

Agilent 8860 系列气相色谱仪

故障排除



声明

© Agilent Technologies, Inc. 2018

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

手册部件号

G2790-97016

版本

第一版，2019年1月
美国印刷

Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE 19808-1610 USA
Wilmington, DE 19808-1610 USA
安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路412号
联系电话：(800) 820 3278

担保说明

本文档内容按“原样”提供，在将来的版本中如有更改，恕不另行通知。此外，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 对本手册以及此处包含的任何信息不作任何明示或暗示担保，包括但不限于适销性和针对某一特殊用途的适用性的暗示担保。对于因提供、使用或执行本手册或此处包含的任何信息而产生的错误，或造成的偶然或必然的损失，Agilent 不承担任何责任。如果 Agilent 与用户签订了单独的书面协议，其中涉及本文档内容的担保条款与这些条款冲突，则以协议中的担保条款为准。

安全声明

小心

小心提示表示危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会损坏产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示，直到完全理解和符合所指出的条件。

警告

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

目录

1 概念和常规任务

- 概念 10
 - 如何使用本手册排除故障 10
 - 使用 GC 的诊断功能 10
- 需始终保持最新的可配置项目 11
 - 进样口和检测器配置 11
 - 色谱柱配置 11
 - 自动液体进样器配置 12
 - 载气配置 12
- 查看运行日志和系统日志 13
 - 运行日志 13
 - 系统日志 13
- 联系 Agilent 支持时需提供的信息 14

2 ALS 和检测器症状

- 推杆错误 16
 - 步骤 16
- 7693A/7650A 进样塔上的对齐灯亮起 17
- 进样针针头在向进样口中注射的过程中发生弯曲 18
- NPD 泄漏电流测试失败 19
- FID 基线测试失败 20
- FID 没有点燃 21
- FID 点火器在点火序列过程中不发光 22
- FID 收集极和点火器火花塞的腐蚀 23
- FPD+ 没有点燃 24
- NPD 调整补偿值过程失败 25
- NPD 铷珠无法激发 26
- FPD+ 温度没有变为就绪 27
- 关闭（有缺陷的）设备 28

3 色谱图症状

- 保留时间无法重复 31
- 峰面积无法重现 32

- 污染或残留 33
 - 隔离来源 33
 - 检查可能原因 - 所有进样口和检测器组合 33
- 超出预期的较大峰 35
- 不显示峰/无峰 36
- 柱箱温度程序运行过程中基线上升 37
- 峰分辨率很差 38
- 峰有拖尾 39
 - NPD 峰有拖尾 40
- 峰沸点或分子量判别困难 41
 - 对于任何以分流模式与任何检测器一起运行的进样口 41
 - 对于任何以非分流模式与任何检测器一起运行的进样口 41
- 进样口中样品分解/缺少峰 42
- 前伸峰 43
- 检测器噪音,包括波动、漂移和基线尖峰 44
 - 基线噪音 44
 - 基线漂移 45
 - 基线尖峰 46
- 电子捕获检测器 (ECD) 的噪音和灵敏度 48
 - 显示信号评估 48
 - 灵敏度 50
 - 污染 (高基线) 51
- 峰面积或峰高太低 (低灵敏度) 52
 - 通过 FID 解决低灵敏度问题 53
- FID 火焰在运行过程中熄灭并尝试重新点燃 54
- FID 基线输出大于 20 pA 55
- FID 基线输出达到最大值 (约 8 百万) 56
- FPD+ 火焰在运行过程中熄灭并尝试重新点燃 57
- FPD+ 淬灭/重复性 58
- FPD+ 输出过高或过低 59
- FPD+ 峰面积较低 60
- FPD+ 在半高处的峰宽度较大 61
- FPD+ 基线输出较高, 大于 20 pA 62
- FPD+ 色谱输出显示平头峰 63

NPD 溶剂淬灭 64
NPD 响应低 65
NPD 基线输出大于 8 百万 66
NPD 调整补偿值过程运行不正常 67
NPD 选择性低 68
对 TCD 发现负峰 69
TCD 基线已经抑制了正弦曲线噪音拖尾峰（振荡基线） 70
TCD 峰在拖尾处有负向下沉 71

4 GC 未就绪症状

GC 达不到就绪状态 74
流量从未变成就绪状态 75
柱箱温度从未冷却/冷却得非常缓慢 76
柱箱从未加热 77
温度达不到就绪状态 78
无法设定流量或压力 79
气体没有达到调整值或设定的压力或流量值 80
气体超出了调整值、压力或流量设定值 81
进样口压力或流量存在波动 82
分流进样口压力无法达到设定值 83
测量出的色谱柱流量不等于显示的流量 84
FID 没有点燃 85
在进样序列中 FID 点火器不发光 86
FID 或 NPD 测量的氢气和尾吹气流远远低于设定值 87
NPD 调整补偿值过程失败 88
FPD+ 没有点燃 89
阀未就绪 90
 气体进样阀 90

5 关闭症状

色谱柱关闭 92

氢气关闭 93

用于进样口的氢气和辅助气流 93

加热区关闭 94

6 电子仪器故障排除 GC 通电和通信症状

GC 无法打开 96

PC 无法与 GC 通讯 97

GC 打开，然后在启动过程中停止（在自检期间） 98

7 检查是否有泄漏

泄漏检查提示 102

检查外部是否泄漏 103

检查 GC 是否泄漏 104

毛细管流量接头中的泄漏检查 105

执行进样口泄漏检查 106

执行压力衰减泄漏测试 107

从浏览器用户界面执行进样口压力衰减测试 107

手动检查分流/不分流进样口中是否存在泄漏 109

解决分流/不分流进样口中的泄漏问题 111

对吹扫/填充进样口执行压力衰减泄漏测试时 112

解决吹扫填充进样口中的泄漏问题 113

手动检查填充柱进样口中是否存在泄漏 114

解决填充柱进样口中的泄漏问题 115

解决冷柱头进样口中的泄漏问题 116

8 故障排除任务

测量色谱柱流量 118

测量 FID、TCD、ECD 和 FPD+ 色谱柱流量 118

测量 NPD 色谱柱流量 120

测量分流口或隔垫吹扫流量 121

测量检测器流量 122

测量 FID、TCD、ECD 和 FPD+ 流量 122

测量 NPD 流量 124

执行 GC 自检	125
检查或监测分流出口管背压	126
运行分流口限制测试	127
调整 FID 点火补偿值	128
验证 FID 火焰已点燃	129
在点火序列中验证 FID 点火器功能	130
测量 FID 泄漏电流	131
测量 FID 基线输出	132
找出 FID 噪音的原因	133
测量 NPD 泄露电流	134
检查 FID 喷嘴是否堵塞	135
检查 NPD 喷嘴是否堵塞	136
验证 NPD 钨珠已点燃	137
验证 FPD+ 火焰已点燃	138
调整 FPD+ 点火补偿值	139
何时更换气体净化器	140
忽略设备的就绪状态	141

1

概念和常规任务

概念 10

需始终保持最新的可配置项目 11

查看运行日志和系统日志 13

联系 Agilent 支持时需提供的信息 14

概念

对于您遇到的与 GC 硬件或色谱仪输出相关的错误、GC “未就绪” 消息和其他常见问题，本手册提供了相关症状和需执行的相应任务的列表。

每个部分介绍一个问题，并提供一个带有项目符号的可能原因列表供您排除故障使用。这些列表并非旨在供新方法开发使用。在假设这些方法工作正常的条件下进行故障排除。

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

如何使用本手册排除故障

使用以下步骤作为排除故障的一般方法：

- 1 观察问题的症状。
- 2 使用目录或搜索工具在本手册中查找这些症状。复查症状的可能原因列表。
- 3 检查每个可能的原因或执行测试来缩小可能原因列表，直到问题得以解决。

使用 GC 的诊断功能

浏览器用户界面包括各种主页屏幕 ，它们将显示当前温度、流量和类似数据，包括输出信号或对故障排除有用的其他信号的图谱。

此外：

- 转至 Diagnostics（诊断）以查看由 GC 检测到的任何问题。对于某些问题，GC 可能会自动进行故障排除。GC 还会自动进行各种诊断测试，您可以从“Diagnostics（诊断）” > “Diagnostic Tests（诊断测试）”中获取这些测试。
- System Health Report（系统状态报告）（可从“Diagnostics（诊断）”选项卡获取）列出了所有 GC 组件的当前状态，还包括联系 Agilent 以获取支持时所需的信息（仪器固件版本、序列号等）。该报告还列出了最近的自助诊断结果。
- 转至“Logs（日志）”并查看运行日志和系统日志。

需始终保持最新的可配置项目

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

进样口和检测器配置

从一种方法切换为另一种方法时，请务必考虑是否也需要更换进样口和检测器消耗部件。消耗部件安装不正确可能会导致意外结果。

衬管：衬管类型是否适当会根据 GC 进样口模式（例如分流模式或不分流模式）及分析而异。

FPD+ 滤光片：FPD+ 滤光片要求不同的气体流量能够正常工作。请根据安装的 FPD+ 滤光片（磷滤光片与硫滤光片）设置流量，并确保安装正确的滤光片。

色谱柱配置

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

自动液体进样器配置

保持自动液体进样器 (ALS) 配置最新以确保运行正常。要保持最新的 ALS 项目包括安装的进样针规格以及溶剂瓶和废液瓶的使用。

载气配置

警告

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

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

要检查为某个组件配置的气体类型，请转至 **Settings**（设置）> **Configuration**（配置），然后选择所需组件（例如，进样口或检测器）。

查看运行日志和系统日志

GC 将维护内部事件日志。使用这些日志排除故障，尤其是显示屏上不再显示消息时。

要访问这些日志,请转至 **Logs** (日志) 并选择 **Run Log** (运行日志) 或 **System Log** (系统日志)。

运行日志

对于每次运行，运行日志都会记录与计划方法的偏差。开始每次运行时此日志会被覆盖。运行日志信息可以用于实验室良好操作规范 (GLP) 标准，还可以上传到 Agilent 数据系统。

系统日志

系统日志记录诸如关闭、警告、故障以及在 GC 操作期间发生的 GC 状态变化（开始运行、停止运行等）事件。系统日志包含系统启动、固件更新和序列的条目。

联系 Agilent 支持时需提供的信息

如果可能，请使用浏览器用户界面生成系统状态报告。此报告包含下列大部分信息。

联系 Agilent 寻求服务之前请收集以下信息：

- 症状
- 问题说明
- 发生错误时所安装的硬件以及参数/配置（样品、供气类型、气体流量、所安装的检测器/进样口等等）
- 出现的任何消息
- 已运行的所有故障排除测试的结果
- 仪器详细信息。请获取下列信息：
 - GC 序列号，可在 GC 右下角找到
 - 位于 **Settings**（设置）> **About**（关于）中的 GC 固件版本
 - GC 电源配置（位于 GC 背面底部的不干胶贴上）



要获取服务/支持联系号码，请访问 Agilent 网站，网址为 www.agilent.com/chem。

推杆错误	16
7693A/7650A 进样塔上的对齐灯亮起	17
进样针针头在向进样口中注射的过程中发生弯曲	18
NPD 泄漏电流测试失败	19
FID 基线测试失败	20
FID 没有点燃	21
FID 点火器在点火序列过程中不发光	22
FID 收集极和点火器火花塞的腐蚀	23
FPD+ 没有点燃	24
NPD 铷珠无法激发	26
FPD+ 温度没有变为就绪	27
关闭（有缺陷的）设备	28

推杆错误

如果 ALS 报告前推杆或后推杆错误，请检查以下可能原因：

- 进样针推杆被粘住或未牢固地连接到推杆支架。
- 推杆电磁阀被绑定。
- 推杆支架编码器无法操作。
- 自动进样器推杆机制不会移动。
- 由于残留样品或仍载有样品，推杆无法自由移动。安装新进样针，确保安装前进样针中灌满溶剂。

步骤

- 1 取下进样针并检查推杆是否粘在一起或绑定。
- 2 如有必要，请更换进样针。请参考 [7693A](#) 或 [7650A](#) 的文档（如果适用）。
- 3 根据粘度参数检查样品粘度。
- 4 如果需要，重置粘度参数。
- 5 重新启动序列。
- 6 如果再次发生此类错误，请联系 Agilent 服务部门。

7693A/7650A 进样塔上的对齐灯亮起

如果“对齐模式”灯亮起，请首先验证转盘是否正确安装。然后，执行对齐过程，如《7693A 自动液体进样器安装、操作和维护》手册或《7650A 自动液体进样器安装、操作和维护》手册中所述。

进样针针头在向进样口中注射的过程中发生弯曲

警告

排除进样器的故障时，您的手需远离进样针针头。针头很锋利，还可能包含危险化学品制品。

有关其他信息，请参考 ALS 文档。

- 检查 GC 隔垫螺母是否太紧。
- 检查进样针是否正确安装到进样针支架中。
- 检查针头支撑件和导向器是否清洁。去除任何残留物或隔垫沉淀物。如有必要，安装新的针头支撑底座。
- 如果使用冷柱头进样口，请检查是否对进样针安装了正确的插件。
- 检查使用的进样针是否合适。注射器针管和针头的长度合起来应该大约为 126.5 毫米。
- 检查样品瓶尺寸是否符合规格。
- 检查卷边盖是否正确安装。请参考进样器文档。

