

Газовый хроматограф Agilent серии 7890

Устранение неполадок



Agilent Technologies

Предупреждения

© Agilent Technologies, Inc., 2013 г.

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 любой форме и любыми средствами (в том числе электронными средствами хранения и обработки информации), а также переведена на другой язык без предварительного письменного разрешения компании Agilent Technologies, Inc.

Обозначение документа

G3430-91053

Издание

Издание 1-е, январь 2013 г.

Отпечатано в США

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

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

Гарантия

Приведенная в этом документе информация предоставляется на условиях «как есть». Она может быть изменена без уведомления в следующих изданиях. В наибольшей степени, допускаемой действующим законодательством, компания Agilent отказывается от всех гарантий, явных или подразумеваемых, относительно данного документа и приведенной в нем информации, включая, но не ограничиваясь, подразумеваемую гарантию высоких коммерческих качеств и пригодности для конкретных целей. Компания Agilent не несет ответственности за ошибки в этом документе, а также за случайный или преднамеренный ущерб, полученный 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 предупреждением «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 предупреждением «ОСТОРОЖНО!», допустимо только при полном понимании и соблюдении всех указанных требований.

Содержание

1 Основные понятия и процедуры

Основные понятия	10
Устранение неполадок с помощью данного руководства	10
Клавиши [Status] (Состояние)	10
Ошибки	11
Системы ГХ/МСД 7890B/5977	12
Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям	13
Конфигурация впускного канала и детектора	13
Конфигурация колонки	13
Конфигурация АПЖМ	14
Конфигурация газа	14
Просмотр журнала циклов, журнала обслуживания и журнала событий	15
Журнал циклов	15
Журнал обслуживания	15
Журнал событий	15
Информация, которую необходимо собрать перед обращением в Agilent с просьбой об обслуживании	16

2 Признаки неполадки АПЖМ и детектора

Ошибки плунжера	18
Процедура	18
АПЖМ (7693A) неправильно управляет пробиркой	19
Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7693A/7650A	21
АПЖМ (7683) неправильно управляет пробиркой	22
Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7683B	24
Игла шприца сгибается во время ввода во впускной канал	25
ПИД не проходит проверку на ток утечки	26
Возможные причины	26
Процедура	26
АФД не проходит проверку на ток утечки	27
ПИД не проходит проверку базовой линии	28
Устранение пониженной чувствительности для ПИД	29
ПИД не воспламеняется	30

ПИД не накаляется во время последовательности зажигания	31
Коррозия коллектора ПИД или свечи воспламенителя	33
ПФД не воспламеняется	34
Не удается выполнить процедуру настройки смещения АФД	36
Буртик ПФД не зажигается	37
ПФД ⁺ температура не входит в состояние готовности	38
Мигает индикатор «Not Ready» (Не готов): Ошибка детектора/напряжение катода ТПД	39
Отключение (неисправного) устройства	40

3 Хроматографические признаки

Время удерживания не воспроизводится	42
Пиковыe области не воспроизводятся	43
Примеси или перенос	44
Изолируйте источник	44
Проверьте возможные причины — все сочетания впускного канала и детектора	44
Пики превышают ожидаемые	47
Пики не отображаются или отсутствуют	48
Подъем базовой линии во время выполнения программы температуры терmostата	50
Низкое разрешение пиков	51
Размывание границы пика	52
Размывание границы пика АФД	53
Пик точки кипения или низкая чувствительность к молекулярной массе	54
Для любого впускного канала, работающего в разделенном режиме с любым детектором	54
Для любого впускного канала, работающего в режиме без разделения с любым детектором	54
Деструкция пробы во впусканом канале/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 (иДЗЭ)	63

Оценка выводимого сигнала	64
Чувствительность	65
Примеси (высокая базовая линия)	66
Область или высота пика слишком малы (низкая чувствительность)	
67	
Устранение пониженной чувствительности для ПИД	68
Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла и при попытках	
произвести повторное зажигание	70
Выход базовой линии ПИД выше 20 пА	72
Вывод базовой линии ПИД на максимуме (ок. 8 млн.)	73
Пламя ПФД гаснет во время выполнения цикла и при попытках	
произвести повторное зажигание	74
Подавление и повторяемость ПФД	75
Слишком высокий или слишком низкий вывод ПФД	76
Области низкого пика ПФД	77
Ширина большого пика ПФД на половине высоты	78
Высокий выход базовой линии ПФД > 20 пА	79
Подавление растворителя АФД	80
Низкая реакция АФД	81
Выход базовой линии АФД > 8 млн	83
Неправильная работа процесса настройки смещения АФД	84
Низкая селективность АФД	85
При ТПД наблюдаются отрицательные пики	86
В базовой линии ТПД присутствуют приглушенные синусоидальные	
пики с сигналами шума (звенящая базовая линия)	87
В пиках ТПД на границе присутствует отрицательная ступенька	88

4 Признаки неготовности ГХ

ГХ не переходит в состояние готовности	90
Поток не переходит в состояние готовности	91
Температура внутри 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 заданного значения давления или потока	96
Превышено заданное значение давления или потока газа	97

Неустойчивое давление или поток во впускном канале.	98
Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее заданному значению, в разделенном канале	99
Измеряемый поток в колонке не совпадает с отображаемым потоком	100
ПИД не воспламеняется	101
Воспламенитель ПИД не загорается после нескольких попыток зажигания	102
Скорости водорода и поддувочного газа, измеренные с помощью ПИД или АФД, намного меньше контрольной точки	104
Не удается выполнить процедуру настройки смещения АФД	105
ПФД не воспламеняется	106
Клапан не готов	108
Внешние клапаны	108
Клапаны для отбора газообразных проб	108
Многопозиционный клапан	108
Мигает индикатор «Not Ready» (Не готов): Ошибка детектора/напряжение катода ТПД	109

5 Признаки выключения

Выключения из-за проблем с колонкой	112
Отключения из-за проблем с подачей водорода	114
Выключение МСД 7890В	116
Выход из состояния выключения МС	117
После выхода из состояния выключения МС	117
Выключения вследствие нарушений температуры	118

6 Признаки включения и обмена данными ГХ

ГХ не включается	120
Не удается установить соединение ГХ с компьютером	121
ГХ не удается установить соединение с МСД 5977	122
ГХ не восстанавливается после обновления микропрограммы	123
ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время теста самодиагностики)	124

7 Проверка отсутствия утечек

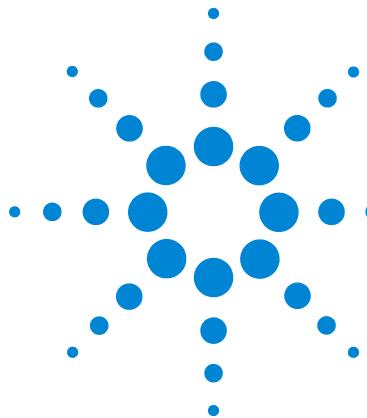
Советы по проверке отсутствия утечек	126
Проверка внешних утечек	127
Проверка утечек ГХ	129

Утечки в фитингах капиллярной колонки	130
Проверка отсутствия утечек во впускном канале	131
Установка предупреждающих ограничений для проверки отсутствия утечки	133
Отмена предела предупреждения для проверки отсутствия утечки во впускном канале	134
Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах	134
Не удается достичь контрольного значения давления	134
Низкая чувствительность или плохая повторяемость	135
Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в SS	136
Проверка утечки по затуханию давления в SS с клавиатуры ГХ	136
Устранение утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах	141
Проверка отсутствия утечек в многорежимном впусканом канале	142
Не удается достичь контрольного значения давления	142
Низкая чувствительность или плохая повторяемость	143
Проверка затухания давления МРП	144
Проверка затухания давления в многорежимном впусканом канале	144
Устранение утечек в многорежимном впусканом канале	148
Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в РР	149
Проверка затухания давления во впусканом канале РР	149
Устранение утечек во впусканом канале с набивкой	153
Проверка отсутствия утечки по затуханию давления ХПК	154
Проверка затухания давления в ХПК	154
Устранение утечек в холодном впусканом канале на колонке	158
Проверка затухания давления ИПТИ	159
Проверка затухания давления ИПТИ	159
Устранение утечек во впусканом канале ИПТИ	163
Проверка затухания давления ВКЛС	164
Проверка затухания давления ВКЛС	164
Подготовка ВКЛС к проверке на наличие утечек в закрытой системе	168
Устранение утечек в порте для летучих соединений	169

8 Процедуры устранения неполадок

Измерение скорости потока в колонке	172
-------------------------------------	-----

Измерение скорости потока в колонке ПИД, ТПД, иДЗЭ и ПФД	172
Измерение скорости потока в колонке АФД	173
Измерение скорости потока в разделенной вентиляции или при продувке септы	176
Измерение скорости потока в детекторе	178
Измерение скорости потока в ПИД, ТПД, иДЗЭ и ПФД	178
Измерение скорости потоков АФД	180
Выполнение теста самодиагностики ГХ	183
Проверка или контроль противодавления в разделенной вентиляционной линии	184
Установка предела предупреждения для проверки ловушки впускного канала	185
Отмена предела предупреждения для проверки ловушки впускного канала	186
Выполнение проверки ловушки впускного канала	187
Проверка ограничения разделенной вентиляции SS	189
Настройка смещения зажигания ПИД	190
Проверка горения пламени ПИД	191
Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время цикла воспламенения	192
Измерение утечек тока ПИД	193
Измерение выхода базовой линии ПИД	194
Определение причины шума ПИД	195
Измерение тока утечки в АФД	196
Проверка закупорки сопла ПИД	197
Проверка наличия закупоренного сопла АФД	198
Проверка воспламенения буртика АФД	199
Проверка горения пламени ПФД	200
Настройка смещения зажигания ПФД	201
Замена очистителей газа	202
Проверка наличия примесей в разделенной вентиляционной линии	203
Игнорирование состояния готовности устройства	205
Использование секундометра	206



1

Основные понятия и процедуры

Основные понятия [10](#)

Системы ГХ/МСД 7890B/5977 [12](#)

Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям [13](#)

Просмотр журнала циклов, журнала обслуживания и журнала событий [15](#)

Информация, которую необходимо собрать перед обращением в Agilent с просьбой об обслуживании [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. Данные списков не предназначены для разработки новых методов. Устраняйте неполадки на основании предположения о том, что методы работают правильно.

Это руководство содержит общие процедуры по устранению неполадок, а также сведения, необходимые перед обращением в Agilent с просьбой об обслуживании.

Это руководство описывает устранение неполадок для всех ГХ серии 7890, однако при описании клавиатуры и функций микропрограммного обеспечения используется ГХ 7890B с микропрограммным обеспечением версии B.02.01.

Функции, относящиеся только к одной модели ГХ (7890A или 7890B), отмечены отдельно.

Устранение неполадок с помощью данного руководства

Используйте следующие шаги в качестве общего подхода по устранению неполадок.

- 1 Учитывайте признаки проблемы.
- 2 Найдите необходимые признаки в этом руководстве с помощью содержания или средства **Поиск**. Прочтите список возможных причин возникновения признака.
- 3 Проверьте все возможные причины или выполните тест, который сузит круг возможных причин до полного разрешения проблемы.

Клавиша [Status] (Состояние)

Пользуйтесь клавишами **[Status]** (Состояние) и **[Info]** (Информация) на клавиатуре ГХ при использовании этой информации по устранению 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, возможно, доступна дополнительная информация. Нажмите клавишу применимого компонента (например, **[Front Det]** (Ближний детектор), **[Oven]** (Термостат) или **[Front Inlet]** (Ближний впускной канал)).

Системы ГХ/МСД 7890В/5977

При использовании с МСД 5977 ГХ 7890В и МСД плотно взаимодействуют друг с другом. Кроме простого отправления команд на начало работы и общей информации о состоянии (готов или не готов), приборы меняют свои параметры на основании состояния друг друга. Например:

- Выключение ГХ может привести к тому, что МСД выключится или защитит себя иным образом.
- Вентилирование МСД приводит к изменениям в ГХ для поддержки процесса вентиляции.
- Выключение МСД может привести к тому, что ГХ изменит свои параметры, чтобы защитить себя и МСД.
- Потеря связи между приборами может привести к изменениям в одном или обоих приборах.
- Цикл режимов сна/пробуждения ГХ запускает цикл режимов сна/пробуждения в МСД (если доступно).

Принимая во внимание это взаимодействие, всегда проверяйте дисплеи на обоих приборах и в системе данных, чтобы получить полную информацию о состоянии системы. В большинстве случаев дисплей ГХ показывает много информационных сообщений о состоянии МСД и других информационных сообщений об этом приборе.

Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям

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

Дополнительное устройство считывания штрихкодов G3494A или G3494B (только для модели 7890В) позволяет напрямую сканировать информацию о деталях (колонках, лайнерах и шприцах АПЖМ), исключая необходимость вводить эти данные с помощью клавиатуры.

Конфигурация впускного канала и детектора

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

Лайнеры: Соответствие типа лайнера меняется в зависимости от режима впускного канала ГХ, например разделенного и неразделенного режимов, 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 колонка с набивкой).

Тип буртика АФД: Всегда настраивайте тип буртика АФД. Неправильный тип может привести к плохой производительности или преждевременной поломке буртика.

Конфигурация колонки

Изменяйте конфигурацию ГХ каждый раз при подгонке или смене колонки. Кроме этого, всегда проверяйте правильная ли модель, длина, идентификатор и толщина пленки колонки отображаются в системе данных. ГХ использует данную информацию при вычислении потоков. Если не обновлять ГХ после замены колонки, это может привести к неправильным потокам, измененным или неправильным коэффициентам разделения, изменениям во времени удерживания и смене пиков.

Конфигурация АПЖМ

Для обеспечения правильной работы необходимо, чтобы конфигурация автоматического пробоотборника для жидких материалов (АПЖМ) всегда была актуальной. К элементам АПЖМ, которые должны соответствовать текущим требованиям, относятся: положение устройства ввода, размер установленного шприца и использование бутылок для растворителя и отходов.

Конфигурация газа

ОСТОРОЖНО!

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

Изменяйте конфигурацию ГХ каждый раз при изменении типа газа. Настройка ГХ на газ, отличный от используемого в настоящий момент, может привести к неправильной настройке скоростей потока.

Для выбора конфигурации газа выполните следующие действия.

- 1 Нажмите [**Config**] (Конфигурация).
- 2 Выберите соответствующий элемент детектора или колонки на дисплее и нажмите [**Enter**] (Ввод), чтобы увидеть выбранный тип газа.

Просмотр журнала циклов, журнала обслуживания и журнала событий

ГХ поддерживает 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), чтобы переключиться на необходимый журнал. На экране отобразится количество записей, содержащихся в журнале. Список можно прокручивать.

Журнал циклов

Для каждого цикла журнал циклов записывает отклонения от запланированного метода. Данный журнал перезаписывается в начале каждого нового цикла. Информацию журнала циклов можно использовать для поддержки стандартов Good Laboratory Practices (GLP), а также загружать в систему данных Agilent. Если журнал циклов содержит записи, индикатор **Run Log** (Журнал циклов) светится.

Журнал обслуживания

В журнале обслуживания сохраняется запись при каждом достижении, переустановке или изменении лимита Early Maintenance Feedback. В журнале содержатся, например, следующие данные: элемент счетчика, значение счетчика, новое значение счетчика, а также сведения о том, был ли сброшен счетчик (это указывает на замену детали). Когда журнал обслуживания заполнен, ГХ перезаписывает записи, начиная с наиболее старой.

Журнал событий

В журнале событий записываются события, например отключения, предупреждения, сбои 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 собрать перед обращением в Agilent с просьбой об обслуживании

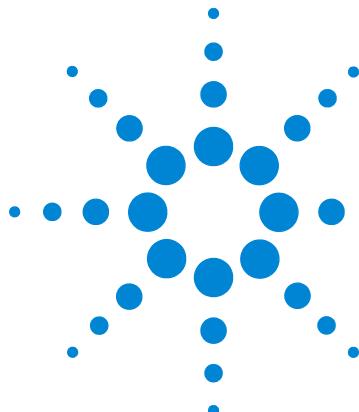
Подготовьте следующие сведения перед обращением в Agilent с просьбой об обслуживании.

- Признаки
- Описание проблемы
- Установленное оборудование и параметры/конфигурация на момент возникновения ошибки (образец, тип подаваемого газа, скорости газового потока, установленные детекторы/впускные каналы и т. д.)
- Любые сообщения, появляющиеся на дисплее ГХ
- Результаты проведенных тестов по устранению неполадок
- Подробная информация о приборе. Подготовьте следующую информацию.
 - Серийный номер ГХ, который находится на наклейке, расположенной под клавиатурой в нижней правой части ГХ.
 - Версия микропрограммного обеспечения ГХ (нажмите [**Status**] (Состояние), затем [**Clear**] (Очистка))
 - Конфигурация питания ГХ (располагается на наклейке на задней панели ГХ слева от кабеля питания ГХ)



- Конфигурацию термостата (быстрое или медленное нагревание)
- Нажмите клавишу [**Status**] (Состояние) для отображения предыдущих сообщений **Error** (Ошибка), **Not Ready** (Не готов) и **Shutdown** (Выключение).

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



2

Признаки неполадки АПЖМ и детектора

- Ошибки плунжера 18
- АПЖМ (7693A) неправильно управляет пробиркой 19
- Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7693A/7650A 21
- АПЖМ (7683) неправильно управляет пробиркой 22
- Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7683B 24
- Игла шприца сгибается во время ввода во впускной канал 25
- ПИД не проходит проверку на ток утечки 26
- АФД не проходит проверку на ток утечки 27
- ПИД не проходит проверку базовой линии 28
- Устранение пониженной чувствительности для ПИД 29
- ПИД не воспламеняется 30
- ПИД не накаляется во время последовательности зажигания 31
- Коррозия коллектора ПИД или свечи воспламенителя 33
- ПФД не воспламеняется 34
- Не удается выполнить процедуру настройки смещения АФД 36
- Буртик ПФД не зажигается 37
- ПФД⁺ температура не входит в состояние готовности 38
- Мигает индикатор «Not Ready» (Не готов): Ошибка детектора/
напряжение катода ТПД 39
- Отключение (неисправного) устройства 40



Ошибки плунжера

Если АПЖМ сообщает о возникновении ошибки ближнего или дальнего плунжера, проверьте следующие возможные причины.

- Плунжер шприца залипает или ненадежно соединен с держателем плунжера.
- Электромагнит плунжера заедает.
- Энкодер держателя плунжера неисправен.
- Механизм держателя плунжера автоматического устройства для ввода проб 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 липкость или заклинивание. При необходимости замените шприц ([7693A](#), [7650A](#), [7683](#)).
- 2 Проверьте вязкость пробы по параметру вязкости. При необходимости сбросьте параметр вязкости.
- 3 Перезапустите последовательность.
- 4 Если ошибка повторяется, обратитесь в компанию Agilent за обслуживанием. Е

АПЖМ (7693А) неправильно управляет пробиркой

Для получения дополнительной информации см. документацию по работе с пробоотборником.

При обнаружении пробирки для пробы, в отношении которой осуществлялось неправильное управление, выполните следующие действия.

- Проверьте отсутствие сгибов и складок в винтовой крышки, особенно вблизи горльышка пробирки для пробы.
- Используйте пробирки для проб, рекомендованные компанией Agilent.

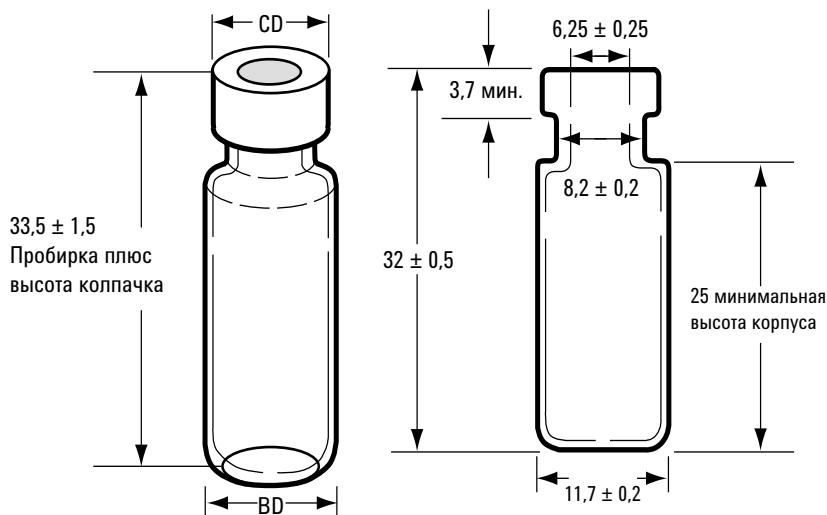
На рисунке ниже показаны критически важные размеры вставок пробирок и микропробирок для проб, которые необходимо использовать в системе АПЖМ 7693А.

Данные размеры не представляют собой полный набор требований.

Диаметр корпуса (BD) = $11,7 \pm 0,2$

Диаметр колпачка (CD) = $BD \times 1,03$ максимум

Все измерения приведены в миллиметрах



Максимальная высота пробирки с крышкой

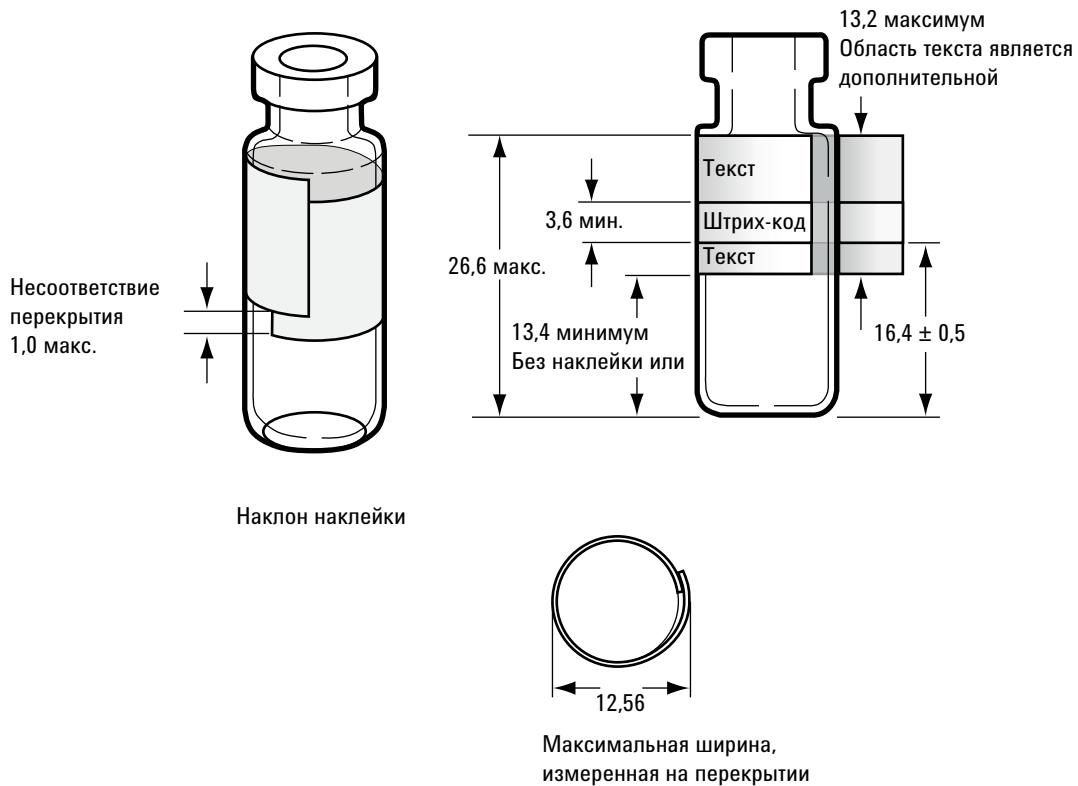
Пробирка для проб с винтовой крышкой

- Если используется лоток G4514A, убедитесь, что установлена турель для передачи.
- Проверьте метки проб (если используются).
 - Проверьте правильность размеров.
 - Убедитесь, что метки не соприкасаются с зажимом.

2 Признаки неполадки АПЖМ и детектора

На пробирках предусмотрены наклейки для записей, что облегчает маркировку. Если вы решили создавать и применять собственные метки, компания Agilent Technologies рекомендует использовать расположение и максимальную толщину меток, приведенные на рисунке ниже.

Все измерения приведены в миллиметрах



- Убедитесь, что стойки лотка для пробирок чисты и зафиксированы в его основании.
- **Откалибруйте систему.**

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

Если индикатор режима выравнивания включен, сначала убедитесь, что турель установлена правильно. Затем выполните процедуру выравнивания, как описано в руководстве Установка, эксплуатация и обслуживание автоматического пробоотборника для жидких материалов 7693А или руководстве Установка, эксплуатация и обслуживание автоматического пробоотборника для жидких материалов 7650А.

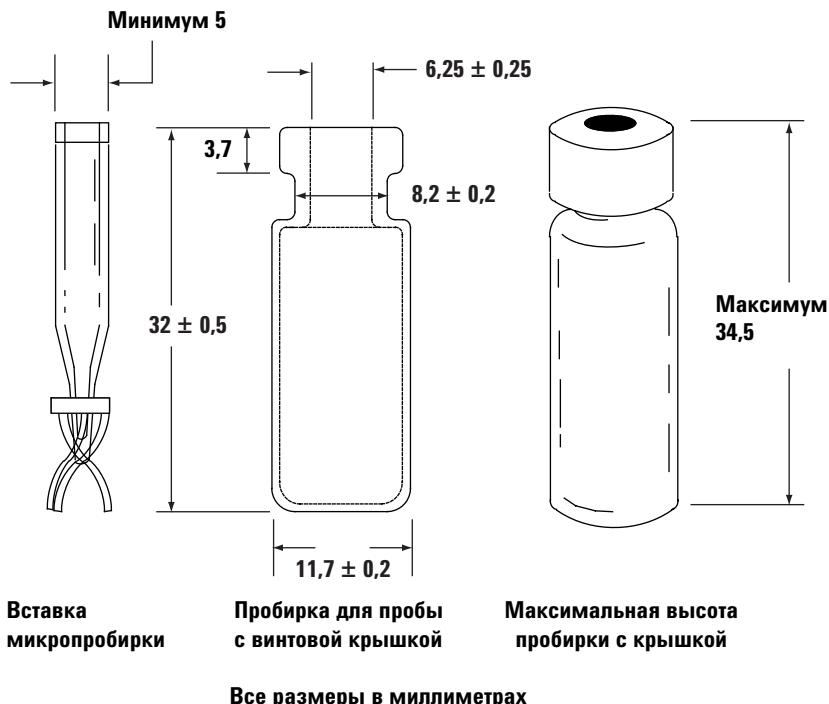
АПЖМ (7683) неправильно управляет пробиркой

Для получения дополнительной информации см. документацию по работе с пробоотборником.

При обнаружении пробирки для пробы, в отношении которой осуществлялось неправильное управление, выполните следующие действия.

- Проверьте отсутствие сгибов и складок в винтовой крышки, особенно вблизи горльышка пробирки для пробы.
- Используйте пробирки для проб, рекомендованные компанией Agilent.
 - Расстояние от дна пробирки до верхушки горльышка должно составлять приблизительно 28,4 мм.
 - Диаметр горльышка бутылки должен составлять $8,2 \pm 0,2$ мм. В устройствах ввода и лотках пробоотборника используются пробирки для проб из прозрачного или янтарного стекла с винтовыми крышками или пробирки Target® DP™ с закручивающимися крышками. Используйте пробирки из янтарного стекла для светочувствительных проб. Полный список расходных материалов и оборудования для допустимых типов пробирок см. в каталоге Agilent. Несовместимые пробирки для проб вызывают ошибки лотка и турели.

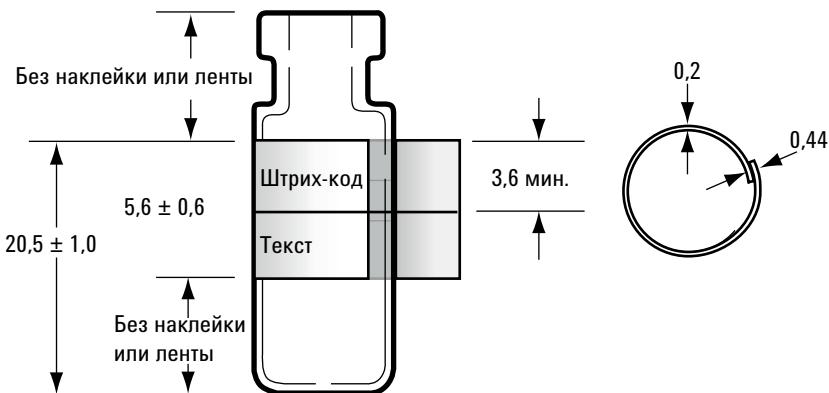
На рисунке ниже показаны критически важные размеры вставок пробирок и микропробирок для проб, которые необходимо использовать в пробоотборнике. Данные размеры не представляют собой полный набор требований.



- Если используется лоток и устройство ввода G2913A, убедитесь, что установлена турель для передачи.
- Проверьте метки проб (если используются).
 - Проверьте правильность размеров.
 - Убедитесь, что метки не соприкасаются с зажимом.

На пробирках предусмотрены наклейки для записей, что облегчает маркировку. Если вы решили создавать и применять собственные метки, компания Agilent Technologies рекомендует использовать расположение и максимальную толщину меток, приведенные на рисунке ниже.

Все измерения приведены в миллиметрах



- Убедитесь, что стойки лотка для пробирок чисты и зафиксированы в его основании.
- Если лотку не удается подать или извлечь пробирки из считывателя штрих-кодов, выполните следующие действия.
 - 1 Нажмите [Config] (Конфигурация).
 - 2 Прокрутите до нужной строки и выберите **Sample tray** (Лоток проб).
 - 3 Перейдите к пункту **Grip offset** (Смещение захвата) и нажмите [Mode/Type] (Режим/Тип).
 - 4 Прокрутите до необходимой регулировки (**Up** (Вверх), **Default** (По умолчанию) или **Down** (Вниз)) и нажмите [Enter] (Ввод).
- Если при поднятии или опускании пробирки для проб она касается боковой стороны отверстия турели, отрегулируйте вращение турели.
В случае использования 7683B отрегулируйте высоту зажима следующим образом.
 - 1 Нажмите [Config] (Конфигурация).
 - 2 Прокрутите до нужной строки и выберите **Sample tray** (Лоток проб).
 - 3 Перейдите к пункту **Front injector offset** (Смещение ближнего устройства ввода) и нажмите [Mode/Type] (Режим/Тип).
 - 4 Прокрутите до необходимой регулировки (**Clock** (По часовой стрелке), **Counterclock** (Против часовой стрелки) или **Default** (По умолчанию)) и нажмите [Enter] (Ввод).

Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7683В

Дополнительную информацию см. в руководстве Установка, эксплуатация и обслуживание автоматического пробоотборника для жидких материалов 7683В.

Когда индикатор режима выравнивания включен, устройство ввода не будет работать, пока не будет выполнена следующая процедура.

- 1** Когда устройство ввода не работает, откройте крышку башни устройства ввода.
- 2** Сдвиньте каретку шприца вверх до упора.
- 3** Снимите шприц.
- 4** Осторожно извлеките узел держателя иглы из устройства ввода.
- 5** Ручкой нажмите на кнопку выравнивания в углублении над индикаторами, а затем закройте крышку.
- 6** Устройство ввода выполнит следующие действия.
 - a** Турель вращается, чтобы проверить, извлечен ли узел держателя иглы, а затем вращается, чтобы определить тип установленной турели.
 - b** Каретка шприца перемещается полностью вниз, а затем возвращается наверх и освобождает турель.
 - c** Каретка шприца постепенно опускается, пока не коснется турели. Таким образом устанавливается ее положение относительно турели.
 - d** Плунжер передвигается для калибровки шести остановок. Понаблюдайте за каждым из шести действий, чтобы убедиться, что последовательность работы плунжера является правильной. Если он пропускает остановки, отправьте устройство ввода на ремонт в компанию Agilent.
- 7** По завершении выравнивания зажигается индикатор «Ready» (Готов), а пробоотборник возвращается в состояние готовности. Установите узел держателя иглы и шприц.

Игла шприца сгибается во время ввода во впускной канал

ОСТОРОЖНО!

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

Для получения дополнительной информации см. документацию АПЖМ.

[Установка, эксплуатация и обслуживание автоматического пробоотборника для жидких материалов 7683В](#)

[Установка, эксплуатация и обслуживание автоматического пробоотборника для жидких материалов 7693А](#)

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

- Убедитесь, что гайка септы ГХ не затянута слишком плотно.
- Убедитесь, что шприц правильно установлен в каретке.
- Убедитесь, что направляющая и опора иглы чистые. Удалите любые остатки или налет септы. Установите новый узел держателя иглы (7683) или основание опоры иглы (7693А или 7650А) при необходимости.
- При использовании впускного канала для охлаждения на колонке убедитесь, что для шприца установлена подходящая вставка. Для получения дополнительной информации см. раздел [Проверка соответствия размеров иглы и колонки на впусканом канале ХПК](#).
- Убедитесь, что используете подходящий шприц. Общая длина цилиндра шприца и иглы должна составлять приблизительно 126,5 мм.
- Убедитесь, что размеры пробирки для пробы соответствуют требованиям. См. [“АПЖМ \(7693А\) неправильно управляет пробиркой”](#) или [“АПЖМ \(7683\) неправильно управляет пробиркой”](#).
- Проверьте правильность установки винтовой крышки. См. документацию пробоотборника.

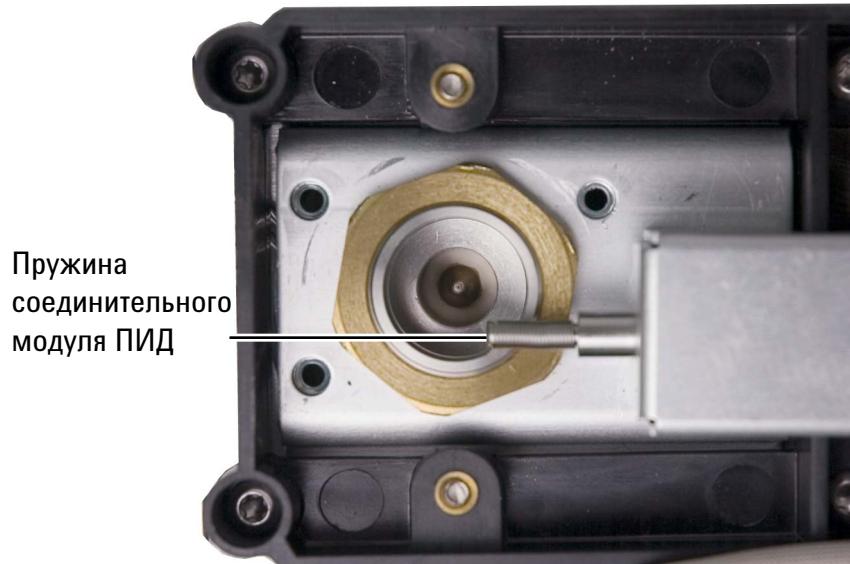
ПИД не проходит проверку на ток утечки

Возможные причины

Непройденная проверка на ток утечки обычно свидетельствует о неправильной сборке, загрязнении или поврежденной детали.

Процедура

- 1 Если вы только что выполнили обслуживание ПИД, перед устранением неполадок детектора сначала проверьте правильность его сборки.
- 2 Замените фторопласт (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 пружина соединительного модуля повреждена, погнута или загрязнена, обратитесь в компанию Agilent за обслуживанием.

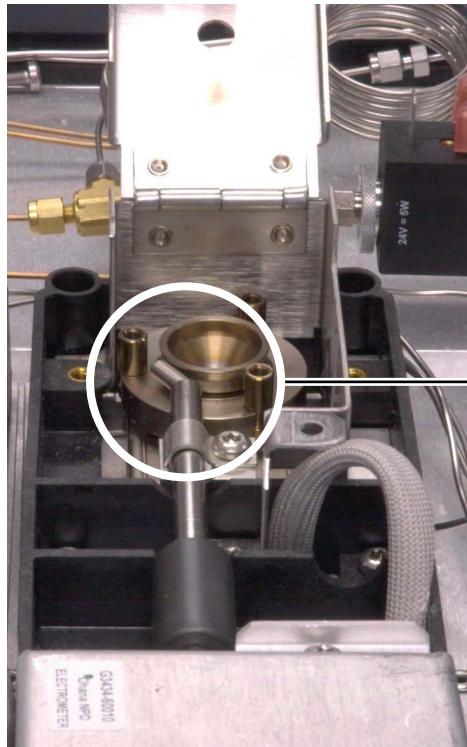


АФД не проходит проверку на ток утечки

Непройденная проверка на ток утечки обычно свидетельствует о неправильной сборке, загрязнении или поврежденной детали.

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

- 1 Замените **керамические изоляторы**. Выполните повторную проверку.
- 2 Доведите напряжение буртика до 0,0 В. Отключите настройку смещения. Осмотрите вывод (ток утечки).
- 3 Извлеките буртик и храните его в безопасном месте.
- 4 Открутите три винта, фиксирующие крышку, а затем снимите ее.
- 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 пружина соединительного модуля повреждена, погнута или загрязнена, обратитесь в компанию Agilent за обслуживанием.



- 6 Если пружина соединительного модуля не повреждена и не загрязнена, а уровень сигнала на выходе с детектора по-прежнему высок, обратитесь в компанию Agilent за обслуживанием.

ПИД не проходит проверку базовой линии

Если вы только что выполнили обслуживание ПИД, перед устранением неполадок детектора сначала проверьте правильность его сборки.

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

- Убедитесь в чистоте и качестве газа.
- Замените грязные/изношенные ловушки химикатов.
- Выполните прокаливание детектора.

Устранение пониженной чувствительности для ПИД

См. “Устранение пониженной чувствительности для ПИД”.

ПИД не воспламеняется

- Убедитесь, что смещение пламени составляет $\leq 2,0$ пА.
- Убедитесь, что температура ПИД достаточно высокая для зажигания (>150 °C). Компания Agilent рекомендует работать при температуре >300 °C.
- Убедитесь, что воспламенитель ПИД загорается во время цикла зажигания. См. раздел [Проверка работоспособности воспламенителя ПИД при зажигании](#).
- Убедитесь, что давление воздуха и водорода соответствует рекомендациям компании Agilent (для водорода: > 35 psi [210 кПа]; для воздуха: > 55 psi [380 кПа]). См. Руководство Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ.
- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПИД. Это упростит зажигание и не потребует изменения контрольных значений.
- Продолжайте повышать скорость потока водорода и снижать или отключать поток поддувочного газа, пока не произойдет зажигание, после этого снизьте их до значений, определенных в методе. Изменяйте значения для получения наилучших результатов.

Благодаря повышению скорости потока водорода и снижению 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.

- Убедитесь, что сопло не закупорено полностью или частично. (См. [Проверка наличия закупоренного сопла ПИД](#).)
- Измерьте значения скорости потока ПИД. Действительные значения скорости потоков должны отличаться от контрольного значения на $+/-10\%$. (См. [Начальные условия для ПИД](#)). Соотношение водорода и воздуха существенно влияет на зажигание. Неоптимальные параметры потоков могут препятствовать зажиганию пламени. (См. [Измерение скорости потока в детекторе](#).)
- Если пламя по-прежнему не зажигается, возможно, в системе присутствует крупная утечка. Крупные утечки вызывают различия между скоростями измеренного и реального потоков, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки в ПИД. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#)).
- Проверьте скорость потока колонки. (См. [Измерение скорости потока в колонке](#)). Скорость потока водорода должна превышать сумму скоростей потока в колонке и поддувочного потока.
- Если по анализу допустимо, замените азот на гелий, чтобы использовать его в качестве поддувочного газа.

ПИД не накаляется во время последовательности зажигания

ОСТОРОЖНО!

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

- 1 Снимите верхнюю крышку детектора.
- 2 Включите горелку ПИД, выбрав **On** (Вкл.).
- 3 Осмотрите свечу воспламенителя через фторопластовую трубку ПИД. Малое отверстие должно светиться во время зажигания.



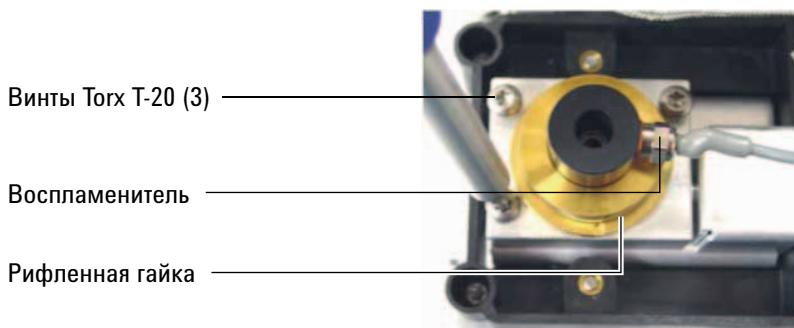
Если проверку не удается выполнить, проверьте следующие возможные причины.

- Возможно, неисправен воспламенитель. Замените воспламенитель. (См. [Выполнение обслуживания узла коллектора ПИД](#).)
- Температура детектора установлена на < 150 °C. Компания Agilent рекомендует работать с ПИД при температуре > 300 °C.
- Отсутствует необходимое заземление воспламенителя.
 - Воспламенитель должен быть плотно прикручен к корпусу ПИД.

2 Признаки неполадки АПЖМ и детектора

- Три винта T-20 Torx, удерживающих корпус коллектора, должны быть плотно затянуты.
- Латунная рифленая гайка, удерживающая корпус ПИД, должна быть плотно затянута.

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



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 образцами вызывает коррозию и утрату чувствительности.

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

ПФД не воспламеняется

- Убедитесь, что температура ПФД достаточно высока для зажигания ($> 150^{\circ}\text{C}$).
- 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 Рекомендуемые скорости потока ПФД⁺

	Скорость потока в серном режиме, мл/мин	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин
Носитель (водород, гелий, азот, аргон)		
Колонки с набивкой	от 10 до 60	от 10 до 60
Капиллярные колонки	от 1 до 5	от 1 до 5
Газы детектора		
Водород	60	60
Воздух	60	60
Газ-носитель + поддувочный газ	60	60

Таблица 2 Рекомендуемые скорости потока ПФД

	Скорость потока в серном режиме, мл/мин	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин
Носитель (водород, гелий, азот, аргон)		
Колонки с набивкой	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
Газ-носитель + поддувочный газ	60	60

- Измерьте действительные скорости потоков детектора. (См. [Измерение скорости потока в детекторе](#).)
- Возможно, колонка [установлена слишком высоко](#) в детекторе.
- Убедитесь, в том, что работает воспламенитель ПФД. См. [Проверка горения пламени ПФД](#).
- Во время последовательности зажигания отобразите скорость потока воздуха. Скорость потока воздуха должна приближаться к 200 мл/мин (7890A) или 400 мл/мин (7890B) при попытках зажечь пламя. В противном случае давление подачи воздуха будет недостаточным.
- Проверьте колонку и скорости поддувочных потоков.
- Убедитесь, что конденсат в вентиляционной трубе не попадает обратно в детектор. Гибкая пластиковая вентиляционная труба должна вести от детектора к контейнеру, не провисая, для правильного высушивания водяного конденсата. Открытый конец трубки должен находится над водой.
- Проверьте значение **Lit offset** (Смещение зажигания). Обычное значение параметра **Lit offset** (Смещение зажигания) составляет 2,0. При значении 0,0 функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- В системе может присутствовать большая утечка, если пламя по прежнему не горит. Большие утечки вызывают различия между скоростями измеренного и реального потоков, что приводит к неидеальным 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 контрольных значений.
- В определенных рабочих условиях пламя проще зажечь, сняв вентиляционную трубу. После того как пламя зажжется, установите вентиляционную трубу на место.
- Зажечь пламя в серном режиме особенно сложно (только ПФД, не ПФД⁺). Попробуйте перейти к потокам фосфорного режима, зажечь пламя и постепенно изменить показатели потоков на значения серного режима.
- Проверьте соединения кабелей с муфтой, соединение муфты со свечей, затяните свечу.

Не удается выполнить процедуру настройки смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. Проверка наличия закупоренного сопла АФД.)
- Измерьте действительные скорости потоков детектора. (См. [Измерение скорости потока в детекторе](#).) Если скорости потоков водорода или продувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние буртика. [Замените](#) при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока. См. [Информация о потоках, температурах и состоянии буртика](#).
- Если процедуру по-прежнему не удается выполнить, в системе может присутствовать большая утечка. Это вызывает различия между скоростями измеренного и реального потоков. Тщательно проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)
- Установите время выравнивания на 0.0.

Буртик ПФД не зажигается

- Установите время выравнивания на 0.0.
- Убедитесь в правильности и соответствии параметров потока. См. [Информация о потоках, температурах и состоянии буртика](#).
- Если процедуру по-прежнему не удается выполнить, в системе может присутствовать большая утечка. Это вызывает различия между скоростями измеренного и реального потоков. Тщательно проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки/адаптера детектора. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#).)
- Проверьте наличие сообщений о неполадках. Нажмите **[Service Mode]** (Режим обслуживания), затем перейдите в **Diagnostics > Front detector** (Диагностика > Ближний детектор) или **Back Detector > Detector signal** (Дальний детектор > Сигнал детектора). Также можно считать напряжение буртика.
- Проверьте состояние буртика. [Замените](#) при необходимости.
- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. [Проверка наличия закупоренного сопла АФД](#).)
- Измерьте действительные скорости потоков детектора. (См. [Измерение скорости потока в детекторе](#).) Если скорости потоков водорода или продувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.

ПФД⁺ температура не входят в состояние готовности

Если ПФД⁺ температура эмиссионного блока не входит в состояние готовности:

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

Мигает индикатор «Not Ready» (Не готов): Ошибка детектора/ напряжение катода ТПД

Если катод ТПД разомкнут, мигает индикатор «Not Ready» (Не готов), а ГХ не входит в состояние готовности.

- 1 Нажмите [**Status**] (Состояние). Если на экране отображается **Front detector hardware fault** (Ошибка оборудования ближнего детектора) или (**Back** (Дальний) или **Aux detector hardware fault** (Ошибка оборудования дополнительного детектора)), проблема заключается в катоде ТПД.
 - 2 Нажмите [**Front Det**] (Ближний детектор) (или [**Back Det**] (Дальний детектор) или [**Aux Det #**] (Дополнительный детектор)).
 - 3 Если на дисплее появилось сообщение **Fault: TCD Filament Voltage** (Ошибка: напряжение катода ТПД), прокрутите до заданного значения **Filament** (Катод).
- Если заданное значение мигает **Off** (Выкл.), проблема заключается в разомкнутом катоде ТПД.
- 4 Включите/выключите ГХ.
 - 5 Нажмите [**Front Det**] (Ближний детектор) (или [**Back Det**] (Дальний детектор) или [**Aux Det #**] (Дополнительный детектор)).
 - 6 Прокрутите до пункта **Filament** (Катод) и нажмите [**Off/No**] (Выкл./Нет), чтобы отключить катод ТПД. Обратитесь в компанию Agilent для обслуживания.

Чтобы продолжить использовать ГХ без ТПД, выполните следующие действия.

- 1 Отключите все параметры ТПД. Сохраните метод.
- 2 Перенастройте ГХ на использование другого детектора. Переместите колонку и задайте другие параметры при необходимости.

Отключение (неисправного) устройства

По умолчанию ГХ отслеживает состояние всех настроенных устройств (впускных каналов, детекторов, нагревателей клапанных коробок, клапанов, нагревателя термостата, модулей ЭКД и т. д.) и входит в состояние готовности, когда на всех устройствах достигается заданное значение. Если ГХ определяет проблему в одном из этих устройств, ГХ либо не входит 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 следующий. Нагреватель выпускного канала или детектора неисправен. Обычно эта неполадка не позволяет ГХ войти в состояние готовности и запустить цикл. Однако ГХ можно настроить таким образом, что эта неисправность не будет учитываться и можно будет использовать другой выпускной канал или детектор до тех пор, пока устройство не будет отремонтировано.

Можно не учитывать лишь некоторые устройства. В частности, можно не учитывать состояние готовности выпускных каналов, 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 они используются. (Убедитесь в отсутствии угрозы безопасности.)
- 2 Нажмите **[Config]** (Конфигурация), затем выберите элемент.
- 3 Прокрутите до параметра **Ignore Ready** (Игнорировать состояние готовности) и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да), чтобы установить значение **True** (Истина).

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

ВНИМАНИЕ

Отключайте проверку состояния готовности используемого устройства, только если достижение им заданного значения не важно.

После того как неисправное устройство будет отремонтировано, для него снова необходимо установить значение **Ignore Ready = False** (Игнорировать состояние готовности = Ложь). В противном случае его состояние (температура, поток, давление и т. д.) будет и дальше не учитываться, даже если это устройство используется в анализе.

Чтобы состояние готовности того или иного устройства учитывалось, установите для параметра **Ignore Ready** (Игнорировать состояние готовности) значение **False** (Ложь).

3

Хроматографические признаки

- Время удерживания не воспроизводится 42
Пиковые области не воспроизводятся 43
Примеси или перенос 44
Пики превышают ожидаемые 47
Пики не отображаются или отсутствуют 48
Подъем базовой линии во время выполнения программы температуры термостата 50
Низкое разрешение пиков 51
Размытие границы пика 52
Пик точки кипения или низкая чувствительность к молекулярной массе 54
Деструкция пробы во впускном канале/отсутствие пиков 55
Фронтальный пик 56
Детектор с шумами, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии 57
Шум и чувствительность микродетектора захвата электронов (иДЗЭ) 63
Область или высота пика слишком малы (низкая чувствительность) 67
Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла и при попытках произвести повторное зажигание 70
Выход базовой линии ПИД выше 20 пА 72
Выход базовой линии ПИД на максимуме (ок. 8 млн.) 73
Пламя ПФД гаснет во время выполнения цикла и при попытках произвести повторное зажигание 74
Подавление и повторяемость ПФД 75
Слишком высокий или слишком низкий вывод ПФД 76
Области низкого пика ПФД 77
Ширина большого пика ПФД на половине высоты 78
Высокий выход базовой линии ПФД > 20 пА 79
На хроматографическом выводе ПФД отображаются обрезанные пики HIDDEN
Подавление растворителя АФД 80
Низкая реакция АФД 81
Выход базовой линии АФД > 8 млн 83
Неправильная работа процесса настройки смещения АФД 84
Низкая селективность АФД 85
При ТПД наблюдаются отрицательные пики 86
В базовой линии ТПД присутствуют приглушенные синусоидальные пики с сигналами шума (звенящая базовая линия) 87
В пиках ТПД на границе присутствует отрицательная ступенька 88



Время удерживания не воспроизводится

- Замените септу.
- Проверьте отсутствие утечек во впускном канале, лайнере (если используется) и соединении колонки. См. “Проверка отсутствия утечек”.
 - Проверка отсутствия утечек во впускном канале
 - Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах
 - Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в РР
 - Проверка отсутствия утечек в многорежимном впусканом канале
 - Проверка отсутствия утечки по затуханию давления ХПК
 - Проверка затухания давления ИПТИ
 - Проверка затухания давления ВКЛС
- Убедитесь, что давление подаваемого газа-носителя является достаточным. Давление, подаваемое на ГХ, должно быть по крайней мере на 40кПа (10 psi) больше максимального давления во впускном канале, необходимого для воспроизведения конечной температуры термостата.
- Запустите обычные циклы с известными стандартами для подтверждения существующей проблемы.
- Убедитесь в использовании правильного типа лайнера для вводимой пробы. См. Выбор правильного лайнера впускного канала.
- Проанализируйте, являлся ли цикл первым. (Стабилизировался ли ГХ?)
- Если вы используете ПИД или АФД и время удерживания возросло (дрейф), проверьте сопло на наличие примесей или замените его.
 - Замена сопла ПИД
 - Проверка закупорки сопла ПИД
 - Обслуживание коллектора, керамических изоляторов и сопла АФД
 - Проверка наличия закупоренного сопла АФД

Пиковые области не воспроизводятся

Проверьте работу шприца АПЖМ. См. раздел «Устранение неполадок» в руководстве по эксплуатации пробоотборника: 7693А, 7650А, 7683В.

- Замените шприц.
- Проверьте отсутствие утечек во впускном канале, лайнере (если используется) и соединении колонки. См. [“Проверка отсутствия утечек”](#).
- Проверьте уровень пробы в пробирках.
- Запустите обычные циклы с известными стандартами для подтверждения существующей проблемы.
- Проанализируйте, являлся ли цикл первым.
(Стабилизировался ли ГХ?)

Для многорежимного или разделенного/неразделенного впускного канала в режиме разделения также проверьте следующее.

- Необычное ограничение разделенной вентиляции. См.:
 - Выполнение проверки ловушки впускного канала
 - Проверка ограничения разделенной вентиляции SS.
- Для устранения небольших протечек в многорежимном или разделенном/неразделенном впусканом канале см. [Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах](#) или [Проверка отсутствия утечек в многорежимном впусканом канале](#).

Примеси или перенос

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

Изолируйте источник

- 1** Выполните запуск пустого цикла с растворителем с помощью нового, чистого источника растворителя. Если примеси исчезнут, проблема заключается в пробе или растворителе.
- 2** Выполните запуск пустого цикла (извлеките шприц из устройства ввода и запустите цикл). Если примеси исчезнут, проблема заключается в шприце.
- 3** Извлеките колонку из детектора и наденьте колпачок на фитинг детектора. Выполните другой пустой цикл. Если примеси исчезнут, проблема заключается во впускном канале или колонке. Если примеси остаются, проблема заключается в детекторе.

Проверьте возможные причины — все сочетания впускного канала и детектора

Впускной канал, пробоотборник, проба, подача газа

- Проверьте тип и установку септы. Возможно, септа пробирки растворяется в пробе. Убедитесь, что септа пробирки устойчива к используемому растворителю. Также убедитесь в том, что септа пробирки плоская. Если это не так, игла может выбить центр септы, в результате чего ее частицы попадут в пробу, что приведет к появлению примесей и ложных пиков.
- Выполните полное [обслуживание](#) впускного канала. Замените все расходные детали и прокалите впускной канал.
- Проверьте перенос пробы из предыдущих циклов. Выполните несколько пустых циклов без ввода и проверьте отсутствие ложных пиков или их уменьшение.

- Проверьте поток продувки септы. Если он очень слабый, в септе могут скапливаться примеси, или конденсат может создать закупорку на линии продувки. Для впускных каналов SS, МРП, ИПТИ и РР выполните следующие действия. Установите для потока продувки значение не менее 3 мл/мин, чтобы септа оставалась чистой. Для впускных каналов ХПК установите поток продувки септы как минимум на 15 мл/мин. Измерьте поток. См. “[Измерение скорости потока в колонке](#)”.
- Проверьте все индикаторы и даты ловушки газа-носителя.
- Проверьте [чистоту](#) газа. Запустите повторяющиеся циклы: несколько циклов с малым интервалом, несколько — с большим. Если пики примесей больше в случае циклов, запущенных с большим интервалом, скорее всего, в газе присутствуют примеси: примеси необходимо больше времени, чтобы отложиться в колонке и лайнере.
- Проверьте наличие примесей в трубке подачи и фитинге.
- Если предполагается наличие примесей во впусканом канале, выполните процедуру прокаливания ([SS](#), [МРП](#), [РР](#), [ХПК](#), [ИПТИ](#), [ВКЛС](#)).
- Проверьте работу впускных каналов. Почистите впускной канал и замените его загрязненные детали.
 - [Очистка разделенного/неразделенного впускного канала](#)
 - [Очистка набивного впускного канала с продувкой](#)
 - [Очистка холодного впускного канала на колонке](#)
 - [Очистка головки без септы во впусканом канале ИПТИ](#)
 - [Очистка многорежимного впускного канала](#)
 - [Очистка гнезда септы в узле головки с септой впускного канала ИПТИ](#)
 - [Очистка ВКЛС](#)
- Проверьте уровень растворителя в промывных бутылках АПЖМ.
- Замените шприц АПЖМ при необходимости ([7693A](#), [7683](#)).
- Проверьте объем введенной пробы. Убедитесь, что АПЖМ вводит достаточное количество пробы во впускной канал. Используйте калькулятор объема испарения растворителя для определения количества пробы, которое необходимо ввести.

- Пробирки для проб, содержащие примеси, иногда являются причиной ложных пиков. Попробуйте воспользоваться новыми или чистыми пробирками, чтобы проверить, исчезнут ли ложные пики.
- Некоторые пробы изменяются под влиянием тепла или ультрафиолетового излучения. Проверьте стабильность пробы.

Колонка, метод

- Выполните обслуживание колонки. Проведите прокаливание примесей, снимите секцию колонки с примесями вблизи впускного канала, а затем поменяйте положение и прокалите колонку при необходимости.
- Если предполагается наличие примесей в колонке, выполните процедуру прокаливания.
- Убедитесь, что программная температура термостата и заданное время являются достаточными для вводимых проб. Более широкие ложные пики, чем прилежащие пики проб, могут остаться от предыдущего цикла.
- Проверьте колонку на наличие примесей. Пробы с высоким молекулярным весом, которые содержат осадок, могут привести к появлению примесей в шприце, лайнере впускного канала или в нескольких первых дюймах колонки.
- Установите систему обратной продувки колонки Agilent.

Детектор, подача газа детектора

- Проверьте все индикаторы и даты ловушки газа-носителя.
- Проверьте чистоту газа. апустите повторяющиеся циклы: несколько циклов с малым интервалом, несколько — с большим. Если пики примесей больше в случае циклов, запущенных с большим интервалом, скорее всего, в газе присутствуют примеси: примеси необходимо больше времени, чтобы отложиться в колонке и лайнере.
- Проверьте наличие примесей в трубке подачи и фитинге.
- Если предполагается наличие примесей в детекторе, выполните процедуру прокаливания (ПИД, ТПД, цДЗЭ).
- Проверьте работу детекторов. Замените детали детектора, которые содержат примеси.
 - Обслуживание коллектора, керамических изоляторов и сопла АФД
 - Обслуживание пламенно-ионизационного детектора (ПИД)

Пики превышают ожидаемые

- Проверьте размеры каждой настроенной колонки в сравнении с обычными размерами колонки. См. “Настраиваемые элементы, которые должны всегда соответствовать текущим требованиям”. См. раздел Настройка одной колонки или Настройка нескольких колонок в руководстве по настройке колонок для продвинутых пользователей.
- Проверьте объем введенной пробы пробоотборника. В нормальном режиме ввода пробоотборник использует быстрый ввод для введения репрезентативного количества пробы. Быстрый ввод минимизирует фракционирование иглы. Хроматограммы при вводе, совершенном вручную или при помощи более медленных устройств автоввода, показывают более высокие уровни материалов с низким молекулярным весом, а не материалы с более высоким молекулярным весом, потому что летучие материалы испаряются с иглы быстрее, чем материалы с более высоким весом.
- Проверьте колпачки пробирок. Неплотно закрытые колпачки пробирок могут привести к выборочной потере более легких материалов из пробы. Колпачок не должен вращаться с легкостью, если он установлен правильно.
- Проверьте конфигурацию 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, **дважды** введите отмеченный объем при настройании размера шприца.

Пики не отображаются или отсутствуют

- При использовании автоматического пробоотборника выполните следующие действия.
 - Убедитесь, что в пробирке присутствует проба.
 - Убедитесь, что каретка плунжера АПЖМ фиксирует плунжер шприца.
 - Убедитесь, что шприц правильно установлен, а также в том, что он набирает пробу.
 - Убедитесь, что турель/лоток правильно загружены и ввод выполняется из пробирок, отсутствующих в последовательности.
 - Следите за тем, чтобы проба набиралась в шприц.
- Убедитесь, что используемый детектор предназначен для сигнала.
- Убедитесь в правильности установки колонки.
- Убедитесь, что колонка не подключена. См. “[Измерение скорости потока в колонке](#)”. Выполните [обслуживание колонки](#).
- Проверьте отсутствие утечек. См. “[Проверка отсутствия утечек](#)”.
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. См. “[Измерение скорости потока в детекторе](#)”.
- Некоторые пробы изменяются под влиянием тепла или ультрафиолетового излучения. Проверьте стабильность пробы.
- Проверьте уровень пробы в пробирке.
- Если проба вязкая, попробуйте выполнить следующие действия.
 - Увеличьте время задержки для вязкости.
 - Разведите пробу в соответствующем маловязком растворителе.
 - Выключите вентилятор башни.
 - В случае использования АПЖМ 7683В используйте четверти лотка, чтобы подогреть пробу. В случае использования АПЖМ 7693А используйте нагреватель пробирки (аксессуар G4514A: устройство считывания штрихового кода/смеситель/нагреватель), чтобы подогреть пробирку с пробой.

