要查看序列日志以检查方法偏差和动态泄漏检查故障。
- 检查传输线是否正确安装在两端。
- 检查六通阀和采样系统的其余部件（样品探头，样品探头与六通阀的连接）中是否有泄漏。

污染或残留

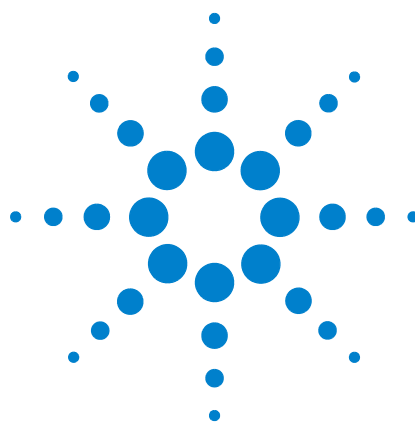
当样品在流路中凝结或在流路的未清扫区域中被捕集时，就会产生残留。通常，HS 可通过高流速的样品瓶加压气体在进样之间对采样系统进行吹扫，从而减少残留。

如果输出有污染或有意外的峰：

- 1 检查实验室空气中或样品瓶上的污染情况。
 - 使用新的样品瓶、瓶盖和隔垫。
 - 使用纯氮气或氩气吹扫样品瓶，然后运行标样。
 - 分析样品准备过程。
- 2 检查气源。检查气体捕集阱。
- 3 检查 GC。
 - 检查 GC 分流口捕集阱（如果适用）。
 - 检查 GC 进样口流量。确认有足够的隔垫吹扫流量以清扫进样口焊接件。
 - 检查 GC 消耗品。例如，上次是什么时候更换进样口衬管和隔垫的？

- 如果可能，可在进样口上安装自动液体进样器 (ALS)，并注入空气空白或溶剂空白序列。（使用干净源的新鲜溶剂。）如果残留消失，则检查顶空进样器和原始溶剂源。
 - 如果问题在于 GC，则根据需要执行 GC 维护（烘烤、进样口或检测器维护、色谱柱维护等）。请参考 GC 文档。
- 4 检查 HS。HS 是否需要日常维护？**
- 运行一系列溶剂空白。使用干净源的新鲜溶剂。如果每次运行后系列溶剂空白中的残留没有减少，则残留可能是由于流路中吸附或凝结的样品导致的。根据需要更换流路部件（样品定量环、样品探头、传输线等）。
 - 对于长时间暴露并使用活性较大的样品的系统，应考虑流路是否受损。根据需要更换流路部件。
- 5 检查传输线与 GC 进样口的连接。验证接口是否很热。如果使用 Agilent 7890A GC 上的分流 / 不分流（或多模式）进样口，则尝试安装侧进样口焊接件附件 G4556-67070。此附件可减少未清扫体积，便于轻松使用 GC 进样口上的 ALS，并避免样品在 GC 接口的传输线上凝结。**
- 6 检查将传输线连接到六通阀的变径接头。**
- 7 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。特别是要查看序列日志以检查与样品瓶压力和吹扫流量相关的方法偏差。**
- 8 检查 HS 方法参数。**
- 检查吹扫流量和备用流量。尝试增大吹扫流量（样品瓶之间）以进一步去除样品定量环、探头和相关流路中的残留样品。尝试增加吹扫保留时间。确保启用了备用流量以避免在非活动期间污染物在采样系统中凝结。
 - 检查柱箱、定量环 / 阀和传输线温度设定值。设定值必须足够高才能保证分析物挥发。
 - 检查样品瓶加压压力和时间。
- 9 HS 溶剂空白运行后，如果每次运行时，残留减少 1/5 到 1/10，则残留可能是由于流路中未清扫的区域导致的。**

2 色谱征兆



3

日志条目和错误

序列日志条目	19
事件日志条目（错误）	21
维护日志条目	22
样品盘错误消息	22

本节介绍对故障排除非常有用的顶空进样器 (HS) 日志。顶空进样器将记录与**序列**日志或**事件**日志的任何偏差。虽然序列日志会在每个新序列启动时重置，但它包含对色谱图问题进行故障排除的非常有用的信息。

维护日志包含用户执行的维护任务的记录。

序列日志条目

序列日志包含与正在运行或已完成的序列相关的条目。此日志最多包含 256 条记录。如果达到此容量，任何新的条目都覆盖最旧的条目。

许多条目仅记录日常序列事件，如开始和停止。其他条目则表示可能存在的问题。请参见 [表 1](#)。

另请参见 [和](#)。

表 1 序列日志条目和说明

表 2

消息	说明
开始序列	
停止序列	

3 日志条目和错误

表 1 序列日志条目和说明

表 2

消息	说明
暂停序列	
恢复序列	
活动方法更改	HS 中的活动方法已更改。在序列中经常发生这种情况。（它并不表示对已保存的方法进行了更改。）
仪器就绪	
仪器未就绪	
设定值已更改	序列期间某个方法设定值发生了更改。
冷却装置温度超出范围, 0C	冷却装置温度超出预期的温度范围。
已跳过样品 #	已跳过指示的样品瓶。查找其他消息。
样品 # 继续	处理指示的样品瓶时出现某种问题，但符合方法的序列操作。查找其他消息。
未找到样品 #	缺少指示的样品瓶。
样品 # 的样品瓶容积不正确	方法指定的样品瓶容积与检测到的样品瓶容积不同。
样品 # 条形码读取错误	样品瓶 # 的条形码未解码。
样品 # 条形码不匹配	样品瓶 # 的条形码已解码，但解码字符串与预期的字符串不匹配。
样品 # 条形码校验和错误	样品瓶 # 的条形码已解码，但校验和字符与为解码字符串计算的校验和不匹配。
样品 # 外部设备未就绪	在样品瓶 # 就绪，准备进行时，外部设备未就绪。
样品 # 外部设备超时	样品瓶 # 超出方法的时间限制，正在等待外部设备变为就绪状态。
样品平衡开始时间	
样品进样	
样品瓶加压, x.xxx psi	
样品瓶萃取, x.xxx psi	
样品瓶温度, x.xxx	
样品 # 缺少隔离垫片	传送装置中缺少用于样品瓶 # 的隔离垫片。仅适用于 12 样品瓶型号的仪器。
泄漏率 x.xxx 毫升 / 分钟	动态泄漏测试失败，并指出泄漏率。检查样品瓶。
样品 # 终止序列	由于所指示的样品瓶 # 上出现错误，已终止序列。

事件日志条目（错误）

事件日志条目记录并非特别与序列处理相关的 HS 事件。这些事件包括也会在 HS 显示屏上显示的错误和仪器故障。此日志最多包含 250 条记录。如果达到此容量，任何新的条目都覆盖最旧的条目。日志将一直保留，除非特意将其清除。

下表列出了选定的事件日志条目和错误。要获得未列出的错误，请关闭再打开 HS。

表 3 事件日志条目和说明

表 4

消息	说明
7697 开机成功	正常。
7697 开机时出现异常	请参见任何异常消息说明。
7697 开机时出现警告消息	请参见任何警告消息说明。
样品瓶压力已关闭	请参见。
PCM A 辅助流量已关闭	请参见。
PCM B 压力已关闭	请参见。
PCM B 辅助流量已关闭	请参见。
固件已更新: XX.XX	固件已更新到指定版本。
样品盘错误 # 样品盘导轨移动失败。	请参见 表 8。
样品盘错误 # 样品盘台架移动失败。	请参见 表 8。
样品盘错误 # 样品盘 Z 轴移动失败。	请参见 表 8。
样品盘错误 # 样品盘机械臂移动失败。	请参见 表 8。
重置为出厂默认值	已将活动方法和配置重置为出厂默认值。
针头提升器错误 # #	请参见 样品盘错误消息。
样品盘提升器错误 # #	请参见 样品盘错误消息。
传送装置错误 #	请参见 样品盘错误消息。
快门错误 # #	请参见 样品盘错误消息。
六通阀错误 # #	请参见 样品盘错误消息。

3 日志条目和错误

表 3 事件日志条目和说明

表 4

消息	说明
传送装置缺少隔离垫片	仅适用于 12 样品瓶型号。检查传送装置中是否缺少样品瓶隔离垫片。检查是否存在导致隔离垫片与样品瓶粘连的污染情况。
BCR 读取错误 # #, t = #	条码读取器未能在 t 秒时间内解码条形码。检查条形码标签, 请参见 操作指南 和 条形码读取器错误 。

维护日志条目

维护日志记录用户执行和记录的维护操作。此日志最多包含 128 条记录。如果达到此容量, 任何新的条目都覆盖最旧的条目。日志将一直保留, 除非特意将其清除。

HS 总是记录泄漏测试结果和固件更新之类的消息。但是, 仅在使用仪器的早期维护预警 (EMF) 功能时才记录“已服务”和“服务到期时间”消息。(请参见[高级操作指南](#)。) 在用户重置资源计数器时, HS 假设已执行了维护。

表 5 事件日志条目和说明

消息	说明
< 组件 > 已维修	指示已重置所指示组件的计数器。
固件已更新: x.xx.xx	指示仪器固件已更新到所示的修订版。
< 组件 > 已到期, 或 < 组件 > 服务到期时间	已达到所指示的组件的 EMF 计数。
样品盘已校准	指示已成功执行了样品盘校准。
样品盘校准失败	指示样品盘校准失败。
泄漏测试已通过	
泄漏测试 (第二部分) 已通过	
泄漏测试失败 ##	指示泄漏测试步骤失败, 其中的 ## 是测试的失败部分。

样品盘错误消息

下表汇总了与 111 样品盘硬件相关的错误消息。在传送装置或提

升器无法按预期移动时，例如，在破碎的样品瓶碎片阻碍传送装置或提升器移动时，就会出现这些类型的错误。

表 6 样品盘错误消息

表 7

时间日志错误	注释
传送装置错误 #	1 检查传送装置和柱箱中是否存在阻碍。 2 关闭 HS 的电源，然后重新打开。 3 请联系 Agilent 以获取服务。
针头提升器错误 #	1 检查传送装置和柱箱中是否存在阻碍。 2 关闭 HS 的电源，然后重新打开。 3 请联系 Agilent 以获取服务。
快门错误 #	1 检查快门附近是否存在阻碍。 2 关闭 HS 的电源，然后重新打开。 3 请联系 Agilent 以获取服务。
六通阀错误 #	请参见 六通阀错误 。
样品盘提升器错误 #	1 检查传送装置和柱箱中是否存在阻碍。 2 检查快门附近是否存在阻碍。 3 关闭 HS 的电源，然后重新打开。 4 请联系 Agilent 以获取服务。

下表列出了方法执行期间出现的所选样品盘和条形码读取器错误。

表 8 样品盘错误代码和消息

表 9

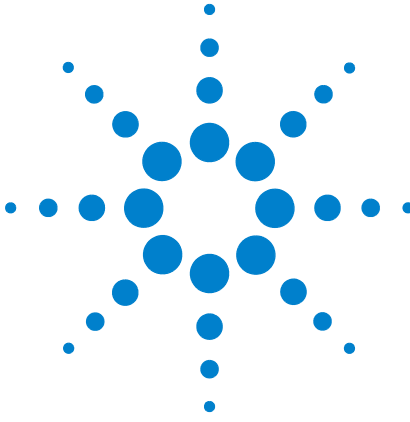
错误编号	事件日志编号	说明
103	机械臂中存在样品瓶	在不希望有样品瓶时，样品瓶传感器检测到机械臂中存在样品瓶。请参见 在机械臂中未找到样品瓶 / 样品瓶在机械臂中 。
104	机械臂中没有样品瓶	在希望有样品瓶时，样品瓶传感器检测到机械臂中没有样品瓶。请参见 在机械臂中未找到样品瓶 / 样品瓶在机械臂中 。
105	接收到终止	在样品盘正在执行命令时，按下了仪器上的停止键。此命令已终止。
180	错误的条形码标签	在第一行前端，条形码标签没有足够多的空白空间。请参见 操作指南 和 条形码读取器错误 。
181	错误的条形码标签校验和	此方法需要条形码标签的校验和，但没有校验和，或者标签未正确解码。请参见 操作指南 和 条形码读取器错误 。
182	条形码解码失败	无法读取条形码标签。请参见 操作指南 和 条形码读取器错误 。