NPD 泄漏电流测试失败

泄漏电流测试失败通常表明组装不正确、受到污染或部件受损。

如果您刚刚执行了 NPD 维护，请在排除检测器故障之前，首先验证检测器是否已经正确地重新组装。

- 1 更换陶瓷绝缘体。重新测试。
- 2 关闭铷珠并查看输出（漏电）。
- 3 卸下铷珠，存放于安全位置。
- 4 卸下固定盖子的三颗螺丝，然后卸下盖子。
- 5 检查互连弹簧。确保互连弹簧未损坏、未弯曲且洁净。互连弹簧应该能够触及收集极底部。
- 6 如果互连弹簧未损坏，也很洁净，但检测器输出信号仍然很高，请与 Agilent 联系进行维修。

FID 基线测试失败

如果您刚刚执行了 FID 维护，请在排除检测器故障之前，首先验证检测器已经正确地重新组装。

如果 FID 基线测试失败：

- 确保气体的纯度和质量。
- 更换不清洁/扩张的化学捕集阱。
- 烘烤检测器。

FID 没有点燃

- 验证点火补偿值是否 ≤ 2.0 pA。
- 确保 FID 温度足以满足点火条件 (>150 °C)。Agilent 建议高于 300 °C。
- 检查 FID 点火器在点火过程中是否发光。(请参见第 130 页上的“在点火序列中验证 FID 点火器功能”。)
- 尝试为 FID 流量模块增加供给压力。这样能够使火焰更容易点火而不需要更改设定值。
- 增加氢气流量并减小或关闭尾吹气流量，直到点火，然后逐渐减少其值以达到方法值。通过实验获取最佳值。

增加氢气流量并减小尾吹气流量可使 FID 点火更容易。如果在这些变化条件下点火，原因可能是喷嘴部分堵塞，点火器性能下降，或色谱柱接头发生泄漏。

- 检查喷嘴是否堵塞或部分堵塞。(请参见第 135 页上的“检查 FID 喷嘴是否堵塞”。)
- 测量 FID 流速。实际流速应该为设定值的 $\pm 10\%$ 之内。氢气和空气的比率对能否点火有显著影响。非最佳的流量设置将影响火焰的点燃。(请参见第 122 页上的“测量检测器流量”。)
- 如果火焰仍无法点燃，则表明系统中可能存在较严重的泄漏现象。严重泄漏将导致测量的流速不同于实际流速，从而使点火条件不理想。彻底检查整个系统的泄漏问题，特别是 FID 处的色谱柱接头。(请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”)。
- 检查色谱柱流量。(请参见第 118 页上的“测量色谱柱流量”。) 氢气流量应该大于色谱柱流量和尾吹气流量之和。
- 检查 FID 色谱柱接头处是否有泄漏。
- 确保 FID 温度足以满足点火条件 (>150 °C)。
- 如果分析允许，也可以用氮气替代氢气作为尾吹气。

FID 点火器在点火序列过程中不发光

警告

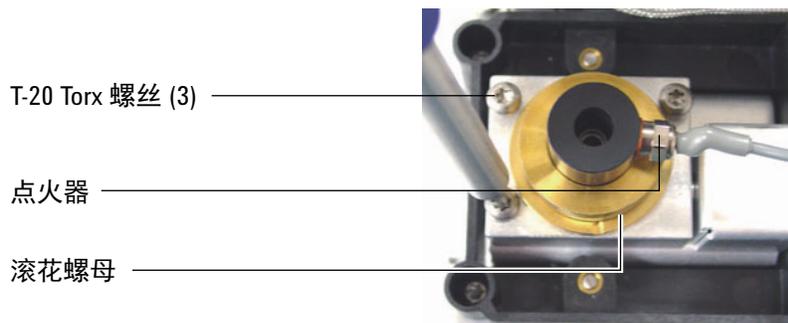
执行此任务时操作者身体应与 FID 排气口保持一定的安全距离。如果使用氢气，FID 火焰将不可见。

- 1 取下检测器顶盖。
- 2 点燃 FID 火焰。
- 3 通过 FID 排气口观察点火器火花塞。在点火过程中，这个小孔应该发光。

如果试验失败，请检查下面一些可能的原因：

- 点火器可能出现故障；更换点火器。
- 检测器温度设置为小于 150 °C。Agilent 建议在大于 300 °C 的情况下运行 FID。
- 点火器没有良好接地：
 - 必须用螺丝将点火器牢固地拧到保险盒组件中。
 - 固定收集极组件的三颗 T-20 Torx 螺丝必须拧紧。
 - 固定 FID 保险盒组件的黄铜滚花螺母必须拧紧。

如果这些部件被腐蚀或氧化，请对 FID 进行维护。



FID 收集极和点火器火花塞的腐蚀

Agilent 建议在维护 FID 的过程中检测收集极和点火器火花塞是否已经腐蚀。
FID 燃烧过程会导致冷凝。与含氯溶剂或样品一起冷凝时，会导致腐蚀并降低灵敏度。
要避免腐蚀，请将检测器温度保持在 300°C 以上。

FPD+ 没有点燃

- 检查 FPD+ 温度是否足以满足点火条件 (>150 °C)。
- 检查 FPD+ 流速并确认它们与 FPD+ 中安装的滤光片类型相匹配。氢气和空气的比率对能否点火有显著影响。非最佳的流量设置将影响火焰的点燃。
- 测量实际的检测器流量。
- 检查 FPD+ 点火器能否正常工作。
- 在点火过程中，显示空气流速。空气流速在尝试点火期间应该达到 400 mL/min。如果没有，说明空气供给压力不足。
- 检查 **Lit offset**（点火补偿值）。通常 **Lit offset**（点火补偿值）为 2.0。如果数值是零，则说明自动点火被关闭。如果值太大，软件将无法识别是否已经点火，并将关闭检测器。
- 如果火焰仍不能点燃，则系统中可能有大的泄漏。大泄漏会导致测量气流速率与实际气流速率不同，从而造成非理想点火条件。彻底检查整个系统有无泄漏。（请参见第 101 页上的“[检查是否有泄漏](#)”。）
- 尝试为 FPD+ 流量模块增加供给压力。这样能够使火焰更容易点火而不需要更改设定值。
- 检查 **Lit offset**（点火补偿值）。如果数值是零，则说明自动点火被关闭。如果值太大，软件将无法识别是否已经点火，并将关闭检测器。
- 在某些操作条件下，卸下放空管会更易于点燃火焰。点燃火焰以后重新装上放空管。
- 检查电缆至耦合的连接，耦合至点火塞的连接，以及点火塞是否拧紧。

NPD 调整补偿值过程失败

- 检查喷嘴是否阻塞。
- 测量实际的检测器流量。如果氢气或尾吹气流量是零或远远低于所显示的流量，则可能是喷嘴堵塞。
- 检查铱珠的情况。如有必要，请进行更换。
- 验证流量设置是否正确。
- 如果该过程仍然失败，则系统中可能存在严重泄漏。这会导致测得流速与实际流速不同。彻底检查整个系统的泄漏问题，特别是检测器的色谱柱接头。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）

NPD 铷珠无法激发

- 验证流量设置是否正确且合适。
- 如果该过程仍然失败，则系统中可能存在严重泄漏。这会导致测得流速与实际流速不同。彻底检查整个系统的泄漏问题，特别是检测器色谱柱/转接头。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）
- 检查故障消息。按 **Diagnostics**（诊断），然后查看 GC 日志。您还可以读取铷珠电流。
- 检查铷珠的情况。
- 检查喷嘴是否阻塞。（请参见第 136 页上的“检查 NPD 喷嘴是否堵塞”。）
- 测量实际的检测器流量。（请参见第 122 页上的“测量检测器流量”。）如果氢气或尾气流量是零或远远低于所显示的流量，则可能是喷嘴堵塞。

FPD+ 温度没有变为就绪

如果 FPD+ 燃烧室温度没有变为就绪：

- 检查柱箱温度。如果柱箱温度在长时间内很高（超过 325 °C），则将发射室温度设置为其最高值 (165 °C)。
- 检查传输线温度。如果传输线设置为非常高的温度（接近 400 °C），则将发射室温度至少设置为 150 °C。

关闭（有缺陷的）设备

缺省情况下，GC 会监测所有已配置设备（进样口、检测器、阀箱加热器、阀、柱箱加热器、EPC 或 EPR 模块等）的状态，并在所有这些状态达到设定值时，GC 进入就绪状态。如果 GC 监测到这些设备中某个设备出现问题，GC 将不会进入就绪状态，可能会进入关闭状态，以进行自我保护，或防止出现安全风险。但是，在您不希望设备进入就绪状态时，可阻止运行开始。在进样口或检测器加热器存在缺陷时，就是一个重要的示例。通常，此故障会阻止 GC 进入就绪状态和开始运行。但您可以将 GC 设置为忽略此问题，以便可以使用其他进样口或检测器，直到设备修复为止。

不是所有的设备都可忽略。您可以忽略进样口、检测器、EPE 或 EPR 模块或柱箱的就绪状态。切勿忽略其他设备和组件的就绪状态，如切换阀或自动液体进样器之类的进样设备。

要忽略设备的状态，请执行以下步骤：

- 1 按照需要关闭设备的加热器和气流。（确保它不会产生安全风险。）
- 2 转至 **Settings**（设置）> **Configuration**（配置），然后选择该组件并禁用 **Readiness**（就绪）。可以从数据系统方法编辑器执行同一任务。

现在，您可以使用 GC，直到修复此设备。

小心

请勿忽略您正在使用的设备的就绪状态，除非您不在乎该设备是否达到设定值。

在设备修复后，请务必重新启用 **Readiness**（就绪）。否则，其状态（温度、流速、压力等）将继续被忽略，即使在分析中使用此设备也是如此。

色谱图症状

- 保留时间无法重复 31
- 峰面积无法重现 32
- 污染或残留 33
- 超出预期的较大峰 35
- 不显示峰/无峰 36
- 柱箱温度程序运行过程中基线上升 37
- 峰分辨率很差 38
- 峰有拖尾 39
- 峰沸点或分子量判别困难 41
- 进样口中样品分解/缺少峰 42
- 前伸峰 43
- 检测器噪音,包括波动、漂移和基线尖峰 44
- 电子捕获检测器 (ECD) 的噪音和灵敏度 48
- 峰面积或峰高太低 (低灵敏度) 52
- FID 火焰在运行过程中熄灭并尝试重新点燃 54
- FID 基线输出大于 20 pA 55
- FID 基线输出达到最大值 (约 8 百万) 56
- FPD+ 火焰在运行过程中熄灭并尝试重新点燃 57
- FPD+ 淬灭/重复性 58
- FPD+ 输出过高或过低 59
- FPD+ 峰面积较低 60
- FPD+ 在半高处的峰宽度较大 61
- FPD+ 基线输出较高, 大于 20 pA 62
- FPD+ 色谱输出显示平头峰 63
- NPD 溶剂淬灭 64
- NPD 响应低 65
- NPD 基线输出大于 8 百万 66
- NPD 调整补偿值过程运行不正常 67
- NPD 选择性低 68
- 对 TCD 发现负峰 69

3 色谱图症状

TCD 基线已经抑制了正弦曲线噪音拖尾峰（振荡基线） 70

TCD 峰在拖尾处有负向下沉 71

保留时间无法重复

- 更换隔垫。
- 检查进样口、衬管（如果适用）和色谱柱连接中是否有泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）
 - 第 106 页上的“执行进样口泄漏检查”
 - 第 107 页上的“执行压力衰减泄漏测试”
- 检查载气供给压力是否充足。传递到 GC 的压力必须至少比在最终柱箱温度下所需的最大进样口压力大 40kPa (10psi)。
- 重复运行已知标样来确认问题。
- 确认您对于所注入的样品使用的是正确的衬管类型。
- 考虑这是否为第一次运行。（GC 是否已稳定？）
- 如果使用 FID 或 NPD，而保留时间增加（漂移），请检查喷嘴是否被污染或更换喷嘴。

峰面积无法重现

检查 ALS 进样针的运行情况。（请参见进样器用户手册的“故障排除”部分）

- 更换进样针。
- 检查进样口、衬管（如果适用）和色谱柱连接中是否有泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- 检查样品瓶中的样品量。
- 重复运行已知标样来确认问题。
- 考虑这是否为第一次运行。（GC 是否已稳定？）

污染或残留

如果您的输出中有污染或意外的峰，请执行以下操作：

隔离来源

- 1 使用新配置的溶剂执行溶剂空白运行。如果污染消失，则问题可能出在样品中，或者与溶剂有关。
- 2 执行空白运行（从进样器中去除进样针，并开始一次运行）。如果污染消失，则问题出在进样针中。
- 3 从检测器中去除色谱柱，并堵上检测器接头。再执行一次空白运行。如果污染消失，则问题出在进样口或色谱柱中。如果污染仍然存在，则问题出在检测器中。