Если проблема заключается в детекторе, см. Таблица 3.

Таблица 3 Устранение неполадок детектора

Детектор	Решение
ПИД, ПФД	<ul style="list-style-type: none">• Убедитесь, что электрометр включен.• Убедитесь, что пламя по-прежнему горит.
ТПД	<ul style="list-style-type: none">• Убедитесь, что катод включен.• Убедитесь, что эталонный газ не установлен на ноль. (Катод не включится при нулевом потоке эталонного газа.)

Подъем базовой линии во время выполнения программы температуры термостата

- Проверьте колонку на унос.
- Проверьте отсутствие утечек/кислород во время подачи газа-носителя. Кислород может повредить капиллярные колонки связующей фазы.
- Проверьте индикатор и дату ловушки кислорода для газа-носителя.
- Выполните запуски пустых циклов с растворителем для оценки состояния базовой линии при отсутствии пробы.
- Выполните запуски пустых циклов без ввода (извлеките шприц из устройства ввода и запустите цикл) для оценки состояния базовой линии при отсутствии растворителя.
- Проверьте отсутствие примесей. См. [Примеси или перенос](#).
- Проанализируйте действие толщины пленки колонки на унос. Попробуйте использовать колонку с более тонкой пленкой.
- Проверьте отсутствие утечек в фитингах колонки. См. [“Проверка отсутствия утечек”](#).
- Подготовьте и используйте профиль компенсации колонки.

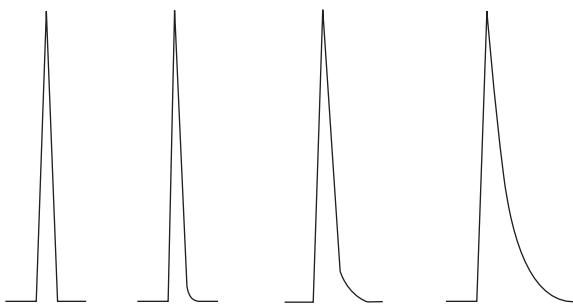
Низкое разрешение пиков

- Установите оптимальную линейную скорость для скорости потока.
- Установите и используйте дезактивированные расходные детали во впускном канале (например, лайнер).
- Выполните обслуживание колонки. Проведите прокаливание примесей, снимите секцию колонки с примесями вблизи впускного канала, а затем поменяйте положение и прокалите колонку при необходимости.
- Проверьте установку колонки с обоих концов.
- Выберите более высокое разрешение колонки.

Размывание границы пика

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

- При каких пиках размываются границы?
- Являются ли размытые границы пиков активными компонентами, всеми компонентами или же это общие направления (например, ранние или поздние элютеры)?



- Проверьте колонку на наличие большого количества примесей.
 - При использовании капиллярной колонки [удалите](#) от 1/2 до 1 метра из передней части колонки.
 - Для фазы связывания и фазы с поперечными связями промойте колонку растворителем.
 - Проверьте отсутствие примесей во впускном канале. Размывание границ иногда возрастает при сохранении структуры. Почистите впускной канал и замените детали впускного канала, которые содержат примеси. ([См. руководство по обслуживанию серии 7890.](#))
- Проанализируйте неподвижную фазу колонки (активная). Это касается только активных компонентов. Активная колонка обычно производит размывание границ, которое возрастает со временем удержания.
 - [Отрежьте](#) 1 метр от передней части колонки.
 - Замените колонку.
- Убедитесь, что колонка была правильно обрезана и установлена.
 - Еще раз обрежьте и [переустановите колонку](#) во впускной канал и замените муфты. Сделайте чистый, ровный разрез с помощью надежного инструмента.
 - Убедитесь в отсутствии протечек после установки. Если в фитинге колонки есть протечка, вы увидите повышенное размытие границ для ранних элюирующих пиков. См. [“Проверка отсутствия утечек”](#).
- Примите во внимание используемый тип переходника, лайнера и уплотнителя впускного канала. Один или все компоненты могут содержать примеси или быть активными.

- Используйте новый, деактивированный лайннер. Это касается только активных компонентов.
- Почистите или замените уплотнитель впускного канала.
- Проверьте переходники (если они установлены) и лайннер на наличие твердых частиц. Если видны твердые частицы, почистите или замените эти компоненты.
- Для капиллярного ввода без разделения проверьте совместимость растворителя и колонки.
 - Используйте другой растворитель. Это поможет в случаях, где присутствует большее размытие границ для ранних элюирующих пиков или пиков, ближайших к фронтальному 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 впускного канала.
 - Если температура слишком высока, размытие границ, как правило, хуже для ранних элюирующих пиков. Снизьте температуру впускного канала на 50 °C.
 - Если температура слишком низка, размытие границ обычно возрастает с удержанием. Увеличьте температуру впускного канала на 50 °C.
- Проверьте наличие «мертвого объема» в системе. Проверьте правильность установки колонки с обоих концов.
 - Если размывание границы пика снижается со временем удержания, уменьшите «мертвый объем» в соединительных узлах транспортной линии, соединительных муфтах из плавленного кварца и т. д.
 - Колонка, установленная слишком высоко в детекторе или впускном канале, может создавать участки «мертвого объема».
- Осмотрите все линии передачи на наличие холодных участков. Холодные участки являются причиной размывания границ, которое обычно возрастает со временем удержания.

Размывание границы пика АФД

Для АФД выполните следующие действия.

- Убедитесь в использовании правильного буртика для вводимой пробы. При анализе фосфора установите черный буртик. Белые буртики могут вызывать размывание границ пиков при анализе фосфора.
- 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 чувствительности к молекулярной массе (чувствительность впускного канала), выполните следующее.

- Проверьте впускной канал на наличие примесей. Очистите и замените лайнера при необходимости. Замените все расходуемые элементы впускного канала. См. [Maintenance manual](#) (Руководство по обслуживанию).
- Отрегулируйте температуру впускного канала.
- Выполните пуск стандартных циклов на основе известного метода для определения ожидаемого результата.

Для любого впускного канала, работающего в разделенном режиме с любым детектором

- Проверьте тип лайнера. Используйте лайнер, оптимизированный для разделенного анализа. Такой лайнер содержит стекловолокно или другую набивку области поверхности, обеспечивающую полное выпаривание пробы.
- Поднимите температуру впускного канала и убедитесь, что изоляционный колпачок установлен и обладает изоляцией.
- Проверьте обрезку колонки и установку во впускной канал. См. раздел о [SS](#), [МРП](#), [ИПТИ](#) и [ВКЛС](#).

Для любого впускного канала, работающего в режиме без разделения с любым детектором

- Проверьте отсутствие утечек во впусканом канале. См. [“Проверка отсутствия утечек”](#).
- Проверьте тип лайнера. Используйте лайнер, оптимизированный для анализа без разделения (деактивированный, большого объема).
- Убедитесь, что начальная температура термостата ниже точки кипения растворителя.
- Проверьте обрезку колонки и установку во впускной канал. См. раздел о [SS](#), [МРП](#), [ИПТИ](#) и [ВКЛС](#).
- Убедитесь, что объем пара растворителя не превышает емкости лайнера.
- Проверьте, является ли надлежащим время задержки продувки (объем лайнера/поток колонки).

Деструкция пробы во впусканом канале/отсутствие пиков

- Снизьте температуру впускного канала.
- 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** впускного канала. Замените все расходные детали и прокалите впускной канал.
- Установите деактивированный 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 прокаливание впускного канала. Ознакомьтесь со следующим.
 - Прокаливание для удаления примесей из разделенного/неразделенного впускного канала
 - Прокаливание для удаления примесей из впускного канала МРП
 - Прокаливание для удаления примесей из промытого впускного канала с набивкой
 - Прокаливание для удаления примесей из впускного канала ИПТИ
 - Прокаливание для удаления примесей из ВКЛС
- Почистите впускной канал. Ознакомьтесь со следующим.
 - Очистка разделенного/неразделенного впускного канала
 - Очистка набивного впускного канала с продувкой
 - Очистка впускного канала ХПК
 - Очистка головки без септы во впусканом канале ИПТИ
 - Очистка гнезда септы в узле головки с септой впускного канала ИПТИ
 - Очистка ВКЛС

Фронтальный пик

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



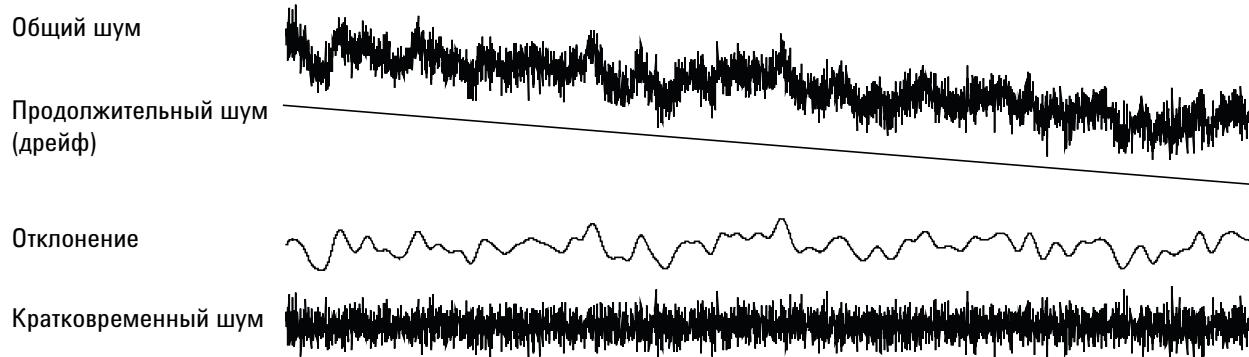
Если возникает фронтальный или перегруженный пик, попробуйте выполнить следующие действия.

- Убедитесь в соответствии объема введенной пробы. Перегрузка колонки является самой распространенной причиной фронтальных пиков.
 - Уменьшите объем ввода, разведите пробу и/или увеличьте коэффициент разделения.
 - Измените тип колонки или толщину пленки.
- Убедитесь, что колонка [установлена](#) правильно. Если это не так, переустановите колонку во впускной канал.
- Убедитесь, что используется надлежащий метод ввода. Это обычно относится к неравномерному утапливанию плунжера или наличию пробы в игле шприца.
- При использовании капиллярного ввода без разделения проверьте растворимость вещества во вводимом растворителе.
 - Замените растворитель.
 - Используйте предколонку.
- Проверьте чистоту растворителя пробы. Для 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, подсоединенной колонке и подаче газа-носителя. Шум или дрейф (горелка выключена) 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 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 общем, шум следует измерять за период времени, который примерно в 10 раз больше ширины пика на половине высоты (или имеет коэффициент площади/высоты 10 для пика Гаусса). Измерение за более длинные промежутки времени может привести к переоценке шума; при более коротких промежутках шум может быть недооценен.



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 ТПД проверьте сбор данных при ≤ 5 Гц.

При неожиданном возникновении шума на чистой базовой линии выполните следующее.

- Проанализируйте текущие изменения, внесенные в систему.
- Выполните прокаливание впускного канала.
Ознакомьтесь со следующим.
 - Прокаливание для удаления примесей из разделенного/неразделенного впускного канала
 - Прокаливание для удаления примесей из впускного канала МРП
 - Прокаливание для удаления примесей из промытого впускного канала с набивкой
 - Прокаливание для удаления примесей из впускного канала ХПК
 - Прокаливание для удаления примесей из впускного канала ИПТИ
 - Прокаливание для удаления примесей из ВКЛС

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

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

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

- Для ТПД проверьте колебания давления окружающего воздуха 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. Выключение источника потока воздуха или экранирование выхода детектора поможет определить наличие этой проблемы.
Установите ограничитель выпускного канала ТПД (G1532-60070).

- Неплотные соединения в детекторе или его сигнальном пути производят шум.
- Проверьте правильность сборки после последнего обслуживания.
- Проверьте детектор на наличие примесей.

Если шум постепенно возрастает до неприемлемого уровня, проверьте следующие возможные причины.

- Выполните прокаливание детектора ([ПИД, ТПД, иДЗЭ](#)).
- Проверьте детектор на наличие примесей. Замените детали по необходимости. ([См. Руководство по обслуживанию для серии 7890.](#))
- Проверьте колонку и впускной канал на наличие примесей.
- Проверьте сопло ПИД или АФД на наличие примесей.
 - Проверка закупорки сопла ПИД
 - Замена сопла ПИД
 - Проверка наличия закупоренного сопла АФД
 - Обслуживание коллектора, керамических изоляторов и сопла АФД
- Убедитесь, что труба фотоумножителя (ФЭУ) ПФД правильно установлена. Если нет, то это приведет к возникновению легких утечек и шума.

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

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

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

Для удаления любого типа отложений разберите детектор и почистите его маленькой щеткой. Растворитель (подойдет почти любой) поможет смыть частицы. Agilent рекомендует [заменить](#) грязные детали коллектора и изолятора.

Далее приведены другие факторы, способствующие возникновению шума.

- Колонка установлена слишком высоко в детекторе.

- Температура термостата превышает максимальные рекомендованные температуры.

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 ожидаемая базовая линия отклоняется, проверьте отсутствие 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 впускному каналу, чувствительность снижается, а время удержания возрастает.

Также проверьте, достаточна 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 маленький (вертикальный дрейф вверх) или слишком большой (вертикальный дрейф вниз).

Эта причина дрейфа минимизируется тщательной регулировкой 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 выбросов вывода 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.

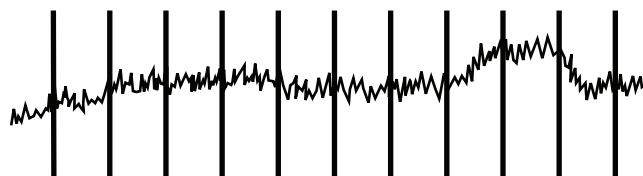


Рисунок 1 Циклический выброс

Циклический выброс может быть вызван следующими причинами.

- Электродвигателем.
- Системой отопления/охлаждения здания.
- Прочими электронными помехами в помещении лаборатории.

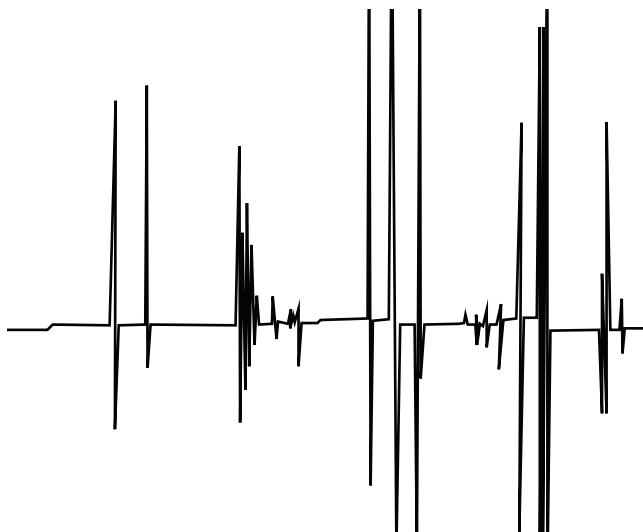


Рисунок 2 Случайный выброс

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 примесей. В чрезмерно загрязненном ПИД частицы углерода или диоксида кремния могут отделяться и упасть в зону определения.

3 Хроматографические признаки

- Если используется колонка с набивкой, 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 колонки с набивкой или ее отсутствие. Это может случиться с любым детектором, но пламенный детектор особенно чувствителен, так как он имеет узкий внутренний диаметр сопла.
- Проверьте установку колонки с набивкой. Дно сопла или конец транспортной трубы должен входить в конец колонки. Если он касается заглушки из стекловолокна, появляются выбросы.
- Проверьте правильность типа сопла. Ознакомьтесь со следующим.
 - Выбор сопла ПИД
 - Замена сопла ПИД
 - Выбор сопла АФД
 - Обслуживание коллектора, керамических изоляторов и сопла АФД
- Убедитесь, что температура детектора не очень низкая. Ознакомьтесь со следующим.
 - Рекомендованные стартовые условия для новых методов ПИД
 - Выбор эталонного и поддувочного потоков для ТПД
 - Рекомендованные стартовые условия для новых методов иДЗЭ

Шум и чувствительность микродетектора захвата электронов (иДЗЭ)

ВНИМАНИЕ

Процедуры разборки детектора и/или очистки, кроме термических, должны выполняться только квалифицированными специалистами, имеющими лицензию 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 ДЗЭ, включают в себя (но не ограничиваются перечисленными далее проблемами) 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 фронтальной 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 впускного канала или колонки либо была изменена колонка, рассмотрите возможность того, что при этом произошла протечка или попали примеси.
- 2 Если проблема носит хронический характер и сейчас проявляется достаточно сильно для того, чтобы повлиять на результаты анализа, ее причина, скорее всего, кроется в попадании примесей, ухудшении качества колонки или, в конце концов, вышедшей из строя камере ДЗЭ.

См. также следующие материалы.

“Оценка выводимого сигнала”

“Чувствительность”

Оценка выводимого 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 различаться в зависимости от той или иной ситуации, но в большинстве случаев применяются следующие значения (Таблица 4). Рисунок 3 показывает типичные этапы цикла службы иДЗЭ.

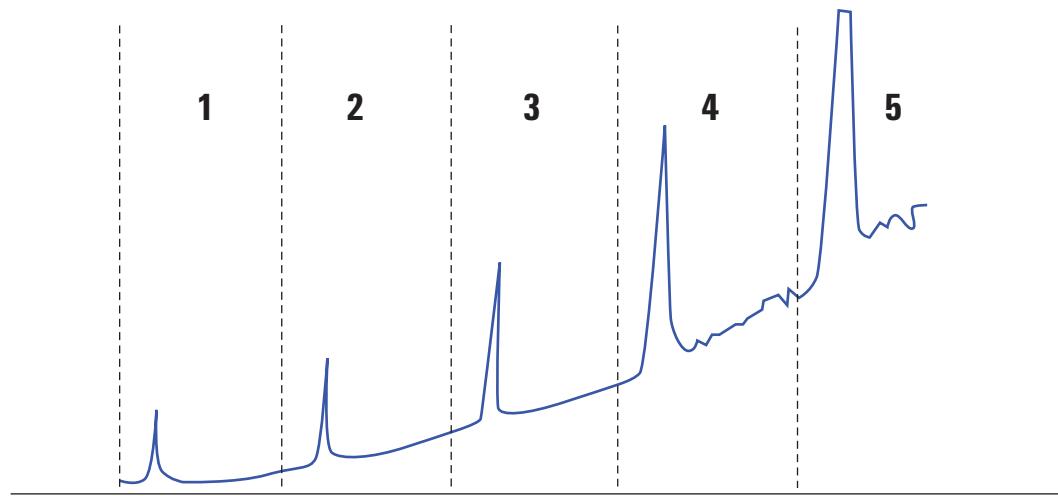
Таблица 4 Оценка сигнала иДЗЭ

Сигнал иДЗЭ	Комментарии
<200	иДЗЭ в отличном состоянии.
От 200 до 400	Слегка выше нормы, на этой стадии нет причин беспокоиться. Сигнал все еще находится в области «хорошо».
От 400 до 1000	В системе появились признаки присутствия 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 количество примесей. Выполните рекомендации по устранению неполадок.
>2000	Если следующие процедуры не работают, скорее всего, причиной проблемы является камера иДЗЭ.

ПРИМЕЧАНИЕ

Полная стабилизация базовой линии иДЗЭ может занять 24 часа, особенно если вы начинаете с холодной системы и хотите добиться высокочувствительной работы. Для получения самых 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 впускной канал, необходимо использовать септу с низким уносом. Перед использованием приведите новую септу в надлежащее состояние, продержав ее во впускном канале на протяжении нескольких часов при потоке носителя от 1 до 5 мл/мин.

Типичные этапы цикла службы ДЗЭ:**Этап 1: Новая камера**

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

Этап 2: от 6 месяцев до 1 года

Фон = 180 Гц. Повышенный уровень ответа.

Этап 3: от 1 до 2 лет

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, негативные пики. Требуется термическая очистка.

Этап 5: от 4 до 10 лет

Фон > 1000 Гц. Огромный ответ. Очень много шумов, большое количество примесей в камере. Требуется замена камеры.

Рисунок 3 Типичный цикл службы ДЗЭ

Чувствительность

Если ДЗЭ находится в «хорошей» области сигнала и чувствительность находится под вопросом, скорее всего, проблемы могут быть во впускном канале или колонке. Учтите приведенные ниже факторы:

- 1 При использовании впускного канала с разделенным и неразделенным режимами, убедитесь, что режим не поменялся и что разделительный клапан функционирует. Это можно сделать проверив наличие соответствующих изменений в ответе выполняя сначала разделенный и потом неразделенный ввод, оставив при этом все остальные параметры метода неизменными.

При использовании разделенного режима проверьте разделенный поток с помощью расходометра.

- 2** Проверьте все скорости потока. См. “[Измерение скорости потока в ПИД, ТПД, цДЗЭ и ПФД](#)”.
- 3** Убедитесь, что полное обслуживание впускного канала было проведено. Оно включает в себя подгонку и переустановку колонки.
- 4** Убедитесь, что устройство ввода работает правильно. Если метод использует клапан пробы, сделайте шприцем прямой ввод загустителя, подобного тому, который находится на клапане. Исключите проблему с клапаном.
- 5** Осмотрите смесительный лайнер в переходнике поддувочного газа. Маленький кусочек графита или примеси в пробе понизят чувствительность. См. [Замена смесительного лайнера из плавленого кварца цДЗЭ и установка переходника поддувочного газа](#).

Примеси (высокая базовая линия)

Если ДЗЭ имеет базовую линию выше ожидаемой для своего возраста, сделайте 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 внести примеси в результаты. См. [Замена смесительного лайнера из плавленого кварца цДЗЭ и установка переходника поддувочного газа](#).
- Если базовая линия детектора находится на уровне > 500 Гц, независимо от возраста детектора проведите [прокаливание](#) детектора. Запустите его на 1–2 дня.

Область или высота пика слишком малы (низкая чувствительность)

- При использовании впускного канала в разделенном режиме, проверьте отношение разделения.
- Проверьте отсутствие утечек. См. “[Проверка отсутствия утечек](#)”. Для устранения небольших протечек в многорежимном или разделенном/неразделенном впусканом канале см. [Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах или Проверка отсутствия утечек в многорежимном впусканом канале](#).
- Проверьте впускной канал на наличие примесей. См. “[Примеси или перенос](#)”.
- Убедитесь, что все колонки были обрезаны и правильно установлены с обоих концов.
- Убедитесь в правильности типа колонки.
- Выполните обслуживание колонки. Проведите [прокаливание](#) примесей, [снимите секцию колонки с примесями](#) вблизи впускного канала, а затем [поменяйте положение и прокалите колонку](#) при необходимости.
- Убедитесь в использовании соответствующего лайнера для пробы.
- Проверьте правильность параметров потока детектора.

Измерьте действительные скорости потоков детектора. Если действительный поток не соответствует отображаемому на дисплее ГХ, проверьте на наличие примесей и ограничителей, например, закупоренное сопло. Ознакомьтесь со следующим.

 - Измерение скорости потока в детекторе
 - Проверка закупорки сопла ПИД
 - Проверка наличия закупоренного сопла АФД
 - Проверьте чистоту подаваемого газа.
 - Проверьте все индикаторы ловушки и даты.
 - Проверьте правильность параметров метода.
 - Некоторые пробы изменяются под влиянием тепла или ультрафиолетового излучения. Проверьте стабильность пробы.

- Проверьте конфигурацию 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, **дважды** введите отмеченный объем при настраивании размера шприца.
- 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 примесей. Выполните прокаливание детектора (**ПИД, ТПД, иДЗЭ**).

При использовании ПИД:

- Убедитесь, что установлено правильное **сопло**.
- Проверьте отсутствие загрязненного сопла.
- Проверьте отсутствие деталей детектора, которые содержат примеси.
 - Выполнение обслуживания узла коллектора ПИД
 - Проверка закупорки сопла ПИД

При использовании ДЗЭ:

- Замените смесительный лайнера из плавленого кварца.
- Замените, а затем установите колонку на место.
- **Очистите переходник поддувочного газа.**

При использовании АФД:

- Проверьте детектор на наличие примесей.
- Замените керамические изоляторы.
- Замените буртик.

При использовании ПФД:

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

Устранение пониженной чувствительности для ПИД

В обычном использовании ПИД может образовывать отложения на коллекторе, изоляторе, сопле и т. д. Чтобы снизить накопление примесей, Agilent рекомендует использовать детектор при температуре 300 °C или выше. Однако, даже при обычном 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 проверяет причины низкой чувствительности частотой возникновения.

Дополнительную информацию о потере чувствительности, связанной с шумом, отклонением или дрейфом также см. “[Детектор с шумами, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии](#)”.

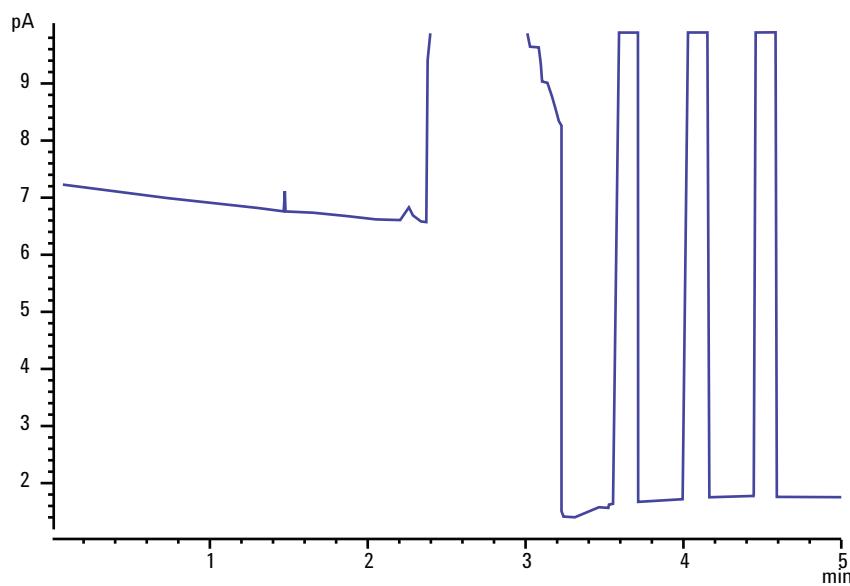
- 1 Проверьте настройки потока детектора. См. [Рекомендованные стартовые условия для новых методов ПИД](#).

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

- 2 Измерьте действительные скорости потоков детектора. См. [“Измерение скорости потока в детекторе”](#). Если действительные потоки водорода, поддувки и капиллярной колонки ниже отображаемых, происходит закупорка сопла. См. [“Проверка закупорки сопла ПИД”](#). **Замените сопло.**
- 3 Убедитесь, что колонка установлена правильно. Переустановите ее. См. [Установка капиллярной колонки в ПИД](#). Убедитесь, что колонка установлена на всем протяжении до тонкого конца и вынута на 1–2 мм. (идентификатор колонки > 100 мкм).
- 4 Проверьте параметры впускного канала, которые контролируют вентиляцию, например, коэффициент разделения и время задержки неразделенной продувки. Убедитесь, что проба не вентилируется случайно.
- 5 Проведите обслуживание впускного канала (замените все расходуемые элементы) и проверьте впускной канал 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:
 - [Выполнение обслуживания узла коллектора ПИД](#)

Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла и при попытках 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 вывод детектора падает ниже параметра **Смещение зажигания** независимо от того, погасло ли пламя. (В очень чистой системе, вывод базовой линии 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 воды.
- Убедитесь, что сопло не закупорено.
- Проверьте правильность параметров потока газа. Убедитесь, что параметр **Lit offset** (Смещение зажигания) установлен правильно.

Если присутствуют попытки зажигания пламени ПИД при его наличии, выполните следующие действия:

- Убедитесь, что параметр ПИД **Lit offset** (Смещение зажигания) соответствует циклу (обычно составляет < 2.0 пА).

- Проверьте, не является ли причиной гашения ароматический пик или вода.
- Проверьте, не закупорено ли частично сопло. Измерьте действительные потоки водорода, воздуха и поддувочного газа в детекторе. См. “[Измерение скорости потока в детекторе](#)”. Замените **сопло** по необходимости.
- Убедитесь, что колонка установлена правильно. Переустановите ее. См. [Установка капиллярной колонки в ПИД](#). Убедитесь, что колонка установлена на всем протяжении до тонкого конца и вынута на 1–2 мм. (идентификатор колонки > 100 мкм).
- 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. См. Руководство Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ.
- Проверьте колонку на присутствие уноса. Снизьте температуру термостата до температуры окружающей среды. Если вывод детектора значительно падает, скорее всего, причина в присутствии примесей или уноса в колонке или присутствие примесей в газе-носителе. Подтвердите унос в колонке выключив поток колонки (при холодном термостате) и проверив вывод детектора.
- Проверьте индикаторы ловушки газа-носителя/даты и убедитесь, что ловушки не увеличены.
- Проверьте правильность сборки детектора после последнего обслуживания.
- Проверьте детектор на наличие примесей. Выполните прокаливание детектора.
- Убедитесь, что ток утечки ПИД составляет < 2.0 пА. (См. “Измерение утечек тока ПИД”.)

Вывод базовой линии ПИД на максимуме (ок. 8 млн.)

Если вывод ПИД кажется застывшим на очень высоком значении (до 8 миллионов), проверьте наличие укороченного коллектора.