3 日志条目和错误

表 8 样品盘错误代码和消息

表 9

错误编号	事件日志编号	说明
183	找不到条形码标签	没有检测到条形码标签。请参见 操作指南 和 条形码读取器错误 。
301	样品盘已停放	样品盘已处于停放位置，无法执行移动命令。
302	找不到样品盘架	指定样品盘架位置的样品盘架传感器指示没有任何样品盘架。检查样品盘架安装。检查序列样品瓶位置。
304	找不到样品瓶	在移动操作期间，在源位置上未检测到任何样品瓶。检查序列样品瓶位置。样品批是否正确装入？对照样品盘中的样品瓶位置检查序列位置。
305	样品瓶仍留在机械臂中	在移动操作完成后，样品瓶传感器仍报告机械臂中存在样品瓶。
312	Z 轴已停止	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
313	机械臂已停止	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
314	导轨轴移动超时	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
315	台架轴移动超时	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
316	Z 轴移动超时	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
317	机械臂移动超时	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
330	导轨归位失败	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。导轨轴归位例程失败。
331	台架归位失败	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
332	Z 轴归位失败	检查样品盘移动是否存在任何阻碍。
333	机械臂归位失败	检查机械臂移动是否存在任何阻碍。
334	机械臂打开失败	检查机械臂移动是否存在任何阻碍。
335	机械臂关闭失败	检查机械臂移动是否存在任何阻碍。



4 泄漏

泄漏检查常规步骤	25
流路	26
检查是否有外部泄漏	28
运行样品瓶泄漏测试	30
运行样品瓶泄漏测试（第二部分）	39
检查传输线是否有泄漏	42

本节讨论顶空进样器 (HS) 中的泄漏测试。色谱图症状（如灵敏度丢失）可能是由于泄漏和限制造成的。使用下列一组测试来确认 HS 中的泄漏和限制。在检查 HS 中的泄漏情况之前，确认 GC 无泄漏。

泄漏检查常规步骤

当检查是否有泄漏时，可将系统分成三个部分来考虑：外部泄漏点、GC 泄漏点和 HS 泄漏点。

- **外部泄漏点**包括气缸（或气体净化器）、压力调节阀及其接头、供气关闭阀以及到 HS 和 GC 供气接头的连接。
- 对于 **GC 泄漏点**，请参考 GC 用户文档。
- **HS 泄漏点**包括六通阀（样品定量环和传输线）的连接、到 GC 进样口的传输线连接和采样探头的连接。

警告

氢气 (H₂) 是可燃气体，当在密闭空间（如流量计）内和空气混合时容易发生爆炸。根据需要使用惰性气体吹扫流量计。始终单独测量各种气体。

警告

可能存在有害的样品。



- 1 备齐下列各项：
 - 能够检测出气体类别的电子检漏仪（Agilent 部件号 G3388A）。
 - 7/16 英寸、9/16 英寸和 1/4 英寸扳手，用于拧紧 Swagelok（接头套管）和色谱柱接头。
 - 泄漏测试工具包，Agilent 部件号 G4556-67010。包括：无孔密封垫圈、11 毫米低渗漏隔垫、顶空（蓝色）泄漏测试样品瓶、1/8 英寸尼龙管接头塞子、1/16 英寸不锈钢 ZDV 塞子（六通阀盖）。
- 2 检查所有与最近执行的维护有关的潜在泄漏点。
- 3 检查是否存在外部泄漏。请参见 [“检查是否有外部泄漏”](#)。
- 4 检查 GC 是否有泄漏。请参见 GC 用户文档。
- 5 检查经受热循环的 HS 接头和连接，因为热循环容易使某些类型的接头松动。使用电子检漏仪确定接头是否有泄漏。
 - 首先检查所有新连接的各接头。
 - 更换捕集阱或供气气缸后，记得要检查气体供给管线上的连接。
- 6 运行 HS 样品瓶泄漏测试。请参见 [运行样品瓶泄漏测试](#)。
- 7 运行 HS 样品瓶泄漏测试（第二部分）。请参见 [运行样品瓶泄漏测试（第二部分）](#)。