检查可能原因 - 所有进样口和检测器组合

进样口、进样器、样品、气体供应

- 检查隔垫类型和安装。样品瓶隔垫可能会溶解于样品中。确保样品瓶隔垫具有足够的抗腐蚀能力，能够抵抗您所使用的溶剂的腐蚀。同时确保样品瓶隔垫平整。如果样品瓶隔垫不平整，针头可能会刺破隔垫，使碎屑掉入样品中，导致污染和鬼峰。
- 执行完整的进样口维护：更换所有消耗部件并烘烤进样口。
- 检查有无来自上一次运行的样品残留。进行多次无进样的空白运行，并查看鬼峰是否消失或变小。
- 检查隔垫吹扫流量。如果流量太低，则隔垫可能聚集了污染物或冷凝物可能阻塞在吹扫气路中。对于 COC 进样口，隔垫吹扫流量至少应设置为 15 mL/min。测量流量。请参见“测量色谱柱流量”。
- 检查所有气体捕集阱指示灯和日期。
- 验证气体纯度。反复执行运行过程，在前几次运行之间保持短时间间隔的停顿，然后在后几次运行之间保持长时间间隔的停顿。如果以较长间隔执行的运行过程的污染峰比较大，则可能存在气体污染，因为污染物有充裕时间积存在色谱柱和衬管上。
- 检查供气管线和接头是否受到污染。
- 如果您怀疑进样口被污染，请执行烘烤过程。
- 验证进样口的操作。清洗进样口，更换污染的进样口部件。
- 检查 ALS 清洗瓶中的溶剂量。
- 如有必要，请更换 ALS 进样针。
- 检查进样量。验证 ALS 是否已在进样口中注入充足的样品。使用蒸汽体积计算器确定应该注入的样品的量。
- 鬼峰有时是由于样品瓶受污染导致的。请尝试使用新的样品瓶或干净的样品瓶，查看鬼峰是否消失。
- 某些样品会因受热或紫外线照射而发生变化。检查样品稳定性。

色谱柱, 方法

- 执行色谱柱维护：烘烤污染物，割掉接在进样口附近被污染的色谱柱，然后按需倒转并烘烤色谱柱。
- 如果您怀疑色谱柱被污染，请执行烘烤过程。
- 验证柱箱温度程序和时间是否足以完成样品的分析。比邻近的样品峰更宽的鬼峰可能是来自前一次运行。
- 检查色谱柱有无污染。残留物的高分子量样品可能会导致进样针、进样口衬管或色谱柱前几英寸处被污染。

检测器, 检测器气体供给

- 检查所有气体捕集阱指示灯和日期。
- 验证气体纯度。反复执行运行过程，在前几次运行之间保持短时间间隔的停顿，然后在后几次运行之间保持长时间间隔的停顿。如果以较长间隔执行的运行过程的污染峰比较大，则可能存在气体污染，因为污染物有充裕时间积存在色谱柱和衬管上。
- 检查供气管线和接头是否受到污染。
- 如果您怀疑检测器被污染，请执行烘烤过程。
- 验证检测器的操作。更换被污染的检测器部件。

超出预期的较大峰

- 检查每个已配置色谱柱的尺寸与实际色谱柱的尺寸。（请参见“需始终保持最新的可配置项目”。）
- 检查自动进样器的进样量。在正常进样模式下，进样器使用快速进样提供具有代表性的一定量的样品。快速进样使针头分馏的可能性最小化。手动进样或慢速自动进样设备的色谱图中显示的低分子量物质的量高于高分子量物质，这是因为它从针头中蒸发出挥发性物质的速度比高分子量物质快。
- 检查样品瓶盖。样品瓶瓶盖过松可能会导致较轻的物质从样品中选择性挥发。如果安装正确，瓶盖不会随意旋转。
- 检查已配置的进样针规格。某些进样针规格指定为容积的一半。如果最大进样针容积标为针管的半高，而非针管的顶端，请在配置进样针规格时输入两倍标记容积。

不显示峰/无峰

- 如果使用自动进样器：
 - 确保样品瓶中有样品。
 - 验证是否已为进样针推杆固定 ALS 推杆支架。
 - 检查进样针是否安装正确并可以吸入样品。
 - 检查进样针是否安装正确并可以吸入样品。
 - 确认转盘正确装入，且进样不是来自序列以外的样品瓶。
 - 查看进样针是否已吸入样品。
- 确认将正在使用的检测器分配给信号。
- 检查色谱柱安装是否正确。
- 确保色谱柱未被堵塞。（请参见“测量色谱柱流量”。）执行色谱柱维护。
- 检查是否有泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- 检查流量设置，然后测量实际检测器流量。（请参见“测量检测器流量”。）
- 某些样品会因受热或紫外线照射而发生变化。检查样品稳定性。
- 检查样品瓶中的样品量。
- 如果样品粘度较大，请尝试下列操作：
 - 增加粘度延迟时间。
 - 在适当低粘度的溶剂中稀释样品。
 - 关闭进样塔风扇。

如果问题出在检测器，请参见表 1。

表 1 检测器故障排除

检测器	解决方案
FID、FPD+	<ul style="list-style-type: none"> • 验证电位计是否已打开。 • 验证火焰是否仍在燃烧。
TCD	<ul style="list-style-type: none"> • 验证灯丝是否已打开。 • 确保参比气体未设置为零。（参比气体流量为零时，灯丝无法打开。）
NPD、ECD	验证电位计是否已打开。

柱箱温度程序运行过程中基线上升

- 检查色谱柱看是否存在渗漏。
- 检查载气供给中是否有泄漏/氧气。氧气会损害粘合在毛细管色谱柱上的固定相。
- 检查气体供应氧气捕集阱指示灯或日期。
- 进行溶剂空白运行以评估无样品的基线值。
- 进行“无进样”空白运行（从进样器取下进样针并开始运行）以评估无溶剂的基线值。
- 检查有无污染。（请参见[污染或残留](#)。）
- 考虑色谱柱膜厚度对渗漏的影响。尝试使用带有薄色谱柱膜的色谱柱。
- 检查色谱柱接头处是否有泄漏。（请参见 [“检查是否有泄漏”](#)。）
- 准备并使用色谱柱补偿轮廓图。

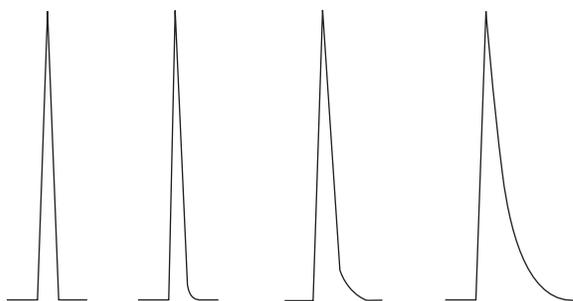
峰分辨率很差

- 将色谱柱流量设置为最优线速度。
- 安装和使用脱活的进样口消耗部件（例如衬管）。
- 执行色谱柱维护：烘烤污染物，割掉接在进样口附近被污染的色谱柱，然后按需倒转并烘烤色谱柱。
- 检查两端处的色谱柱安装。
- 选择分辨率更高的色谱柱。

峰有拖尾

下面的图中显示了有拖尾的峰的示例。排除有拖尾的峰故障时，请考虑：

- 哪些峰有拖尾？
- 拖尾的峰是活性化合物还是所有化合物，以及是否有趋势（如早期洗脱或晚期洗脱）？



- 检查色谱柱是否严重污染。
 - 如果使用毛细管色谱柱，请从色谱柱的前端割掉 1/2 至 1 米。
 - 对于粘合和交联固定相，请使用溶剂冲洗色谱柱。
 - 检查进样口是否被污染。拖尾有时会随化合物的保留时间而增加。清洗进样口，更换污染的进样口部件。（请参见《维护》手册。）
- 考虑色谱柱固定相（当前的色谱柱）。这仅影响活性化合物。当前的色谱柱通常会随保留时间增加的拖尾。
- 从色谱柱
 - 前端切除 1 米。
 - 更换色谱柱。
- 验证是否正确切割和安装了色谱柱。
 - 重新切割色谱柱并将其重新安装到进样口中，然后更换密封垫圈。使用可靠的工具进行清洁的、彻底的切割。
 - 确认安装无泄漏。如果色谱柱接头有泄漏，您将看到早期峰洗脱有较多的拖尾。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- 考虑正在使用的转换器、衬管和进样口密封垫的类型。这些中的一个或所有可能被污染或激活。
 - 使用新的、去活的衬管。这仅影响活性化合物。
 - 清洗或更换进样口密封垫。
- 检查转换器（如果安装）和衬管是否有固体颗粒。如果能够看到坚硬的颗粒，请清洗或更换。
- 对于毛细管不分流进样，请考虑溶剂与色谱柱之间的兼容性。
 - 使用其他溶剂。早期峰洗脱或离溶剂前端最近的峰洗脱有较多拖尾时，这会有所帮助。
 - 使用 3 到 5 米保留间隙柱。
- 验证进样技术是否足以满足要求。这通常与无规律的推杆压低操作或在进样针针头中包含样品有关。

- 确认进样口温度。
 - 如果温度过高，拖尾通常会不利于早期洗脱。将进样口温度降低 50 °C。
 - 如果温度过低，拖尾通常会随保留时间而增加。将进样口温度升高 50 °C。
- 检查系统中有无无效体积。检查色谱柱两端处安装是否正确。
 - 如果峰拖尾随保留时间而减少，请减小传输线连接、熔融石英针接头等中的无效体积。
 - 在检测器或进样口中安装得过高的色谱柱会形成无效体积区域。
- 检查冷却点的任何传输线。冷却点会导致通常随保留时间增加的拖尾。

NPD 峰有拖尾

对于 NPD，请执行以下步骤：

- 验证对正在运行的样品使用的铷珠是否正确。如果要分析磷，请安装黑色铷珠。分析磷时，使用白色铷珠可能导致峰有拖尾。
- 验证是否安装了正确的喷嘴。使用扩展喷嘴。
- 更换陶瓷绝缘体。

峰沸点或分子量判别困难

如果在峰沸点或分子量判别（进样口判别）中遇到困难，请执行以下步骤：

- 检查进样口是否被污染。如果必要，清理并更换衬管。更换所有进样口消耗部件。请参阅《维护》手册。
- 调整进样口温度。
- 运行标准与已知方法来确定预期的性能。

对于任何以分流模式与任何检测器一起运行的进样口

- 检查衬管类型。使用用于分流分析的优化衬管 - 包含玻璃棉或其他表面区域衬垫，允许样品完全汽化。
- 提高进样口温度，并验证是否安装了装有保温材料的隔热杯。
- 检查色谱柱切口并安装到进样口。

对于任何以非分流模式与任何检测器一起运行的进样口

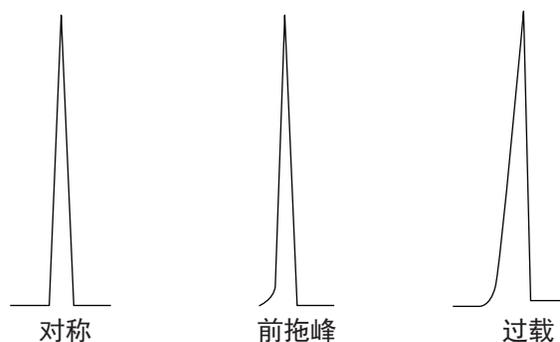
- 检查进样口是否存在泄漏。（请参见“[检查是否有泄漏](#)”。）
- 检查衬管类型。使用用于不分流分析的优化衬管（脱活且大容量）。
- 验证柱箱的起始温度是否小于溶剂沸点。
- 检查色谱柱切口并安装到进样口。
- 检查溶剂的蒸汽体积是否不超过衬管容积。
- 检查吹扫延迟时间是否适当。（衬管体积/色谱柱流量）

进样口中样品分解/缺少峰

- 降低进样口温度。
- 检查载气中是否有空气或水；确认气体纯度以及捕集阱的功能。
- 验证衬管是否适用于正在运行的样品。
- 执行完整的进样口维护：更换所有消耗部件并烘烤进样口。
- 安装脱活的衬管（如果使用衬管）。
- 检查隔垫、衬管和色谱柱接头处是否泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- 安装 Agilent 直接连接衬管。
- 使用脉冲压力法向色谱柱进行较快的样品传输。
- 烘烤进样口。
- 清洗进样口。