- 1 Проверьте, не погнута ли пружина соединительного модуля. [Достаньте](#) узел коллектора и осмотрите пружину.
- 2 [Разберите](#) узел коллектора и зритально проверьте на накопление ржавчины на всех деталях. Замените детали по необходимости. Чтобы избежать этой проблемы, эксплуатируйте детектор при температуре >300 °C.
- 3 Проверьте на нагарообразование в детекторе вследствие ввода ароматических или хлорсодержащих растворителей. Чтобы избежать этой проблемы, эксплуатируйте детектор при температуре >300 °C. [Снова соберите](#) и установите коллектор и эксплуатируйте детектор используя более высокие потоки воздуха и водорода (воздуха должно быть 450 мл/мин при 35 мл/мин водорода).

Пламя ПФД гаснет во время выполнения цикла и при попытках произвести повторное зажигание

Если пламя гаснет во время цикла, выполните следующие действия:

- Проверьте систему ГХ на наличие утечек, особенно, фитинг колонки детектора. См. “[Проверка отсутствия утечек](#)”.
- ПФД⁺: Убедитесь, что температура транспортной линии установлена на $\geq 200^{\circ}\text{C}$.
- ПФД: Убедитесь, что температура детектора установлена на $\geq 200^{\circ}\text{C}$.
- Убедитесь, что конденсат в вентиляционной трубе не попадает обратно в детектор. Гибкая пластиковая вентиляционная труба должна вести от детектора к контейнеру, не провисая, для правильного высушивания водяного конденсата. Открытый конец трубы должен находится над водой.

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

- Убедитесь, что параметр **Lit offset** (Смещение зажигания) ниже нормальной базовой линии.
- Проверьте отсутствие утечек. См. “[Проверка отсутствия утечек](#)”.
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. См. “[Измерение скорости потока в детекторе](#)”.
- Определенные условия окружающей среды, например:
 - Сильные электромагнитные поля
 - Большие колебания температуры окружающей среды
 - Большие колебания атмосферного давления

могут вызвать появление искусственно низкого сигнала в ГХ, неверно показывая, что пламя погасло. В результате, цикл заканчивается 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 трубой. Конденсат на поверхности означает, что пламя горит.

Переустановите параметр **Смещение зажигания** на 2.0.

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, удерживая его от долетания до ФЭУ.

Для устранения подавления углеводорода:

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

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 детектор фильтр и потоки используемого газа не совпадают.

Выводы		
Потоки газа оптимизированы для	С серным фильтром	С фосфорным фильтром
Сера	от 30 до 50	от 10 до 12 (низкий)
Фосфор	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 вывод < 30, пламя может быть в неправильной позиции. Проверьте потоки детектора, поток колонки и положение колонки. Ознакомьтесь со следующим.
 - Измерение скорости потока в колонке
 - Измерение скорости потока в детекторе

Области низкого пика ПФД

- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. См. “[Измерение скорости потока в детекторе](#)”.
- Выполните полное [обслуживание](#) впускного канала. Замените все расходные детали и прокалите впускной канал.
- Выполните обслуживание колонки. Проведите [прокаливание](#) примесей, [снимите](#) секцию колонки с примесями вблизи впускного канала, а затем [поменяйте положение и прокалите](#) колонку при необходимости.
- 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 широкие в половину высотой пики, выполните следующие действия:

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

Высокий выход базовой линии ПФД > 20 пА

- Проверьте чистоту подаваемого газа.
- Проверьте все индикаторы ловушки и даты.
- Проверьте детектор на наличие примесей.
- Проверьте отсутствие небольших утечек в трубе фотоумножителя (ФЭУ). Затяните ФЭУ, если крепление ослаблено.
- Выполните полное обслуживание впускного канала. Замените все расходные детали и прокалите впускной канал.
- Выполните обслуживание колонки. Выполните прокаливание примесей при необходимости.

Подавление растворителя АФД

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

- Отключите/включите подачу водорода около пика растворителя.
- Используйте азот в качестве поддувочного газа.
- Установите уровень потока в общей колонке и поддувочного газа меньше 10 мл/мин.
- Увеличьте поток воздуха на 10мл/мин.
- Увеличьте температуру детектора до 325 °C.
- Примените решение вентиляции растворителя системы переключения Динса.

Низкая реакция АФД

- Выполните полное [обслуживание](#) впускного канала. Замените все расходные детали и прокалите впускной канал.
- Выполните обслуживание колонки. Выполните [прокаливание](#) примесей при необходимости. Проверьте правильность установки колонки.
- Большая концентрация растворителя погасила водород/плазму воздуха. Увеличьте напряжение буртика. Запустите поддувочный газ на уровне потока 5 мл/мин.
- Убедитесь, что присутствует водород, поступающий из внешнего источника. Убедитесь, что поток и давление включены на клавиатуре. Уровень потока водорода должен быть между 1.0 и 5.5 мл/мин. Измерьте фактический поток газа в детекторе. См. [“Измерение скорости потока в детекторе”](#).
- Проверьте, не закупорено ли частично сопло. См. [Проверка закупорки сопла ПИД](#).
- Если верхний керамический изолятор содержит примеси, произойдет сильное смещение (от 2 до 15 пА или более), когда выключают буртик. Это напрямую влияет на чувствительность. [Замените](#) керамический изолятор.

3 Хроматографические признаки

- Убедитесь, что буртик активирован. Осмотрите крышку детектора сквозь вентиляционное отверстие и проверьте, светится ли буртик оранжевым светом. Если буртик не светится, проверьте фоновый сигнал детектора. Снизьте напряжение буртика до нуля для достижения эталонного уровня и затем ищите внезапный острый подъем в выводе по мере повышения напряжения буртика, что указывает на то, что произошло накаливание. Если на буртик подаются 4 В, но он не накаливается, возможно, буртик выгорел. Замените буртик.



- Замените изоляторы/коллектор.
- Проверьте жидкую фазу на наличие примесей (полярные фазы).

Выход базовой линии АФД > 8 млн

- Коллектор нестабилен в чехле детектора. Разберите коллектор и изоляторы, а затем переустановите.

Неправильная работа процесса настройки смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. Проверка наличия закупоренного сопла АФД.)
- Измерьте действительные скорости потоков детектора. (См. Измерение скорости потока в детекторе.) Если скорости потоков водорода или продувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние буртика. Замените при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока. См. Информация о потоках, температурах и состоянии буртика.
- Если процедуру по-прежнему не удается выполнить, в системе может присутствовать большая утечка. Это вызывает различия между скоростями измеренного и реального потоков. Тщательно проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. раздел Проверка отсутствия утечек.)
- Установите время выравнивания на 0.0.

Низкая селективность АФД

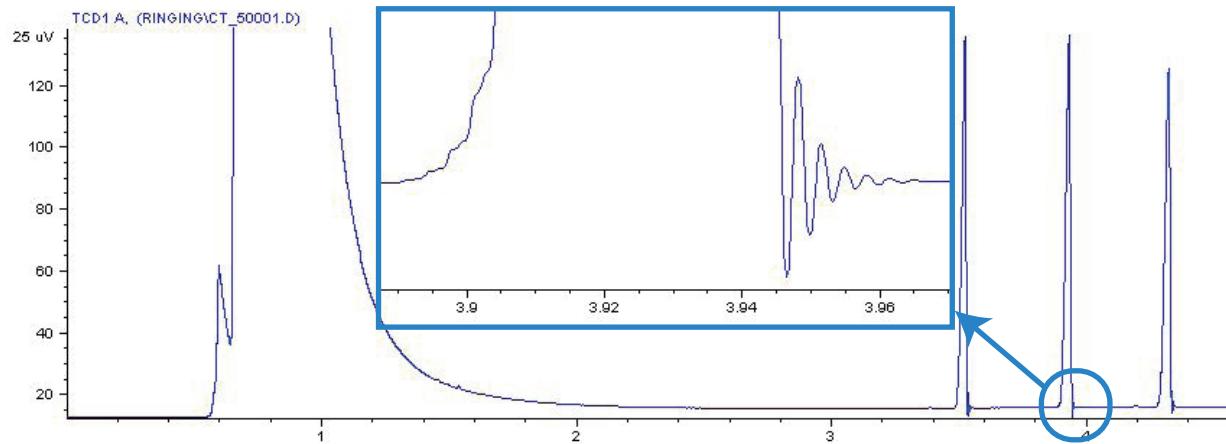
(Высокий ответ углеводорода по отношению к азоту или фосфору.)

- Убедитесь в правильности потока водорода (3мл/мин).
- Осмотрите буртик. Он может быть неисправен или изношен.
- Проверьте правильность напряжения буртика.
- [Замените коллектор и изоляторы.](#)

При ТПД наблюдаются отрицательные пики

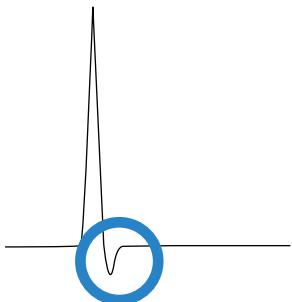
- Убедитесь, что используется правильный тип газа.
- Проверьте систему на наличие утечек, особенно, фитинг колонки детектора. (См. раздел «[Проверка отсутствия утечек](#)».)
- Проверьте теплопроводимость анализов по отношению к носителю.
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки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

В базовой линии ТПД присутствуют приглушенные синусоидальные пики с сигналами шума (звенящая базовая линия)

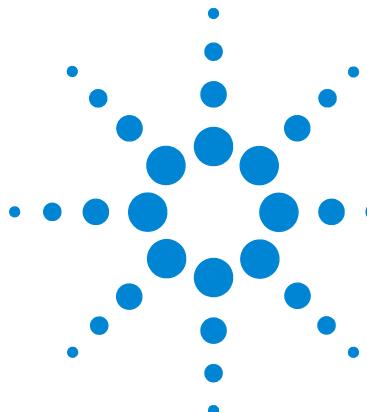


Для системы данных выбрана неправильная скорость данных. Для ТПД скорость данных должна быть ≤ 5 Гц.

В пиках ТПД на границе присутствует отрицательная ступенька



- Проверьте отсутствие утечек в фитинге переходника колонки детектора. (См. раздел «[Проверка отсутствия утечек](#)».)
- Обновите детектор для пассивированного катода.



4

Признаки неготовности ГХ

- ГХ не переходит в состояние готовности 90
Поток не переходит в состояние готовности 91
Температура внутри 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 заданного значения давления или потока 96
Превышено заданное значение давления или потока газа 97
Неустойчивое давление или поток во впускном канале. 98
Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее заданному значению, в разделенном канале 99
Измеряемый поток в колонке не совпадает с отображаемым потоком 100
ПИД не воспламеняется 101
Воспламенитель ПИД не загорается после нескольких попыток зажигания 102
Скорости водорода и поддувочного газа, измеренные с помощью ПИД или АФД, намного меньше контрольной точки 104
Не удается выполнить процедуру настройки смещения АФД 105
ПФД не воспламеняется 106
Клапан не готов 108
Мигает индикатор «Not Ready» (Не готов): Ошибка детектора/напряжение катода ТПД 109

В этом разделе приведены неполадки и признаки, возникающие в случае неготовности включенного ГХ к выполнению анализов. На это будут указывать предупреждение «Not Ready» (Не готов), сообщения о неполадках или другие признаки.



ГХ не переходит в состояние готовности

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

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

Для получения дополнительных сведений о функции **[Prep Run]** (Предварительный цикл) см. [Agilent 7890 GC Advanced User Guide](#) (Расширенное руководство пользователя ГХ Agilent 7890).

Поток не переходит в состояние готовности

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

- Убедитесь, что газ подается [под достаточным давлением](#).
- Проверьте ограничители, установленные в дополнительном модуле ЭКД. Для получения дополнительной информации см. раздел [Ограничители в «Advanced User Guide» \(Расширенное руководство пользователя\)](#).
- Проверьте правильность заданного типа газа. Заданный тип газа должен соответствовать газу, который фактически подается в ГХ.
- Проверьте газовые трубы и ГХ на отсутствие утечек.
(См. раздел [«Проверка отсутствия утечек»](#).)

Температура внутри термостата не опускается или опускается очень медленно

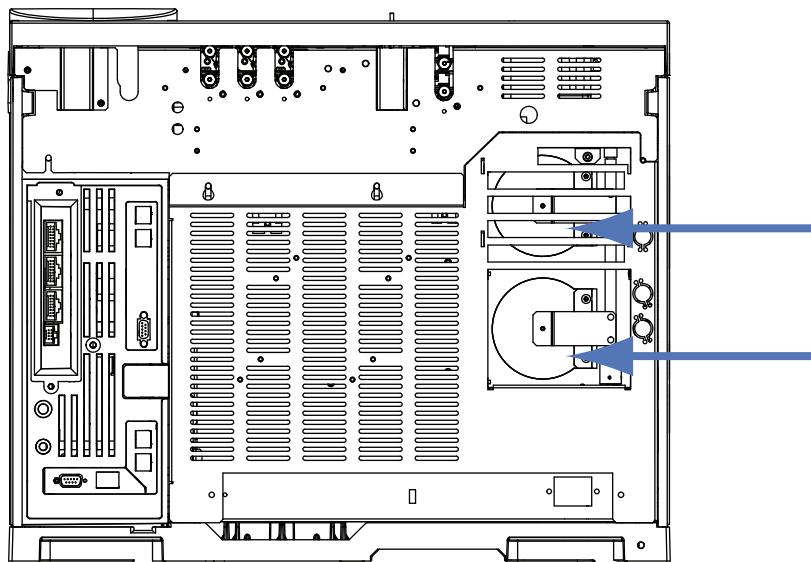
Если термостат не охлаждается или охлаждается очень медленно, выполните следующее.

ОСТОРОЖНО!

Выброс с задней стороны ГХ очень горячий. Не подносите руки и лицо к вентиляционному выходу.

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

Если откидные клапаны не удается закрыть или открыть плавно, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.



При использовании криогенного охлаждения выполните следующее.

- Убедитесь, что криогенного хладагента достаточно.
- Проверьте, не нарушены ли эксплуатационные ограничения.

Термостат не нагревается

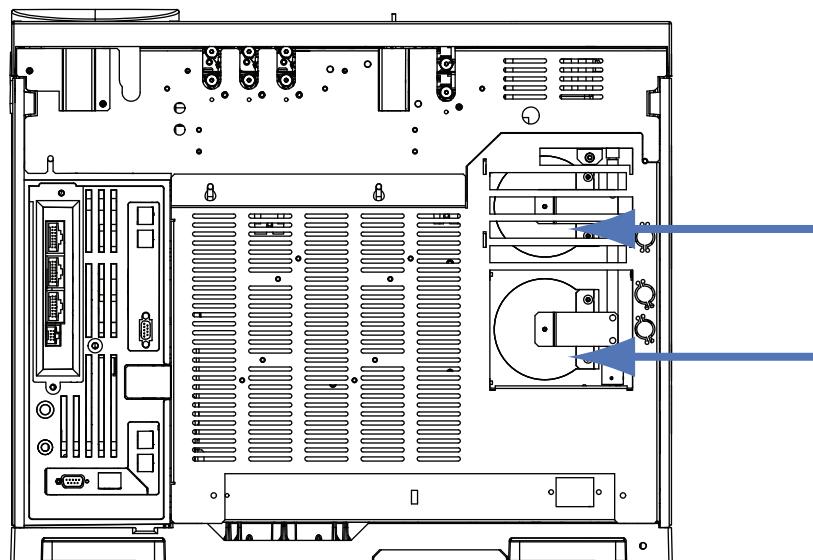
- Нажмите клавишу [Status] (Состояние), чтобы отправить отчет об ошибках в Agilent.

ОСТОРОЖНО!

Выброс с задней стороны ГХ очень горячий. Не подносите руки и лицо к вентиляционному выходу.

- Включите/выключите ГХ.
- Проверьте работу откидного клапана термостата.
 - Увеличьте температуру термостата минимум на 20 градусов.
 - Убедитесь, что откидные клапаны на задней панели ГХ **закрыты**. На рисунке ниже показано расположение двух откидных клапанов термостата.

Если откидной клапан не удается открыть плавно, или если откидные клапаны закрыты, но термостат не нагревается, обратитесь за помощью в компанию Agilent.



Температура не достигает состояния готовности

Температура считается находящейся в состоянии готовности при достижении заданного значения ± 1 °С за 30 с. Если температура не достигает состояния готовности, выполните следующие действия.

- Проверьте наличие недостающего изоляционного колпачка во впускном канале или детекторе.
- Проверьте наличие существенной разницы между температурой термостата и впускного канала или детектора.
- Проверьте изоляцию вокруг впускного канала или детектора.
- При использовании криогенного охлаждения впускного канала (SOC, ИПТИ или MMI) выполните следующие действия.
 - Проверьте уровень криогенного охлаждения.
 - Проверьте, не нарушены ли эксплуатационные ограничения. Если, например, ГХ используется в жарком помещении при высокой температуре термостата и низкой температуре впускного канала, впускной канал может не достичь требуемой температуры.

Не удается настроить поток или давление

Если не удается настроить поток или давление с помощью разделенных/неразделенных впускных каналов, впускных каналов ИПТИ, МРП, ВКЛС или впускных каналов для охлаждения колонки, выполните следующие действия.

- Проверьте режим колонки.
- Убедитесь, что капиллярная колонка установлена в правильном впусканом канале.
- Проверьте настроенные параметры колонки.
- Убедитесь, что поток включен.

Если не удается настроить поток или давление, используя канал с набивкой с продувкой, выполните следующие действия.

- Проверьте режим колонки.
- Убедитесь, что поток включен.
- Проверьте режим впускного канала. При использовании функции управления потоком во впусканом канале для колонок можно устанавливать только режимы управления потоком. При использовании функции управления давлением во впусканом канале для колонок можно устанавливать режимы контроля потока и давления.

Газ не достигает заданного значения давления или потока

Если во впускном канале не достигается давление заданного значения, поток в канале отключается по истечении периода времени, установленного для данного типа канала. Выполните следующее.

- Проверьте давление подаваемого газа. Давление при подаче должно быть минимум на 10 psi выше необходимого значения.
- Проверьте отсутствие утечек. (См. раздел «[Проверка отсутствия утечек](#)».) Возможно, в системе присутствует крупная утечка. Используйте электронный детектор утечек для поиска и последующего исправления утечек. Не забудьте проверить колонку — сломанная колонка создает очень большую утечку.
- Для устранения неполадок, связанных с многорежимным или разделенным/неразделенным впускным каналом, см. раздел «[Проверка отсутствия утечек в многорежимном впускном канале](#)» или «[Проверка отсутствия утечек в разделенном/неразделенном впускном канале](#)».
- При использовании режима минимального потока газа убедитесь, что скорость минимального потока газа достаточно высока для обеспечения наибольшего давления на входе в колонку в течение цикла.
- Убедитесь, что колонки установлены правильно.
- Проверьте впускной канал и датчик давления на наличие повреждений.

При использовании разделенного/неразделенного впускного канала, каналов ИПТИ, МРП или блока для летучих соединений выполните следующее.

- Проверьте коэффициент разделения. Увеличьте объем разделенного потока.

Превышено заданное значение давления или потока газа

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

При использовании разделенного/неразделенного впускного канала, каналов ИПТИ, МРП или блока для летучих соединений выполните следующее.

- Уменьшите коэффициент разделения.
- Замените разделенный вентиляционный фильтр. См. процедуру для [SS](#), [МРП](#), [ИПТИ](#) или [ВКЛС](#).
- Убедитесь, что в разделенной вентиляционной линии с ловушками отсутствуют загрязнения или нетипичные посторонние предметы. Выполните проверку на наличие помех в разделенной вентиляции в Agilent Instrument Utilities (если есть) или с помощью передней панели ГХ. См.:
 - Проверка или контроль противодавления в разделенной вентиляционной линии
 - Выполнение проверки ловушки впускного канала
 - Проверка наличия примесей в разделенной вентиляционной линии
- Убедитесь, что выбран правильный лайнера (если используется). См. раздел Выбор правильного лайнера впускного канала [МРП](#) или Выбор правильного лайнера впускного канала [SS](#).
- Убедитесь, что значения параметров давления выбранного метода для впускного канала [SS](#) выше, чем минимальные возможные значения, доступные на ГХ. См. [Таблицу 4](#).
- Проверьте золотистый уплотнитель на наличие загрязнений (для разделенного/неразделенного впускного канала). См. [Замена золотистого уплотнителя в разделенном/неразделенном впусканом канале](#).
- Для разделенного/неразделенного впускного канала при использовании лайнера, вызывающего ограничения, установите [золотистый уплотнитель высокого потока](#).

При использовании ПИД или АФД выполните следующее.

- Убедитесь, что сопло не закупорено. См. раздел «[Проверка сопла ПИД на наличие закупорки](#)» или «[Проверка сопла АФД на наличие закупорки](#)».

Клапаны:

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

Неустойчивое давление или поток во впускном канале.

Неустойчивость давления во впусканом канале 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, 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.
- Проверьте отсутствие утечек. (См. раздел «[Проверка отсутствия утечек](#)».) Возможно, в системе присутствует крупная утечка. Используйте электронный детектор утечек для поиска и последующего исправления утечек. Не забудьте проверить колонку — сломанная колонка создает очень большую утечку.
- Проверьте впускной канал или разделенную вентиляционную линию на наличие крупных препятствий.
- Убедитесь, что установлен правильный лайннер. У некоторых лайннеров присутствуют большие перепады давления, связанные с конструкцией или плотной набивкой.
- Во время выполнения исключите резкие изменения комнатной температуры. Исправьте проблему температуры в лаборатории или переместите инструмент в более подходящее место.
- Убедитесь в отсутствии помех в головке, продувке, ловушке и других внешних устройствах отбора проб.
- Убедитесь, что функция Auto Flow Zero включена. См. раздел [AutoFlowZero](#).

Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее заданному значению, в разделенном канале

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

- Примените лайнер, предназначенный для разделенного анализа.
- Значение давления выбранного метода (или давления, получаемого при настройке потока) слишком низкое для данного типа газа-носителя. См. раздел [Минимальные значения рабочего давления для разделенного или неразделенного впускного канала в режиме разделения](#) или [Минимальные значения рабочего давления для многорежимного впускного канала в режиме разделения](#) и следующие таблицы.

Таблица 5 Приблизительные минимальные возможные значения давления во впусканом канале (разделенном/неразделенном или многорежимном) в режиме разделения (в psi)

	Разделенный поток вентиляции (мл/мин)			
	50–100	100–200	200–400	400–600
Гелий и водород в качестве газа-носителя				
Разделенные лайнеры — 5183-4647, 19251-60540	2.5	3.5	4.5	6.0
Неразделенные лайнеры — 5062-3587, 5181-8818	4.0	5.5	8.0	11.0
Азот в качестве газа-носителя				
Разделенные лайнеры — 19251-60540, 5183-4647	3.0	4.0	—	—
Неразделенные лайнеры — 5062-3587, 5181-8818	4.0	6.0	—	—

- Убедитесь, что лайнер не закупорен.
- Проверьте разделенную вентиляционную линию на наличие загрязнений или посторонних предметов. См.:
 - Проверка ограничения разделенной вентиляции SS.
 - Проверка или контроль противодавления в разделенной вентиляционной линии
 - Выполнение проверки ловушки впускного канала
 - Проверка наличия примесей в разделенной вентиляционной линии
- Для разделенного/неразделенного впускного канала: замените золотистый уплотнитель..См. [Замена золотистого уплотнителя в разделенном/неразделенном впусканом канале](#).

Измеряемый поток в колонке не совпадает с отображаемым потоком

Если разница между реальным потоком в колонке и рассчитанным потоком, отображаемым на ГХ, составляет до 10%, выполните следующее.

- Убедитесь, что для параметров измеряемых потоков установлены значения 25 °С и 1 атмосфера.
- Убедитесь в правильности параметров колонки, включая действительную (усеченную) длину колонки.
- Короткая (<15 м) WCOT-колонка с ВД от 0,58 до 0,75 мм используется с разделенным/неразделенным капиллярным впускным каналом. Контроллер общего потока настроен на высокую скорость потока, вследствие чего возникает некоторое давление во впусканом канале, а также поток в колонке, даже если заданное значение давления равно нулю. (В таких ситуациях на дисплее может отображаться действительное 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).
- Разделенная вентиляционная линия или ловушка могут быть не полностью подключены, что создает более высокое фактическое давление во впусканом канале по отношению к заданному значению. Проверьте разделенную вентиляционную линию на наличие посторонних предметов. См. раздел [Выполнение проверки ловушки впускного канала](#).
- При использовании масс-селективного детектора убедитесь, что для выхода колонки линии передачи указано значение **МСД**.
- Убедитесь, что функция auto flow zero включена. Установите значение датчика потока и давления для модуля потока на ноль (если допустимо). Если проблема не устраняется, замените модуль потока.

ПИД не воспламеняется

- Убедитесь, что смещение пламени составляет $\leq 2,0$ пА.
- Убедитесь, что температура ПИД достаточно высокая для зажигания (>150 °C). Компания Agilent рекомендует работать при температуре >300 °C.
- Убедитесь, что воспламенитель ПИД загорается во время цикла зажигания. См. раздел [Проверка работоспособности воспламенителя ПИД при зажигании](#).
- Убедитесь, что давление воздуха и водорода соответствует рекомендациям компании Agilent (для водорода: > 35 psi [210 кПа]; для воздуха: > 55 psi [380 кПа]). См. Руководство Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ.
- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПИД. Это упростит зажигание и не потребует изменения контрольных значений.
- Продолжайте повышать скорость потока водорода и снижать или отключать поток поддувочного газа, пока не произойдет зажигание, после этого снизьте их до значений, определенных в методе. Изменяйте значения для получения наилучших результатов.

Благодаря повышению скорости потока водорода и снижению 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.

- Убедитесь, что сопло не закупорено полностью или частично. (См. [Проверка наличия закупоренного сопла ПИД](#).)
- Измерьте значения скорости потока ПИД. Действительные значения скорости потоков должны отличаться от контрольного значения на $+/-10\%$. (См. [Начальные условия для ПИД](#)). Соотношение водорода и воздуха существенно влияет на зажигание. Неоптимальные параметры потоков могут препятствовать зажиганию пламени. (См. [Измерение скорости потока в детекторе](#).)
- Если пламя по-прежнему не зажигается, возможно, в системе присутствует крупная утечка. Крупные утечки вызывают различия между скоростями измеренного и реального потоков, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки в ПИД. (См. раздел [Проверка отсутствия утечек](#)).
- Проверьте скорость потока колонки. (См. [Измерение скорости потока в колонке](#)). Скорость потока водорода должна превышать сумму скоростей потока в колонке и поддувочного потока.
- Если по анализу допустимо, замените азот на гелий, чтобы использовать его в качестве поддувочного газа.

Воспламенитель ПИД не загорается после нескольких попыток зажигания

ОСТОРОЖНО!

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

- 1 Снимите верхнюю крышку детектора.
- 2 Включите горелку ПИД, выбрав **On** (Вкл.).
- 3 Осмотрите свечу воспламенителя через фторопластовую трубку ПИД. Малое отверстие должно светиться во время зажигания.

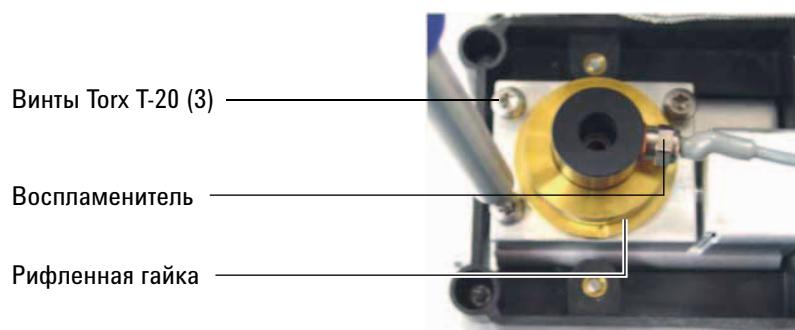


Если проверку не удается выполнить, проверьте следующие возможные причины.

- Возможно, неисправен воспламенитель. Замените воспламенитель. (См. [Выполнение обслуживания узла коллектора ПИД](#).)
- Температура детектора установлена на < 150 °C. Компания Agilent рекомендует работать с ПИД при температуре > 300 °C.
- Отсутствует необходимое заземление воспламенителя.

- Воспламенитель должен быть плотно прикручен к корпусу ПИД.
- Три винта T-20 Torx, удерживающих корпус коллектора, должны быть плотно затянуты.
- Латунная рифленая гайка, удерживающая корпус ПИД, должна быть плотно затянута.

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



Скорости водорода и поддувочного газа, измеренные с помощью ПИД или АФД, намного меньше контрольной точки

- Убедитесь в наличии полностью или частично закупоренного сопла. Закупоренное сопло вызывает обратное давление. Поскольку модуль потока использует управление давлением, увеличенное обратное давление вызывает правильный поток. Действительная скорость потока снизится, но ГХ все равно будет работать. См.:
[“Проверка наличия включенного сопла ПИД”](#)
[“Проверка наличия включенного сопла ПФД”](#)

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

Не удается выполнить процедуру настройки смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. Проверка наличия закупоренного сопла АФД.)
- Измерьте действительные скорости потоков детектора. (См. Измерение скорости потока в детекторе.) Если скорости потоков водорода или продувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние буртика. Замените при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока. См. Информация о потоках, температурах и состоянии буртика.
- Если процедуру по-прежнему не удается выполнить, в системе может присутствовать большая утечка. Это вызывает различия между скоростями измеренного и реального потоков. Тщательно проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. раздел Проверка отсутствия утечек.)
- Установите время выравнивания на 0.0.