流路

图 1 和图 2（下面）显示顶空进样器 (HS) 中的流路。

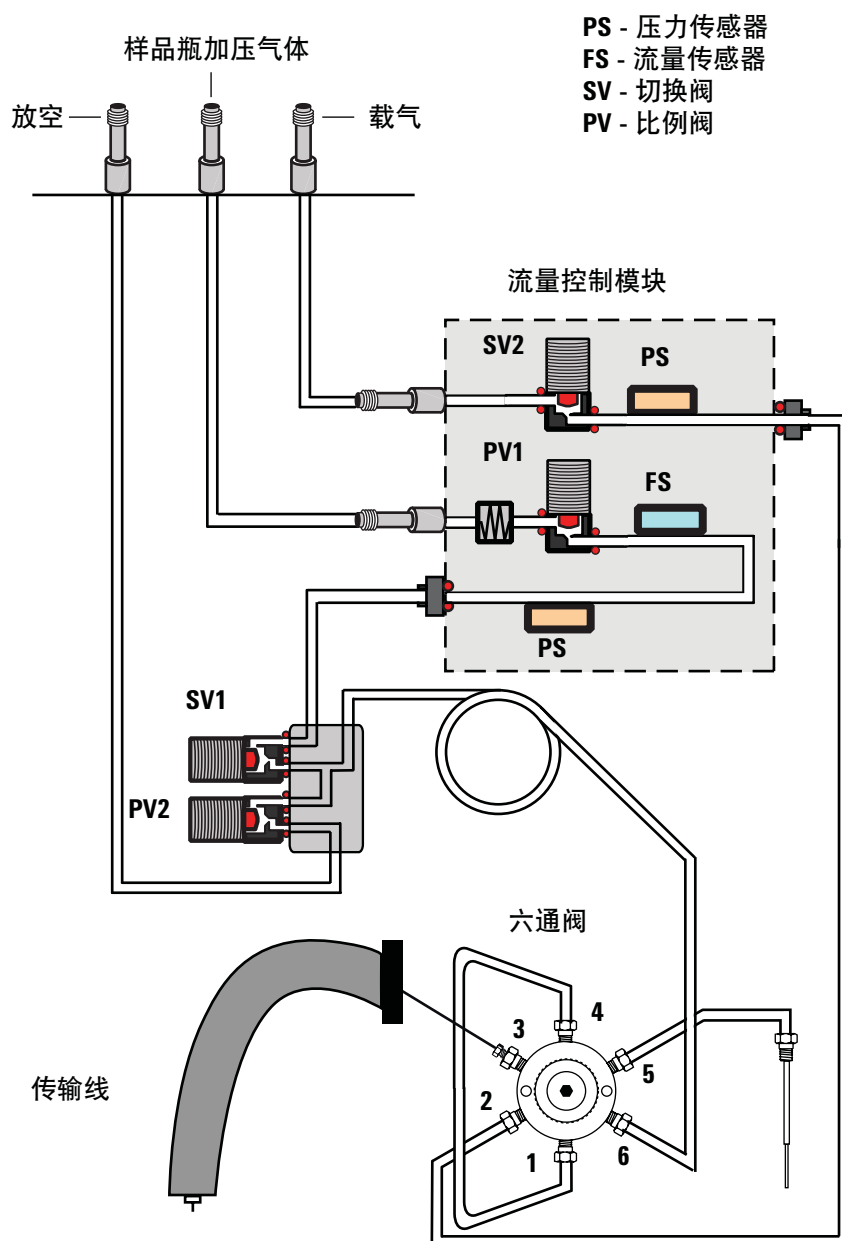


图 1 HS 流路（标准安装）

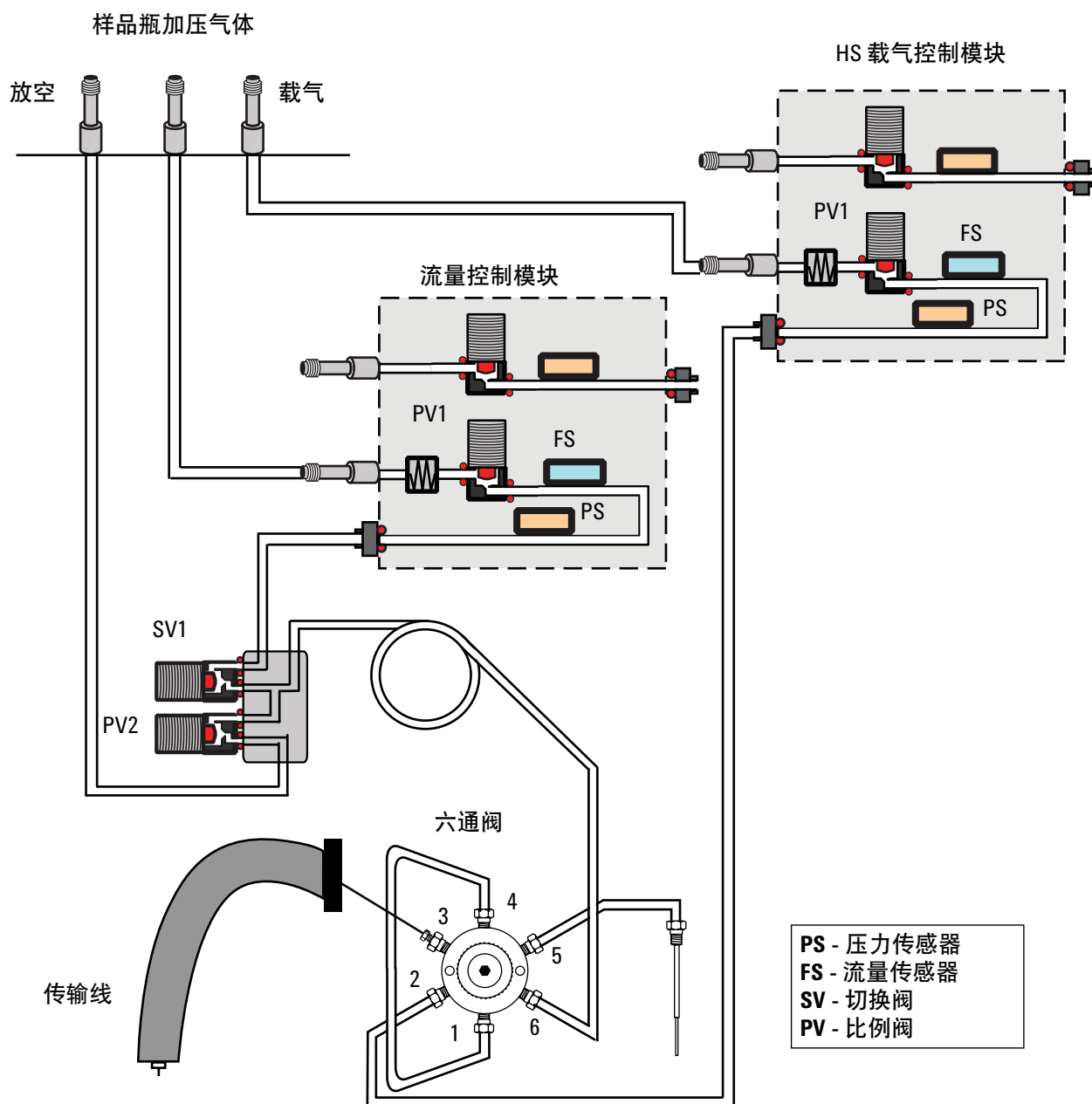


图 2 安装了 G4562A 7697A 载气 EPC 模块附件选件的 HS 流路

检查是否有外部泄漏

图 3（下面）显示要检查的典型的外部泄漏点。检查所有接头并根据需要进行更正。

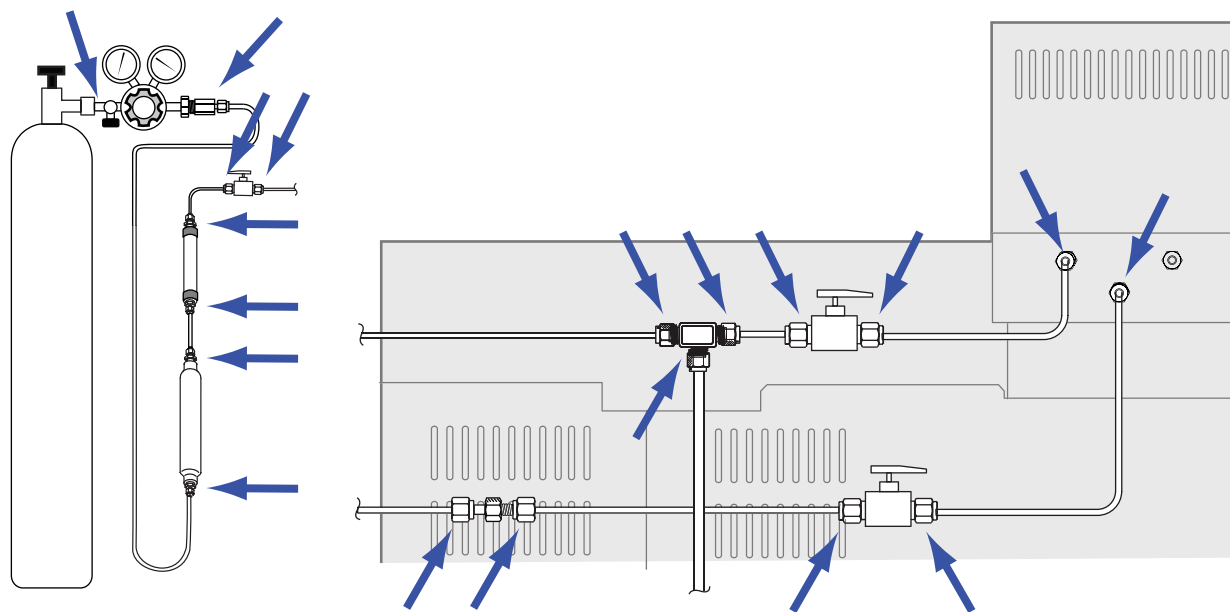


图 3 外部泄漏点（配置了 GC 载气控制的 HS，并带有阀和接头选项，如图所示）

- 气源密封接头
- 气缸接头
- 压力调节阀接头
- 捕集阱
- 关闭阀
- 接头和 Tee 接头
- 到 GC 的传输线连接

执行压降测试。

小心

压力衰减测试会切断通过 HS 和 GC 的载气流。要防止损坏流路组件（色谱柱、进样口衬管等），请在开始之前冷却 HS 和 GC。

- 1 冷却 HS 样品定量环、传输线、GC 进样口和柱箱，以防止在测试期间损坏仪器。
- 2 关闭 HS。
- 3 将压力调节阀压力设定为 415 kPa (60 psi)。
- 4 逆时针旋转调节器压力调整旋钮到尽头以关闭阀门。

- 5 等待 5 分钟。如果能够测量出压力下降，则表明外部连接存在泄漏问题。没有压力下降则表明外部连接没有泄漏。

运行样品瓶泄漏测试

内置泄漏测试会按顺序检查进样系统中的限制和泄漏。此测试可检查以下方面：

- 样品探头中的限制
- 排气管中的限制
- 样品探头周围的泄漏
- 样品定量环周围的泄漏
- 阀和六通阀中的泄漏

此测试由几个部分组成。如果一个部分失败，测试将报告此失败情况，并停止，然后尝试任何后续部分。更正问题，然后重新运行测试。继续更正问题，并重新进行测试，直到测试成功完成。

在运行内置泄漏检查之前，请检查 GC 是否出现泄漏。请参见[“泄漏检查常规步骤”](#)和 GC 用户文档。

1 备齐下列各项：

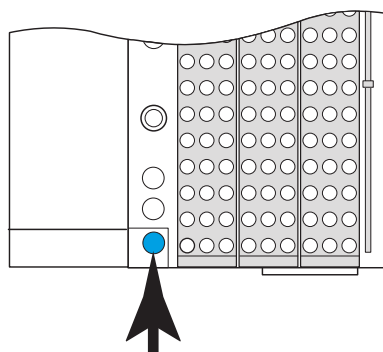
- 泄漏测试工具包 (G4556-67010)。包括：六通阀盖 (G6600-80039)、无孔密封垫圈 (5181-7458)、蓝色泄漏测试样品瓶 (G1290-20600)、1/8 英寸尼龙 Swagelok 塞子 (0100-2414)
- 需要 GC 衬管、O 形环和隔垫
- 3/16 英寸扳手
- 7/16 英寸扳手
- 1/4 英寸扳手
- 5/16 英寸扳手

2 如果不确定 GC 进样口隔垫、衬管、衬管 O 形环的质量，请立即更换它们。详细信息，请参考 GC 用户手册。

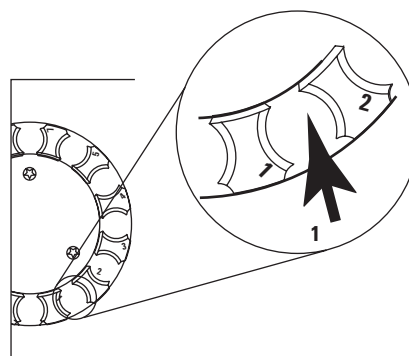
3 将有效方法的样品瓶容积设置为 20 mL。按 [Vial]（样品瓶），滚动到 **Vial size**（样品瓶容积），按 [Mode/Type]（模式 / 类型）从列表中选择样品瓶容积，然后按 [Enter]。

4 将新的隔垫安装到蓝色泄漏测试样品瓶上。

5 将蓝色泄漏测试样品瓶放入优先位置 1（111 样品瓶型号）或样品盘位置 1（12 样品瓶型号）中。



G4556A



G4557A

6 将载气压力设置为较低的值。

如果使用 HS 控制或 GC 控制：

- a 请冷却 GC 进样口和柱箱。
- b 在冷却时，按 [**Carrier**]（载气）。
- c 将载气压力设定值设置为 14 kPa (2 psi)。（如果在流量模式中，请降低流量设定值，直到载气压力低于 14 kPa (2 psi)。）

如果使用 GC + HS 控制：

- 请按 [**Carrier**]（载气），然后降低 **Flow**（流量）设定值，直到载气压力低于 14 kPa (2 psi)。
- 保持 GC 载气压力或流量不变。

7 开始此测试。按 [**Svc Mode**]（Svc 模式），选择 **Vial leak test**（样品瓶泄漏测试），然后按 [**Enter**]。

此测试即开始。

此测试会显示有关当前阶段的信息，例如，被测流路、设定值和实际压力或流量读数。

请参见“如果该测试通过”或者“如果该测试失败”。

8 在测试通过后，将仪器还原到操作状态。

如果该测试通过

如果该测试通过所有阶段，则进样系统无泄漏。如果仍出现类似泄漏的症状：

- 检查传输线。
- 检查与 GC 连接的接口。

- 如果未完成，请检查 GC。HS 泄漏测试无法测试 GC 中的泄漏。

如果该测试失败

如果该测试失败，显示屏会显示以下信息：

- 失败所处阶段的读数（例如，泄漏率或流速）。
- 切换相关阀（例如，切换阀或六通阀）的命令行。

SVn 或 PVn: 滚动到此行，然后按 [**On/Yes**]（开 / 是）开启（激活）此阀，或按 [**Off/No**]（关 / 否）将其关闭。

Six-port valve（六通阀）：滚动到此行，然后按 [**On/Yes**]（开 / 是）将此阀切换到采样位置，或按 [**Off/No**]（关 / 否）将其切换到进样位置。