前伸峰

下图显示了三种类型峰的示例：对称、前伸峰和过载。



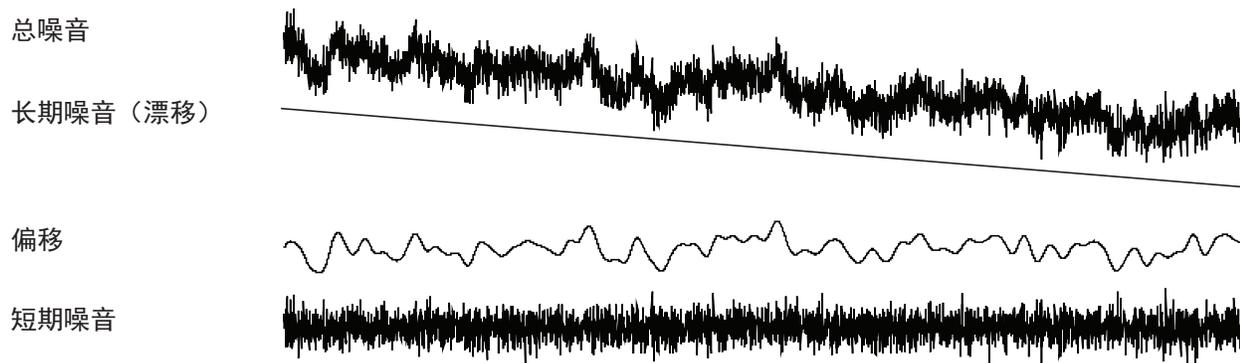
如果产生前伸峰或过载，请尝试以下操作：

- 验证是进样量是否足够。色谱柱过载是前伸峰的最常见原因。
 - 降低进样量，稀释样品和/或增加分流比。
 - 更改色谱柱类型或薄膜厚度。
- 确保色谱柱安装正确。如果安装不正确，请在进样口中重新安装色谱柱。
- 验证是否使用合适的进样技术。这通常与无规律的推杆压低操作或在进样针针头中包含样品有关。
- 如果使用毛细管不分流进样，请考虑注射溶剂中的化合物溶解度。
 - 更改溶剂。
 - 使用保留间隙。
- 检查样品溶剂的纯度。对于极性或沸点相差很大的溶剂，混合样品溶剂可能会导致前伸峰。更改样品溶剂。

检测器噪音,包括波动、漂移和基线尖峰

噪音应该在“正常”运行条件（连接了色谱柱并打开了载气）下测量。例如，FID 电位计噪音或漂移（火焰熄灭）不会提供关于检测器实际性能的过多指示，因为该测量中并不包含主要噪音源。噪音通常具有高频成分（源于电子信号）和低频成分作为波动和漂移。

波动是在方向上的随机，但频率比短期电子噪音低。长期噪音（漂移）是信号在一段时期内与漂移和电子噪音相比较长的单调变化（请参见下文）。“短”和“长”这样的词是相对于色谱峰的宽度而言的。一般说来，应该在半峰宽约 10 倍（或高斯峰的面积/高度比的 10 倍）的时间段上测量噪音。长时间测量可以充分估计噪音，而短时间可能会对噪音估计不足。



基线噪音

基线噪音或较高检测器输出可以表明泄漏、污染或电气问题。某些噪音对于任何检测器都是不可避免的，但高衰减可以将其屏蔽。由于噪音限制了有效的检测器灵敏度，因此应该尽量将其减小。

- 对于所有检测器，检查色谱柱接头处是否有泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- 对于 FID，请参见找出 FID 噪音的原因。
- 对于 TCD，确认数据在 ≤ 5 Hz 时收集。

如果在以前整齐的基线上突然出现噪音，请执行以下操作：

- 考虑最近对系统所做的更改。
- 烘烤进样口。

烘烤可以减少隔垫渗漏和其他污染。新隔垫有助于噪音穿透低分子量物质。如果噪音在进样口温度降低时降低，则可能会发生该情况。仅使用优质隔垫，并将它们存放于不易被污染的场所中。

- 确认载气和检测器气体的纯度。如果最近更换了储气罐，但旧储气罐仍可用，且里面有气体，请尝试使用旧储气罐查看噪音是否降低。

如果新气体污染严重而使捕集阱饱和，更换使用旧储气罐可能不会显著改善该情况，只有更换或重新生成捕集阱才能解决问题。对于氦载气，该问题很常见。请使用可靠的气体供给。

- 对于 TCD，请检查 GC 处的环境气压波动。来自风扇或空调的气流吹过 GC 时可能会影响气体流出检测器。这只是一种潜在原因，但可能性不大，因为检测器一般都受到完好保护。关闭气流源或遮挡检测器出口则可以识别此问题。安装 TCD 出样口限流器 (G1532-60070)。
- 松开检测器中的连接，否则，其信号路径会产生噪音。
- 确认最近维护之后的重新装配正确。
- 检查检测器有无污染。

如果噪音逐渐增加到无法接受的水平，请检查以下可能的原因：

- 烘烤检测器。
- 检查检测器有无污染。根据需要更换部件。
- 检查色谱柱和进样口是否受到污染。
- 检查 FID 或 NPD 喷嘴有无污染。
 - 检查 FID 喷嘴是否堵塞
 - 检查 NPD 喷嘴是否堵塞
- 验证 FPD+ 光电倍增管 (PMT) 安装是否正确。如果安装不正确，则会漏光，并最终将导致噪音。

FID 容易在检测器内逐渐累积沉积物。在极端情况下，噪音量增高时会伴随发生尖峰。

碳（黑色）沉积物可能形成自燃烧不充分的溶剂（主要是含氯物质和芳香族化合物）。如果可能，请避免使用该类溶剂。如果必须使用它们，应定期清洗检测器。

当硅色谱柱中渗漏出的物质在火焰中燃烧时，会形成二氧化硅（白色）。要使该问题最小化，请降低色谱柱的充样量，选择具有高温限值的色谱柱，在使用前全面老化色谱柱，并在分析中使用尽可能低的柱箱温度。

要清除任意类型的沉积物，请拆卸检测器，用小刷子轻轻刮擦。溶剂（任何溶剂均可）有助于冲走颗粒。Agilent 建议更换不洁净的收集极和绝缘体部件。

有助于产生噪音的其他因素：

- 色谱柱向检测器中安装得过高。
- 柱箱温度超出色谱柱的最大建议温度。

基线漂移

流量或温度设置变化时，可能产生基线漂移。如果系统在其开始运行之前无法在新条件下稳定，则预期将有某些基线变化。在下面的情况中，假设自上次更改运行条件后，已经历了充足的稳压时间。

如果遇到基线漂移，请检查有无泄漏，尤其是在隔垫处和色谱柱处。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）如果色谱柱的检测器一端发生泄漏，各运行之间的保留时间比较稳定，但灵敏度降低。如果进样口一端发生泄漏，灵敏度降低，但保留时间增加。

同时考虑柱箱温度程序是否充足。

基线漂移最常见于程序升温过程中。要修正基线漂移，请执行以下步骤：

- 验证是否使用色谱柱补偿且轮廓图为最新。（为补偿渗漏。）
- 验证色谱柱是否已老化。
- 在运行温度下检查色谱柱渗漏。
- 检查分配给数据系统中色谱柱的信号模式。
- 检查色谱柱补偿轮廓图。可能几乎不补偿（上升漂移）或补偿过多（下降漂移）。

通过全面老化色谱柱可以使这种漂移最小化。在低温下运行可以降低漂移，但延长了分析时间。还可以在较高的温度限值下使用与色谱图等效的色谱柱。

基线尖峰

在基线输出中有两种类型的尖峰：循环和随机。通常不会在显示屏上看到明显的尖峰；仅在绘图或联机跟踪时才会注意到尖峰。

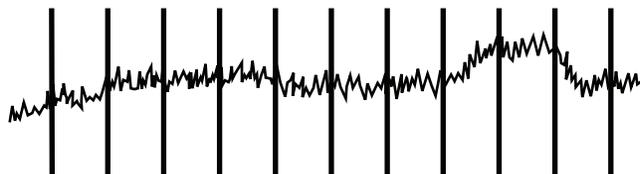


图 1. 循环尖峰

循环尖峰可以由以下因素导致：

- 电动马达
- 建筑供暖/制冷系统
- 实验室中其他电子干扰

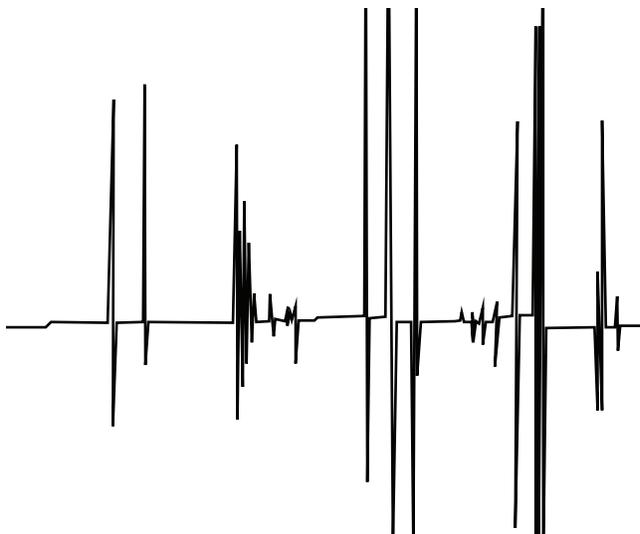


图 2. 随机尖峰

尖峰是单独的基线干扰，通常显示为突然（且巨大）的上升运动。如果伴有噪音，则首先解决噪音问题，因为尖峰可能同时出现。

-
- 检查检测器是否被污染。在极脏的 FID 中，二氧化碳颗粒或二氧化硅颗粒可能会散开并落入检测区域。
- 对于填充柱，检查填充柱出口是否正确地被玻璃纤维密封。这会导致填充颗粒被吹入检测器内。填充柱出口处的玻璃棉塞有问题或缺失时会发生该情况。这可能会发生于任何检测器中，但火焰检测器尤其容易发生该问题，因为它的喷嘴口径比较狭窄。
- 检查填充柱安装。喷嘴底部或传输管的末端都延伸至色谱柱的末端中。如果触及玻璃棉塞，则会产生尖峰。
- 检查喷嘴是否正确。
- 检查检测器温度是否过低。

电子捕获检测器 (ECD) 的噪音和灵敏度

小心

除加热操作之外，检测器的分解和/或清洁工作只能由接受过放射性物质处理培训并获得操作许可的人员进行。放射性元素 ^{63}Ni 的痕量可以在其他过程中泄露，这会引发潜在的放射性威胁。

警告

要防止各区域受到放射性物质污染的可能威胁，检测器排气口必须始终连接通风橱，或者依照当地法规进行排放。

与 ECD 关联的性能问题包括（但不限于）灵敏度降低（真实灵敏度或感知的灵敏度）、高信号背景、噪音基线和色谱图峰或不属于所注入样品的特征的峰。

发生该问题时，如果从 GC 面板上读取的信号输出并未增加，则应先检查色谱图系统的其他部件是否正常，然后再怀疑检测器是否有问题。

开始进一步展开故障排除时，请首先考虑问题的本质：

- 1 如果系统最近发生了更改，例如更改载气或检测器气体，执行进样口维护或色谱柱维护，或更改色谱柱，请确定发生污染或泄漏的可能性。
- 2 如果问题具有持续性，且问题现在很严重，影响分析，则可能发生污染或色谱柱退化，或最终怀疑 ECD 检测池有问题。

另请参见：

“显示信号评估”

“灵敏度”

显示信号评估

第一个注意事项是 GC 处于空闲状态时的信号值。“空闲”信号级别是载气和检测器气体的类型和质量，以及流量与应用函数。该信号级别在不同情形下有所不同，但一般说来，下列值适用（表 2）。图 3 显示常见的 ECD 生命周期阶段。

表 2 ECD 信号评估

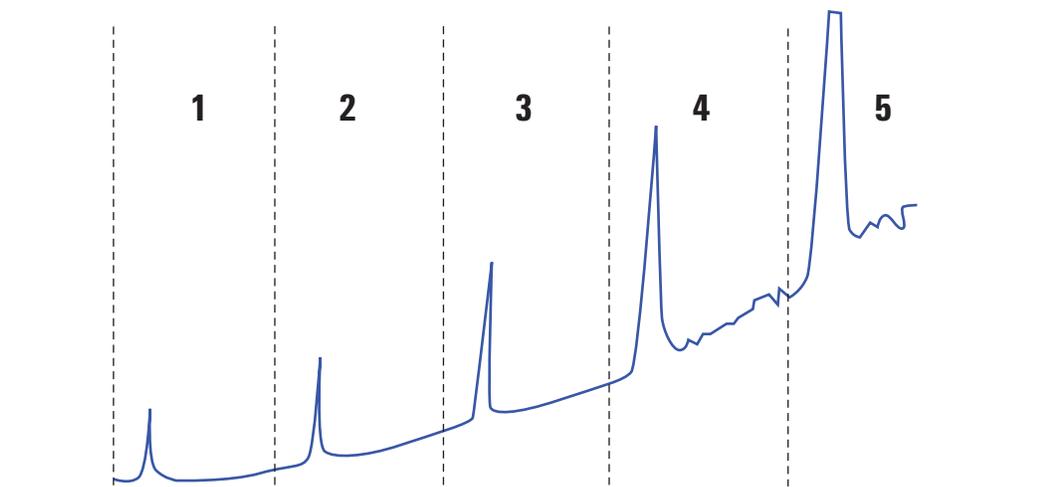
ECD 信号	注释
小于 200	ECD “运行状况良好”。
200 到 400	略有提高，但此时不必担心。信号仍处于“良好”范围内。
400 到 1000	系统显示来自气体、色谱柱或样品的污染的迹象。如果信号随柱箱温度升高而升高，则可能色谱柱有问题。
1000 到 2000	怀疑发生更为严重的污染，请遵照以下故障排除原则。
>2000	如果下面的过程不起作用，则怀疑 ECD 检测池。