ПФД не воспламеняется

- Убедитесь, что температура ПФД достаточно высока для зажигания ($> 150^{\circ}\text{C}$).
- 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 6 Рекомендуемые скорости потока ПФД⁺

	Скорость потока в серном режиме, мл/мин	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин
Носитель (водород, гелий, азот, аргон)		
Колонки с набивкой	от 10 до 60	от 10 до 60
Капиллярные колонки	от 1 до 5	от 1 до 5
Газы детектора		
Водород	60	60
Воздух	60	60
Газ-носитель + поддувочный газ	60	60

Таблица 7 Рекомендуемые скорости потока ПФД

	Скорость потока в серном режиме, мл/мин	Скорость потока в фосфорном режиме, мл/мин
Носитель (водород, гелий, азот, аргон)		
Колонки с набивкой	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
Газ-носитель + поддувочный газ	60	60

- Измерьте действительные скорости потоков детектора. (См. [Измерение скорости потока в детекторе](#).)
- Возможно, колонка [установлена слишком высоко в детекторе](#).
- Убедитесь, в том, что работает воспламенитель ПФД. См. [Проверка горения пламени ПФД](#).
- Во время последовательности зажигания отобразите скорость потока воздуха. Скорость потока воздуха должна приближаться к 200 мл/мин (7890A) или 400 мл/мин (7890B) при попытках зажечь пламя. В противном случае давление подачи воздуха будет недостаточным.
- Проверьте колонку и скорости поддувочных потоков.
- Убедитесь, что конденсат в вентиляционной трубе не попадает обратно в детектор. Гибкая пластиковая вентиляционная труба должна вести от детектора к контейнеру, не провисая, для правильного высушивания водяного конденсата. Открытый конец трубки должен находится над водой.
- Проверьте значение **Lit offset** (Смещение зажигания). Обычное значение параметра **Lit offset** (Смещение зажигания) составляет 2,0. При значении 0,0 функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- В системе может присутствовать большая утечка, если пламя по прежнему не горит. Большие утечки вызывают различия между скоростями измеренного и реального потоков, что приводит к неидеальным 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 контрольных значений.
- В определенных рабочих условиях пламя проще зажечь, сняв вентиляционную трубу. После того как пламя зажжется, установите вентиляционную трубу на место.
- Зажечь пламя в серном режиме особенно сложно (только ПФД, не ПФД⁺). Попробуйте перейти к потокам фосфорного режима, зажечь пламя и постепенно изменить показатели потоков на значения серного режима.
- Проверьте соединения кабелей с муфтой, соединение муфты со свечей, затяните свечу.

Клапан не готов

Поиск и устранение проблем зависит от типа клапана.

Внешние клапаны

Внешние клапаны подключены к ГХ с помощью внешних событий или соединителей BCD на задней панели

Состояние неготовности значит, что подача +24 В на пневматические клапаны на самом деле меньше, чем +16.5 В. Все клапаны отключены, чтобы избежать неисправной работы.

После возобновления полной подачи напряжения ГХ будет готово к работе.

Состояние неготовности может обозначать аппаратную проблему во внешнем клапане или в аналогово-силовой плате ГХ.

Клапаны для отбора газообразных проб

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

Многопозиционный клапан

Многопозиционный клапан может вызвать состояние неготовности ГХ по одной из следующих причин.

- Многопозиционный клапан находится не в указанной позиции. ГХ остается в состоянии неготовности, пока клапан не достигнет заданного значения.
- Кабель BCD отсутствует или не подключен к розетке. Если кабель отсутствует, клапан не войдет в состояние готовности.
- Заданное значение BCD для выходной полярности клапана BCD неправильное. Скорее всего клапан завершит работу с ошибкой «Нелегальная позиция» или «Не включается», связанной с выключением.
- Если клапан вставлен в розетку или проба вязкая, время переключения может быть слишком коротким для включения клапана. Увеличьте время переключения.

Мигает индикатор «Not Ready» (Не готов): Ошибка детектора/напряжение катода ТПД

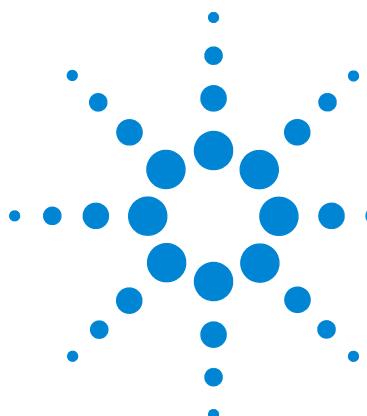
Если катод ТПД разомкнут, мигает индикатор «Not Ready» (Не готов), а ГХ не входит в состояние готовности.

- 1 Нажмите [**Status**] (Состояние). Если на экране отображается **Front detector hardware fault** (Ошибка оборудования ближнего детектора) или (**Back** (Дальний) или **Aux detector hardware fault** (Ошибка оборудования дополнительного детектора)), проблема заключается в катоде ТПД.
 - 2 Нажмите [**Front Det**] (Ближний детектор) (или [**Back Det**] (Дальний детектор) или [**Aux Det #**] (Дополнительный детектор)).
 - 3 Если на дисплее появилось сообщение **Fault: TCD Filament Voltage** (Ошибка: напряжение катода ТПД), прокрутите до заданного значения **Filament** (Катод).
- Если заданное значение мигает **Off** (Выкл.), проблема заключается в разомкнутом катоде ТПД.
- 4 Включите/выключите ГХ.
 - 5 Нажмите [**Front Det**] (Ближний детектор) (или [**Back Det**] (Дальний детектор) или [**Aux Det #**] (Дополнительный детектор)).
 - 6 Прокрутите до пункта **Filament** (Катод) и нажмите [**Off/No**] (Выкл./Нет), чтобы отключить катод ТПД. Обратитесь в компанию Agilent для обслуживания.

Чтобы продолжить использовать ГХ без ТПД, выполните следующие действия.

- 1 Отключите все параметры ТПД. Сохраните метод.
- 2 Перенастройте ГХ на использование другого детектора. Переместите колонку и задайте другие параметры при необходимости.

4 Признаки неготовности ГХ



5

Признаки выключения

- Выключение из-за проблем с колонкой 112
- Отключения из-за проблем с подачей водорода 114
- Выключение МСД 7890В 116
- Выключения вследствие нарушений температуры 118



Выключения из-за проблем с колонкой

ГХ контролирует впускной канал и вспомогательные потоки газа. Если газу-носителю (может содержать вспомогательный модуль потока или модуль пневматического управления) не удается достигнуть контрольной точки 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 сообщение **Front inlet pressure shutdown** (Отключение давления в ближнем впусканом канале).
- Выключается для предотвращения повреждения колонок.
- Наполовину открывает откидные клапаны сзади термостата.
- Включает мигание индикатора **Off** (Выкл.) контрольной точки температуры термостата.
- Отключает все потоки колонки. Во время просмотра мигает индикатор параметров **Off** (Выкл.). Например, будут отключены канал продувки септы и потоки колонки для разделенного/неразделенного впускного канала.
- Выключает все остальные нагреватели. Во время просмотра мигает индикатор параметров температуры **Off** (Выкл.).
- При попытке активации зоны отключения появляется сообщение об ошибке.
- Выключает катод ТПД.
- Выключает воспламенитель ПИД или ПФД, а также потоки воздуха и топливного газа.
- Выключает буртик АФД, а также потоки воздуха и топливного газа.
- 7890В: обменивается данными с МСД 5977 (при наличии), чтобы МСД мог отреагировать на событие выключения.

Чтобы выйти из этого состояния, выполните следующее.

- 1 Устраните причину отключения. Проверьте подачу газа-носителя. Для ГХ требуется подача газа под давлением на 70 кПа (10 psi) выше максимального

давления, использованного во время цикла. См. Руководство Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ.

- Убедитесь, что колонка рядом со впускным каналом не повреждена.
 - Проверьте отсутствие утечек.
 - Замените септу впускного канала.
 - Замените кольцевой уплотнитель впускного канала.
 - Проверьте давление подачи.
- 2** Выберите устройство, запустившее процесс выключения. Прокрутите список до пневматического параметра, на индикаторе которого мигает **Off** (Выкл.), затем нажмите [**On**] (Вкл.) или [**Off**] (Выкл.).
- Например, если в ближнем впусканом канале нет газа-носителя, нажмите [**Front Inlet**] (Ближний впускной канал), прокрутите список до параметров давления или потока, затем нажмите [**On**] (Вкл.).
- После выключения колонки можно включить поток газа детектора, даже если клавиатура заблокирована системой данных.

Отключения из-за проблем с подачей водорода

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

ГХ контролирует впускной канал и вспомогательные потоки газа. Если потоку не удается достичь контрольной точки 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 сообщение **Hydrogen Safety Shutdown** (Отключение по причине водородной безопасности).
- Закрывает клапан подачи газа-носителя во впускной канал и отключает элементы управления давлением и потоком. Во время просмотра мигает индикатор этих параметров **Off** (Выкл.).
- Открывает клапаны разделенной вентиляции в разделенных/неразделенных впускных каналах и каналах для ИПТИ.
- Выключает нагреватель термостата и вентилятор, а также открывает откидные клапаны термостата.
- Выключает все нагреватели (включая любое устройство, подключенное к вспомогательному пульту управлению нагревателя, например к нагревателям клапанной коробки или к нагревателям линии передачи). Во время просмотра мигает индикатор этих параметров **Off** (Выкл.).
- Выключает катод ТПД.
- Выключает воспламенитель ПИД или ПФД, а также потоки воздуха и топливного газа.
- Выключает буртик АФД, а также потоки воздуха и топливного газа.
- Подает звуковой сигнал.
- 7890B: обменивается данными с МСД 5977 (при наличии), чтобы МСД мог отреагировать на событие выключения.

ОСТОРОЖНО

ГХ не может обнаруживать утечки в потоках 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. Потоки водорода должны быть настроены таким образом, чтобы ГХ было известно о них.

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

1 Устранимте причину выключения.

- Замените септу впускного канала. См. [руководство по обслуживанию](#).
- Замените кольцевой уплотнитель впускного канала. См. [руководство по обслуживанию](#).
- Убедитесь, что колонка не повреждена.
- Проверьте давление подачи. Убедитесь, что подача газа соответствует рекомендациям по давлению, приведенным в [Руководстве Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ](#).
- Проверьте систему на отсутствие утечек. См. [Советы по проверке отсутствия утечек](#).

2 Включите/выключите ГХ.

- 3**
- После включения питания ГХ выберите устройство, запустившее процесс выключения. Прокрутите список до пневматического параметра, на индикаторе которого мигает
- Off**
- (Выкл.), затем нажмите
- [On]**
- (Вкл.) или
- [Off]**
- (Выкл.). Например, если в ближнем впусканом канале нет газа-носителя, нажмите
- [Front Inlet]**
- (Ближний впускной канал), прокрутите список до параметров давления или потока, затем нажмите
- [On]**
- (Вкл.).
- После выключения колонки можно включить поток газа детектора, даже если клавиатура заблокирована системой данных.

Выключение МСД 7890В

Если ГХ 7890В получает информацию о выключении от подключенного МСД 5977 (или теряет с ним связь), ГХ реагирует следующими изменениями.

- Выключает термостат колонки.
- Устанавливает низкое значение давления/потока для пути потока МСД.
- Выключает поток водорода, используемого в качестве газа-носителя (если используется).
- Прерывает текущий цикл.
- Выключает нагреватель линии передачи МС.
- Блокирует все изменения контрольной точки.

Фактические изменения зависят от события, которое привело к выключению. Например, ГХ может по-разному отреагировать на потерю связи и на сбой насоса высокого вакуума МСД.

Во время устранения неполадок при выключении МСД выполните следующие действия.

- 1 Просмотрите все события и журналы ГХ, МСД и системы данных. ГХ запускает отключение МС в следующих случаях.
 - ГХ не удается поддерживать поток носителя в МС.
 - МС сообщает о выключении или сбое.
 - ГХ и МС теряют связь между собой.
- 2 Проверьте текущее состояние связи.
 - a Нажмите [**Aux Det #**] (Вспомогательный детектор #).
 - b Параметр **MS2GC** должен иметь значение **Connected** (Подключено). В противном случае проверьте IP-адреса ГХ и МСД, указанные в параметрах ГХ, МСД и ПК. Для всех трех расположений должны быть указаны одни и те же IP-адреса ГХ и МСД.
 - c Проверьте подключение ГХ и МС к локальной сети. Работает ли коммутатор или концентратор локальной сети?

Выход из состояния выключения MC

В отличие от других выключений, из этого состояния невозможно выйти, отключив контрольную точку (это связано с тем, что изменения контрольной точки блокируются). Вместо этого отключите связь между ГХ и МС, чтобы выйти из данного состояния.

- 1 Нажмите [**Aux Det #**] (Вспомогательный детектор #).
- 2 Прокрутите к пункту **MS2GC**.
- 3 Нажмите **Off/No** (Выкл./Нет).

Если выключение запустил ГХ, теперь можно устранить неисправность и исправить сбой ГХ.

После выхода из состояния выключения MC

Всегда восстанавливайте связь между ГХ и МС после устранения проблемы с ними.

- 1 Нажмите [**Aux Det #**] (Вспомогательный детектор #).
- 2 Прокрутите к пункту **MS2GC**.
- 3 Нажмите **On/Yes** (Вкл./Да).

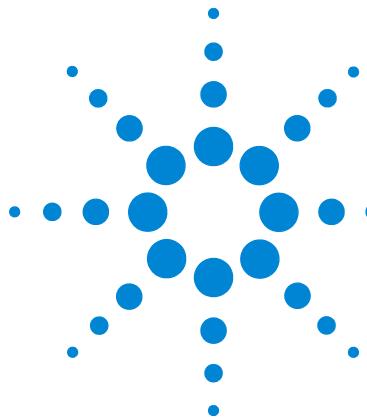
Выключения вследствие нарушений температуры

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

- Проблема подачи электричества на прибор.
- Неисправность электроники 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 нагреваемую зону.



6

Признаки включения и обмена данными ГХ

ГХ не включается [120](#)

Не удается установить соединение ГХ с компьютером [121](#)

ГХ не удается установить соединение с МСД 5977 [122](#)

ГХ не восстанавливается после обновления микропрограммы [123](#)

ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время теста самодиагностики) [124](#)



ГХ не включается

Если ГХ не включается, выполните следующее.

- Проверьте кабель питания.
- Проверьте наличие электроэнергии в здании.
- Если проблема возникла с ГХ, выключите питание.
Подождите 30 секунд, а затем включите питание ГХ.

Не удается установить соединение ГХ с компьютером

- Запустите тест **ping**.

Команда MS-DOS **ping** проверяет обмен данными 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. Например:

```

Command Prompt
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

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 конфигурацию программного обеспечения.

Если проблема заключается в том, что система данных не может подключиться к ГХ, проверьте, не управляет ли ГХ другой ПК. На клавиатуре ГХ нажмите [**Options**] (Параметры), прокрутите до нужной строки и выберите **Communication** (Соединение), затем прокрутите изображение вниз. Если компьютер подключен к ГХ, его сетевое имя отобразится ниже строки **Enable DHCP** (Включить DHCP).

Если во время теста **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.
- Если ПК соединяется с ГХ напрямую, используйте перекрестный кабель. Если соединение осуществляется через концентратор или коммутатор (т. е. устанавливается подключение к локальной сети здания или рабочего места), НЕ используйте перекрестный кабель.

ГХ не удается установить соединение с МСД 5977

- 1 Во-первых, убедитесь, что включен обмен данными между ГХ и МС.

 - a Нажмите [**Aux Det #**] (Вспомогательный детектор #).
 - b Прокрутите к пункту **MS2GC**.

Если отображается надпись **Off** (Выкл), нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да).

Если отображается надпись **Connecting** (Идет соединение), но соединение не устанавливается, продолжите поиск неисправностей.
- 2 Убедитесь, что IP-адрес ГХ введен правильно, и при необходимости исправьте его. Перейдите в **Options** (Параметры) > **Communications** (Соединения).
- 3 Убедитесь, что IP-адрес МС правильно введен в ГХ. Последовательно выбрав **Options** (Параметры) > **Communications** (Соединения), прокрутите до **Mass Spec.** (Масс-спектром.) для проверки текущего IP-адреса МС. Сравните его с IP-адресом, отображаемом на дисплее МС.
- 4 С помощью клавиатуры МС проверьте IP-адреса МС и ГХ, введенные в МС. Они должны полностью совпадать с адресами, введенными в ГХ.
- 5 Если адреса введены правильно как в ГХ, так и в МС, проверьте ГХ и МС с помощью команды **ping** с компьютера в той же локальной сети. (См. “Не удается установить соединение ГХ с компьютером” для получения более подробной информации о компьютерной команде **ping**.)
- 6 При использовании системы данных Agilent проверьте IP-адреса ГХ и МС, введенные в программное обеспечение системы данных. Как и в предыдущем случае, они должны полностью совпадать со значениями, введенными в каждый прибор.

ГХ не восстанавливается после обновления микропрограммы

Если ГХ запускается, но сообщение «Power on successful» (Успешно включено) не отображается, проверьте наличие сообщений об ошибках. Запишите все сообщения. Затем решите проблему, как указано ниже.

- 1 Попробуйте периодически включать и выключать ГХ.
- 2 Если проблема не устраниется, выключите ГХ.
- 3 Включите ГХ, удерживая нажатыми клавиши [**Stop**] (Стоп) и [**0**]. Продолжайте удерживать клавиши, пока ГХ не перезагрузится. На экране вы должны увидеть данные, похожие на приведенные ниже.

MMON Version X.XX

IP = 10. 1. 1.101

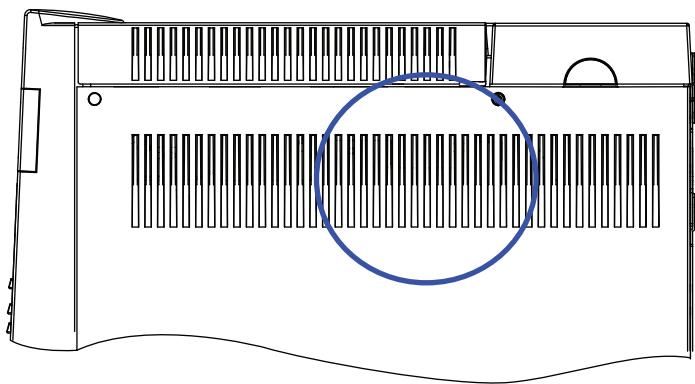
Если эта надпись появилась на экране, вы сможете установить соединение с ГХ. Перезагрузите микропрограмму.

- 4 Если ГХ не загружается, а на экране появляется надпись, похожая на приведенную выше, или если обновление снова не удается, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

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

Если ГХ включается, но обычный экран не появляется, выполните следующее.

- 1 Переведите выключатель питания ГХ в положение **Off** (Выкл.). Подождите 1 минуту, а затем переведите выключатель питания ГХ в положение **On** (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. (На старых моделях ГХ смотрите через прорези на правой боковой панели ГХ, как показано ниже.) Обратитесь в компанию Agilent за обслуживанием и сообщите информацию, показанную на дисплее, сотруднику службы поддержки Agilent. (См. также «Информация, необходимая перед обращением в Agilent за обслуживанием».)



Старая модель ГХ: индикаторы можно увидеть через боковую панель.

7

Проверка отсутствия утечек

- Советы по проверке отсутствия утечек 126
- Проверка внешних утечек 127
- Проверка утечек ГХ 129
- Утечки в фитингах капиллярной колонки 130
- Проверка отсутствия утечек во впускном канале 131
- Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах 134
- Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в SS 136
- Устранение утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах 141
- Проверка отсутствия утечек в многорежимном впусканом канале 142
- Проверка затухания давления МРП 144
- Устранение утечек в многорежимном впусканом канале 148
- Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в РР 149
- Устранение утечек во впусканом канале с набивкой 153
- Проверка отсутствия утечки по затуханию давления ХПК 154
- Устранение утечек в холодном впусканом канале на колонке 158
- Проверка затухания давления ИПТИ 159
- Устранение утечек во впусканом канале ИПТИ 163
- Проверка затухания давления ВКЛС 164
- Подготовка ВКЛС к проверке на наличие утечек в закрытой системе 168
- Устранение утечек в порте для летучих соединений 169



Советы по проверке отсутствия утечек

При проверке утечек рассматривайте систему как 2 части: внешние точки утечек и точки утечек ГХ.

- **Внешние точки утечек** включают в себя газовый цилиндр (или очиститель газа), регулятор и его фитинги, клапаны-отсекатели подачи газа и соединения фитингов подачи газа ГХ.
- **Точки утечек ГХ** включают в себя впускные каналы, детекторы, соединения колонки, соединения клапанов и соединения между модулями потоков и впускными каналами/детекторами.

ОСТОРОЖНО!

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

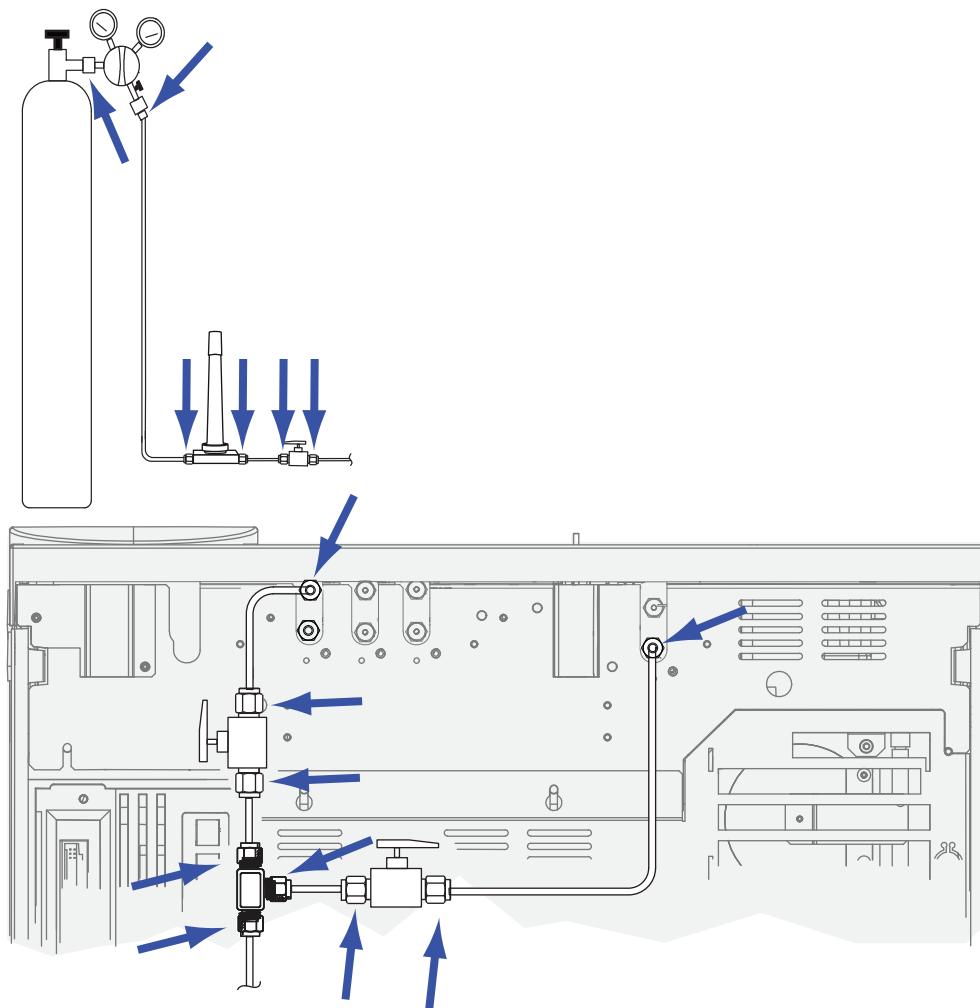
ОСТОРОЖНО!

Могут присутствовать опасные газы-пробы.

- 1 Подготовьте следующее.
 - Электронный детектор утечек, способный определять тип газа.
 - Гаечные ключи 7/16, 9/16 и 1/4 дюйма для затягивания фитингов Swagelok и 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 415 кПа (60 psi).

7 Проверка отсутствия утечек

- 3** Поверните ручку регулятора против часовой стрелки до конца, чтобы отключить клапан.
- 4** Подождите 10 минут. Если давление снизилось более чем на 7 кПа (1 psi), значит, во внешних соединениях имеется утечка.

Проверка утечек ГХ

Проверьте отсутствие утечек в следующих соединениях.

- Септа впускного канала, головка с септой, лайнер, ловушка разделенной вентиляции, фитинги линии ловушки разделенной вентиляции и линии продувки.
- Соединения колонки с выпускными каналами, детекторами, клапанами, разделителями и соединителями.
- Фитинги, соединяющие модули потоков и выпускные каналы, детекторы и клапаны.
- Переходники колонки.
- Фитинги потока капиллярной колонки Agilent.

Сначала используйте встроенное средство ГХ для проверки отсутствия утечек в фитинге колонки впускного канала, септе, лайнере, линии ловушки разделенной вентиляции и т. д. См. [“Проверка отсутствия утечек во впусканом канале”](#). Устранитте 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 входного канала (для выбранных типов каналов).

Если входной канал 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 впускного канала.) Любой впускной канал, который прошел испытания затухания давления, может рассматриваться как не имеющий утечек.

- [Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в SS](#)
- [Проверка затухания давления МРП](#)
- [Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в РР](#)
- [Проверка отсутствия утечки по затуханию давления ХПК](#)
- [Проверка затухания давления ИПТИ](#)
- [Проверка затухания давления ВКЛС](#)

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

- [Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном выпускных каналах](#)
- [Проверка отсутствия утечек в многорежимном впусканом канале](#)
- [Утечки в фитингах капиллярной колонки](#)

Утечки в фитингах капиллярной колонки

Утечки в фитингах потока капиллярной колонки обычно указывают на то, что фитинг слишком сильно затянут. При затягивании фитинга будьте осторожны и не затягивайте его слишком сильно. Вместо этого отсоедините колонку, обрежьте ее конец и установите ее заново. См.

[Подсоединение капиллярной колонки с помощью металлических фитингов SilTite](#).

Также убедитесь, что кончик колонки на пластине и соединении не поврежден.

Проверка отсутствия утечек во впусканом канале

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

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

- Фитинг колонки впусканого канала.
- Золотистый уплотнитель (если используется).
- Корпус ловушки разделенной вентиляции (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 **Front inlet leak check** (Проверка отсутствия утечки в ближнем впусканом канале) или **Back inlet leak check** (Проверка отсутствия утечки в дальнем впусканом канале), затем нажмите [**Enter**] [Ввод].
- 2 На дисплее отобразится такая же информация, как и на [Рисунок 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)
```

Рисунок 4 Пример: отображаемая на дисплее информация по проверке отсутствия утечек ближнего впусканого канала. 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 psi вполне подходит. При необходимости введите другое значение давления для впускного канала.
 - 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 **Test Inlet** (Проверить впускной канал) и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да).
- 5 Через несколько секунд проверка стабилизируется.
 - Значение **TotalFlow** (Общий поток) показывает общий поток газа-носителя, который проходит через впускной канал. Значение **Col** (Колонка) показывает поток, который проходит через колонку.
 - Приблизительный коэффициент утечки равняется **TotalFlow – Col** в мл/мин.
 - Если значение **Col** (Колонка) *приблизительно соответствует значению TotalFlow* (Общий поток), утечка отсутствует.
- 6 Отслеживая показания, затяните фитинги, замените септу, замените кольцевой уплотнитель лайнера и так далее по мере необходимости. Если в ходе ремонта утечка прекратится, уменьшающееся значение **Col** (Колонка) будет *приблизительно* соответствовать значению **TotalFlow** (Общий поток).

ПРИМЕЧАНИЕ

Если провести проверку впускного канала, 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.
 - **Установите** колонку во впускной канал.
 - **Замените** лайнер и его кольцевой уплотнитель.
 - Откройте ловушку разделенной вентиляции и проверьте положение кольцевого уплотнителя.
Замените ловушку разделенной вентиляции при необходимости.

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

- Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в SS
- Проверка затухания давления МРП
- Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в РР
- Проверка затухания давления ИПТИ
- Проверка затухания давления ВКЛС

Установка предупреждающих ограничений для проверки отсутствия утечки

В ГХ предусмотрено два предупреждения в отношении проверки отсутствия утечек во впусканом канале.

- **Warning if pressure check** (Предупреждение при проверке давления). Если измеренное давление превышает допустимый предел, включается индикатор «Service Due» (Необходимо обслуживание).
- **Fault if pressure check** (Сбой при проверке давления). Если измеренное давление превышает допустимый предел, ГХ переходит в состояние «Not Ready» (Не готов).

Можно определить приемлемые результаты проверки впусканого канала на отсутствие утечки, а затем установить для ГХ состояние «Not Ready» (Не готов) или установить индикатор «Service Due» (Необходимо обслуживание) в случае сбоя проверки на отсутствие утечек. Чтобы установить один или оба предела, выполните следующие действия.

- 1 Если предполагается, что во впусканом канале не должно быть утечки, запустите тест на утечку во впусканом канале. (Предполагается, что во впусканом канале нет утечки, если показатель **TotalFlow** (Общий поток) очень близок по значению к показателю **Col** (Колонка) и хроматографические результаты ГХ являются удовлетворительными.)
- 2 Запишите результат **TotalFlow** (Общий поток).
- 3 Прокрутите до **Warning if pressure check** (Предупреждение при проверке давления) или **Fault if pressure check** (Сбой при проверке давления).
- 4 Введите предел с клавиатуры, затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
 - Выберите скорость потока выше приемлемого значения **TotalFlow** (Общий поток). Лучше всего ввести значение, которое отвечает известным хроматографическим задачам.
 - Предел для предупреждения может отличаться от предела для сбоя, например, предупреждение при более низком значении предела и сбой при более высоком значении.
- 5 При необходимости задайте предел **Fault if pressure check** (Сбой при проверке давления) повторно.
- 6 Тест настроен.
- 7 Регулярно повторяйте тест. В случае непрохождения проверки устранитте утечки.

Чтобы вывести ГХ из состояния «Not Ready» (Не готов) или выключить индикатор «Service Due» (Необходимо обслуживание), выполните следующие действия.

- 1 Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до **Front inlet leak check** (Проверка отсутствия утечки в ближнем впусканом канале) или **Back inlet leak check** (Проверка отсутствия утечки в дальнем впусканом канале), затем нажмите [**Enter**] [Ввод].
- 2 Прокрутите до **Reset the test results?** (Сбросить результаты проверки?) и нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да).