- 选择退出此测试。

Exit test?（退出测试？）：选择此行，然后按 [**On/Yes**]（开 / 是）终止此测试。

- 故障代码

请参见以下各节了解此测试的每个阶段的故障排除信息。

限制测试，阶段 1

在此阶段中，HS 流路如图 4 所示：

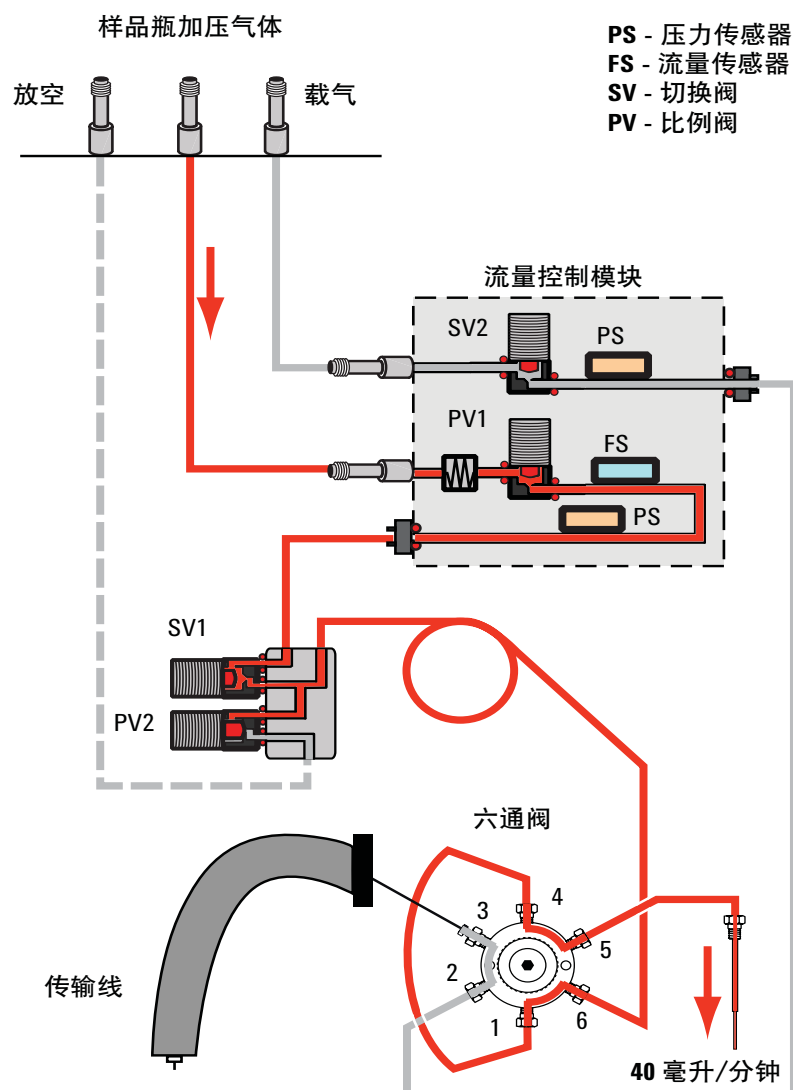


图 4 流路：限制测试，阶段 1，样品探头

如果此阶段测试失败，请检查：

- 样品定量环
- 样品探头

限制测试，阶段 2

在此阶段中，HS 流路如图 5 所示：

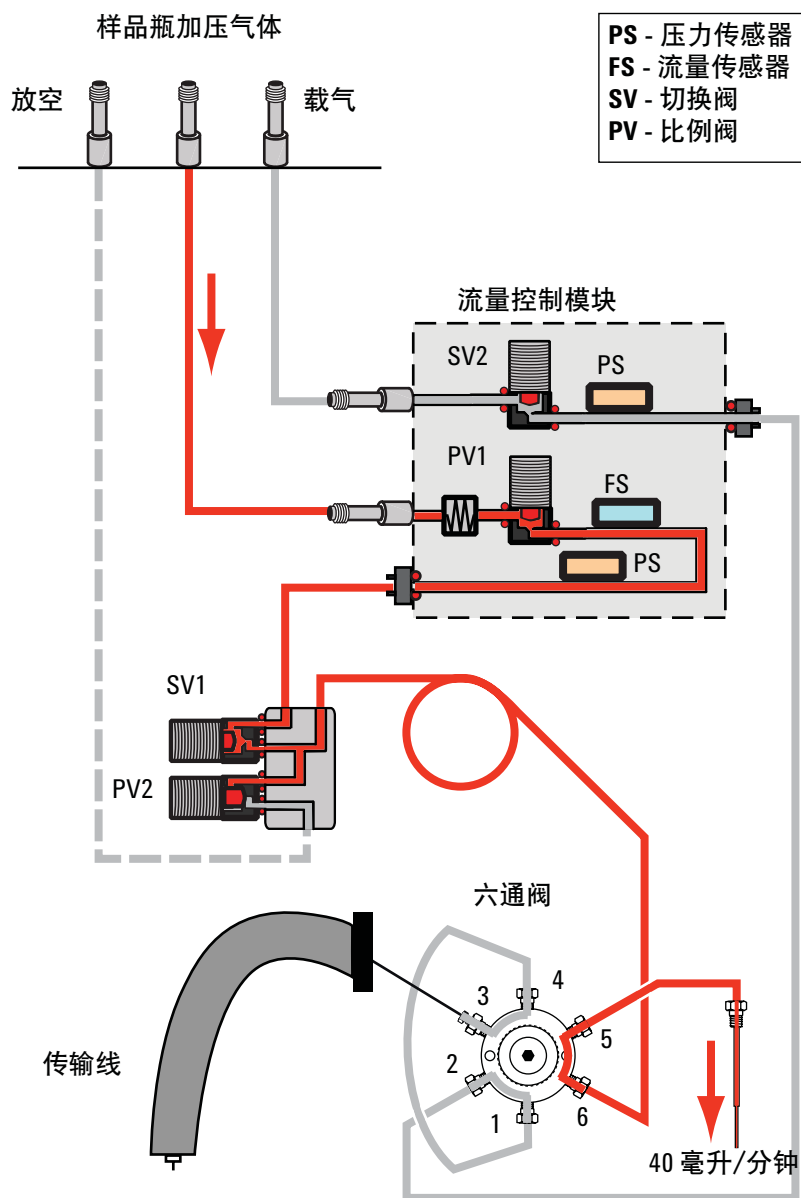


图 5 流路：限制测试，阶段 2，样品探头

如果此阶段测试失败，请检查：

- 样品探头

限制测试，阶段 3

在此阶段中，HS 流路如图 6 所示：

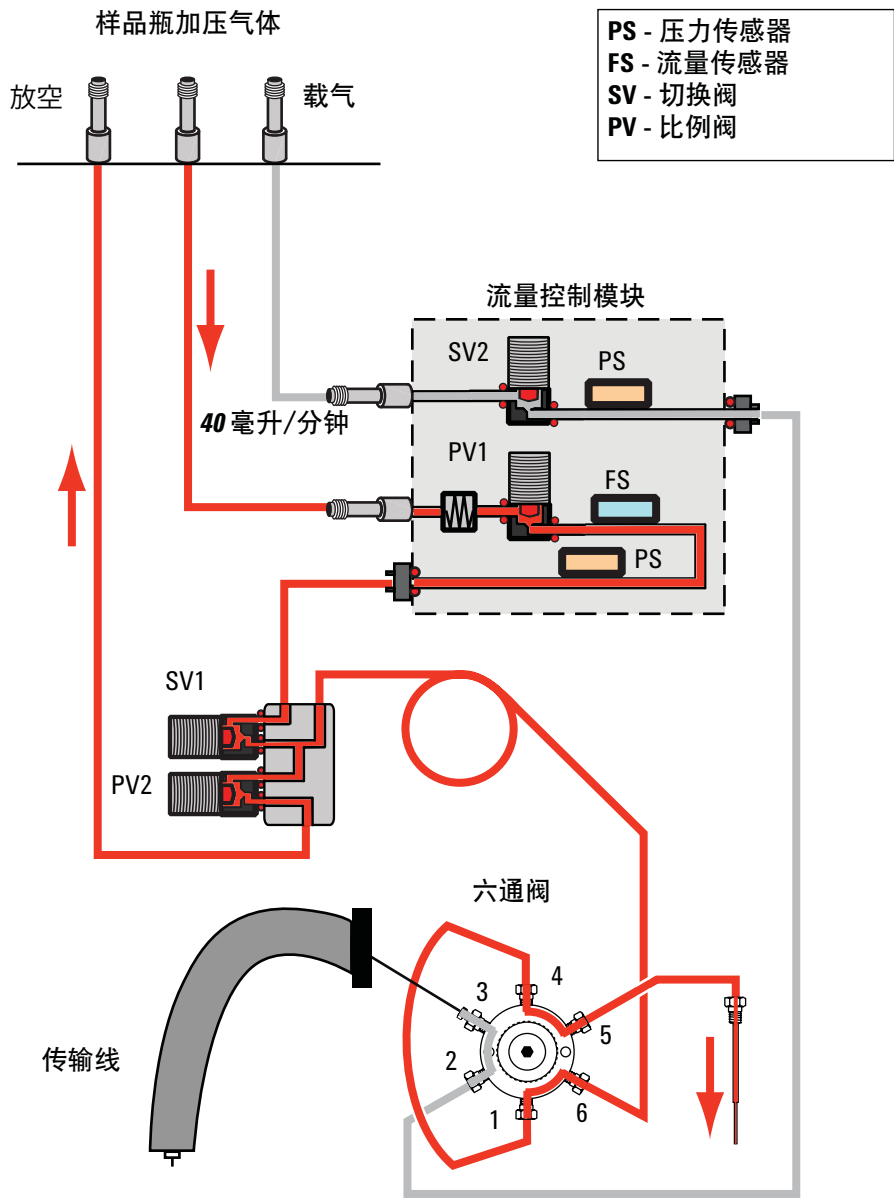


图 6 流路：限制测试，阶段 3，排气管

如果此阶段测试失败，请检查：

- 排气管
- 排放阀（请联系 Agilent 以获取服务）

泄漏测试，阶段 1

在此阶段中，HS 流路如图 7 所示：

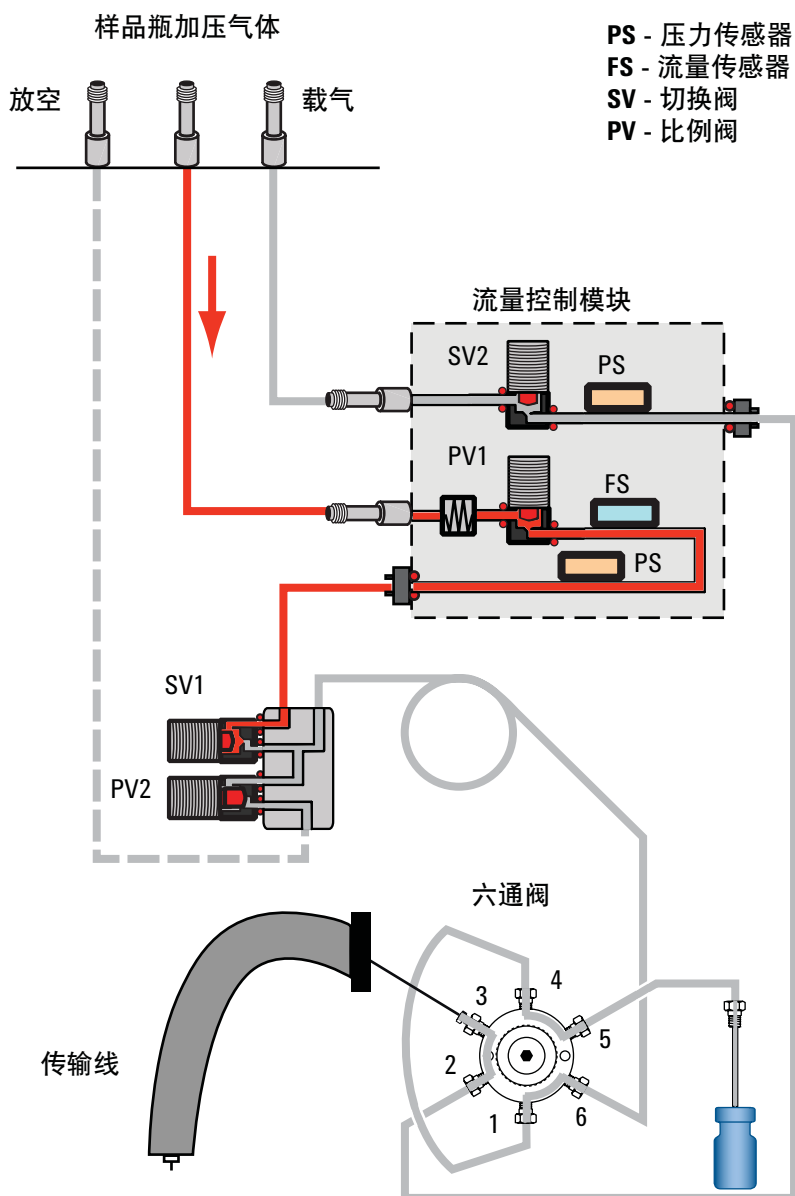


图 7 流路：泄漏测试，阶段 1

如果此阶段测试失败，请检查：

- 切换阀（请联系 Agilent 以获取服务）
- O 形环位于 PCM 模块连接中（请联系 Agilent 以获取服务）

泄漏测试，阶段 2

在此阶段中，HS 流路如图 8 所示：

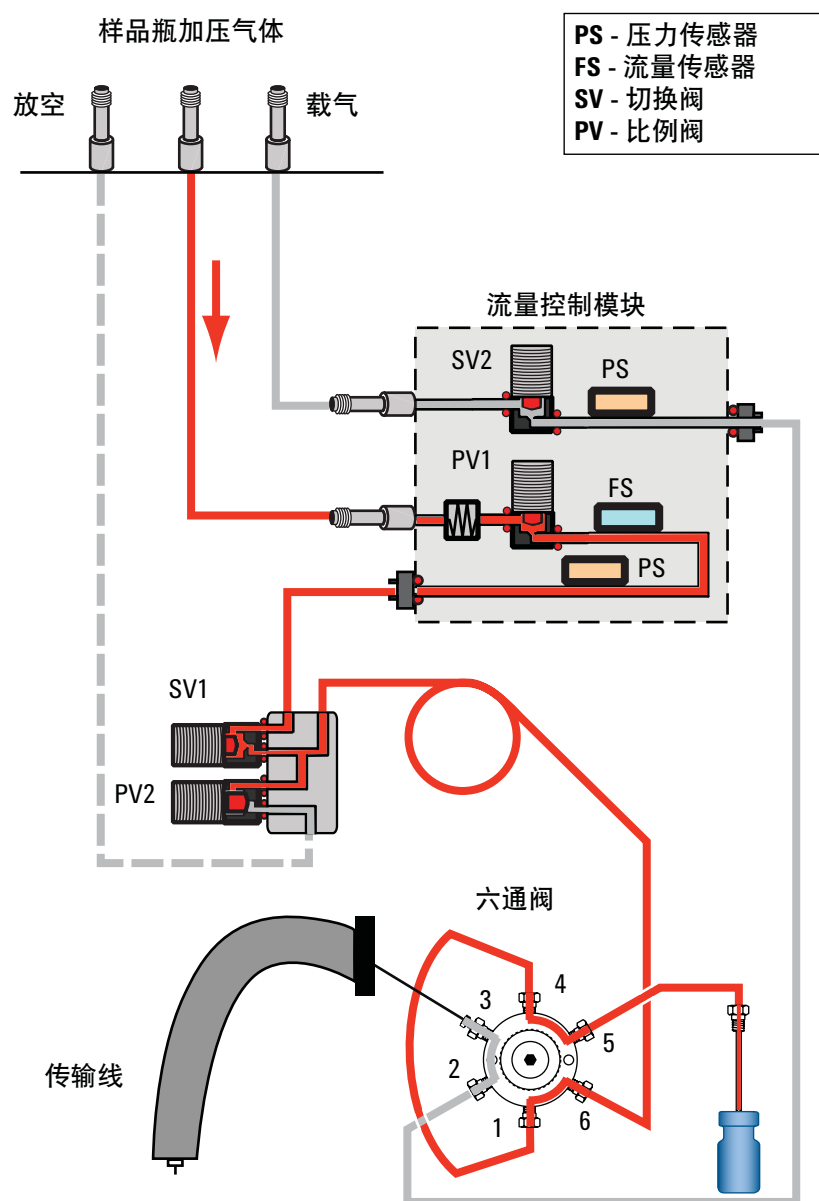


图 8 流路：泄漏测试，阶段 2

如果此阶段测试失败，请检查：

- 排放阀。盖住排气管，然后重新测试。如果测试通过，请联系 Agilent 以获取服务。如果测试再次失败，则说明排放阀正常工作。
- 到六通阀的样品探头连接。
- 到六通阀的样品定量环连接
- 六通阀上的端口 6

泄漏测试，阶段 3

在此阶段中，HS 流路如图 9 所示：

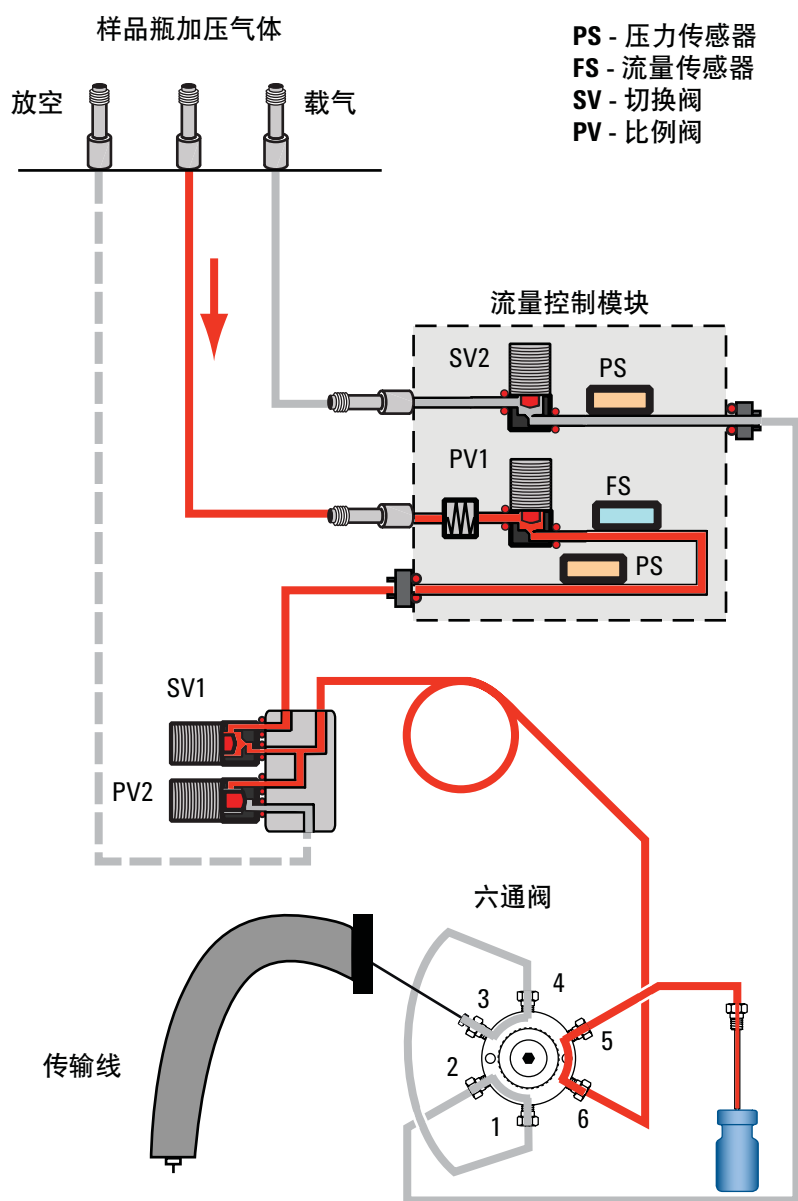


图 9 流路：泄漏测试，阶段 3

如果此阶段测试失败，请检查：

- 到六通阀的样品探头连接。
- 六通阀上的端口 6

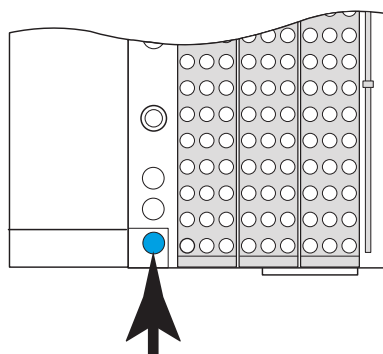
运行样品瓶泄漏测试（第二部分）