注意

ECD 基线可能需要 24 小时才能完全稳定下来，尤其当您以低温系统开始并希望确保高灵敏度操作时。要获得最精确的结果，尽可能先在正常操作条件下运行检测器（最少 2 小时，最多 24 小时），然后再运行频率测试。

如果您要注入未曾使用的进样口，您必须使用气密性好的隔垫。在进样口中使用新隔垫之前，务必以 1 到 5 mL/min 载气流对新隔垫执行数小时的吹扫。

一般 ECD 生命周期阶段：



阶段 1：新检测池

背景 = 100 Hz。检测池符合 Agilent 信噪比 (S/N) 标准。

阶段 2：6 个月 - 1 年

背景 = 180 Hz。响应增加。

阶段 3：1-2 年

背景 = 350 Hz。响应继续增加，噪音增加，S/N 降低。

阶段 4：2-4 年

背景 > 500 Hz。噪音基线，负峰。需要热清洗。

阶段 5：4-10 年

背景 > 1000 Hz。响应巨大。噪音非常大，检测池污染。需要更换检测池。

图 3. 一般 ECD 生命周期

灵敏度

如果 ECD 处于良好信号范围内，但灵敏度存在问题，则问题极可能在于进样口或色谱柱。考虑下列事项：

- 1 如果使用分流和不分流模式的进样口，请验证此模式尚未更改，且分流阀工作正常。通过分流注入后再执行不分流注入（其他所有方法参数保持不变），观察响应中是否有相应变化，从而验证该模式。如果使用的是分流模式，请使用流量计验证分流流量。
- 2 检查所有流速。请参见“测量 FID、TCD、ECD 和 FPD+ 流量”。

- 3 确认已经执行完整的进样口维护。这包括截除色谱柱和重新安装色谱柱。
- 4 验证注入设备是否正常工作。如果方法中使用进样阀，请直接通过进样针注入，其注入样品的浓度类似于通过阀注入的样品的浓度。因此排除阀故障。
- 5 检查尾吹气转接头中的混合衬管。即使一小片石墨或微量的样品污染也会降低灵敏度。

污染（高基线）

如果 ECD 的基线高于其使用寿命中预期的基线，请执行以下检查：

- 找出所有其他可能的原因。请参见上面的“灵敏度”。还要检查载气和检测器供气源、供气捕集阱和色谱柱。
- 检查尾吹气转接头中的混合衬管。即使一小片石墨也会污染结果。
- 如果检测器基线大于 500 Hz，则无论检测器使用多长时间，都要烘烤检测器。让它持续运行 1-2 天。

峰面积或峰高太低（低灵敏度）

- 如果正在以分流模式使用进样口，请检查分流比。
- 检查是否有泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）要排除分流/不分流进样口中的轻微泄漏故障，请参见手动检查分流/不分流进样口中是否存在泄漏。
- 检查进样口是否被污染。（请参见“污染或残留”。）
- 检查每个色谱柱，并确认其每端都切割和安装正确。
- 确认色谱柱类型正确。
- 执行色谱柱维护：烘烤污染物，割掉接在进样口附近被污染的色谱柱，然后按需倒转并烘烤色谱柱。
- 验证衬管类型是否适用于样品。
- 验证检测器流量设置是否正确。

测量实际的检测器流量。如果实际流量不符合 GC 显示，请检查是否存在污染或限制，例如喷嘴堵塞。请参见以下部分：

- [测量检测器流量](#)
- [检查 FID 喷嘴是否堵塞](#)
- [检查 NPD 喷嘴是否堵塞](#)
- 检查供气纯度。
- 检查所有捕集阱指示灯和日期。
- 验证方法参数是否正确。
- 某些样品会因受热或紫外线照射而发生变化。检查样品稳定性。
- 检查已配置的进样针规格。某些进样针规格指定为容积的一半。如果最大进样针容积标为针管的半高，而非针管的顶端，请在配置进样针规格时输入两倍标记容积。
- 如果由于基线上升导致峰面积或峰高度逐渐下降而不是突然改变，请检查检测器是否被污染。烘烤检测器。

如果使用 FID：

- 验证是否安装了正确的喷嘴。
- 检查喷嘴是否变脏。
- 检查有无受污染的检测器部件。
 - [检查 FID 喷嘴是否堵塞](#)

如果使用 ECD：

- 更换熔融石英锯齿式混合衬管。
- 更换并重新安装色谱柱。

如果使用 NPD：

- 检查检测器是否被污染。
- 更换陶瓷绝热体。
- 更换铷珠。

如果使用 FPD+:

- 确认色谱柱安装正确。
- 检查是否安装了正确的滤光片，及其是否干净。
- 检查流速。
- 检查尾吹气类型。

通过 FID 解决低灵敏度问题

在正常使用中，FID 会在收集极、绝缘体、喷嘴等中形成沉积物。要减少污染累积，Agilent 建议在 300°C 或更高温度下使用检测器。但是，即使正常使用，喷嘴中也会形成沉积物（通常是色谱柱中渗漏出的白色的硅或黑色的碳灰）。这些沉积物降低了灵敏度，导致色谱图噪音和尖峰。喷嘴需要定期清洗或更换。下面的过程按发生频率检查低灵敏度的原因。

有关与噪音、浮动或漂移关联的灵敏度降低，另请参见“[检测器噪音,包括波动、漂移和基线尖峰](#)”。

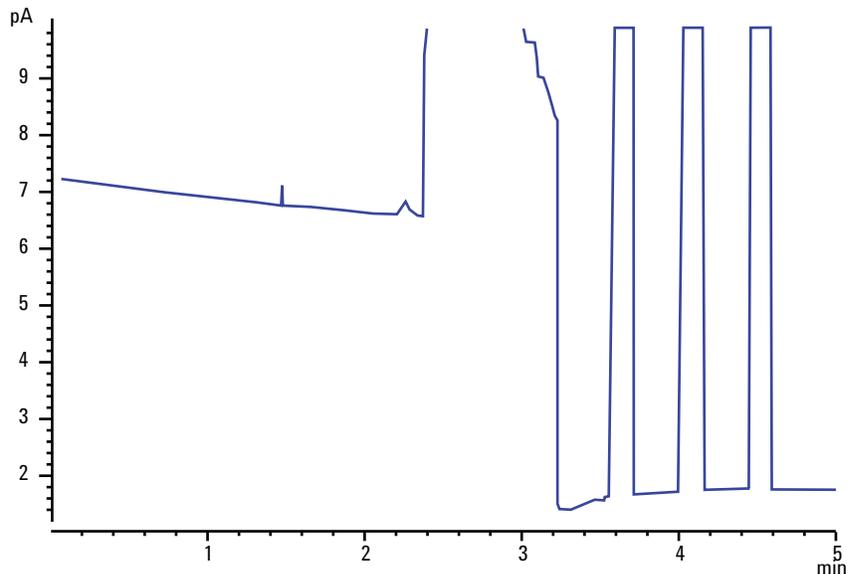
1 检查检测器流量设置。

一般规则是，氢气与（色谱柱 + 尾吹气）之间的气流比是 1:1。

- 2 测量检测器实际流速。请参见“[测量检测器流量](#)”。如果实际氢气、尾吹气和毛细管色谱柱流量低于显示，则可能是喷嘴堵塞。请参见“[检查 FID 喷嘴是否堵塞](#)”。更换喷嘴。
- 3 检查色谱柱安装是否正确。重新安装色谱柱。确保一直按照提示安装色谱柱，并抽回 1-2 毫米（色谱柱内径大于 100 微米）。
- 4 检查控制排放的进样口参数，例如分流比和不分流吹扫延迟时间。确保样品未在无意中放空。
- 5 执行进样口维护（更换所有消耗部件），完成后对进样口执行压力测试。请参见《[维护](#)》手册和“[检查是否有泄漏](#)”。
- 6 执行完整的 FID 维护。拆卸 FID 并清洗或更换所有部件。

FID 火焰在运行过程中熄灭并尝试重新点燃

以下是一个示例色谱图，显示在大型溶剂峰处发生的熄火。



熄火之后，GC 将尝试点燃火焰三次。无论火焰是否已熄灭，只要检测器输出低于 **Lit offset**（点火补偿值）的设定值，GC 就会尝试重新点燃。（在非常清洁的系统中，基线输出可能会低于 2 pA。）

如果 FID 火焰在运行过程中熄灭，请执行以下步骤：

- 查看是否有芳香族溶剂峰或水熄灭了火焰。
- 检查喷嘴是否堵塞。
- 验证流量设置是否正确。验证 **Lit offset**（点火补偿值）设置是否正确。

如果 FID 火焰尝试重新点燃但其已经点燃，请执行以下步骤：

- 验证 FID **Lit offset**（点火补偿值）设置是否适合该运行（通常 < 2.0 pA）。
- 查看是否有芳香族化合物或水熄灭了火焰。
- 检查喷嘴是否部分堵塞。测量检测器处的实际氢气、空气和尾气流。（请参见“[测量检测器流量](#)”。）根据需要更换喷嘴。
- 检查检测器色谱柱接头处是否有泄漏。（请参见“[检查是否有泄漏](#)”。）

FID 基线输出大于 20 pA

- 确认载气和检测器气体供给的纯度。
- 检查色谱柱是否有渗漏。将柱箱温度降低至室温。如果检测器输出大幅下降，则可能色谱柱受污染或渗漏，或载气受污染。通过关闭色谱柱气流（柱箱冷却时）并检查检测器输出来确认色谱柱是否渗漏。
- 检查气体供气捕集阱指示灯/日期，并确保捕集阱可用。
- 验证最近维护之后是否正确地重新装配了检测器。
- 检查检测器有无污染。烘烤检测器。
- 检查 FID 泄漏电流是否小于 2.0 pA。（请参见“[测量 FID 泄漏电流](#)”。）

FID 基线输出达到最大值（约 8 百万）

如果 FID 输出维持在一个非常高的值（最高计数为 8 百万）上，请检查收集极是否短路。

- 1 检查互连弹簧是否弯曲。取下收集极组件，直接观察弹簧。
- 2 拆卸收集极组件，直接观察任何部件上是否累积了锈渍。根据需要更换部件。为避免该问题，请在大于 300°C 时操作检测器。
- 3 检查检测器中是否由于注入气体或使用芳香族化合物或含氯溶剂而发生碳化现象。为避免出现该问题，请在 300 °C 以上时操作检测器。重新组装并安装收集极，使用高比例的空气和氢气气流（空气必须为 450 mL/min，氢气必须为 35 mL/min）操作检测器。

FPD+ 火焰在运行过程中熄灭并尝试重新点燃

如果火焰在运行过程中熄灭，请执行以下步骤：

- 检查 GC 系统有无泄漏，尤其是检测器色谱柱接头处。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- FPD+：验证传输线温度是否设置为 ≥ 200 °C。
- 确保放空管中的冷凝物没有滴回到检测器中。弹性塑料放空管必须从检测器连接到一个容器中（放空管不能下垂），以便完全排出冷凝水。使放空管的开口端离开容器中的水面。

如果 FPD+ 火焰熄灭后重新点燃，请执行以下步骤：

- 验证 **Lit offset**（点火补偿值）设置是否低于正常基线。
- 检查是否有泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- 检查流量设置，然后测量实际检测器流量。（请参见“测量检测器流量”。）
- 特定环境条件，例如：
 - 强大电磁场
 - 环境温度剧烈变动
 - 空气压力剧烈变动

会导致 GC 中显示低信号假象，从而不正确地表明火焰已经熄灭。因此，运行中止，GC 尝试重新点燃已点燃的火焰。

您可以将低温的发亮表面（例如镜子或扳手）放在出管处，以便验证火焰是否已点燃。表面出现水汽凝结表明火焰已点燃。

请将 **Lit offset**（点火补偿值）重置为 2.0。

FPD+ 淬灭/重复性

当烃类峰中的高浓度二氧化碳与含硫物质同时出现在火焰中时，会发生碳氢化合物淬灭。含硫物质发出的部分光被某些 CO₂ 物质吸收。

杂环原子物质浓度高时会发生自淬灭。其他某些基态（无活性）物质重新吸收发出的光子，防止它进入 PMT。

要解决碳氢化合物淬灭的问题，请执行下列步骤：

- 色谱柱应该能够恰当地分离化合物 - 含硫或磷的物质以及虽不含硫或磷但可能吸收光线的物质。
- 优化色谱分离，以便可以从硫峰或磷峰中分解出烃类峰。
 - 1 首先在 FID 上运行分析以查看所有峰（FPD+ 会忽略烃类）。
 - 2 在 FPD+ 上运行分析。
 - 3 修改方法以便将您关注的峰与其他峰分离开。

FPD+ 输出过高或过低

- 验证是否正在使用正确的滤光片。请勿对硫优化气流使用磷滤光片或对磷优化气流使用硫滤光片。
- 以安装在检测器中的方式检查色谱柱的位置。
- 检查气体纯度。
- 验证气流是否已经针对所使用的滤光片进行了优化。监视 FPD+ 输出。下表提供当检测器中已安装滤光片且所使用的气流不匹配时的检测器输出的示例。