Отмена предела предупреждения для проверки отсутствия утечки во впускном канале

- 1 Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до **Front inlet leak check** (Проверка отсутствия утечки в ближнем впусканом канале) или **Back inlet leak check** (Проверка отсутствия утечки в дальнем впусканом канале), затем нажмите [**Enter**] [Ввод].
- 2 Прокрутите до предела предупреждения, затем нажмите [**Off/No**] (Выкл./Нет).

Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном впусканых каналах

Эта процедура описывает, как проверить и исправить утечки в разделенном или неразделенном впусканом канале. Следуйте указаниям, приведенным ниже, в зависимости от признаков проблемы во впусканом канале.

Не удается достичь контрольного значения давления

Если разделенный или неразделенный впусканый канал ЭКД не достигает контрольного значения давления, ГХ будет находиться в режиме «Not Ready» (Не готов). Нажатие кнопки [**Status**] (Состояние) позволит выяснить, что давление в ближнем (или дальнем) впусканом канале не готово. ГХ выключится примерно через 5,5 минут, если впусканый канал не достигнет необходимых показателей давления и управляемости.

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

- 1 Убедитесь в достаточном давлении подачи газа, поступающего в ГХ (см. [Руководство по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ](#)), и проверьте отсутствие утечек в системе подачи газа (см. [Проверка внешних утечек](#)). Давление во впусканом канале должно быть на 70 кПа (10 psi) выше самого высокого давления, используемого в методе.
 - 120 psi является максимумом для впусканого канала, рассчитанного на 0–100 psi.
 - 170 psi является максимумом для впусканого канала, рассчитанного на 0–150 psi.
- 2 Проверьте настройку общей скорости потока. Общая скорость потока должна быть достаточно высокой, чтобы поддерживать давление во впусканом канале на всем протяжении цикла. Колонки большого диаметра требуют более высоких скоростей потока. Как правило, достаточной является скорость 50 мл/мин. Для увеличения общей скорости потока выполните следующие действия.

- Увеличьте коэффициент разделения при разделенном режиме
 - Увеличьте поток продувки при неразделенном режиме
- 3** Положите большой палец (или септу) на выходное отверстие разделенной вентиляции. Если давление впускного канала начинает расти до контрольного значения, обратитесь в Agilent за обслуживанием. Если давление остается низким, переходите к следующему шагу.
- 4** Выполните проверку на наличие утечек во впусканом канале во время цикла. См. [“Проверка отсутствия утечек во впусканом канале”](#). Представление о величине утечки дает общая скорость потока. Следите за общей скоростью потока при проверке или затяжке следующих креплений.
- Гайка септы
 - Колонка
 - Ловушка разделенной вентиляции и кольцевые уплотнители
 - Лайнэр и кольцевые уплотнители
 - Золотистый уплотнитель
 - Соединение разделенной вентиляционной линии с впусканым каналом
 - 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 разделенном/неразделенном впусканом канале ЭКД 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 проверенных фитингов и деталей.

- 1** Проведите проверку затухания давления во впусканом канале. См. [“Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в SS”](#). Если проверка прошла успешно, впусканый канал может считаться герметичным. Проверьте другие возможные причины низкой чувствительности или плохой повторяемости.
- 2** Если проверка затухания давления не прошла, выполните поиск утечки во впусканом канале. См. [“Проверка отсутствия утечек во впусканом канале”](#). Следите за общей скоростью потока при проверке или затяжке следующих креплений.
- Гайка септы
 - Колонка
 - Ловушка разделенной вентиляции

- Лайнер и кольцевой уплотнитель
 - Золотистый уплотнитель
 - Соединение разделенной вентиляционной линии с впускным каналом
 - Фитинги блокировки потока на коллекторе потока
- 3** Если проверка на наличие утечек (предварительная) не решит проблему, утечка может быть слишком мала для обнаружения с помощью этого теста. Или используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить соединения и фитинги.

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

Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в SS

Используйте «Split/Splitless Inlet Pressure Decay Test» (проверка затухания давления в разделенном/неразделенном впусканом канале) из Agilent Instrument Utilities для определения наличия утечки во впусканом канале. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для впусканого канала. См. [Проверка отсутствия утечек во впусканом канале](#) и [Проверка ограничения разделенной вентиляции SS](#).

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

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- См. [«Проверка отсутствия утечек в разделенном и неразделенном впусканых каналах»](#).
- Проверьте фитинг колонки с заглушкой и колпачок продувки септы.

Проверка утечки по затуханию давления в SS с клавиатуры ГХ

Проверка затухания давления позволяет обнаружить утечки от модуля потока впусканого канала 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 впусканого канала, особенно любые 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 впусканого канала. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

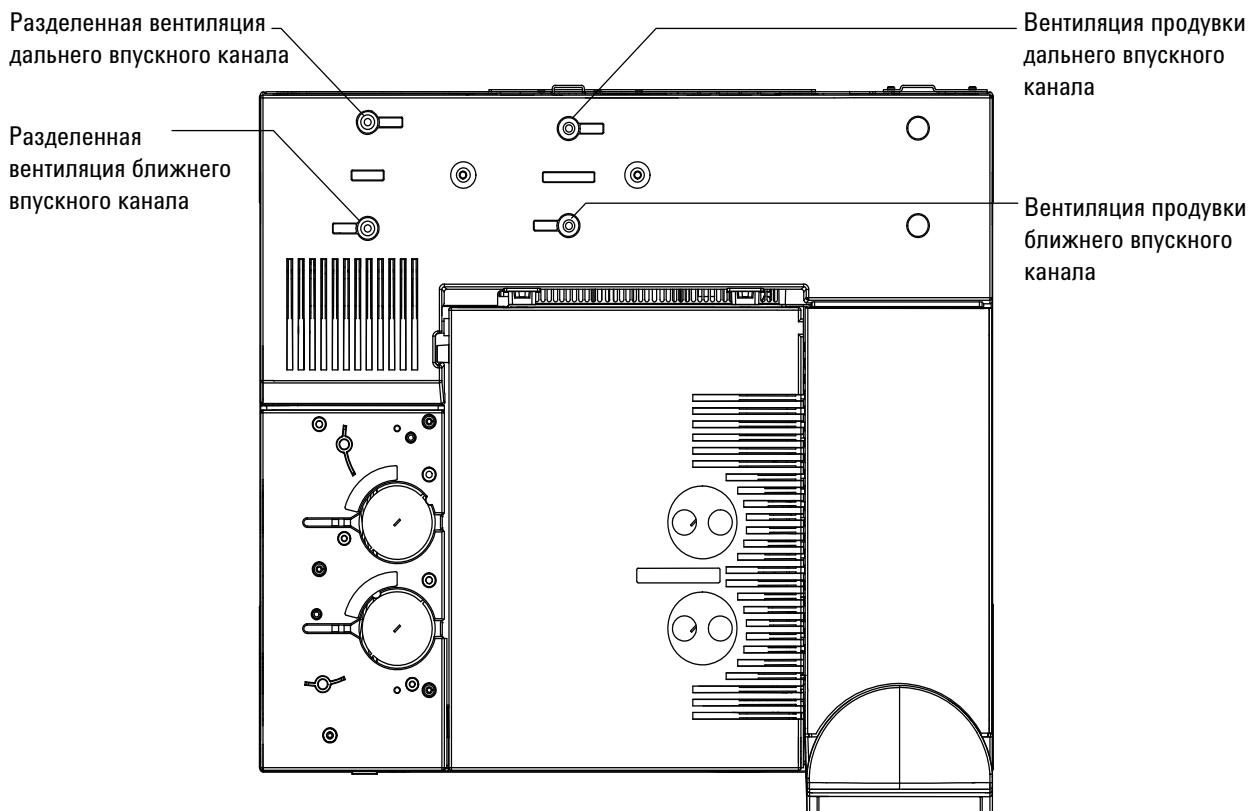
При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Септа	Фитинг колонки
Гайка септы	Проходные фитинги подачи газа к модулю потока
Кольцевой уплотнитель лайнера	Трубы и соединения в линии передачи, соединенной с впускным каналом
Золотистый уплотнитель/шайба и переходная гайка	Внутренние утечки в модуле ЭКД (клапан продувки септы)
Корпус впускного канала	
Клапан разделенной вентиляции коллектора потока	
Клапан продувки септы коллектора потока	
Ловушка и трубы разделенной вентиляции	
Трубы продувки септы	
Уплотнения в трубах между модулем потока и корпусом впускного канала	

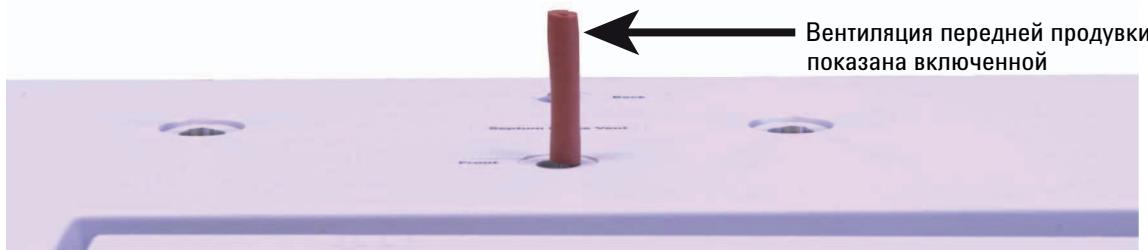
- 1 Соберите следующие компоненты (см. [Расходные материалы и детали разделенного/неразделенного впускного канала](#)).
 - Муфта без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4 дюйма.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
 - Гайка колонки.
 - Новая септа.
 - Кольцевой уплотнитель.
 - Пробка детектора ДЗЭ/ТПД (номер детали 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания порта](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закупорьте фитинг колонки гайкой колонки и муфтой без отверстия.
- 5 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. [Замена септы в разделенном/неразделенном впускном канале](#).
- 6 Осмотрите кольцевой уплотнитель и замените его, если он стал твердым и хрупким или потрескался. См. [Замена](#)

7 Проверка отсутствия утечек

лайнера и кольцевого уплотнителя в разделенном/неразделенном впускном канале.

- 7 Переведите впускной канал в **Split Mode** (Разделенный режим).
- 8 Установите для колонки значение **Inlet: Unspecified** (Впускной канал: не указан).
- 9 Установите для впускного канала температуру 70 °C.
- 10 Установите **Total flow** (Общая скорость потока) на значение 60 мл/мин.
- 11 Установите контрольное значение давления на 25 psi (172 кПа). Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 psi (70 кПа) превышает давление во впускном канале.
- 12 Если давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 13 Установите значение скорости потока **Septum purge** (Продувка септы) на 3,0 мл/мин.
- 14 Дайте температуре во впускном канале стабилизироваться. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
- 15 Закройте фитинг продувки септы пробкой детектора ДЗЭ/ТПД.





- 16 Нажмите на клавиатуре [**Service Mode**] (Режим обслуживания). Выберите **Diagnostics** (Диагностика) > **Front or Back Inlet** (Ближний или дальний впускной канал) > **Pneumatics Control** (Управление пневматикой) > **Septum Purge control** (Управление продувкой септы).
- 17 Прокрутите список до **Constant duty cycle** (Постоянный цикл) и введите **50**. Подождите 10 секунд.
- 18 Нажмите [**Front Inlet**] (Ближний впускной канал) или [**Back Inlet**] (Дальний впускной канал). Прокрутите до **Pressure** (Давление) и нажмите **Off/No** (Выкл./Нет).
- 19 Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике.
- 20 Следите за давлением в течение 10 минут. Используйте таймер, нажав [**Time**] (Время) и [**Enter**] (Ввод).

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

Падение давления менее чем на 0,5 psig (0,05 psi/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 разделенном и неразделенном впускных каналах”**. Проведите повторную проверку.

Для ГХ с парофазным пробоотборником 7697А характерно следующее.

Падение давления менее чем на 1,7 psig (0,17 psi/мин или меньше; 11,7 кПа или 1,17 кПа/мин) является приемлемым. Если 7697А проходит все проверки на отсутствие утечек (проверка ограничения, затухания давления и проверка между портами), и если проверка утечки по затуханию давления проходит без установленного пробоотборника 7697А, проверьте путь потока носителя в пробоотборнике 7697А. См. документацию по парофазному пробоотборнику.

7 Проверка отсутствия утечек

Для ГХ с парофазным пробоотборником G1888 характерно следующее.

Падение давления менее чем на 2 psig за 5 минут (0,4 psi/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. Впускной канал с лайнером меньшего объема не выдерживает такой большой утечки, как канал с лайнером большего объема.

- 21** После того как впускной канал пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.
 - Снимите все колпачки и заглушки.
 - Переустановите колонку.
 - Восстановите правильную конфигурацию колонки.
 - Загрузите рабочий метод.

Устранение утечек в разделенном и неразделенном впускных каналах

Если впускной канал 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 технического обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы. См. [Замена септы в разделенном/неразделенном впусканом канале](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте установку узла вставки.
- Проверьте лайнера и его кольцевой уплотнитель. См. [Замена лайнера и кольцевого уплотнителя в разделенном/неразделенном впусканом канале](#).
- Если золотистый уплотнитель был заменен, проверьте правильность установки. См. [Замена золотистого уплотнителя в разделенном/неразделенном впусканом канале](#).
- Убедитесь, что температура во впусканом канале остается постоянной в течение всей проверки.

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

Проверка отсутствия утечек в многорежимном впускном канале

Эта процедура описывает, как проверить и исправить утечки в многорежимном впускном канале. Следуйте указаниям, приведенным ниже, в зависимости от признаков проблемы во впусканом канале.

Не удается достичь контрольного значения давления

Если многорежимный впускной канал ЭКД не достигает контрольного значения давления, ГХ будет находиться в режиме «Not Ready» (Не готов). Нажатие кнопки [**Status**] (Состояние) позволит выяснить, что давление в ближнем (или дальнем) впусканом канале не готово. ГХ выключится примерно через 5,5 минут, если впусканой канал не достигнет необходимых показателей давления и управляемости.

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

- 1 Убедитесь в достаточном давлении подачи газа, поступающего в ГХ (см. [Руководство по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ](#)), и проверьте отсутствие утечек в системе подачи газа (см. [Проверка внешних утечек](#)). Давление во впусканом канале должно быть на 70 кПа (10 psi) выше самого высокого давления, используемого в методе.
 - 120 psi является максимумом для впусканого канала, рассчитанного на 0–100 psi.
 - 170 psi является максимумом для впусканого канала, рассчитанного на 0–150 psi.
- 2 Проверьте настройку общей скорости потока. Общая скорость потока должна быть достаточно высокой, чтобы поддерживать давление во впусканом канале на всем протяжении цикла. Колонки большого диаметра требуют более высоких скоростей потока. Как правило, достаточной является скорость 50 мл/мин. Для увеличения общей скорости потока выполните следующие действия.
 - Увеличьте коэффициент разделения при разделенном режиме
 - Увеличьте поток продувки при неразделенном режиме
- 3 Положите большой палец (или септу) на выходное отверстие разделенной вентиляции. Если давление впусканого канала начинает расти до контрольного значения, обратитесь в Agilent за обслуживанием. Если давление остается низким, переходите к следующему шагу.
- 4 Выполните проверку на наличие утечек во впусканом канале. См. [“Проверка отсутствия утечек во впусканом канале”](#). Представление о величине утечки дает общая скорость потока. Следите за общей скоростью потока при проверке или затяжке следующих креплений.

- Гайка септы
 - Колонка
 - Ловушка разделенной вентиляции и кольцевые уплотнители
 - Лайнэр и кольцевые уплотнители
 - Соединение разделенной вентиляционной линии с впускным каналом
 - 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 многорежимном впусканом канале ЭКД 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 проверенных фитингов и деталей.

- 1 Проведите проверку затухания давления во впусканом канале. Если проверка пройдена успешно, впускной канал может считаться герметичным. Проверьте другие возможные причины низкой чувствительности или плохой повторяемости.
 - Гайка септы
 - Колонка
 - Ловушка разделенной вентиляции
 - Лайнэр и кольцевой уплотнитель
 - Соединение разделенной вентиляционной линии с впускным каналом
 - Фитинги блокировки потока на коллекторе потока
 Если проблема не устранена, утечка может быть небольшой.
- 2 Если проверка затухания давления не пройдена, переведите впускной канал в разделенный режим. Установите скорость потока в колонке на значение 3 мл/мин, скорость потока продувки септы на 3 мл/мин, а скорость продувочного потока – на 50 мл/мин. Нажмите **[Prep Run]** (Предварительный цикл). Следите за значением общей скорости потока. Если общая скорость потока намного превышает 6 мл/мин, проверьте и затяните следующие крепления.
 - Гайка септы
 - Колонка
 - Ловушка разделенной вентиляции
 - Лайнэр и кольцевой уплотнитель
 - Соединение разделенной вентиляционной линии с впускным каналом
 - Фитинги блокировки потока на коллекторе потока
 Если проблема не устранена, утечка может быть небольшой.
- 3 Или используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить соединения и фитинги.
 Если проверка не помогла решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Проверка затухания давления МРП

Используйте «Multimode Inlet Pressure Decay Test» (проверка затухания давления в многорежимном впускном канале) из Agilent Instrument Utilities для определения наличия утечки во впускном канале. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для впускного канала.

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

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Проверьте фитинг колонки с заглушкой и колпачок продувки септы.
- Проверьте головку с септой. При необходимости затяните ее.
- Замените септу при необходимости.
- Проверьте и заново установите лайнер, если он протекает.
- При необходимости затяните соединения ловушки разделенной вентиляции или установите новый картридж и кольцевые уплотнители.
- Затяните соединение разделенной вентиляционной линии с впускным каналом.

Проверка затухания давления в многорежимном впускном канале

Проверка затухания давления позволяет обнаружить утечки от модуля потока впускного канала 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 впускного канала, особенно любые соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как гайка септы, переходник колонки, соединение колонки и так далее.

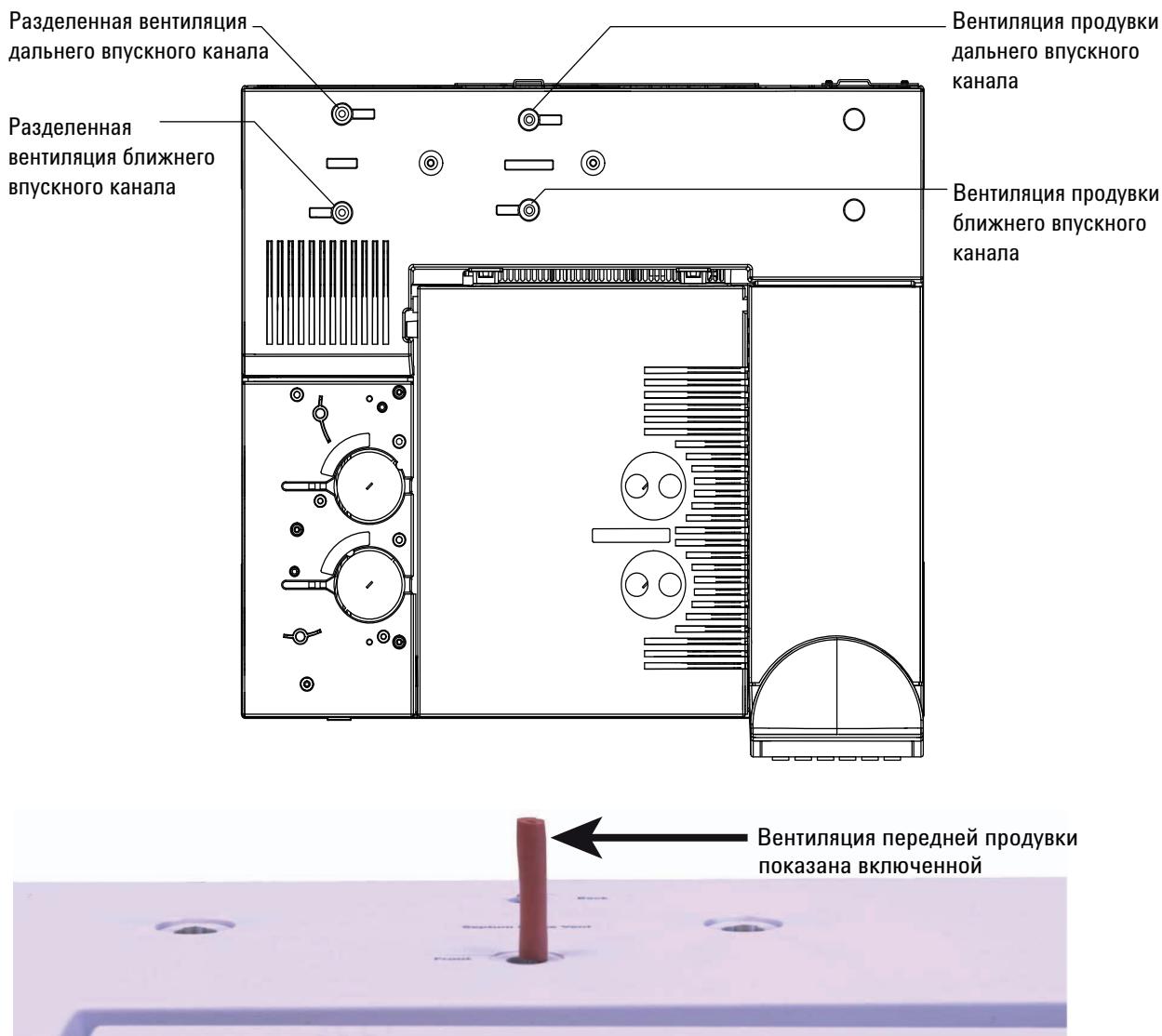
Для описанной ниже проверки утечки по затуханию давления требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки впускного канала. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

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	Трубы и соединения в линии передачи, соединенной с впускным каналом
Корпус впускного канала	
Клапан разделенной вентиляции коллектора потока	
Клапан продувки септы коллектора потока	
Ловушка и трубы разделенной вентиляции	
Трубы продувки септы	
Уплотнения в трубах между модулем потока и корпусом впускного канала	

- 1 Соберите следующие компоненты (см. [Расходные материалы и детали многорежимного впускного канала](#)).
 - Муфта без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4 дюйма.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
 - Гайка колонки.
 - Новая септа.
 - Кольцевой уплотнитель.
 - Пробка детектора ДЗЭ/ТПД (номер детали 5060-9055).
- 2 Загрузите метод [обслуживания порта](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закупорьте фитинг колонки гайкой колонки и муфтой без отверстия.
- 5 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. [Замена септы в многорежимном впускном канале](#).
- 6 Осмотрите кольцевой уплотнитель и замените его, если он стал твердым и хрупким или потрескался. См. [Замена лайнера и кольцевого уплотнителя в многорежимном впускном канале](#).
- 7 Переведите впускной канал в **Split Mode** (Разделенный режим).
- 8 Установите для колонки значение **Inlet: Unspecified** (Впускной канал: не указан).
- 9 Установите для впускного канала температуру 70 °C.

7 Проверка отсутствия утечек

- 10 Установите **Total flow** (Общая скорость потока) на значение 60 мл/мин.
- 11 Установите контрольное значение давления на 25 psi (172 кПа). Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 psi (70 кПа) превышает давление во впускном канале.
- 12 Если давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 13 Установите значение скорости потока **Septum purge** (Продувка септы) на 3,0 мл/мин.
- 14 Дайте температуре во впускном канале стабилизироваться. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
- 15 Закройте фитинг продувки септы пробкой детектора ДЭ/ТПД.



16 Нажмите на клавиатуре [**Service Mode**] (Режим обслуживания). Выберите **Diagnostics** (Диагностика) > **Front or Back Inlet** (Ближний или дальний впускной канал) > **Pneumatics Control** (Управление пневматикой) > **Septum Purge control** (Управление продувкой септы).

17 Прокрутите список до **Constant duty cycle** (Постоянный цикл) и введите **50**. Подождите 10 секунд.

18 Нажмите [**Front or Back Inlet**] (Ближний или дальний впускной канал). Прокрутите до **Pressure** (Давление) и нажмите **Off/No** (Выкл./Нет).

19 Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике.

20 Следите за давлением в течение 10 минут. Используйте таймер, нажав [**Time**] (Время) и [**Enter**] (Ввод).

Падение давления менее чем на 0,5 psig (0,05 psi/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 многорежимном впусканом канале**”. Проведите повторную проверку.

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

21 После того как впускной канал пройдет проверку, восстановите GX в рабочее состояние.

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

Устранение утечек в многорежимном впускном канале

Если впускной канал 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 технического обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы. См. [Замена септы в многорежимном впускном канале](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте установку узла вставки.
- Проверьте лайнера и его кольцевой уплотнитель. См. [Замена лайнера и кольцевого уплотнителя в многорежимном впускном канале](#).
- Убедитесь, что температура во впусканом канале остается постоянной в течение всей проверки.

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

Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в РР

Используйте «Purged/Packed Inlet Pressure Decay Test» (проверка отсутствия утечки по затуханию давления в набивном впускном канале с продувкой) из Agilent Instrument Utilities для определения наличия утечки во впускном канале. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для впускного канала.

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 заглушкой и колпачок продувки септы.

Проверка затухания давления во впусканом канале РР

Проверка затухания давления позволяет обнаружить утечки от модуля потока впускного канала 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 впускного канала, особенно любые 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 впускного канала. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

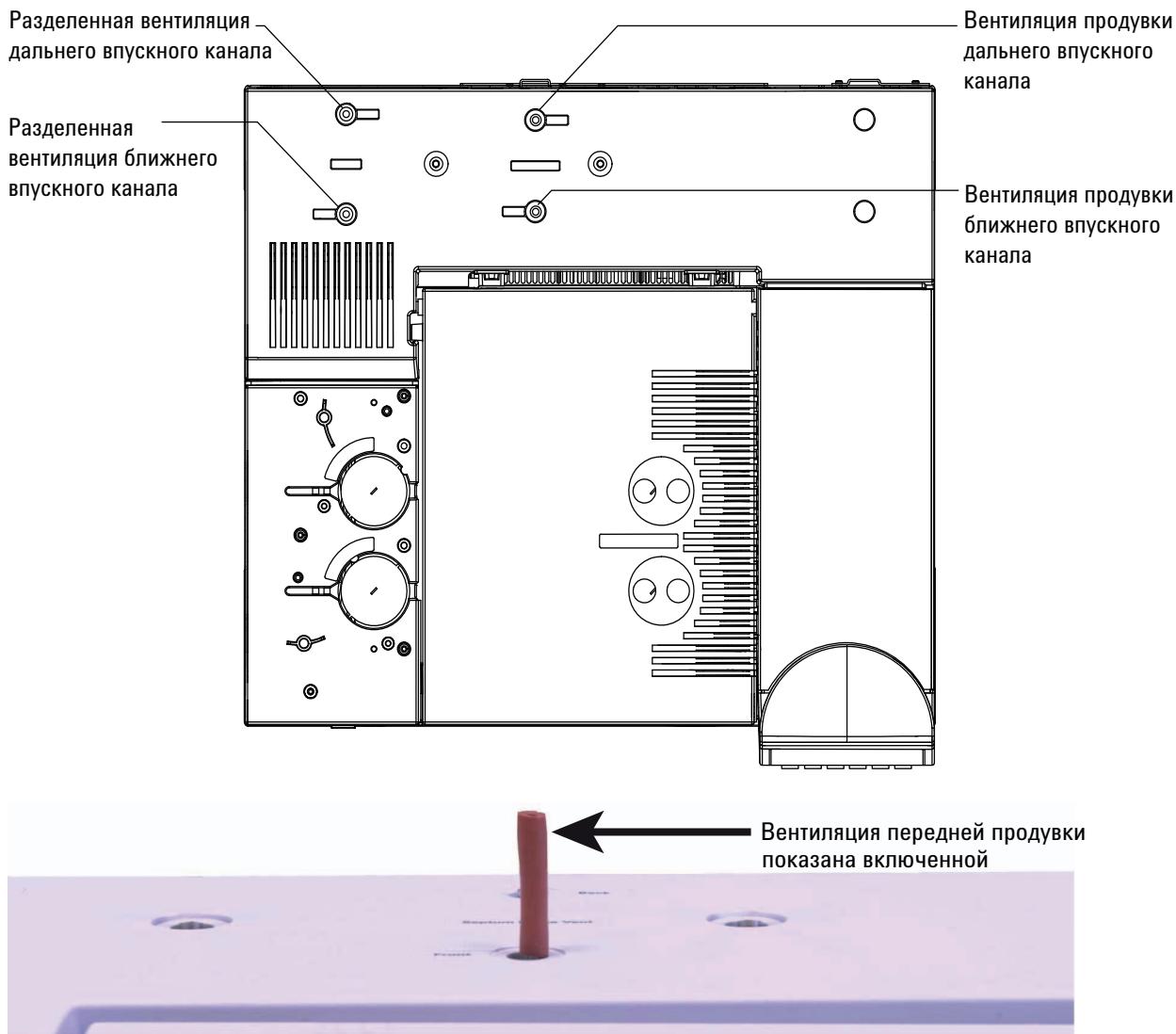
При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Септа	Фитинг колонки
Гайка септы	Проходные фитинги подачи газа к модулю потока
Кольцевой уплотнитель стеклянной вставки	

7 Проверка отсутствия утечек

При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Переходник и муфта	
Корпус впускного канала	
Верхняя вставка	
Уплотнения в трубах между модулем потока и корпусом впускного канала	

- 1 Соберите следующие компоненты (см. [Расходные материалы и детали набивного впускного канала с продувкой](#)).
 - Муфта без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4 дюйма.
 - Гаечный ключ 7/16 дюйма.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
 - Гаечный ключ 9/16 дюйма.
 - Колпачки Swagelok 1/8 и 1/4 дюйма.
 - Пробка детектора ДЗЭ/ТПД (номер детали 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания порта](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Установите значение общей скорости потока в колонке на 40мл/мин и продувайте впускной канал в течение 1 минуты.
- 4 Если колонка установлена, снимите ее.
- 5 Закройте фитинг колонки.
 - Если установлен переходник капиллярной колонки, используйте гайку колонки и муфту без отверстия.
 - Если установлен переходник колонки с набивкой 1/8 дюйма, используйте колпачок Swagelok 1/8 дюйма (5180-4121).
 - Если установлен переходник колонки с набивкой 1/4 дюйма, используйте колпачок Swagelok 1/4 дюйма (5180-4120).
- 6 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. [Замена септы в набивном впускном канале с продувкой](#).
- 7 Осмотрите кольцевой уплотнитель и замените его, если он стал твердым и хрупким или потрескался. См. [Замена кольцевого уплотнителя в набивном впускном канале с продувкой](#).
- 8 Если вы не уверены в качестве муфты переходника, замените ее. См. [Замена стеклянной вставки в набивном впускном канале с продувкой](#).