请在 HS 通过第一部分的样品瓶泄漏测试之后立即运行此泄漏测试。请参见“[运行样品瓶泄漏测试](#)”。这些说明假设已准备好 HS，并且 GC 没有任何泄漏。

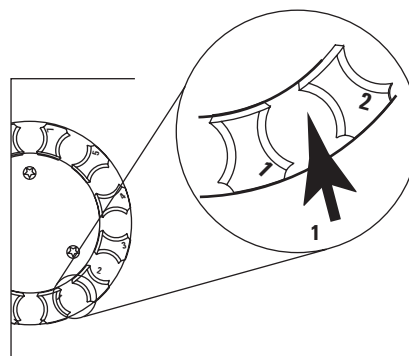
内置的泄漏测试会按顺序从载气端到样品瓶加压端检查六通阀的泄漏。

测试由两部分组成。如果一个部分失败，测试将报告此失败情况，并停止，然后尝试任何后续部分。更正问题，然后重新运行测试。继续更正问题，并重新进行测试，直到测试成功完成。

- 1 将新的隔垫安装到蓝色泄漏测试样品瓶上。
- 2 将蓝色泄漏测试样品瓶放入优先位置 1（111 样品瓶型号）或样品盘位置 1（12 样品瓶型号）中。



G4556A



G4557A

- 3 将载气压力设置为 172 kPa (25 psi)。

如果使用 GC + HS 控制：

- 请按 [Carrier]（载气），然后增大 **Flow**（流量）设定值，直到载气压力为 172 kPa (25 psi)。
- 保持 GC 载气压力或流量不变。

- 4 开始此测试。按 [Svc Mode]（Svc 模式），选择 **Vial leak test (part 2)**（样品瓶泄漏测试（第二部分）），然后按 [Enter]。

此测试即开始。

此测试会显示有关当前阶段的信息，例如，被测流路、设定值和实际压力或流量读数。

要停止测试，请在吹扫步骤中按 **[Clear]**（清除）（监视 HS 显示屏）。否则，测试将继续，直到该测试通过或失败。

请参见“如果该测试通过”或者“如果该测试失败”。

- 5 在测试通过后，将仪器还原到操作状态。

如果该测试通过

如果该测试通过所有阶段，则进样系统无泄漏。如果仍出现类似泄漏的症状：

- 检查传输线。
- 检查与 GC 连接的接口。
- 如果未完成，请检查 GC。HS 泄漏测试无法测试 GC 中的泄漏。

如果该测试失败

如果该测试失败，显示屏会显示以下信息：

- 失败所处阶段的读数（例如，泄漏率或流速）。
- 切换相关阀（例如，切换阀或六通阀）的命令行。

SVn 或 PVn: 滚动到此行，然后按 **[On/Yes]**（开 / 是）开启（激活）此阀，或按 **[Off/No]**（关 / 否）将其关闭。

Six-port valve（六通阀）：滚动到此行，然后按 **[On/Yes]**（开 / 是）将此阀切换到采样位置，或按 **[Off/No]**（关 / 否）将其切换到进样位置。