表 3

气流优化	输出	
	使用硫滤光片	使用磷滤光片
硫	30 到 50	10 到 12 (低)
磷	240 到 250 (高)	30 到 50

除所安装的滤光片和特定气流组之间不匹配外，还要在火焰点燃的情况下检查 FPD+ 信号输出：

- 如果输出是 0.5 到 3.0，请检查火焰是否已经点燃。
- 如果输出是 0，请检查电位计是否已经关闭，或信号电缆是否已断开连接。
- 如果输出小于 30，则火焰的方位可能不正确。请检查检测器流量、色谱柱流量和色谱柱位置。请参见以下部分：
 - 测量色谱柱流量
 - 测量检测器流量

FPD+ 峰面积较低

- 检查流量设置，然后测量实际检测器流量。（请参见“测量检测器流量”。）
- 执行完整的进样口维护：更换所有消耗部件并烘烤进样口。
- 执行色谱柱维护：烘烤污染物，割掉接在进样口附近被污染的色谱柱，然后按需倒转并烘烤色谱柱。
- 验证色谱柱安装是否正确。
- 考虑滤光片类型（硫或磷）。
- 检查系统是否有泄漏。（请参见“检查是否有泄漏”。）
- 验证方法设置是否合适。
- 检查流速。
- 检查尾吹气类型。

FPD+ 在半高处的峰宽度较大

如果 FPD+ 在峰高一半处产生异常宽的峰，请执行以下操作：

- 检查实际进样量，如果必要可以减少。
- 验证衬管是否不与样品发生作用。

FPD+ 基线输出较高, 大于 20 pA

- 检查供气纯度。
- 检查所有捕集阱指示灯和日期。
- 检查检测器是否被污染。
- 检查光电倍增管 (PMT) 处是否有轻度泄漏; 如果 PMT 太松则将其固定好。
- 执行完整的进样口维护: 更换所有消耗部件并烘烤进样口。
- 执行色谱柱维护: 按需烘烤污染物。

FPD+ 色谱输出显示平头峰

如果您的应用程序位于动态范围的上限（尤其对于硫），则可能必须降低仪器的感光性。使用部件号 19256-80000 的滤光片替换 1000-1437 硫滤光片。然后将检测器气流设置为磷校验方法中使用的值。这会提高基线，但信噪比会降低。

任何一种解决方法以及使用氢气都没有问题。但是，请注意下列警告事项：

警告

氢气易燃，可能会爆炸。务必在连接时才打开氢气源。同时，在操作或维修仪器之前，请对连接、线路和阀执行泄漏测试。

NPD 溶剂淬灭

如果在溶剂峰之后基线不恢复，请尝试以下操作：

- 在溶剂峰周围关闭/打开氢气。
- 使用氮气作为尾吹气。
- 将总色谱柱流量和尾吹气设置为小于 10 mL/min。
- 增加空气流量 10 mL/min。
- 将检测器温度提高到 325 °C。

NPD 响应低

- 执行完整的进样口维护：更换所有消耗部件并烘烤进样口。
- 执行色谱柱维护：按需烘烤污染物。确认色谱柱安装正确。
- 高浓度的溶剂已使氢气/空气等离子体消失。以 5 mL/min 的流量运行尾气。
- 验证氢气是否来自外部供气。通过键盘检查流量和压力是否已打开。氢气流速应在 1.0 至 5.5 mL/min 之间。测量检测器处的实际气体流量。（请参见“测量检测器流量”。）
- 检查喷嘴是否部分堵塞。请参见检查 FID 喷嘴是否堵塞。
- 确认铷珠激活。用镜子查看检测器盖上的排气孔，看铷珠是否发出橙色光。如果铷珠不发光，请检查检测器背景信号。关闭铷珠以建立基准水平，然后打开铷珠并观察输出中出现突然剧增的情况，此情况表示发生了点火。如果以 4 V 向铷珠供电，但没有点燃（可从 Settings（设置）> Service Mode（服务模式）> Detectors（检测器）> Signal（信号）进行查看），则铷珠可能已烧坏。更换铷珠。

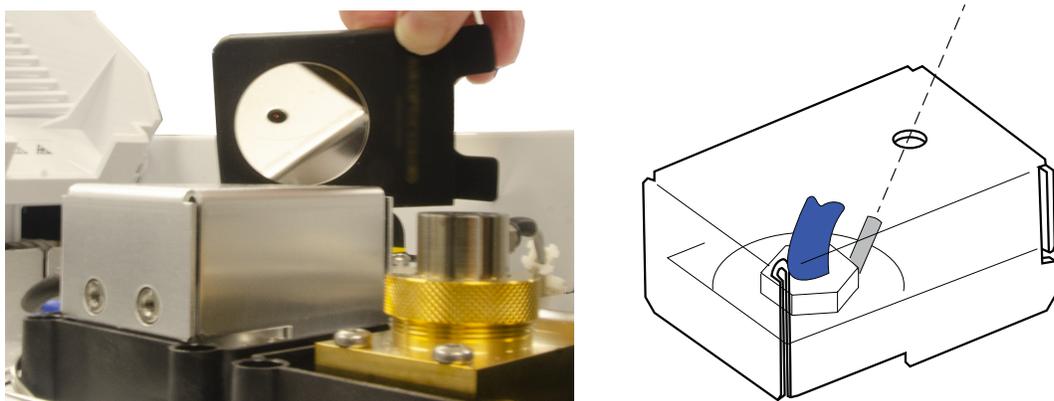


图 4. 点燃 Blos 铷珠

警告

检测器的排放物可能很热，会造成烫伤。检查铷珠是否发光时，请采取适当的防护措施，如戴上护目镜或使用镜子。

- 更换绝缘体/收集极。
- 检查流动相污染（极性流动相）

NPD 基线输出大于 8 百万

- 收集极短接到检测器外壳。拆卸收集极和绝热体并重新安装。

NPD 调整补偿值过程运行不正常

- 检查喷嘴是否阻塞。（请参见第 136 页上的“检查 NPD 喷嘴是否堵塞”）
- 测量实际的检测器流量。（请参见第 122 页上的“测量检测器流量”。）如果氢气或尾吹气流量是零或远远低于所显示的流量，则可能是喷嘴堵塞。
- 检查铷珠的情况。如有必要，请进行更换。
- 验证流量设置是否正确。
- 如果该过程仍然失败，则系统中可能存在严重泄漏。这会导致测得流速与实际流速不同。彻底检查整个系统的泄漏问题，特别是检测器的色谱柱接头。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）

NPD 选择性低

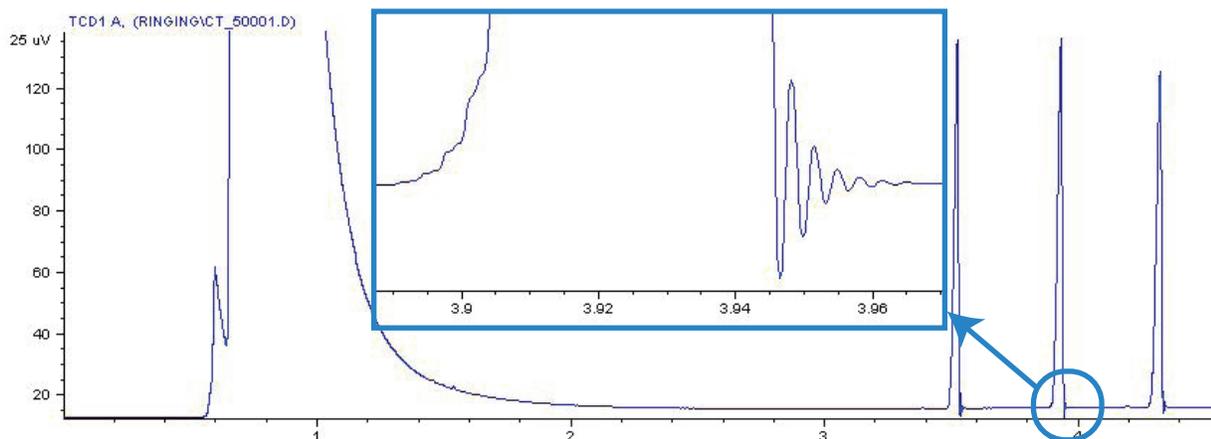
（相对于氮或磷，烃类响应比较大。）

- 验证氢气流量是否正确（小于 3 mL/min）。
- 查看铷珠，它可能有缺陷或损坏。
- 更换收集极和绝缘体。

对 TCD 发现负峰

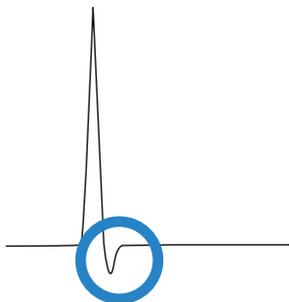
- 验证是否使用正确的气体类型。
- 检查系统中有无泄漏，尤其是检测器色谱柱接头处。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）
- 考虑被分析物相对于载气的热导性。
- 考虑对被分析物的灵敏度。
- 检查流量设置，然后测量实际检测器流量。（请参见第 122 页上的“测量检测器流量”。）

TCD 基线已经抑制了正弦曲线噪音拖尾峰（振荡基线）



数据系统中选择了错误的数据采集速率。对于 TCD，数据采集速率应该 ≤ 5 Hz。

TCD 峰在拖尾处有负向下沉



- 检查检测器色谱柱转换器接头处是否有泄漏。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）
- 将检测器升级为耐用灯丝。

GC 未就绪症状

- GC 达不到就绪状态 74
- 流量从未变成就绪状态 75
- 柱箱温度从未冷却/冷却得非常缓慢 76
- 柱箱从未加热 77
- 温度达不到就绪状态 78
- 无法设定流量或压力 79
- 气体没有达到调整值或设定的压力或流量值 80
- 气体超出了调整值、压力或流量设定值 81
- 进样口压力或流量存在波动 82
- 分流进样口压力无法达到设定值 83
- 测量出的色谱柱流量不等于显示的流量 84
- FID 没有点燃 85
- 在进样序列中 FID 点火器不发光 86
- FID 或 NPD 测量的氢气和尾吹气流远远低于设定值 87
- NPD 调整补偿值过程失败 88
- FPD+ 没有点燃 89
- 阀未就绪 90

本节包括一些故障和症状，这些故障和症状将在 GC 打开但不能执行分析时发生。这种情况将由“未就绪”警告、故障消息或其他症状指出。

GC 达不到就绪状态

通常当流量和温度达到设定值后 GC 便处于就绪状态。如果在很长一段时间后 GC 仍未处于就绪状态，请执行以下操作：

- 选择状态/控制面板，或在 **Method(方法)**下选择一个组件以查看哪些设定值或条件未就绪。
- 检查进样器的问题。
- 检查数据系统的问题。
- 如果在不分流或载气节省模式下执行手动进样，您可能需要选择  以准备进样口执行进样。例如，执行下列操作：
 - 在进行不分流进样之前切换进样口吹扫阀
 - 准备脉冲进样
 - 关闭载气节省。

有关  的详细信息，请参见 《Agilent 8860 GC 操作手册》。

流量从未变成就绪状态

如果气体流量从未变成就绪状态，请检查下列内容：

- 检查气体供给是否达到足够的输送压力。
- 检查在辅助 EPC 模块中安装的限流器（如果适用）。
- 检查配置的气体类型。配置的气体类型必须与用管道连接至 GC 的实际气体类型相匹配。
- 检查载气输送管道和 GC 中是否存在泄漏问题。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）

柱箱温度从未冷却/冷却得非常缓慢

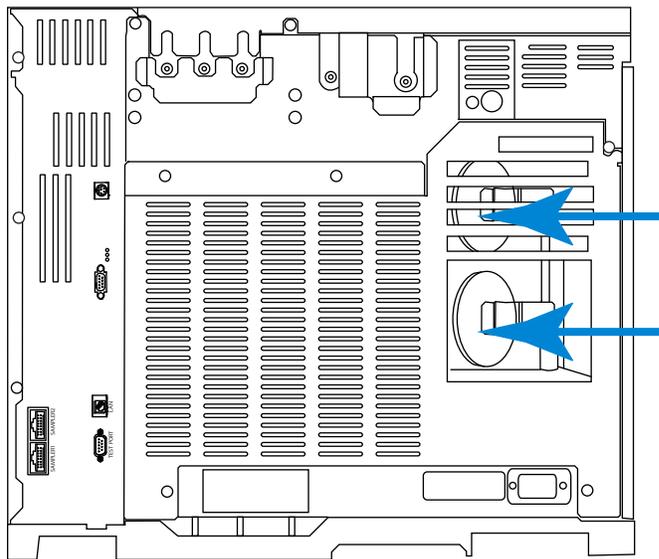
如果柱箱没有冷却或冷却得非常缓慢，请执行下列操作：

警告

来自 GC 背面的废气的温度非常高。使手部和脸部远离排气口。

- 检查柱箱挡板操作。
 - 1 将柱箱温度降低至少 20 度。
 - 2 确认 GC 背面的柱箱挡板是开启的。注意听风扇是否在运转。下图显示了两个柱箱挡板的位置。