- 9 Настройте (но не устанавливайте) капиллярную колонку для перевода впускного канала в режим управления давлением.
- 10 Установите для впускного канала температуру 100 °C.
- 11 Установите контрольное значение давления на 25 psi (172 кПа). Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 psi (70 кПа) превышает давление во впусканом канале.
- 12 Если давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 13 Установите значение скорости потока **Septum purge** (Продувка септы) на 3,0 мл/мин.
- 14 Дайте температуре во впускном канале стабилизироваться. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
- 15 Закройте фитинг продувки септы пробкой детектора ДЗЭ/ТПД.



- 16 Нажмите на клавиатуре [**Service Mode**] (Режим обслуживания). Выберите **Diagnostics** (Диагностика) > **Front or Back Inlet** (Ближний или дальний впускной канал) > **Pneumatics Control** (Управление пневматикой) > **Septum Purge control** (Управление продувкой септы).
- 17 Прокрутите список до **Constant duty cycle** (Постоянный цикл) и введите **50**. Подождите 10 секунд.
- 18 Нажмите [**Front or Back Inlet**] (Ближний или дальний впускной канал). Прокрутите до **Pressure** (Давление) и нажмите **Off/No** (Выкл./Нет).
- 19 Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике.
- 20 Следите за давлением в течение 10 минут. Используйте таймер, нажав [**Time**] (Время) и [**Enter**] (Ввод).

Падение давления менее чем на 0,7 psig (0,07 psi/мин или меньше; 4,8 кПа или 0,48 кПа/мин) является приемлемым.

Если давление падает гораздо быстрее, чем с приемлемой скоростью, см. “**Устранение утечек во впусканом канале с набивкой**”. Проведите повторную проверку.
- 21 После того как впускной канал пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.
- 22 Снимите все колпачки и заглушки.
 - Переустановите колонку.
 - Восстановите правильную конфигурацию колонки.
 - Загрузите рабочий метод.

Устранение утечек во впускном канале с набивкой

Если впускной канал 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 технического обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы. См. [Замена септы в набивном впускном канале с продувкой](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте надежность затяжки верхней вставки.
- Замените кольцевой уплотнитель. См. [Замена кольцевого уплотнителя в набивном впускном канале с продувкой](#). Также проверьте стеклянную вставку. См. [Замена стеклянной вставки в набивном впускном канале с продувкой](#).
- Замените уплотнитель муфты на переходнике.
- Убедитесь, что температура во впускном канале остается постоянной в течение всей проверки.

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

Проверка отсутствия утечки по затуханию давления ХПК

Используйте «Cool On-Column Inlet Pressure Decay Test» (проверка отсутствия утечки по затуханию давления в холодном впускном канале на колонке) из Agilent Instrument Utilities для определения наличия утечки во впусканом канале. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для впускного канала.

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

Если проверка не прошла, выполните следующие действия.

- Проверьте фитинг колонки с заглушкой и колпачок продувки септы.
- Затяните гайку септы.
- Замените септу при необходимости.

Проверка затухания давления в ХПК

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

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

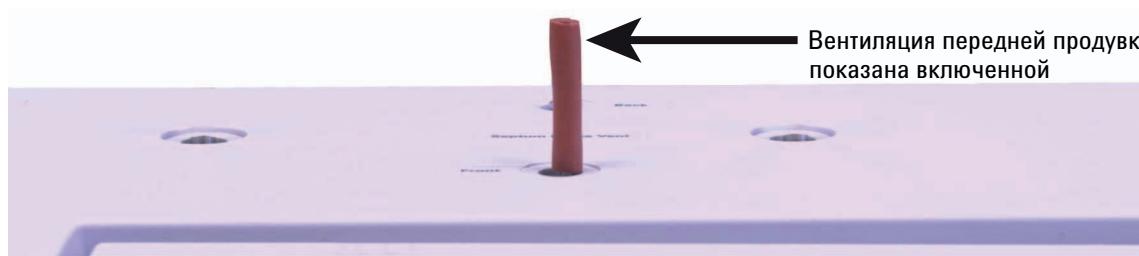
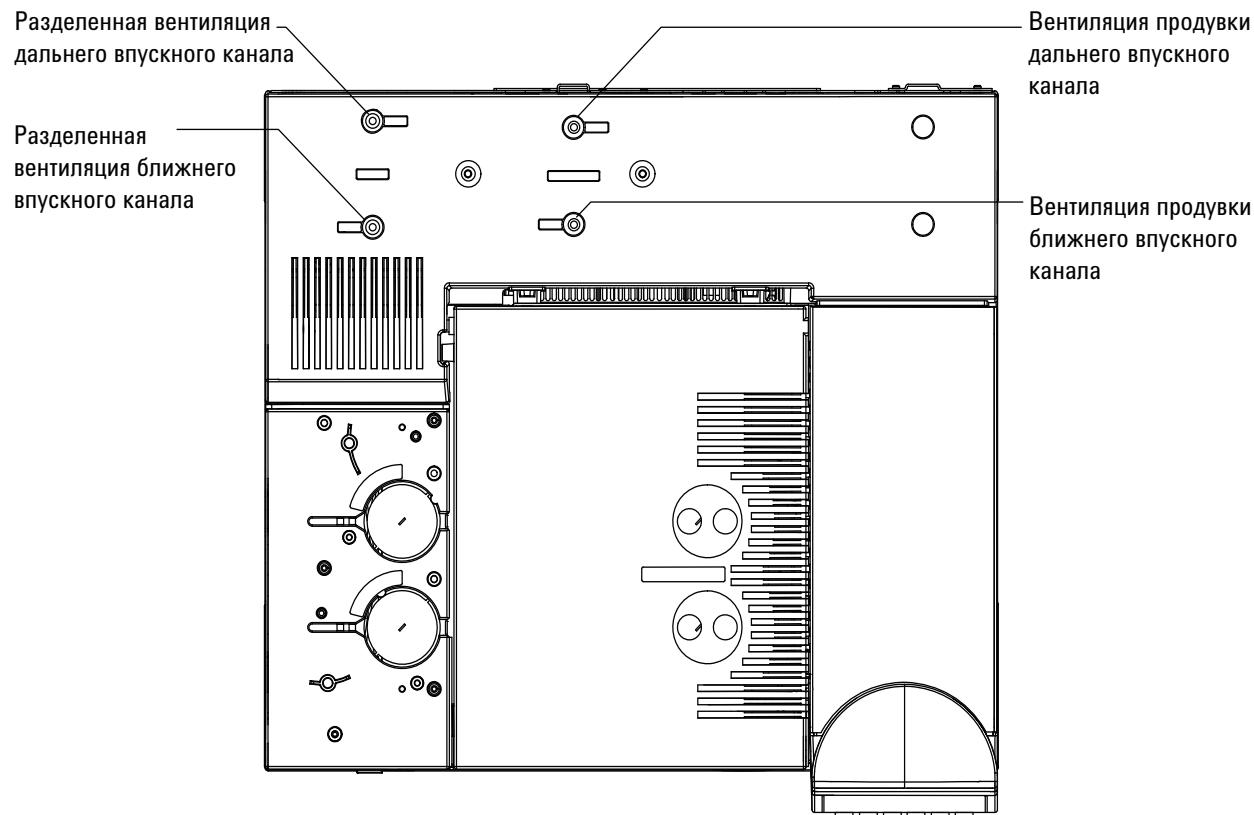
Если утечка определенно существует, сначала проверьте доступные извне фитинги впускного канала, особенно любые соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как гайка септы, переходник колонки, соединение колонки и так далее. См. [“Проверка внешних утечек”](#).

Для описанной ниже проверки утечки по затуханию давления требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки впускного канала. 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 трубах между модулем потока и корпусом впускного канала	
Корпус впускного канала	

- 1 Соберите следующие компоненты (см. [Расходные материалы и детали впускного канала ХПК](#)).
 - Муфта без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4 дюйма.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
 - Гайка колонки.
 - Новая септа.
 - Пробка детектора ДЗЭ/ТПД (номер детали 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания порта](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закупорьте фитинг колонки гайкой колонки и муфтой без отверстия.
- 5 Снимите старую септу и замените ее на новую. См. [Замена септы во впускном канале ХПК](#).
- 6 Установите контрольное значение давления на 25 psi (172 кПа). Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 psi (70 кПа) превышает давление во впускном канале.
- 7 Подождите 5 минут, чтобы уравновесить давление. Если давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 8 Установите значение скорости потока **Septum purge** (Продувка септы) на 3,0 мл/мин.
- 9 Дайте температуре во впускном канале стабилизироваться. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
- 10 Закройте фитинг продувки септы пробкой детектора ДЗЭ/ТПД.

7 Проверка отсутствия утечек



- 11 Нажмите на клавиатуре **[Service Mode]** (Режим обслуживания). Выберите **Diagnostics** (Диагностика) > **Front or Back Inlet** (Ближний или дальний впускной канал) > **Pneumatics Control** (Управление пневматикой) > **Septum Purge control** (Управление продувкой септы).
- 12 Прокрутите список до **Constant duty cycle** (Постоянный цикл) и введите **50**. Подождите 10 секунд.
- 13 Нажмите **[Front or Back Inlet]** (Ближний или дальний впускной канал). Прокрутите до **Pressure** (Давление) и нажмите **Off/No** (Выкл./Нет).
- 14 Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике.

- 15** Следите за давлением в течение 10 минут. Используйте таймер, нажав [**Time**] (Время) и [**Enter**] (Ввод).

Падение давления менее чем на 1,0 psig (0,1 psi/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 холодном впускном канале на колонке”](#). Проведите повторную проверку.

- 16** После того как впускной канал пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.

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

Устранение утечек в холодном впускном канале на колонке

Если впускной канал 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 технического обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы или узел охлаждающей башни. См. [Замена гайки септы или охлаждающей башни и септы во впусканом канале ХПК](#).
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Убедитесь, что температура во впусканом канале остается постоянной в течение всей проверки.

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

Проверка затухания давления ИПТИ

См. процедуру ниже.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Проверьте фитинг колонки с заглушкой и колпачок продувки септы.
- Проверьте головку с септой. При необходимости затяните ее.
- [Замените](#) септу при необходимости.
- При использовании головки без септы затяните ее. [Восстановите](#) по необходимости.
- Проверьте и [заново установите](#) лайнер, если он протекает.
- [Замените](#) переходник впускного канала, если он протекает.
- При необходимости затяните соединения ловушки разделенной вентиляции или [установите](#) новый картридж и кольцевые уплотнители.
- Затяните соединение разделенной вентиляционной линии с впускным каналом.

Проверка затухания давления ИПТИ

Проверка затухания давления позволяет обнаружить утечки от модуля потока впускного канала 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 впускного канала, особенно любые соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как гайка септы, переходник колонки, соединение колонки и так далее.

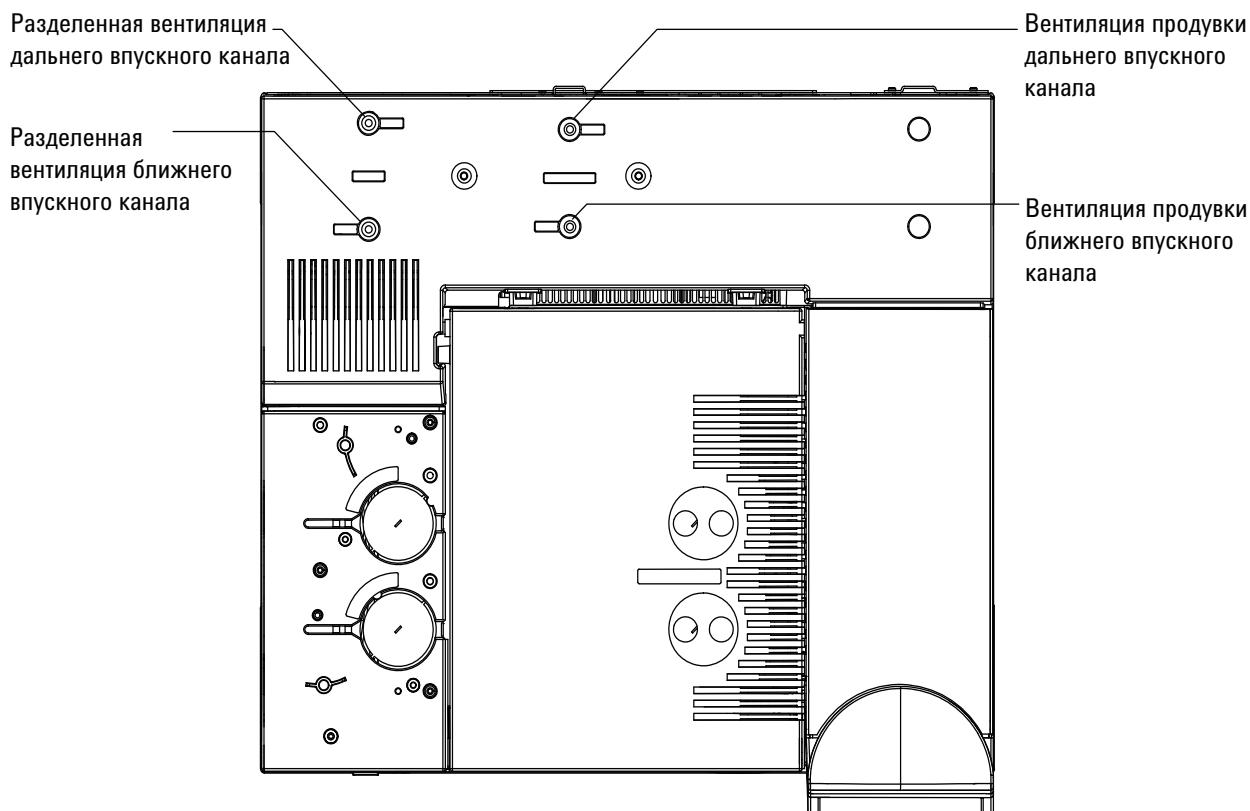
Для описанной ниже проверки утечки по затуханию давления требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки впускного канала. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

7 Проверка отсутствия утечек

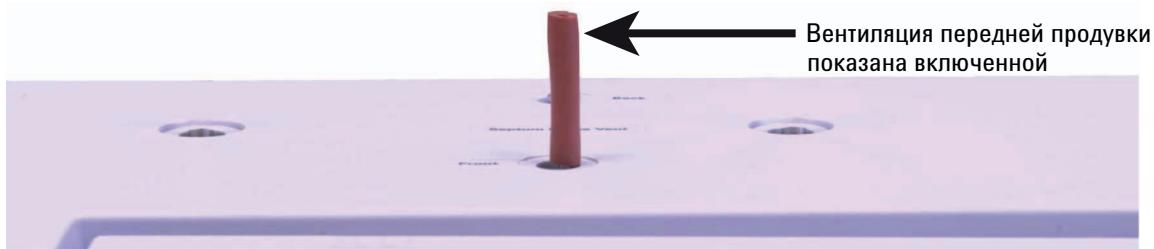
При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Септа	Фитинг колонки
Гайка септы	Проходные фитинги подачи газа к модулю потока
Кольцевой уплотнитель лайнера	Трубы и соединения в линии передачи, соединенной с впускным каналом
Золотистый уплотнитель/шайба и переходная гайка	
Корпус впускного канала	
Клапан разделенной вентиляции коллектора потока	
Клапан продувки септы коллектора потока	
Ловушка и трубы разделенной вентиляции	
Трубы продувки септы	
Уплотнения в трубах между модулем потока и корпусом впускного канала	

- 1 Соберите следующие компоненты (см. [Расходные материалы и детали впускного канала ИПТИ](#)).
 - Муфта без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4 дюйма.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
 - Гайка колонки.
 - Новая септа.
 - Новая муфта Graphpak 3D и лайнер.
 - Пробка детектора ДЗЭ/ТПД (номер детали 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания порта](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закупорьте фитинг колонки гайкой колонки и муфтой без отверстия.
- 5 Если при использовании головки с септой качество септы (или микроуплотнителя) и муфты GRAPHPACK-3D на стеклянном лайнере неизвестно, замените их. См. [Замена септы во впускном канале ИПТИ](#) и [Замена лайнера во впускном канале ИПТИ](#).

- 6 Переведите впускной канал в **Split Mode** (Разделенный режим).
- 7 Установите длину 0 в конфигурации колонки.
- 8 Установите для впускного канала температуру 100 °C.
- 9 Установите **Total flow** (Общая скорость потока) на значение 60 мл/мин.
- 10 Установите контрольное значение давления на 25 psi (172 кПа). Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 psi (70 кПа) превышает давление во впусканом канале.
- 11 Если давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.
- 12 Установите значение скорости потока **Septum purge** (Продувка септы) на 3,0 мл/мин.
- 13 Дайте температуре во впусканом канале стабилизироваться. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
- 14 Закройте фитинг продувки септы пробкой детектора ДЗЭ/ТПД.



7 Проверка отсутствия утечек



15 Нажмите на клавиатуре [**Service Mode**] (Режим обслуживания). Выберите **Diagnostics** (Диагностика) > **Front or Back Inlet** (Ближний или дальний впускной канал) > **Pneumatics Control** (Управление пневматикой) > **Septum Purge control** (Управление продувкой септы).

16 Прокрутите список до **Constant duty cycle** (Постоянный цикл) и введите **50**. Подождите 10 секунд.

17 Нажмите [**Front or Back Inlet**] (Ближний или дальний впускной канал). Прокрутите до **Pressure** (Давление) и нажмите **Off/No** (Выкл./Нет).

18 Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике.

19 Следите за давлением в течение 10 минут. Используйте таймер, нажав [**Time**] (Время) и [**Enter**] (Ввод).

Падение давления менее чем на 0,5 psig (0,05 psi/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 во впускном канале ИПТИ**”. Проведите повторную проверку.

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

20 После того как впускной канал пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.

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

Устранение утечек во впускном канале ИПТИ

Если впускной канал 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 технического обслуживания.
- При использовании головки с септой проверьте затяжку гайки септы. См. [Замена септы во впусканом канале ИПТИ](#).
- При использовании головки с септой проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Убедитесь, что узел головки с септой или без септы установлен надежно.
- Замените лайнера и муфту Graphpak 3D. См. [Замена лайнера во впусканом канале ИПТИ](#).
- Проверьте уплотнение переходника Graphpak в корпусе впускного канала. Замените серебристый уплотнитель и заново установите переходник, если это необходимо. См. [Замена переходника впусканого канала во впусканом канале ИПТИ](#).
- При использовании головки без септы проверьте наличие утечек вокруг направляющего колпачка. Замените фторопластовую муфту в направляющем колпачке. См. [Замена фторопластовой муфты во впусканом канале ИПТИ](#).
- Проверьте наличие утечек в ловушке разделенной вентиляции. При необходимости затяните. Замените фильтр и уплотнительные кольца ловушки разделенной вентиляции. См. [Замена фильтра ловушки разделенной вентиляции во впусканом канале ИПТИ](#).
- Убедитесь, что температура во впусканом канале остается постоянной в течение всей проверки.

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

Проверка затухания давления ВКЛС

См. процедуру ниже.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Проверьте фитинг колонки с заглушкой и колпачок продувки септы.
- Затяните пневматические соединения с портом для летучих соединений. Установите новые уплотнители по необходимости.
- При необходимости затяните соединения ловушки разделенной вентиляции или [установите новый картридж](#) и кольцевые уплотнители.

Проверка затухания давления ВКЛС

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

Сначала проверьте ВКЛС с установленной системой ввода проб. Если система не проходит испытание на герметичность, отсоедините ВКЛС от пробоотборника, как описано в “Подготовка ВКЛС к проверке на наличие утечек в закрытой системе” en la página 168.

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 впускного канала, особенно любые соединения, которые недавно проходили обслуживание, такие как соединение колонки, разделенная вентиляционная линия и так далее.

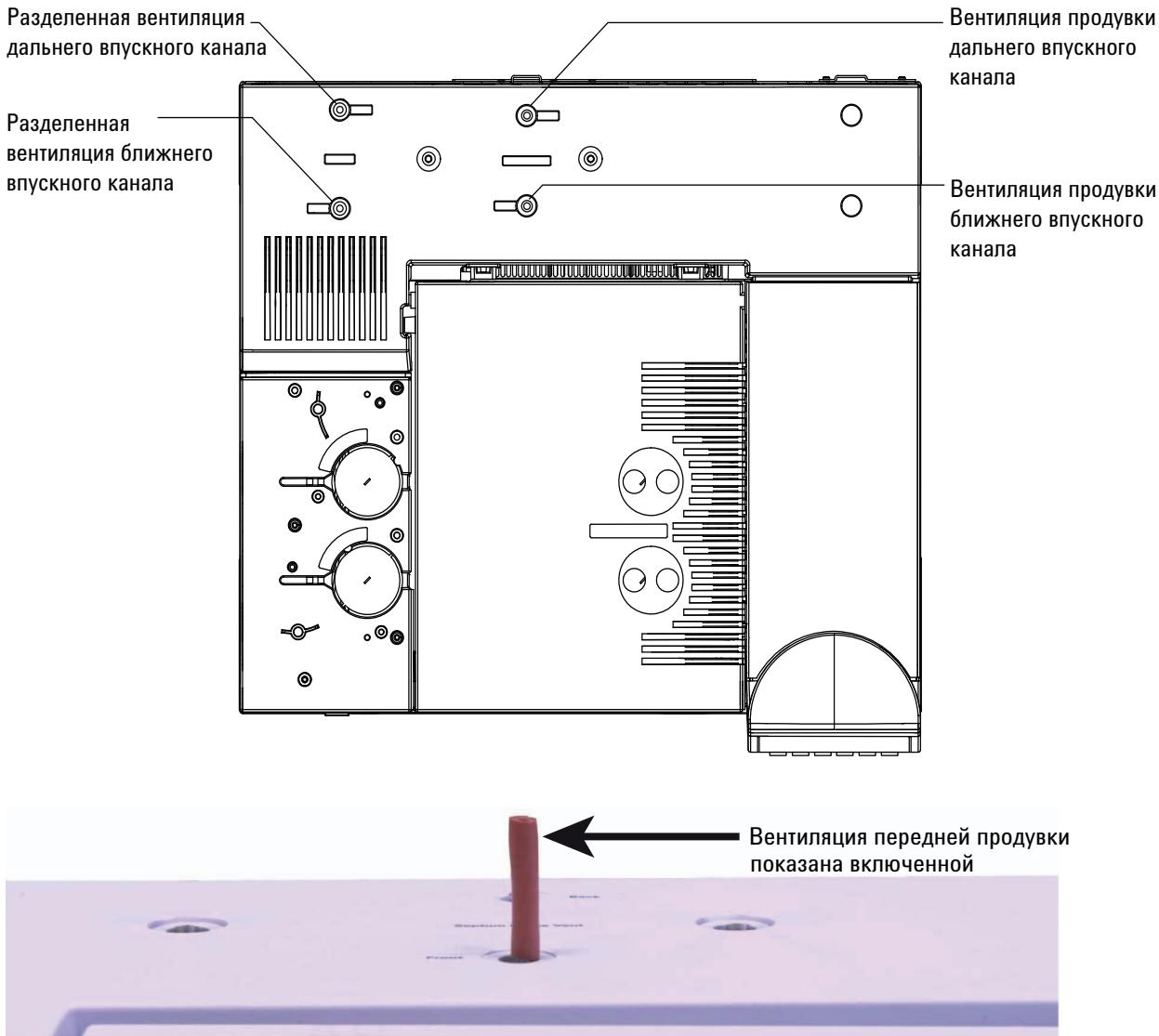
Для описанной ниже проверки утечки по затуханию давления требуется снять колонку и закрыть фитинг колонки впускного канала. Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах.	При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах.
Соединение пробоотборника	Фитинг колонки
Соединение линии измерения давления с портом	Проходные фитинги подачи газа к модулю потока
Соединение линии разделенной вентиляции с портом	Трубы и соединения в линии передачи, соединенной с впускным каналом
Весь путь, который проходит проба в подключенном пробоотборнике	
Клапан разделенной вентиляции коллектора потока	
Клапан продувки септы коллектора потока	
Ловушка и трубы разделенной вентиляции	

- 1 Соберите следующие компоненты (см. [Расходные материалы и детали ВКЛС](#)).
 - Муфта без отверстия.
 - Гаечный ключ 1/4 дюйма.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
 - Длинная гайка колонки
 - Пробка детектора ДЗЭ/ТПД (номер детали 5060-9055).
- 2 Загрузите [метод обслуживания порта](#) и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Если колонка установлена, снимите ее.
- 4 Закупорьте фитинг колонки гайкой колонки и муфтой без отверстия.
- 5 Переведите впускной канал в **Split Mode** (Разделенный режим).
- 6 Установите длину 0 в конфигурации колонки.
- 7 Установите для впускного канала температуру 100 °C.
- 8 Установите **Total flow** (Общая скорость потока) на значение 60 мл/мин.
- 9 Установите контрольное значение давления на 25 psi (172 кПа). Убедитесь, что давление, подаваемое на ГХ, как минимум на 10 psi (70 кПа) превышает давление во впусканом канале.
- 10 Если давление не может быть достигнуто, это следствие большой утечки либо слишком низкого давления подачи.

7 Проверка отсутствия утечек

- 11 Установите значение скорости потока **Septum purge** (Продувка септы) на 3,0 мл/мин.
- 12 Дайте температуре во впускном канале стабилизироваться. Изменения температуры могут влиять на достоверность проверки.
- 13 Закройте фитинг продувки септы пробкой детектора ДЗЭ/ТПД.



- 14 Нажмите на клавиатуре [Service Mode] (Режим обслуживания). Выберите **Diagnostics** (Диагностика) > **Front or Back Inlet** (Ближний или дальний впускной канал) > **Pneumatics Control** (Управление пневматикой) > **Septum Purge control** (Управление продувкой септы).
- 15 Прокрутите список до **Constant duty cycle** (Постоянный цикл) и введите **50**. Подождите 10 секунд.

- 16** Нажмите [**Front or Back Inlet**] (Ближний или дальний впускной канал). Прокрутите до **Pressure** (Давление) и нажмите **Off/No** (Выкл./Нет).
- 17** Быстро отключите подачу газа-носителя на его источнике.
- 18** Следите за давлением в течение 10–15 минут. Используйте таймер, нажав [**Time**] (Время) и [**Enter**] (Ввод). Давление должно упасть примерно на 1 psi (6,9 кПа) в течение первых 1–2 минут. После первоначального падения давления приблизительно на 1 psi оно не должно падать более чем на 0,03 psi/мин (0,21 кПа/мин). Если падение давления составляет 0,03 psi/мин или меньше, можно считать систему пробоотборника «порт – газ» герметичной. Если давление падает быстрее, чем с приемлемой скоростью, необходимо проверить системы порта и пробоотборника по отдельности, чтобы определить источник утечки. См. **“Подготовка ВКЛС к проверке на наличие утечек в закрытой системе”** для создания замкнутой системы потока, затем вернитесь к этому разделу и выполните шаги с **10** по **16**.
- При обнаружении утечки в порте см. **“Устранение утечек в порте для летучих соединений”**. Если порт герметичен, проверьте пробоотборник давлением. См. инструкции в инструкции по эксплуатации пробоотборника.
- 19** После того как ВКЛС пройдет проверку, восстановите ГХ в рабочее состояние.
 - Снимите все колпачки и заглушки.
 - При необходимости заново подключите пробоотборник.
 - Переустановите колонку.
 - Восстановите правильную конфигурацию колонки.
 - Загрузите рабочий метод.

Подготовка ВКЛС к проверке на наличие утечек в закрытой системе

Чтобы проверить наличие утечек в порте независимо от газового пробоотборника, необходимо отсоединить пробоотборник от порта, чтобы изолировать систему потока порта от пробоотборника.

ОСТОРОЖНО!

Будьте осторожны. Термостат и/или впускной канал могут быть горячими и вызывать ожоги. Если температура этих компонентов слишком высокая, наденьте термозащитные перчатки для защиты рук.

- 1** Подготовьте следующее.
 - Гайка 1/16 дюйма для транспортной линии.
 - Муфта для транспортной линии.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
- 2** Отсоедините транспортную линию от порта.
- 3** Отсоедините линию носителя от пробоотборника.
- 4** Подготовьте конец линии носителя, используя гайку 1/16 дюйма с наружной резьбой и муфту.
- 5** Подключите линию носителя к порту в месте, где была снята транспортная линия, и туго затяните гайку пальцами. Затяните гайку еще на 1/4–1/2 оборота гаечным ключом 1/4 дюйма.
- 6** Вернитесь к “Проверка затухания давления ВКЛС” и повторите шаги с 9 по 16.

Устранение утечек в порте для летучих соединений

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

- 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 технического обслуживания.
- Разделенная вентиляция и соединения контроля давления в порте.
- Соединение пробоотборника с портом.
- Пробоотборник.

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

7 Проверка отсутствия утечек

8

Процедуры устранения неполадок

- Измерение скорости потока в колонке 172
- Измерение скорости потока в разделенной вентиляции или при продувке септы 176
- Измерение скорости потока в детекторе 178
- Выполнение теста самодиагностики ГХ 183
- Проверка или контроль противодавления в разделенной вентиляционной линии 184
- Выполнение проверки повушки впускного канала 187
- Проверка ограничения разделенной вентиляции SS 189
- Настройка смещения зажигания ПИД 190
- Проверка горения пламени ПИД 191
- Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время цикла воспламенения 192
- Измерение утечек тока ПИД 193
- Измерение выхода базовой линии ПИД 194
- Определение причины шума ПИД 195
- Измерение тока утечки в АФД 196
- Проверка закупорки сопла ПИД 197
- Проверка наличия закупоренного сопла АФД 198
- Проверка воспламенения буртика АФД 199
- Проверка горения пламени ПФД 200
- Настройка смещения зажигания ПФД 201
- Замена очистителей газа 202
- Проверка наличия примесей в разделенной вентиляционной линии 203
- Игнорирование состояния готовности устройства 205
- Использование секундометра 206



Измерение скорости потока в колонке

Измерение скорости потока в колонке ПИД, ТПД, иДЗЭ и ПФД

С помощью следующей процедуры можно измерять скорость потока в колонке ПИД, ТПД, иДЗЭ и ПФД.