- 选择退出此测试。

Exit test?（退出测试？）：选择此行，然后按 **[On/Yes]**（开 / 是）终止此测试。

- 故障代码

请参见以下各节了解此测试的每个阶段的故障排除信息。

样品瓶泄漏测试（第二部分），阶段 1

在此阶段中，HS 流路如 [图 10](#)：

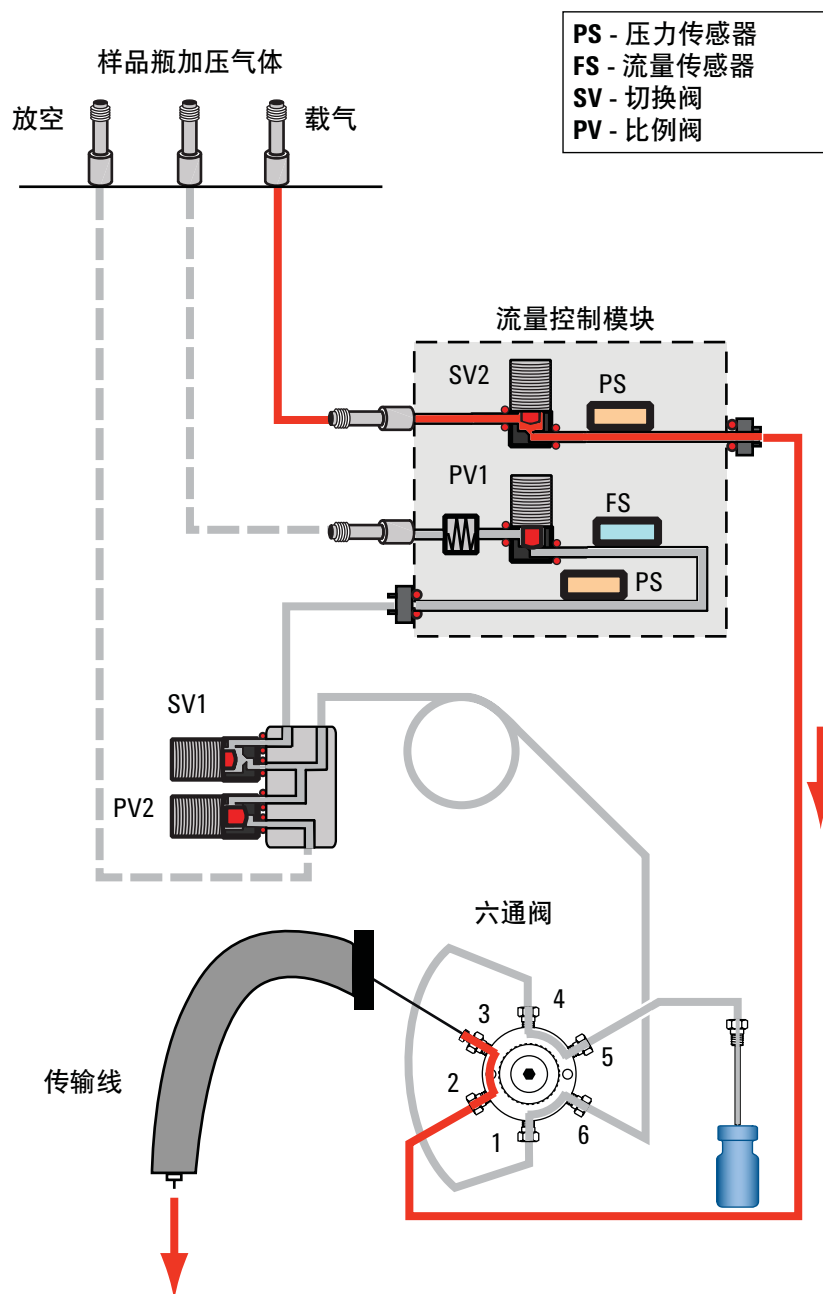


图 10 流路：样品瓶泄漏测试（第二部分），阶段 1

如果此阶段测试失败，请检查：

- 六通阀的端口 3 和 4 或 1 和 2 的泄漏。请更换阀转子。

样品瓶泄漏测试（第二部分），阶段 2

在此阶段中，HS 流路如 [图 11](#) 所示：

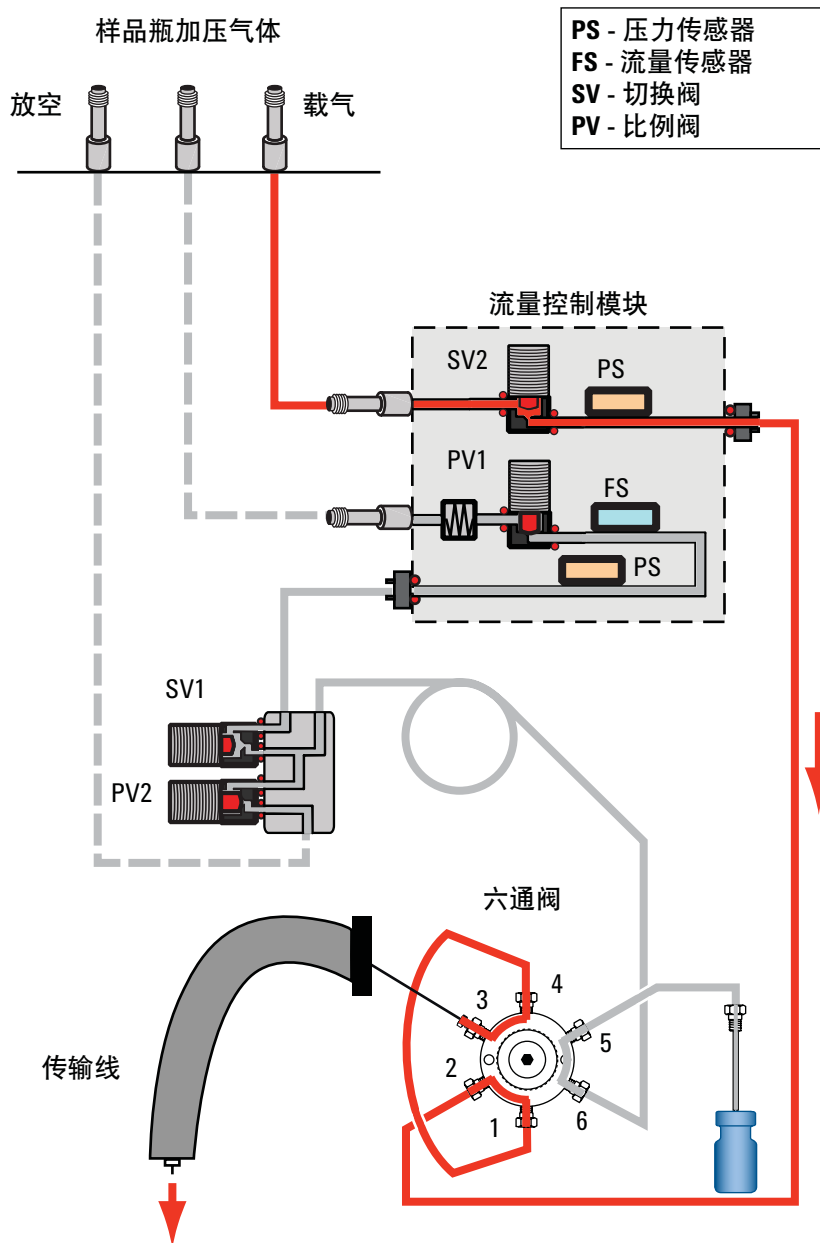


图 11 流路：样品瓶泄漏测试（第二部分），阶段 2

如果此阶段测试失败，请检查：

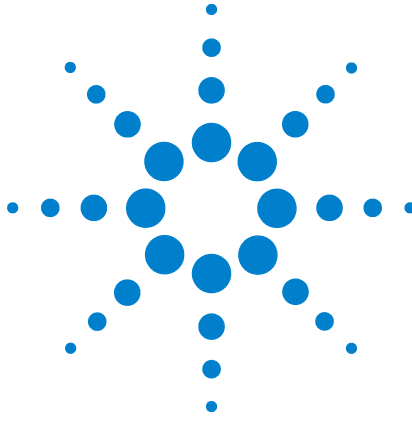
- 六通阀的端口 4 和 5 或 1 和 6 的泄漏。请更换阀转子。

检查传输线是否有泄漏

- 检查到 GC 的六通阀和接口连接是否有泄漏。

- 检查从传输线熔融石英管流出的流量。没有流量表示熔融石英损坏。
- 还需考虑 GC 进样口（衬管、O 形环、隔垫等等）是否有其他泄漏。

4 泄漏



5 样品瓶处理

顶空进样器如何处理样品瓶	45
在机械臂中未找到样品瓶 / 样品瓶在机械臂中	46
样品瓶容积错误	47
传送装置错误	47
样品探头提升器错误	48
六通阀错误	48
快门错误 (111 样品瓶型号)	49
样品盘提升器错误 (111 样品瓶型号)	49
条形码读取器错误	50
样品盘错误 (111 样品瓶型号)	50
机械臂错误 (111 样品瓶型号)	51

本节介绍样品瓶处理问题以及解决这些问题的方法。

顶空进样器如何处理样品瓶

HS 处理样品瓶的方法对于了解错误消息以及序列日志和事件日志中记录的条目非常重要。

在 **12 样品瓶型号**中，样品盘（传送装置）将旋转以调用样品并将样品瓶移动到位。样品探头提升器将当前样品瓶提升和降低到单样品瓶柱箱中，并在采样探头中移进和移出。

在 **111 样品瓶型号**中，样品盘驻留在仪器顶部。要移动样品瓶，HS 将使用台架、Z 轴组件、机械臂组件和机械臂、快门和样品瓶提升器。请参见 [图 12](#)。

- 使用台架、Z 轴组件、机械臂组件和机械臂，可以从条形码读取器来回移动样品瓶，并可从样品盘提升器来回移动样品瓶。
- 当 HS 在向样品瓶柱箱来回传送样品瓶时，快门将打开和关闭。
- HS 中的提升器可在样品盘和采样探头之间移动样品瓶。
- 柱箱将样品瓶存放在传送装置中。



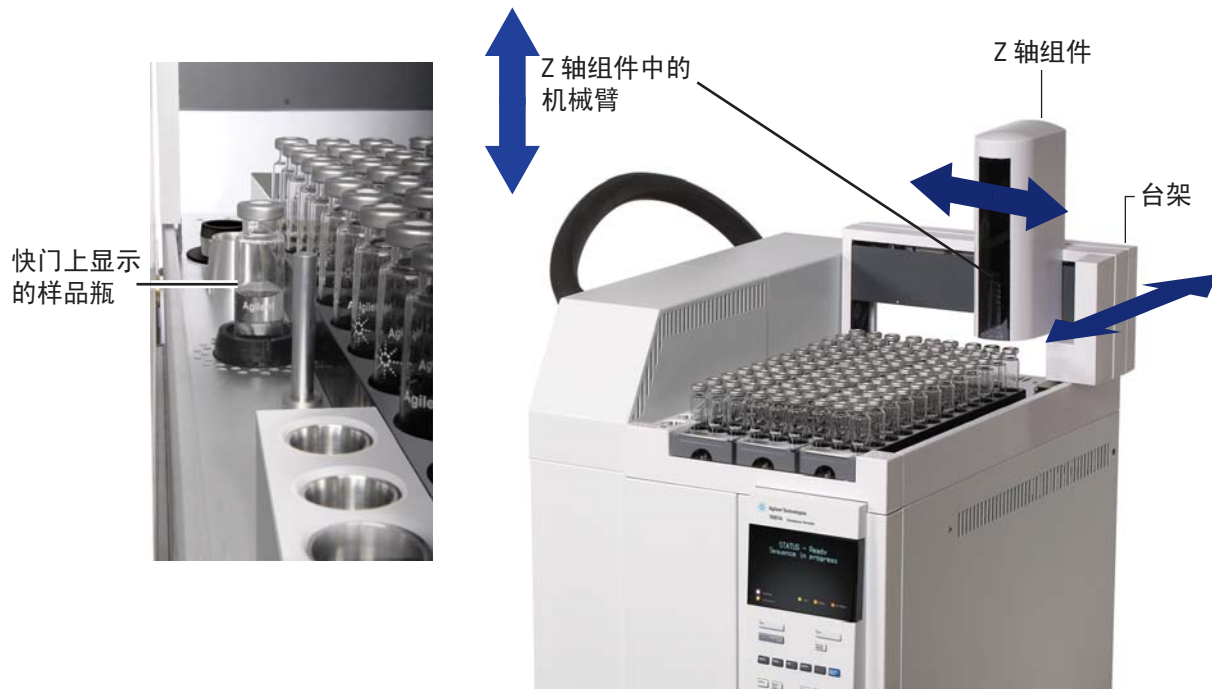


图 12 样品盘中的移动部件

在机械臂中未找到样品瓶 / 样品瓶在机械臂中

顶空进样器样品盘在预期的位置上未找到样品瓶，或样品瓶没有按预期离开机械臂。HS 将记录偏差，然后使用方法的序列操作参数。

要解决该问题，请执行以下操作：

- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。（此错误是由于其他问题导致的吗？）
- 检查所有样品瓶。它们是否正确调用到样品盘中？
- 如果正在运行优先样品，该样品瓶是否放在了正确位置中？
- 检查样品瓶架安装。
- 检查样品瓶容积配置。