如果不能顺畅地操作挡板，请与 Agilent 联系进行维修。



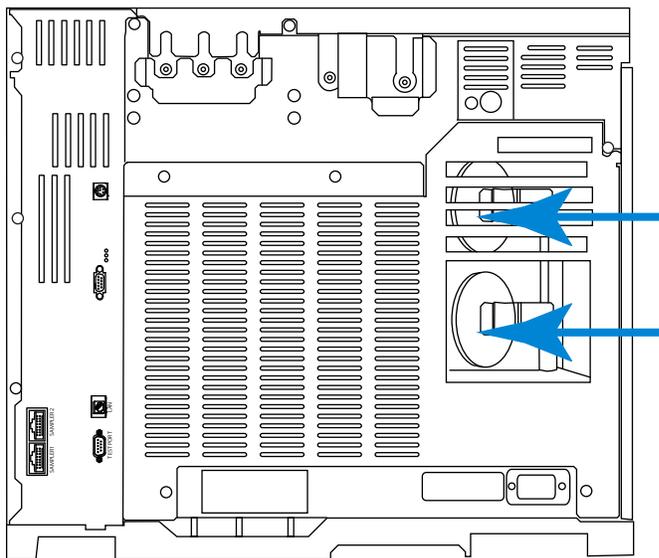
柱箱从未加热

- 选择 **Diagnostics**（诊断）检查错误以便报告给 Agilent。

警告

来自 GC 背面的废气的温度非常高。使手部和脸部远离排气口。

- 关闭 GC 的电源，然后重新打开。
- 检查柱箱挡板操作。
 - 1 将柱箱温度升高至少 20 度。
 - 2 确认 GC 背面的柱箱挡板是关闭的。下图显示了两个柱箱挡板的位置。
如果挡板卡在打开的位置，或者挡板关闭但柱箱仍没有加热，请联系 Agilent。



温度达不到就绪状态

要确定处于就绪状态，温度必须在 30 秒内处于设定值 ± 1 °C。如果温度达不到就绪状态，请执行以下操作：

- 检查进样口或检测器上是否缺少隔热杯。
- 检查柱箱和进样口或检测器之间是否存在非常大的温差。
- 检查进样口或检测器周围是否缺少保温材料。

无法设定流量或压力

如果无法使用分流/不分流进样口设定流量或压力，请执行以下操作：

- 检查色谱柱模式。
- 检查毛细管色谱柱是否被配置到正确的进样口。
- 检查配置的色谱柱尺寸。
- 检查是否已打开了流量。

气体没有达到调整值或设定的压力或流量值

如果进样口没有达到其压力设定值或调整值，它将在一段时间后关闭，该时间由进样口的类型确定。（配备 EPR 的进样口将通过闪烁的星号指示未就绪。）请执行以下操作：

- 检查气体供给是否达到足够的输送压力。供给压力应至少比压力设定值高 10 psi。
- 检查是否有泄漏。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）系统中的某个位置可能存在严重泄漏。使用电子检漏仪找到泄漏，然后进行纠正。请不要忘记检查色谱柱—破裂的色谱柱可能是一个非常大的泄漏。
- 如果使用载气节省，应确认载气节省流速足够高以维持在运行期间使用的最高的柱头压力。
- 检查是否正确安装了色谱柱。
- 检查进样口或检测器压力传感器是否有缺陷。

如果您正在使用分流/不分流进样口，请执行以下操作：

- 检查分流比。增加分流流量。

气体超出了调整值、压力或流量设定值

如果气体超出了其调整值或压力或流量设定值，请执行以下操作：

如果正在使用分流/不分流进样口，请执行以下操作：

- 减少分流比。
- 更换分流口过滤器。
- 验证是否已选择正确的衬管（如果使用衬管）。
- 验证 SS 进样口的方法压力设置是否高于 GC 上的最低可行设置。
- 检查分流/不分流进样口上的分流平板是否受污染。

如果使用 FID 或 NPD，请执行以下操作：

- 检查喷嘴是否堵塞。请参见第 135 页上的“[检查 FID 喷嘴是否堵塞](#)”或第 136 页上的“[检查 NPD 喷嘴是否堵塞](#)”。

阀：

- 检查未对齐的转轴。如有必要，请对齐转轴。

进样口压力或流量存在波动

进样口压力的波动将导致运行期间流速和保留时间的变化。请执行以下操作：

- 检查气体净化器或气体发成器是否已达到或接近满负荷运转。
- 检查气体供给是否达到足够的输送压力。
- 确认供给压力调节器能够正常工作。供气管线长度很长的系统可能需要在 GC 附近安装一个向下移动的调节器。此外，请使用其他调节器消除由气体发成器造成的波动。
- 检查是否有泄漏。（请参见第 101 页上的“[检查是否有泄漏](#)”。）系统中的某个位置可能存在严重泄漏。使用电子检漏仪找到泄漏，然后进行纠正。请不要忘记检查色谱柱—破裂的色谱柱可能是一个非常大的泄漏。
- 检查进样口衬管或分流口捕集阱中是否存在较大的限制。
- 确保已正确安装衬管。某些衬管因设计或包装太紧压力下降幅度太大。
- 请在运行期间检查房间温度的明显变化。纠正实验室温度问题，或将仪器移动到更合适的位置。
- 验证 Auto Flow Zero（自动归零流量）功能是否处于“On”（开）状态。

分流进样口压力无法达到设定值

如果 GC 无法将压力维持在与设定值同样低的水平上，请检查下列内容：

- 考虑使用专为分流分析设计的衬管。
- 方法压力参数（或来自流量设置的结果压力）对于该载气类型而言太低。
- 检查衬管是否堵塞。
- 检查分流出口管是否受污染。如有必要，请与 Agilent 维修人员联系进行更换。

- 对于分流/不分流进样口，请更换分流平板。

测量出的色谱柱流量不等于显示的流量

如果实际的色谱柱流量与 GC 上显示的计算流量不匹配（10% 以内），请执行下列操作：

- 验证测量的流量是否已更正为 25 °C 和 1 个大气压。
- 确认精确地配置了正确的色谱柱尺寸，包括实际（截除的）色谱柱长度。
- 在分流/不分流毛细管色谱柱进样口中使用一根（不到 15 米）内径为 0.58 到 0.75 毫米的短 WCOT 色谱柱。为较高流速设置了总流量控制器，这将在进样口中形成一定压力，并导致色谱柱流量在设定的压力为零时也能保持平稳均匀。（在这些情况下，实际压力可能会显示在显示屏上，即使设定值为零。）使用 530 到 750 毫米的较短的色谱柱，使总体流速尽可能地低（例如，20 到 30 mL/min）。安装的色谱柱越长，阻力越大（例如，15 到 30 米）。
- 分流出口管或捕集阱可能被部分堵塞，导致实际进样口压力高于设定值压力。检查分流出口管是否有限制。
- 确保“自动流量归零”功能已打开。适当时，将流量控制模块的流量和压力传感器归零。如果此操作无法解决该问题，请更换流量控制模块。

FID 没有点燃

- 验证点火补偿值是否 ≤ 2.0 pA。
- 确保 FID 温度足以满足点火条件 (>150 °C)。Agilent 建议高于 300 °C。
- 检查 FID 点火器在点火过程中是否发光。(请参见第 130 页上的“在点火序列中验证 FID 点火器功能”。)
- 尝试为 FID 流量模块增加供给压力。这样能够使火焰更容易点火而不需要更改设定值。
- 增加氢气流量并减小或关闭尾吹气流量，直到点火，然后逐渐减少其值以达到方法值。通过实验获取最佳值。

增加氢气流量并减小尾吹气流量可使 FID 点火更容易。如果在这些变化条件下点火，原因可能是喷嘴部分堵塞，点火器性能下降，或色谱柱接头发生泄漏。

- 检查喷嘴是否堵塞或部分堵塞。(请参见第 135 页上的“检查 FID 喷嘴是否堵塞”。)
- 测量 FID 流速。实际流速应该为设定值的 $\pm 10\%$ 之内。氢气和空气的比率对能否点火有显著影响。非最佳的流量设置将影响火焰的点燃。(请参见第 122 页上的“测量检测器流量”。)
- 如果火焰仍无法点燃，则表明系统中可能存在较严重的泄漏现象。严重泄漏将导致测量的流速不同于实际流速，从而使点火条件不理想。彻底检查整个系统的泄漏问题，特别是 FID 处的色谱柱接头。(请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”)。
- 检查色谱柱流量。(请参见第 118 页上的“测量色谱柱流量”。) 氢气流量应该大于色谱柱流量和尾吹气流量之和。
- 检查 FID 色谱柱接头处是否有泄漏。
- 确保 FID 温度足以满足点火条件 (>150 °C)。
- 如果分析允许，也可以用氮气替代氢气作为尾吹气。

在进样序列中 FID 点火器不发光

警告

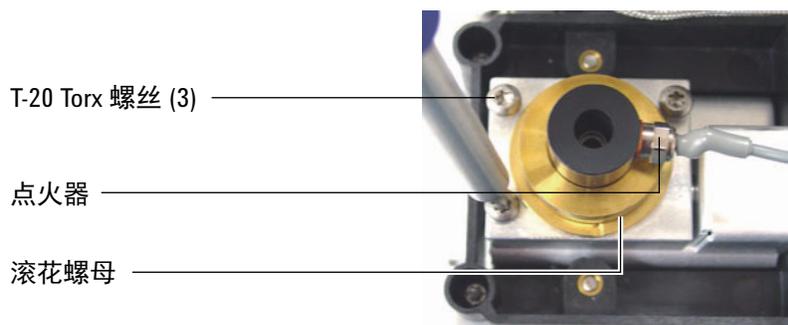
执行此任务时操作者身体应与 FID 排气口保持一定的安全距离。如果使用氢气，FID 火焰将不可见。

- 1 取下检测器顶盖。
- 2 点燃 FID 火焰。
- 3 通过 FID 排气口观察点火器火花塞。在点火过程中，这个小孔应该发光。

如果试验失败，请检查下面一些可能的原因：

- 点火器可能出现故障；更换点火器。
- 检测器温度设置为小于 150 °C。Agilent 建议在大于 300 °C 的情况下运行 FID。
- 点火器没有良好接地：
 - 必须用螺丝将点火器牢固地拧到保险盒组件中。
 - 固定收集极组件的三颗 T-20 Torx 螺丝必须拧紧。
 - 固定 FID 保险盒组件的黄铜滚花螺母必须拧紧。

如果这些部件被腐蚀或氧化，请对 FID 进行维护。



FID 或 NPD 测量的氢气和尾吹气流远远低于设定值

- 检查喷嘴是否堵塞或部分阻塞。阻塞的喷嘴会产生背压。由于流量控制模块使用压力控制器，因此增加的背压会模拟正确的流程。实际流速将下降，但 GC 仍能正常工作。请参见：
 - 第 135 页上的“检查 FID 喷嘴是否堵塞”
 - 第 136 页上的“检查 NPD 喷嘴是否堵塞”
- 检查检测器基座上的色谱柱接头处是否有泄漏问题。
- 更换 FID 或 NPD 喷嘴。

NPD 调整补偿值过程失败

- 检查喷嘴是否阻塞。（请参见“检查 NPD 喷嘴是否堵塞”。）
- 测量实际的检测器流量。（请参见“测量检测器流量”。）如果氢气或尾吹气流量是零或远远低于所显示的流量，则可能是喷嘴堵塞。
- 检查铷珠的情况。如有必要，请进行更换。
- 验证流量设置是否正确。
- 如果该过程仍然失败，则系统中可能存在严重泄漏。这会导致测得流速与实际流速不同。彻底检查整个系统的泄漏问题，特别是检测器的色谱柱接头。（请参见第 101 页上的“检查是否有泄漏”。）

FPD+ 没有点燃

- 检查 FPD+ 温度是否足以满足点火条件 (>150 °C)。
- 检查 FPD+ 流速并确认它们与 FPD+ 中安装的滤光片类型相匹配。氢气和空气的比率对能否点火有显著影响。非最佳的流量设置将影响火焰的点燃。
- 测量实际的检测器流量。
- 检查 FPD+ 点火器能否正常工作。
- 在点火过程中，显示空气流速。空气流速在尝试点火期间应该达到 400 mL/min。如果没有，说明空气供给压力不足。
- 检查 **Lit offset**（点火补偿值）。通常 **Lit offset**（点火补偿值）为 2.0。如果数值是零，则说明自动点火被关闭。如果值太大，软件将无法识别是否已经点火，并将关闭检测器。
- 如果火焰仍不能点燃，则系统中可能有大的泄漏。大泄漏会导致测量气流速率与实际气流速率不同，从而造成非理想点火条件。彻底检查整个系统有无泄漏。（请参见第 101 页上的“[检查是否有泄漏](#)”。）
- 尝试为 FPD+ 流量模块增加供给压力。这样能够使火焰更容易点火而不需要更改设定值。
- 检查 **Lit offset**（点火补偿值）。如果数值是零，则说明自动点火被关闭。如果值太大，软件将无法识别是否已经点火，并将关闭检测器。
- 在某些操作条件下，卸下放空管会更易于点燃火焰。点燃火焰以后重新装上放空管。
- 检查电缆至耦合的连接，耦合至点火塞的连接，以及点火塞是否拧紧。