ОСТОРОЖНО!

Водород (H₂) является легковоспламеняющимся газом и при смешивании с воздухом в закрытом пространстве (например, в измерителе потока) может взорваться. Продувайте измерители скорости 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 вызывать 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, откалибранный для газа и скорости потока.
- 2 Отключите детектор.
- 3 Отключите потоки в детекторе.
- 4 Подключите подходящий переходник к вытяжке детектора.

ПРИМЕЧАНИЕ

Диаметр трубы измерителя скорости потока зависит от модели. Требуемым образом подгоните переходник для трубы измерителя.

Резиновая переходная трубка 1/8 дюйма подключается непосредственно к вытяжной вентиляции иДЗЭ или ТПД.



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



Для ПФД извлеките пластиковую трубку из вытяжки ПФД и подсоедините измеритель скорости потока непосредственно к вентиляционной трубке ПФД. При необходимости соедините вытяжку детектора с трубкой измерителя переходником трубы 1/4 дюйма.



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

Измерение скорости потока в колонке 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 газа и скорости потока.

2 Установите напряжение буртика 0,0 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 Снимите буртик и осторожно отложите его в сторону для последующей установки на место.
- 5 Вставьте переходной инструмент 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.

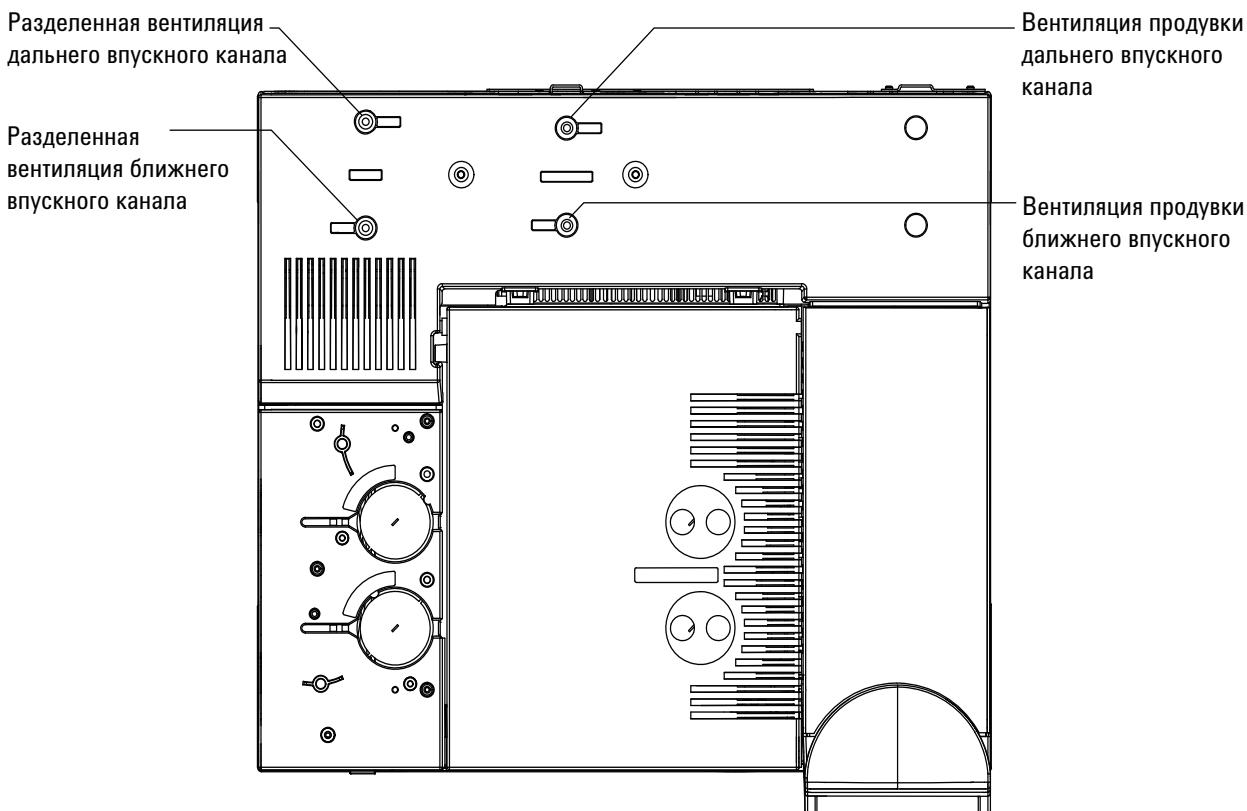
Измерение скорости потока в разделенной вентиляции или при продувке септы

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

ОСТОРОЖНО!

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

Потоки продувки септы и разделенной линии выходят через пневматический модуль в верхней части на задней стороне ГХ. См. рис. ниже.



Для измерения скорости потока в разделенной вентиляции или при продувке септы подсоедините измеритель скорости потока к соответствующей трубке. Снимите пневматическую крышку ГХ для доступа к выходам дальних впускных каналов.

- Разделенная вентиляция имеет фитинг 1/8 дюйма Swagelok с резьбой. Подготовьте и используйте переходную трубку 1/8 дюйма (как показано ниже) для преобразования фитинга 1/8 дюйма с резьбой в трубку 1/8 дюйма. Это предотвратит утечки измерителя скорости потока на резьбе, что приведет к получению неправильных значений измерения.



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

Измерение скорости потока в детекторе

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

- Ограничения в линии подачи, что приведет к появлению сообщения **Not Ready** (Не готов) на дисплее ГХ (все детекторы)
- Утечка в колонке или фитинге адаптера колонки (все детекторы)
- Закупоренное сопло (**ПИД**, **АФД**).
- Утечка в камере сгорания, через уплотнение окна или воспламенителя (**ПФД**)
- Датчик давления, требующий обнуления. (См. [Обнуление датчика давления модуля ЭКД](#).)
- Клапан ЭКД, работающий неправильно.

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

Измерение скорости потока в ПИД, ТПД, иДЗЭ и ПФД

ОСТОРОЖНО!

Водород (H₂) является легковоспламеняющимся газом и при смешивании с воздухом в закрытом пространстве (например, в измерителе потока) может взорваться. Продувайте измерители скорости 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, откалибранный для газа и скорости потока.

ВНИМАНИЕ

Для предотвращения повреждения колонки охладите термостат перед отключением потока в колонке.

- 2** Установите для термостата температуру окружающей среды (35 °C).
- 3** Отключите поток и давление в колонке.
- 4** Отключите подачу всех газов в детекторе.
- 5** Выключите следующее (если применимо): горелку ПИД, горелку ПФД и катод ТПД.
- 6** Охладите детектор.
- 7** Подключите подходящий переходник к вытяжке детектора.

ПРИМЕЧАНИЕ

Диаметр трубки измерителя скорости потока зависит от модели. Требуемым образом подгоните переходник для трубы измерителя.

Резиновая переходная трубка подключается непосредственно к вытяжной вентиляции иДЗЭ или ТПД.



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



8 Процедуры устранения неполадок

Для ПФД извлеките пластиковую трубку из вытяжки ПФД и подсоедините измеритель скорости потока непосредственно к вентиляционной трубке 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 газа и скорости потока.

2 Установите напряжение буртика 0,0 В.

3 Остудите АФД до 100 °С.

ОСТОРОЖНО!

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

- 4 Снимите буртик и осторожно отложите его в сторону для последующей установки на место.
- 5 Вставьте переходной инструмент измерителя скорости потока АФД в коллектор АФД.
- 6 Установите вставку для измерения скорости потока в переходной инструмент измерителя скорости потока АФД.



8 Процедуры устранения неполадок

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

Выполнение теста самодиагностики ГХ

- 1 Отключите ГХ.
- 2 Подождите 1 минуту, а затем снова включите ГХ. Если отображается основной экран состояния ГХ, это означает, что тест самодиагностики пройден.

Agilent 7890B GC
B.xx.xx [xxx]

Power on successful

Проверка или контроль противодавления в разделенной вентиляционной линии

Agilent предоставляет встроенное средство проверки, которое измеряет противодавление в ловушке разделенной вентиляции и разделенной вентиляционной линии для разделенных/неразделенных, многорежимных впускных каналов, а также каналов ИПТИ и ВКЛС. В ходе этой проверки измеряется давление, образуемое на пути потока разделенной вентиляции при заданной пользователем скорости потока. Эта скорость потока может являться заданным значением метода **Split flow** (Разделенный поток) или по умолчанию равняться 400 мл/мин (значение, которое используется Agilent для сравнения с «типовыми» значениями).

Запустив проверку в чистой системе, можно установить базовую линию для ожидаемого противодавления в разделенной вентиляционной линии. 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 лайнера.
- Используемая скорость потока.

Поэтому при разных настройках и у разных ГХ действительное измеренное значение будет отличаться.

В ходе проверки выявляется следующее.

- Ограничение лайнера.
- Наличие загрязнения на золотистом уплотнителе (только для разделенного/неразделенного впускного канала).
- Ограничения в разделенной вентиляционной линии, например конденсированные остатки проб в разделенной вентиляционной линии и ловушке разделенной вентиляции.

Эта проверка также позволяет оценить пригодность установленного оборудования. Запустите проверку, используя контрольные значения и оборудование метода. Если измеренное в процессе проверки давление близко по значению необходимому давлению головки колонки, это означает, что даже небольшое число ограничений в линии разделенной вентиляции может привести ГХ в состояние неготовности. Также можно установить другой лайнера или настроить другой метод. (Для лайнера неразделенных лайнера сначала попробуйте переустановить лайнера. Неразделенные лайнера создают большее противодавление, чем разделенные лайнера, и поэтому небольшие отклонения в направлении могут оказывать влияние на низкие давления головки.)

Установка предела предупреждения для проверки ловушки впускного канала

Чтобы отслеживать состояние ловушки разделенной вентиляции с помощью проверки ловушки впускного канала, выполните следующие действия.

- 1** Если имеющаяся ловушка разделенной вентиляции использовалась для многих операций по вводу проб, замените ее. Убедитесь в чистоте ГХ.
 - При необходимости замените детали впускного канала.
 - Убедитесь, что в разделенной вентиляционной линии отсутствуют примеси или ограничения.
- 2** Запустите проверку ловушки впускного канала. См. [“Выполнение проверки ловушки впускного канала”](#).
- 3** Запишите давление. Полученное значение является противодавлением, которое ожидается в чистой системе с установленным лайнером.
- 4** Определите практический предел противодавления в разделенной вентиляции.

Используйте ГХ в нормальном режиме. Проводите проверку ловушки впускного канала регулярно. В следующих случаях требуется заменить ловушку разделенной вентиляции.

- Возникают хроматографические проблемы, связанные с ограничением в разделенной вентиляции, обычно низкая воспроизводимость области в режиме разделения.
- Полученное значение в ходе проверки давления достигает или превышает контрольное значение давления головки колонки.

Запустите проверку ловушки впускного канала и запишите давление. Замените ловушку разделенной вентиляции.

- 5** При необходимости установите поведение и предел для предупреждения.

Теперь вы знаете, что при необходимости замены ловушки можно установить один или два предела в проверке. Используйте эти пределы для установки индикатора «Service Due» (Необходимо обслуживание) или для принудительного перевода ГХ в состояние «Not ready» (Не готов). Доступны два следующих предела.

- **Warning if pressure check** (Предупреждение при проверке давления). Если измеренное давление превышает допустимый предел, включается индикатор «Service Due» (Необходимо обслуживание).
- **Fault if pressure check** (Сбой при проверке давления). Если измеренное давление превышает допустимый предел, ГХ переходит в состояние «Not Ready» (Не готов).

Чтобы задать предел предупреждения, выполните следующие действия.

- a Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до **Front inlet trap check** (Проверка ловушки ближнего впускного канала) или **Back inlet trap check** (Проверка ловушки дальнего впускного канала), затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
- b Прокрутите до необходимого предела.
- c Введите предел с клавиатуры, затем нажмите [**Enter**] (Ввод).

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

Тест настроен.

- 6 Регулярно повторяйте тест. В случае сбоя проверки замените ловушку разделенной вентиляции.

Чтобы вывести ГХ из состояния «Not Ready» (Не готов) или выключить индикатор «Service Due» (Необходимо обслуживание), выполните следующие действия.

- 1 Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до **Front inlet trap check** (Проверка ловушки ближнего впускного канала) или **Back inlet trap check** (Проверка ловушки дальнего впускного канала), затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
- 2 Прокрутите до **Reset the test results?** (Сбросить результаты проверки?) и нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да).

Отмена предела предупреждения для проверки ловушки впускного канала

- 1 Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до **Front inlet trap check** (Проверка ловушки ближнего впускного канала) или **Back inlet trap check** (Проверка ловушки дальнего впускного канала), затем нажмите [**Enter**] (Ввод).
- 2 Прокрутите до предупреждения, затем нажмите [**Off/No**] (Выкл./Нет).

Выполнение проверки ловушки впускного канала

С помощью клавиатуры ГХ:

- Нажмите [**Service Mode**] (Режим обслуживания), прокрутите до **Front inlet trap check** (Проверка ловушки ближнего впускного канала) или **Back inlet trap check** (Проверка ловушки дальнего впускного канала), затем нажмите [**Enter**] (Ввод). На дисплее отобразится такая же информация, как и на [Рисунок 5](#).

```

FRONT INLET TRAP CHECK
Inlet Pressure      5.471 psi<
Test Inlet          (ON to Start)
Test flow rate     400mL/min
Warning if pressure check OFF
Fault if pressure check OFF
Last test results
Tue Oct 20 16:07 2009
Test pressure OK:    4.8
Reset the test results? (yes)

```

Рисунок 5 Пример отображаемой на дисплее информации при проверке ловушки ближнего впускного канала. В этом примере предполагается, что проверка уже проведена. (Прокрутите для просмотра всех строк дисплея.)

- Прокрутите до строки **Test flow rate** (Тестовая скорость потока) и введите скорость потока. Типичная скорость потока для этой проверки составляет 400 мл/мин, однако вы можете счесть другие значения более подходящими для вашей настройки.
- Прокрутите до **Test Inlet** (Проверить впускной канал) и нажмите [**On/Yes**] (Вкл./Да) для запуска проверки.
- Дождитесь, пока давление стабилизируется. Когда давление стабилизировалось, строка **Test Inlet** (Проверить впускной канал) на дисплее изменится на **Test pressure OK x.xx** (Тестовое давление OK x.xx), где x.xx – это текущее давление.

Если впускной канал не может достичь заданного значения проверки, проверьте отсутствие утечек (во впусканом канале, в ловушке или в линии разделенной вентиляции) или снизьте давление подаваемого газа.

- 5 Запишите полученное значение **Inlet Pressure** (Давление впускного канала). Если измеренное давление превышает установленные вами пределы, ГХ ответит соответствующим образом. См. “Проверка или контроль противодавления в разделенной вентиляционной линии”.

Типичные значения давления для чистого разделенного пути потока:

- 1–2 psi (7–14 кПа) при 400 мл/мин для разделенного лайнера.
- 3–10 psi (21–69 кПа) при 400 мл/мин для неразделенного лайнера.

Если давление неразделенного лайнера кажется недопустимо высоким для чистой системы, попробуйте переустановить лайнер.

Если давление в чистой системе находится в этих пределах, но близко по значению к рабочему давлению для выбранного метода, возможно, метод или компонент оборудования требует изменения. См. также **Невозможно обеспечить низкое давление, соответствующее контролльному значению на разделенном канале**.

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

ПРИМЕЧАНИЕ

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

Чтобы выйти из состояния «Not Ready» (Не готов) или отключить индикатор «Service Due» (Необходимо обслуживание), прокрутите до **Reset the test results?** (Сбросить результаты проверки?) и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да).

Проверка ограничения разделенной вентиляции SS

Используйте «Split Vent Restriction Test» (проверка ограничения разделенной вентиляции) из набора программ Agilent Instrument Utilities, чтобы определить наличие необычного ограничения на пути потока в разделенной вентиляции. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для впускного канала. (Или см. [«Выполнение проверки ловушки впускного канала»](#).)

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Подумайте, не превышают ли значения в конфигурации проверки [минимальные устойчивые значения давления](#), достигаемые ГХ. См. также [Таблицу 4](#).
- Учтите тип используемого лайнера. Для анализа разделенной вентиляции Agilent [рекомендует](#) лайнер перепада низкого давления (номер детали 5183-4647).
- [Замените](#) фильтр ловушки разделенной вентиляции.
- Осмотрите и [замените](#) золотистый уплотнитель. Если вы не используете лайнер перепада низкого давления, следует установить золотистый уплотнитель для интенсивного потока (5182-9652).
- Осмотрите разделенную вентиляционную линию на наличие загрязнений. См. [«Проверка наличия примесей в разделенной вентиляционной линии»](#).

Если проблема не устранена, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Настройка смещения зажигания ПИД

Чтобы настроить значение параметра **Lit offset** (Смещение зажигания) ПИД, выполните следующее.

- 1** Нажмите [**Config**] (Конфигурация).
- 2** Перейдите к **Front detector** (Ближний детектор) или **Back detector** (Дальний детектор) (в зависимости от места установки детектора) и нажмите [**Enter**] (Ввод).
- 3** Перейдите к параметру **Lit offset** (Смещение зажигания). Когда выделена строка **Lit offset** (Смещение зажигания), введите новое значение для детектора и нажмите [**Enter**] (Ввод).
- 4** Смещение зажигания должно составлять < 2,0 пА или ниже обычного 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 выход ПИД составляет между 5,0 и 20,0 пА при горении и < 2,0 пА, когда пламя не горит.

Если пламя не горит, выполните следующие действия.

- Убедитесь, что температура детектора выше 150 °C. Agilent рекомендует эксплуатацию ПИД при ≥ 300 °C.
- Проверьте правильность параметров потока детектора.
- Проверьте сопло на наличие примесей.
- Убедитесь, что сопло установлено правильно.
- Проверьте соединения колонки на отсутствие утечек.

Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время цикла воспламенения

ОСТОРОЖНО!

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

- 1** Снимите верхнюю крышку детектора.
- 2** Включите горелку ПИД, выбрав **On** (Вкл.).
- 3** Осмотрите свечу воспламенителя через фторопластовую трубку ПИД. Малое отверстие должно светиться во время зажигания.

Измерение утечек тока ПИД

- 1 Загрузите аналитический метод.
 - Убедитесь в наличии приемлемых потоков для зажигания.
 - Нагрейте детектор до рабочей температуры или до 300 °C.
- 2 Отключите горелку ПИД.
- 3 Нажмите [**Front Det**] (Ближний детектор) или [**Back Det**] (Дальний детектор), а затем прокрутите список до **Output** (Вывод).
- 4 Убедитесь, что вывод стабилен. Его значение должно составлять < 1,0 пА.

Если выход нестабилен или > 1,0 пА, отключите ГХ и убедитесь в правильной сборке компонентов в верхней части ПИД и отсутствии примесей. Если в детекторе присутствуют примеси, выполните [прокаливание ПИД](#).
- 5 Включите горелку.

Измерение выхода базовой линии ПИД

- 1** С установленной колонкой загрузите метод проверки.
- 2** Установите для термостата температуру 35 °C.
- 3** Нажмите [**Front Det**] (Ближний детектор) или [**Back Det**] (Дальний детектор), а затем прокрутите список до **Output** (Вывод).
- 4** После зажигания пламени и подготовки ГХ убедитесь, что вывод стабилен. Его значение должно составлять < 20 пА (это может занять некоторое время).
- 5** Если выход нестабилен, или его значение составляет > 20 пА, возможно, в системе или газе присутствуют примеси. Если в детекторе присутствуют изолированные примеси, выполните прокаливание ПИД

Определение причины шума ПИД

Шум ПИД является результатом механических, электрических и химических факторов. Восприятие шума ПИД зависит от личного фактора. Часто шумы в базовой линии ПИД рассматриваются на основании опыта в использовании данного детектора 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](#).

До устранения 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 горящей горелкой, 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 поддувочный поток. Если проверка пройдена, причина заключается в загрязненном поддувочном газе.
- 3 Если проверка на шум все еще не пройдена, см. [Измерение утечек тока ПИД](#). Если проверка на наличие утечки не пройдена, замените или очистите коллектор и фторопластовые изоляторы, соединитель с пружиной и/или всю сборку электрометра ПИД. Если проверка на наличие утечки не пройдена, замените или очистите коллектор и фторопластовые изоляторы, соединитель с пружиной и/или всю сборку электрометра ПИД.
- 4 Если проверка на наличие утечки пройдена, причина заключается в загрязненном сопле или загрязненных элементах подачи водорода или воздуха в детектор (газы, трубы, ловушки), особенно если фоновый сигнал детектора в состоянии горения составляет > 20 пА.

Измерение тока утечки в АФД

- 1 Загрузите аналитический метод.
- 2 Установите **NPD Adjust Offset** (Настройка смещения АФД) на **Off** (Выкл.), а **Bead Voltage** (Напряжение буртика) – на **0,00 В**.
 - Оставьте АФД на рабочей температуре.
 - Оставьте потоки включенными или выключенными.
- 3 Нажмите [**Front Det**] (Ближний детектор) или [**Back Det**] (Дальний детектор), а затем прокрутите список до **Output** (Вывод).
- 4 Убедитесь, что вывод (ток утечки) стабилен. Его значение должно составлять < 1,0 пА.
- 5 Вывод должен медленно упасть до 0,0 пА и стабилизироваться в десятой части пикоампера. Значение силы тока > 2,0 пА указывает на проблему.

Если значение силы тока > 2,0 пА, выполните следующее.

- Проверьте **сопло** на наличие примесей.
- Проверьте колонку и фитинг адаптера колонки на наличие утечек.
- Убедитесь, что металлический кольцевой уплотнитель не поврежден и не смешен. См. [Обслуживание коллектора, керамических изоляторов и сопла АФД](#)

Проверка закупорки 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 и во время эксплуатации в условиях высокой температуры. Лучше всего использовать термостат колонки в пределах ее температурных ограничений, а также эксплуатировать ПИД при температуре по крайней мере на 20 °C горячее, чем максимальная температура термостата в методе ГХ. Если сопло ПИД закупоривается, фактические значения скорости потоки водорода, поддувки и капиллярной колонки будут ниже значений, указанных в ГХ.

Чтобы проверить наличие закупоренного сопла ПИД, выполните следующие действия.

- 1** Оставьте колонку в ПИД. Если она была демонтирована, снимите колпачок с фитинга колонки детектора в термостате. (С установленной колонкой можно определить, не установлена ли она слишком высоко в сопле, закупоривая отверстие.)
- 2** Установите поддувочный поток в положение Off (Выкл.). Подтвердите показания 0,0 мл/мин для фактического поддувочного потока на дисплее ГХ. Если значение отличается от 0,0, следуйте процедуре [Обнуление датчика давления модуля ЭКД](#).
- 3** Установите скорость потока водорода на значение 75 мл/мин (увеличьте давление подачи водорода до необходимого для достижения этой настройки скорости потока).
- 4** Следите за фактическими показаниями поддувочного потока.

Если показания поддувочного потока превышают 1,0 мл/мин, это означает, что сопло полностью или частично закупорено. Давление из канала водорода переходит в поддувочный канал системы ЭКД, что приводит к ложным показаниям для скорости потока в поддувочном канале.

Другой способ – удалить сопло из корпуса и удерживать его напротив источника света. Проверьте отверстия в сопле на наличие засорения. При закупорке [замените сопло](#).

Проверка наличия закупоренного сопла АФД

Модуль детектора ЭКД контролирует поток, поддерживая откалиброванное давление газа 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 буртика АФД

ОСТОРОЖНО!

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

Для проверки воспламенения буртика посмотрите через вентиляционное отверстие на крышке детектора и убедитесь в наличии оранжевого свечения.



Выход АФД выбирается оператором при настройке смещения и обычно составляет от 5,0 до 50,0 пА.

Проверка горения пламени ПФД

Чтобы проверить горение пламени ПФД, выполните следующее.

- 1** Снимите резиновую трубку с вентиляционного канала 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 **Lit offset** (Смещение зажигания) ПФД, выполните следующее.

- 1 Нажмите **[Config]** (Конфигурация).
- 2 Перейдите к **Front detector** (Ближний детектор) или **Back detector** (Дальний детектор) (в зависимости от места установки детектора) и нажмите **[Enter]** (Ввод).
- 3 Перейдите к параметру **Lit offset** (Смещение зажигания). Когда выделена строка **Lit offset** (Смещение зажигания), введите новое значение для ПФД (обычно 2,0 пА) и нажмите **[Enter]** (Ввод).

Замена очистителей газа

Agilent настоятельно рекомендует использовать очищающие ловушки в газовых линиях для предотвращения попадания загрязняющих элементов и загрязнения системы 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, которая должна быть помещена после ловушки высокой емкости. Agilent рекомендует использовать стеклянные указывающие ловушки, например систему Gas Clean Filter (фильтр для очистки газов), прозрачные трубы которой 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. Предполагая наихудший сценарий, при котором оставшиеся 0,005 % являются кислородом, получится 39 мл (или около 56 мг) кислорода в резервуаре. Кислородная ловушка OT3 компании Agilent, например, рассчитана на 600 мг кислорода. Таким образом, необходимо менять ловушки OT3 после очистки каждого 10 баллонов. Это всего лишь грубая оценка, и будет разумнее менять ловушки раньше, чем будет слишком поздно.

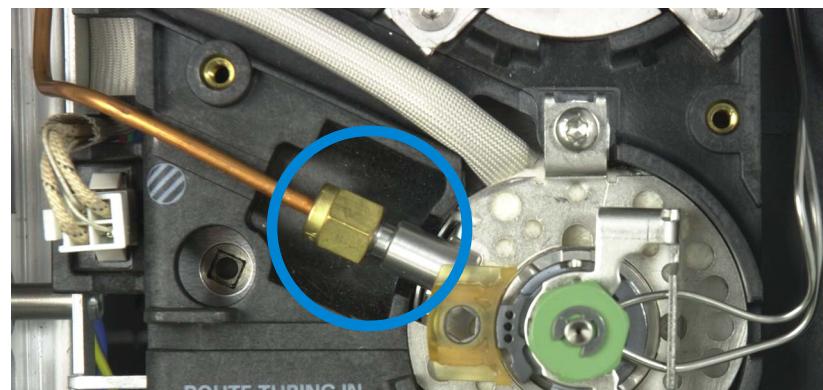
Проверка наличия примесей в разделенной вентиляционной линии

Эта процедура применяется для многорежимных и разделенных/неразделенных впускных каналов.

ОСТОРОЖНО!

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

- 1 Подготовьте следующее.
 - Гаечный ключ 7/16 дюйма.
 - Гаечный ключ, шестигранная гайка для замены септы.
 - Термостойкие перчатки (если канал горячий).
 - Чистящие щетки.
- 2 Загрузите метод обслуживания порта и дождитесь готовности ГХ.
- 3 Ослабьте 1/8-дюймовую гайку Swagelok, которая соединяет разделенную медную вентиляционную линию и порт ввода.



- 4 Осмотрите 1/8-дюймовую разделенную медную линию на наличие конденсата. Промойте или замените разделенную медную вентиляционную линию.
- 5 Снимите головку с септой.
- 6 Проверьте фитинг разделенной трубы в сварной оболочке на наличие закупорки. Очистите разделенную трубу с помощью щетки и подходящего растворителя.

8 Процедуры устранения неполадок

- 7** Соберите разделенный/неразделенный впускной канал и запустите проверку ограничения разделенной вентиляции, чтобы определить наличие ограничения на пути потока в разделенной вентиляции. Если проверка не пройдена, причиной может быть загрязнение или дефекты модуля потока.
- 8** Проверьте отсутствие утечек. Запустите проверку затухания давления. См. «Проверки отсутствия утечки по затуханию давления в SS» или «Проверка отсутствия утечки по затуханию давления в PP».

Игнорирование состояния готовности устройства

По умолчанию ГХ отслеживает состояние всех настроенных устройств (впускных каналов, детекторов, нагревателей клапанных коробок, клапанов, нагревателя термостата, модулей ЭКД и т. д.) и входит в состояние готовности, когда на всех устройствах достигается заданное значение. Если ГХ определяет проблему в одном из этих устройств, ГХ либо не входит 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 следующий. Нагреватель выпускного канала или детектора неисправен. Обычно эта неполадка не позволяет ГХ войти в состояние готовности и запустить цикл. Однако ГХ можно настроить таким образом, что эта неисправность не будет учитываться и можно будет использовать другой выпускной канал или детектор до тех пор, пока устройство не будет отремонтировано.

Можно не учитывать лишь некоторые устройства. В частности, можно не учитывать состояние готовности выпускных каналов, 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 они используются. (Убедитесь в отсутствии угрозы безопасности.)
- 2 Нажмите **[Config]** (Конфигурация), затем выберите элемент.
- 3 Прокрутите до параметра **Ignore Ready** (Игнорировать состояние готовности) и нажмите **[On/Yes]** (Вкл./Да), чтобы установить значение **True** (Истина).

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

**ВНИМАНИЕ**

Отключайте проверку состояния готовности используемого устройства, только если достижение им заданного значения не важно.

После того как неисправное устройство будет отремонтировано, для него снова необходимо установить значение **Ignore Ready = False** (Игнорировать состояние готовности = Ложь). В противном случае его состояние (температура, поток, давление и т. д.) будет и дальше не учитываться, даже если это устройство используется в анализе.

Чтобы состояние готовности того или иного устройства учитывалось, установите для параметра **Ignore Ready** (Игнорировать состояние готовности) 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 до строки «time =».
- 2 Нажмите [**Enter**] (Ввод) для запуска секундомера.
- 3 Нажмите [**Enter**] (Ввод) повторно для остановки.
- 4 Нажмите [**Clear**] (Очистить) для установки на ноль.

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