如果没有报告任何其他错误，则可以尝试再次使用 HS。如果问题重复出现：

- 检查样品瓶机械臂抓手和电机。
- 检查机械臂上的传感器，并确保它可以上下移动。



样品瓶容积错误

HS 会检查样品瓶高度：

- 在将样品瓶装入采样探头时（12 样品瓶型号）
- 使用机械臂抓取样品瓶时（111 样品瓶型号）

如果样品瓶高度与方法中定义的样品瓶容积的预期值不一致，则会记录样品瓶容积错误。HS 将根据为样品瓶容积定义的序列操作进行操作。

请注意，20-mL 和 22-mL 样品瓶的高度是相同的。HS 无法区分这两个样品瓶容积。（20 mL 或 22 mL 的内部容量在任一样品瓶类型的外部尺寸范围内。）

传送装置错误

传送装置错误表示传送装置无法正常工作。对于 12 样品瓶型号，这是样品瓶盘。对于 111 样品瓶型号，传送装置驻留在样品瓶柱箱中。

可能的原因包括：

- 柱箱中的样品瓶损坏
- 快门中有堵塞物。（111 样品瓶型号）

- 柱箱中有其他堵塞物
- 传送装置分档器电机出现故障
- 传送带故障

继续操作之前，请冷却样品瓶柱箱（111 样品瓶型号）

警告

柱箱及其内部的部件可能很热，会造成烫伤。继续操作之前，应将柱箱冷却到安全处理温度，或戴上防热手套。

警告

如果柱箱中的样品瓶损坏，柱箱中可能有尖锐的碎玻璃以及任何样品材料的残留物。

- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。（此错误是由于其他问题导致的吗？）
- 检查柱箱快门。它是打开还是关闭？
- 检查传送装置 / 样品盘是否有碎玻璃或其他堵塞物。请参见维护手册中清洗 12 样品瓶柱箱样品盘或样品瓶柱箱中的步骤。
- 如果该问题仍然存在，请联系 Agilent 以获取服务。

样品探头提升器错误

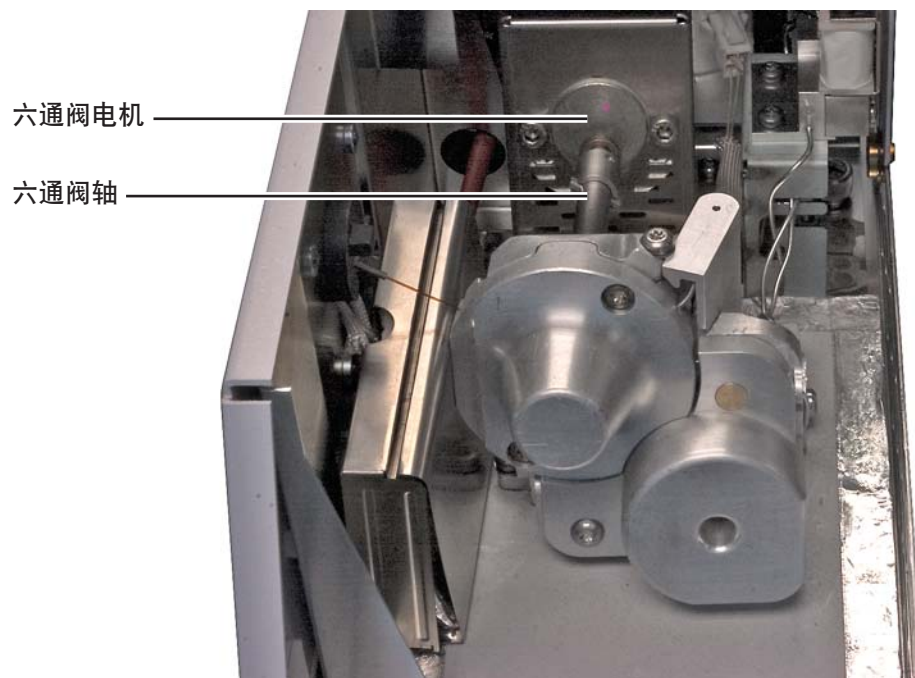
样品探头提升器将样品瓶提升到采样探头上，然后将其下降到旋转样品盘中。样品探头提升器错误表示提升器无法正常工作。

- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。（此错误是由于其他问题导致的吗？）
- 检查传送装置 / 样品盘是否有碎玻璃或其他堵塞物。请参见维护手册中清洗 12 样品瓶柱箱样品盘或样品瓶柱箱中的步骤。
- 检查样品瓶容积配置。
- 请联系 Agilent 以获取服务。

六通阀错误

六通阀将在采样周期中旋转。如果阀无法旋转，则请关闭 HS 电源，然后再打开。检查气路区域中是否存在阻碍情况（如绝缘盖板是否与阀驱动轴产生干扰）。如果该错误仍然存在，请联系

Agilent 以获取服务。



快门错误（111 样品瓶型号）

在向样品瓶柱箱来回传送样品瓶时，快门将打开和关闭。

- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。（此错误是由于其他问题导致的吗？）
- 检查快门是否有堵塞物，例如，样品瓶。
- 请联系 Agilent 以获取服务。

样品盘提升器错误（111 样品瓶型号）

样品盘提升器可在快门和传送装置之间传送样品瓶。样品盘提升器错误表示提升器无法正常工作。

- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。（此错误是由于其他问题导致的吗？）
- 检查快门。
- 检查传送装置 / 样品盘是否有碎玻璃或其他堵塞物。请参见维护手册中清洗 12 样品瓶柱箱样品盘或样品瓶柱箱中的步骤。

- 请联系 Agilent 以获取服务。

条形码读取器错误

如果使用可选的条形码读取器，条形码错误表示条形码读取器无法按预期方式读取条形码。

- 检查样品瓶条形码标签位置和大小。请参见[操作指南](#)。
- 条形码标签不防热。
- 检查样品瓶位置。此样品瓶是正确的样品瓶吗？
- 检查条形码标签。标签有污迹或无法辨认吗？如果可能，可尝试使用其他设备读取条形码。
- 查看 HS 序列日志、事件日志和消息的状态显示。
- 检查方法。方法中指定的条形码类型与应用于样品瓶的条形码一致吗？
- 如果条形码校验和错误或其值与预期值不一致，则检查样品瓶位置。检查所使用的条形码类型。
- 如果该问题仍然存在，可尝试使用新标签对样品瓶进行测试。确保每个样品瓶都符合标记要求。

样品盘错误（111 样品瓶型号）

样品盘错误表示 HS 样品盘无法正常工作，通常是在移动过程中。

- 检查样品瓶架安装。支架必须安装在其固定夹中，并且必须平放。



- 检查样品盘区域中是否有堵塞物。
- 关闭 HS 的电源，然后重新打开。
- [校正](#) HS 样品盘。

机械臂错误（111 样品瓶型号）

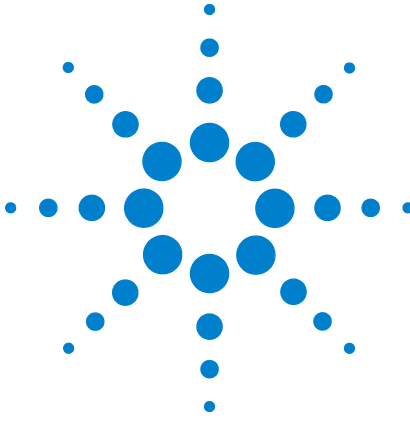
机械臂错误表示机械臂无法正常提升或放开样品瓶。

- 检查样品瓶架安装。
- 检查样品盘区域中是否有堵塞物。
- 检查机械臂抓手未粘连在一起（例如，被溅出的样品污染）
- [校正](#) HS 样品盘。

热平衡期间样品瓶损坏

- 重新使用的样品瓶。Agilent 建议不要重新使用顶空样品瓶。
- 准备样品时样品瓶已损坏。
- 样品瓶不符合顶空采样的准则。
- 样品瓶柱箱温度太高，超过样品瓶中的沸点。

5 样品瓶处理



6 压力和流量

流量和压力关闭	53
吹扫流量偏差	53
样品瓶加压设定值偏差	53
载气偏差或关闭	54
解决载气流量偏差或关闭问题	55

本节介绍与顶空进样器中的压力和流量相关的问题以及解决这些问题的方法。

流量和压力关闭

HS 将监测样品瓶加压气体流。如果安装了可选的 G4562A 载气 EPC 模块并启用它，HS 还将监测载气流。如果某气体无法达到其流量或压力设定值，HS 会假设存在泄漏情况。25 秒后会发出嘟嘟声以示警告，并将继续以一定时间间隔继续发出嘟嘟声。大约 5 分钟后，HS 将关闭组件以保证安全。

一般情况下，流量或压力关闭不会停止正在进行的样品瓶平衡处理。但不会处理新样品瓶。HS 不会执行进样。

吹扫流量偏差

如果 HS 在进样后无法保持正确的吹扫流量，它会将方法偏差记录到序列日志中。

- 检查气源。
- 检查是否有泄漏情况。

如果问题仍然存在，则问题可能是样品瓶加压流路中的限制或流量控制硬件发生故障。请联系 Agilent 以获取服务。

样品瓶加压设定值偏差

如果 HS 无法将样品瓶加压到方法设定值，它会将方法偏差记录到序列日志中。

- 检查气源。



- 检查输送到 HS 的气体压力。请参见[现场准备指南](#)。HS 样品瓶气体密封接头处的气体输送压力应比所需的最高样品瓶加压设定值高 138 kPa (20 psi)。
- 检查序列日志以了解此样品瓶的动态泄漏检查失败条目。
- 检查方法样品瓶压力设定值。如果方法设定值高于样品瓶盖的安全功能，则样品瓶盖可能会释放多余压力。
- 检查是否有泄漏情况。
- 如果样品瓶压力过高，则分析方法设定值。在平衡时，样品瓶的平衡压力是否高于设定值？

如果问题仍然存在，则问题可能是流量控制硬件发生故障。请联系 Agilent 以获取服务。

载气偏差或关闭

如果 HS 配备了可选的 G4562A 载气 EPC 模块附件，则它可以使用两种模式之一控制载气流或压力。HS 可向 GC 提供所有载气流，或在进样周期中提供增加的流量（在此模式中，GC 仍可提供自己的载气控制）。

HS 提供所有载气流

如果 HS 无法使载气流量或压力保持在设定值范围内，HS 将执行以下操作：

- 在序列日志中记录偏差。
- 显示流量或压力关闭消息。
- 关闭流量以避免色谱柱损坏。
- 关闭传输线。

HS 将通过热平衡继续处理序列样品瓶。当处于关闭状态时，它不会执行进样。HS 将记录超过平衡设定值的任何样品瓶的偏差。

但是，GC 可继续操作，这取决于所使用的载气控制的型号和类型。

小心

如果 HS 是载气流量的主要源，并且 HS 关闭了载气流量，则请冷却 GC 柱箱来保护色谱柱。HS 无法控制 GC。

HS 可在进样期间提供其他流量。

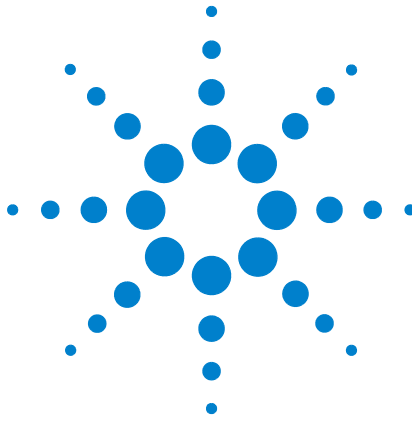
如果 HS 无法在进样期间获得并保持增加的流量或在进样后获得并保持载气节省流量，HS 将记录该偏差并进入关闭状态。

- HS 将始终在序列日志中记录偏差。
- 如果流量在大约 5 分钟后未达到设定值，HS 将显示流量或压力关闭消息。将按 “[HS 提供所有载气流](#)” 中所述继续处理样品。

如果方法较短，则 HS 可能没有时间关闭流量。在这种情况下，仍会记录偏差。

解决载气流量偏差或关闭问题

- 按 [Carrier]（载气），滚动到适当的流量参数，然后按 [Off/No]（关 / 否）以关闭蜂鸣声。解决问题后打开流量。
- 检查气源。
- 检查是否有泄漏情况。
- 检查传输线安装。传输线是否断开？



7 通信

顶空进样器通信故障排除	57
LAN 连接故障排除	58
GC 在 HS 进样后未启动	60

本节提供排除 Agilent 7697A 顶空进样器通信故障的基本信息。

顶空进样器通信故障排除

Agilent 7697A Headspace Sampler 仅使用 LAN 通信。本主题提供在使用 Agilent 数据系统控制 HS 时，帮助解决与 TCP/IP 网络通信相关的信息和问题。本主题假定用户具有网络通信（包括 TCP/IP 协议）的基本知识、基本了解网络和联网知识以及基本了解网络的硬件和功能（缆线类型、集线器、交换机、路由器、静态和动态 IP 地址、DNS 服务器、子网、网关等）。

基于网络的通信问题带有以下任何症状：

- 无法连接到仪器
- 与仪器的通信发生间歇性中断
- 与仪器的通信发生突然中断

一般信息

每台计算机和仪器都使用网络接口卡 (NIC) 进行网络通信。在 Agilent 7697A HS 中，NIC 是内置的。对于某些其他仪器，NIC 是所安装的单独附件或“卡”。在任一情况下，NIC 可为网络电缆提供通信编程和物理连接器（插孔）。

使用 DHCP

虽然可将 HS 设置为从 DHCP 服务器接收其 IP 地址，但不是所有的数据系统都支持 DHCP。大多数情况下，如果数据系统支持 DHCP，则 DHCP 服务器必须设置为：



- HS 接收主机名，并且只能使用该主机名进行数据系统连接，或
- DHCP 服务器向 HS 提供静态 IP 地址。

如果使用 DHCP，但 HS 出现通信问题，可尝试在前面板直接设置 IP 地址。

LAN 连接故障排除

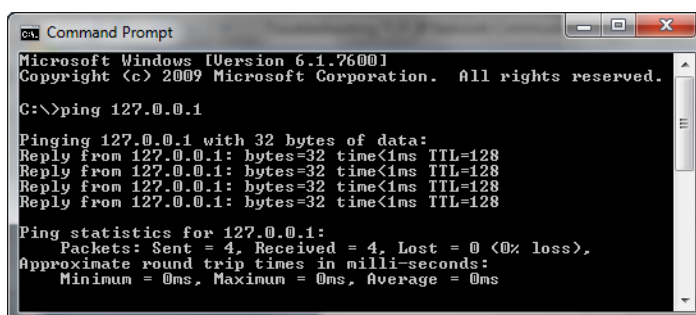
- 1 在 HS 前面板上，将显示当前通信选项：按 **[Options]**（选项），然后选择 **Communications**（通信）。显示屏将列出 HS IP 地址信息。特别注意：
 - **连接数**（与 HS 通信的设备数）。如果连接数超过了预期数量，则表明其他数据系统或实用程序在与 HS 通信。
 - **DHCP 设置**。请参见“[使用 DHCP](#)”。
 - 记录 HS 的 IP 地址、子网掩码和网关。
- 2 确定在配置中使用的 IP 地址。网络上的每台计算机、打印机和仪器必须具有唯一的 IP 地址。重复的地址可能会导致冲突或通信中断。要确定当前计算机 IP 地址，请执行以下操作：
 - a 单击 **开始 ...> 运行**，然后在 **打开** 字段中输入 **cmd**。单击 **确定**。
 - b 输入 **Ipconfig /all**，然后按 **[Enter]**。该命令将列出计算机中所有网络设备的通信设置。
 - c 记录 PC 的 IP 地址、子网掩码和网关设置。
 - d 检查以确认网络中的 IP 地址类型和关联的子网掩码都是相同的。
- 3 记录由数据系统控制的仪器的 IP 地址、子网掩码和网关。
 - 如果使用许多 Agilent 仪器（多数为 MS 和 MSD、7697A、6890N、6850N 或 7890A GC），则可从前键盘获取 IP 地址。
 - 对于其他仪器类型或其他地址协议，请参见数据系统文档或仪器文档。
 - 还要记录其他本地设备（如网络打印机）的 IP 地址。
- 4 比较所收集的 IP 地址。确保在数据系统中输入的 IP 地址与用于仪器的 IP 地址是一致的。
- 5 检查每台设备的电缆和 LAN LED。确保所有网络电缆的两端都牢固地插入接口中。检查集线器 / 交换机中的一端和 PC 或仪器的网卡中的另一端。如果连接正确并且工作正常，网卡的 LED 将呈黄色和绿色，以表示网络连接状态。查看 PC 的 NIC 适配器背面和仪器背面。

- 如果没有绿色 LED，则表示没有连接。查找硬件问题，如电缆断开、网络中断、交换机 / 集线器或路由器故障或 NIC 故障。
- 如果红色 LED 点亮，则表明 NIC 有问题。
- 如果绿色 LED 点亮，并且黄色或橙色 LED 闪动，则表明网卡已正确连接并且工作正常。此条件表示网络处于活动状态，并确认墙上插孔工作正常。

断开网络电缆连接，并确认网络报告连接断开情况。重新连接网络电缆，并确认 PC 报告连接情况。

关闭路由器的电源，然后重新打开。

- 6 检查防火墙设置，确保防火墙未阻止传入和传出通信。
- 7 可以测试以确定墙上插孔是否有问题，方法是将电缆插入正常工作的另一个插孔中。还可以将具有正常网络连接的其他设备（如膝上型电脑）插入与 HS 相同的插孔中。
- 8 如果在登录 Windows 时看到错误消息 “Service Control Manager reported an error”（服务控制管理器报告了一个错误），则表明 NIC 卡已坏或 NIC 卡的软件驱动程序已损坏。？如果发生此情况，则检查 Windows 事件查看器程序以了解详细信息。
- 9 按以下方法检查以确认计算机的网卡是否正常运行，以及是否正确安装了 TCP/IP:
 - a 单击启动 > 运行，然后输入 `cmd` 并单击确定。
 - b 输入 `ping 127.0.0.1`，然后按 [Enter]。您应看到类似于以下内容的四行信息 “**Reply from 127.0.0.1:bytes=32 time<10ms TTL=64**”。如果看到任何其他信息，则表明 NIC 卡有问题。重新安装 NIC 适配器的驱动程序，如果问题仍然存在，则更换 NIC 适配器并重新配置它。



```

C:\>ping 127.0.0.1

Pinging 127.0.0.1 with 32 bytes of data:
Reply from 127.0.0.1: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 127.0.0.1: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 127.0.0.1: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 127.0.0.1: bytes=32 time<1ms TTL=128

Ping statistics for 127.0.0.1:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms
  
```

- c 您可能必须重新安装 NIC 适配器及其附带的软件驱动程序。
- d 如果获得正常的 ping 响应，接下来可以 ping PC IP 地址。您应看到类似于以下内容的四行信息 “**Reply from 192.176.xxx.xxx:bytes=32 time<10ms TTL=64**”。如果

ping 成功，则表明 TCP/IP 已安装并正确进行了初始化。如果看到任何其他信息，则表明 TCP/IP 协议有问题。从网络配置中移除 TCP/IP 协议，然后重新安装它。

如果 ping 失败并显示 “Request timed out”（请求超时）错误

- 1 检查接线（电缆是否已拔出？）。
- 2 测试电缆连接，方法是断开电缆然后重新连接它，检查 PC 的网络连接状态。
- 3 检查集线器、交换机或路由器设置。确保仪器未连接到交换机或集线器级联端口。尝试使用其他交换机或集线器。
- 4 关闭集线器 / 交换机或路由器电源，然后重新打开其电源，重复仪器的 ping 测试。使用交叉电缆（无交换机 / 集线器）连接到一台仪器并再次进行 ping。

如果 ping 成功，但仍然无法连接

- 1 考虑网络是否非常忙。如果网络通信流量非常大，则可能会干扰数据采集和仪器控制。监视交换机或集线器上的冲突指示灯。
- 2 确认仪器和数据系统中使用的 IP 地址是相同的。
- 3 如果仪器成功响应了 ping 请求，但无法将仪器与数据系统连接起来，则需要确认 Windows TCP/IP 设置（特别是子网掩码和网关设置）对于所选网络而言是正确的。PING 只能检查硬件级别，而不是子网掩码或网关。网关和子网掩码可能不正确，您可以 PING（接收答复）仪器，但不能使用数据系统连接仪器。
- 4 仪器可能正由其他软件应用程序使用。
- 5 再次检查数据系统软件中的仪器配置。必须将 HS 配置为正确的仪器类型，如配置为 7697A 顶空进样器，而不是 GC。

GC 在 HS 进样后未启动

如果 HS 进行进样，但 GC 未启动运行，则检查以下情况：

- 此方法的顶空进样器多次顶空萃取模式。按 [Adv Function]（高级功能），然后选中 **Extraction Mode**（萃取模式）。如果执行浓缩萃取，HS 只能在最后的浓缩进样后启动 GC 运行。
- APG 远程电缆连接。
- HS 方法 APG 远程启用设置。如果关闭，HS 不会在进样前等待 GC 就绪。

- HS 方法的**系统未就绪**序列操作设置。如果设置为继续，则不管 GC 就绪状态如何，HS 都将进行进样。
- GC 就绪状态。如果 GC 未就绪，则不会启动。

8 电子设备

检查顶空进样器电源配置	61
执行仪器自检	62
加热区关闭	62

本节介绍如何解决顶空进样器电子设备（包括温度控制）中的问题。

检查顶空进样器电源配置

必须根据当地电源电压对顶空进样器进行正确配置。要检查 HS 的当前电源配置，请阅读仪器背面的标签。



如果显示的电源配置与电源电压不匹配，请与 Agilent 联系。您需要获得正确的电压配置插头和电源线。详细信息，请参见[安装手册](#)和[现场准备指南](#)。

执行仪器自检

仪器在启动期间执行自检。

- 1 关闭仪器。
- 2 等待约 1 分钟，然后打开仪器电源。如果主状态显示在显示屏上，则表示仪器通过了自检。



加热区关闭

顶空进样器控制以下区域的温度：样品瓶柱箱、样品定量环和阀以及传输线。（如果使用可选的样品盘冷却装置，则这是又是一个受控区域。）如果加热区不在其允许的温度范围内（低于最低温度或高于最高温度），则会显示错误消息。根据问题的严重性，HS 可能还会关闭区域以防止造成损坏或伤害。造成加热区关闭有很多原因：

- 仪器的电力供应问题。
- 区域控制电子部件出现故障。
- 缩短的或打开的温度传感器。
- 缩短的或打开的加热器。

要从此状态恢复，请执行以下操作：

- 1 按 **[Status]**（状态），然后查看其他消息。
- 2 按 **[Temps]**（温度）。查看任何其他消息。
- 3 滚动到引起冲突的加热区，然后按 **[Off/No]**（关 / 否）以关闭任何声音警报。
- 4 检查可能导致问题的所有问题：
 - 传输线和六通阀上的热盖丢失
 - 传输线上的绝缘材料丢失或损坏
 - HS 上的外盖丢失
 - 通过加热器 / 传感器电缆安装的进样阀盖板

- 5 关闭 HS 的电源，然后重新打开。
- 6 如果该问题仍未解决，请联系 Agilent 以获取服务。