阀未就绪

故障排除取决于阀的类型。

气体进样阀

进样时间或充样时间过去后，该 GC 正常情况下没有就绪。当指定的调用时间或充样时间过去后，才会变为就绪状态。

5

关闭症状

色谱柱关闭 92

氢气关闭 93

加热区关闭 94

色谱柱关闭

GC 监控进样口和辅助气流。如果载气（可能包括辅助流量模块）不能达到其流量或压力设定值，则 GC 会认为存在泄漏情况。25 秒后会发出嘟嘟声以示警告，并将继续以一定时间间隔继续发出嘟嘟声。大约 5 分钟后，GC 将关闭组件以保证安全。GC 将：

- 显示前进样口压力关闭。
- 关闭以避免色谱柱损坏。
- 使柱箱背面的柱箱挡板处于半开状态。
- 关闭色谱柱的所有流量。查看时，它们的参数闪烁 **Off**（关）。例如，分流/不分流进样口的色谱柱流量将关闭。
- 关闭所有其他加热器。查看时，它们的温度参数闪烁 **Off**（关）。
- 尝试打开一个关闭的加热区时失败，并出现错误消息。
- 关闭 TCD 灯丝。
- 关闭 FID 或 FPD+ 点火器，以及空气和燃气流量。
- 关闭 NPD 钨珠，以及空气和燃气流量。

要从此状态恢复，请执行以下操作：

- 1 修正导致关闭的原因。验证载气供给。GC 要求传输的气压比运行中使用的最高压力高 70 kPa (10 psi)。
 - 检查进样口附近的色谱柱是否损坏。
 - 检查是否有泄漏。
 - 替换进样口隔垫。
 - 替换进样口“O”形圈。
 - 检查供给压力。
- 2 选择 **Diagnostics**（诊断）。选择该警报。选择 **Clear Shutdown - On**（清除关闭状态 - 开）以清除该警报并打开所有区域。选择 **Clear Shutdown - Off**（清除关闭状态 - 关）以清除该警报并打开除关闭区域之外的所有区域。

氢气关闭

氢气可用作载气或某些检测器的燃气。当与空气混合时，氢气会产生爆炸混合物。

用于进样口的氢气和辅助气流

GC 监控进样口和辅助气流。如果气流无法到达其流量或压力设定值，并且如果该气流已配置为使用氢气，则 GC 会认为存在泄漏情况。25 秒后会发出嘟嘟声以示警告，并将继续以一定时间间隔继续发出嘟嘟声。大约 5 分钟后，GC 将关闭组件以保证安全。GC 将：

- 显示 **Hydrogen Safety Shutdown**（氢气安全关闭）。
- 关闭连接到进样口的载气供给阀门，关闭并切断压力和流量控制。
- 打开分流/不分流进样口中的分流口阀门。
- 关闭柱箱加热器和风扇，打开柱箱挡板。
- 关闭所有加热器（包括连接到辅助加热器控制的任何设备，例如阀箱加热器和传输线加热器）。
- 关闭 TCD 灯丝。
- 关闭 FID 或 FPD+ 点火器，以及空气和燃气流量。
- 关闭 NPD 铷珠，以及空气和燃气流量。
- 发出报警音。

警告

GC 不能检测检测器气流管道是否有泄漏。鉴于这一原因，使用氢气的 FID、NPD 和任何其他检测器的色谱柱接头必须始终连接到一个色谱柱，或者安装有堵头或塞子，并且配置氢气气流，以便 GC 注意到这一情况，这一点是十分重要的。

要从关闭氢气状态恢复，请执行以下操作：

- 1 修正导致关闭的原因：
 - 替换进样口隔垫。请参阅《维护》手册。
 - 替换进样口“O”形圈。请参阅《维护》手册。
 - 检查色谱柱是否损坏。
 - 检查供给压力。
 - 检查系统是否有泄漏。请参见[泄漏检查提示](#)。
- 2 关闭 GC 的电源，然后重新打开。
- 3 选择 **Diagnostics**（诊断）。选择该警报。选择 **Clear Shutdown - On**（清除关闭状态 - 开）以清除该警报并打开所有区域。选择 **Clear Shutdown - Off**（清除关闭状态 - 关）以清除该警报并打开除关闭区域之外的所有区域。

加热区关闭

加热区故障意味着柱箱或其他加热区不在允许的温度范围内（低于最低温度或高于最高温度）。多种情况可能会导致此错误：

- 仪器的电力供应问题。
- 加热区控制电子部件出现故障。
- 温度传感器短路。
- 加热器短路。

要从此状态恢复，请执行以下操作：

- 1 修正导致关闭的原因：
 - 检查是否缺少隔热罩。
- 2 大多数加热区关闭都可以通过关闭加热区来清除。

6

电子仪器故障排除 GC 通电和通信 症状

GC 无法打开 96

PC 无法与 GC 通讯 97

GC 打开，然后在启动过程中停止（在自检期间） 98

GC 无法打开

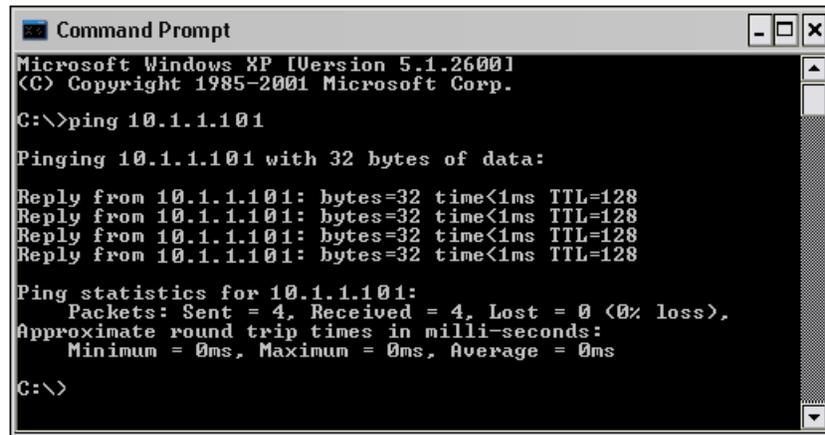
如果 GC 无法打开，请执行以下操作：

- 检查电源线。
- 检查建筑物内的电源供应。
- 如果问题出在 GC 上，请关闭 GC 电源。等待 30 秒，然后打开 GC 电源。

PC 无法与 GC 通讯

- 运行 ping 测试

MS-DOS ping 命令可验证通过 TCP/IP 连接进行的通信。要使用该命令，请打开命令提示符窗口。键入 ping，然后键入 IP 地址。例如，如果 IP 地址为 10.1.1.101，则输入 ping 10.1.1.101。如果 LAN 可以正常通信，将显示一条表示成功的回复消息。例如：



```
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:\>
```

如果 ping 测试成功，请检查软件配置。

如果 ping 测试不成功，请执行下列操作：

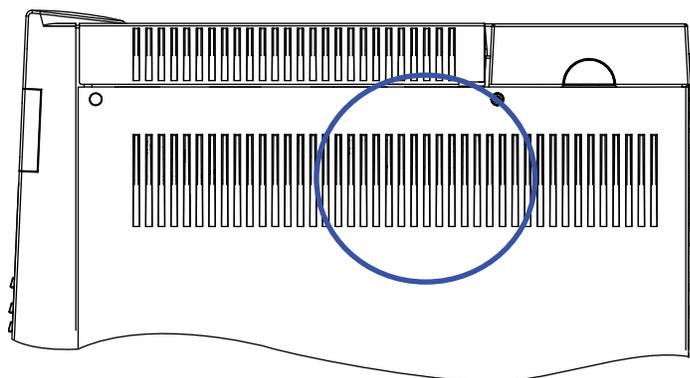
- 检查 LAN 电缆连接。
- 验证 IP 地址、子网掩码和网关地址。
- 确保所有的网络设备（集线器、交换机，等等）都打开，正确连接且正常工作。
- 检查 PC 中的 LAN 卡是否有缺陷。
- 检查某些其他软件是否已连接至 GC。例如，一次只能将一个软件键盘连接到 GC。Agilent 数据系统还会阻止其他数据系统的连接。

GC 打开，然后在启动过程中停止（在自检期间）

如果 GC 启动，但正常的显示没有出现，请执行以下操作：

- 1 将 GC 电源开关调到 **Off**（关）位置。等待一分钟，然后再选择 **On**（打开）打开 GC 电源。
- 2 如果 GC 没有返回到正常状态，请记录下显示屏上出现的所有消息。观察 GC 后面板，在远程接头上方找到 LED 指示灯（绿色、黄色或红色），看看它们是闪烁还是处于常亮状态。（对于旧型号的 GC，请在 GC 右侧面板上查看插槽，如下所示。）联系 Agilent 进行维修，并向 Agilent 支持人员提供显示信息。（另请参见第 14 页上的“联系 Agilent 支持时需提供的信息”。）

6 电子仪器故障排除 GC 通电和通信症状



旧型号的 GC：在侧面板上可以看到 LED。

检查是否有泄漏

- 泄漏检查提示 102
- 检查外部是否泄漏 103
- 检查 GC 是否泄漏 104
- 毛细管流量接头中的泄漏检查 105
- 执行进样口泄漏检查 106
- 执行压力衰减泄漏测试 107
- 手动检查分流/不分流进样口中是否存在泄漏 109
- 对吹扫/填充进样口执行压力衰减泄漏测试时 112
- 解决吹扫填充进样口中的泄漏问题 113
- 手动检查填充柱进样口中是否存在泄漏 114
- 解决填充柱进样口中的泄漏问题 115
- 解决冷柱头进样口中的泄漏问题 116

泄漏检查提示

在检查是否泄漏时，将系统视作两部分：外部泄漏点和 GC 泄漏点。

- 外部泄漏点包括气瓶（或气体净化器）、调节器及其接头、供气关闭阀以及与 GC 供气接头的连接。
- GC 泄漏点包括进样口、检测器、色谱柱连接、阀连接、流量模块和进样口/检测器之间的连接。

警告

氢气 (H₂) 是易燃气体，在密闭空间（例如，流量计）中与空气混合会爆炸。根据需要使用惰性气体吹扫流量计。始终单独测量各种气体。始终关闭检测器以避免火焰/铷珠自燃。

警告

可能存在有害的气体样品。

1 备齐下列各项：

- 能够检测出气体类别的电子检漏仪。
- 7/16 英寸、9/16 英寸、1/4 英寸的扳手，用于拧紧 Swagelok 和色谱柱接头

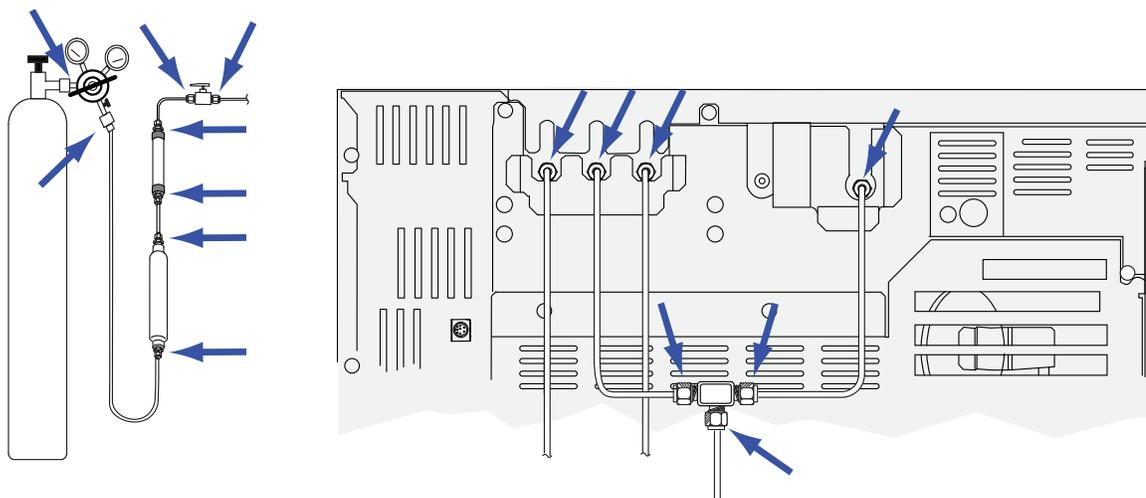
2 检查所有与最近执行的维护有关的潜在泄漏点。

3 检查经受热循环的 GC 接头和连接，因为热循环容易使某些类型的接头松动。使用电子检漏仪确定接头是否泄漏。

- 首先检查所有新连接的各接头。
- 更换捕集阱或供气气缸后，记得要检查气体供给管线上的连接。

检查外部是否泄漏

检查这些连接处是否泄漏：



- 供气的密封接头
- 气缸接头
- 压力调节阀接头
- 捕集阱
- 关闭阀
- T形接头

执行压降测试。

- 1 关闭 GC。
- 2 将压力调节阀压力设定为 415 kPa (60 psi)。
- 3 逆时针旋转调节器压力调整旋钮到尽头以关闭阀。
- 4 等待 10 min。如果压力下降超过 7 kPa (1 psi)，则表明外部连接存在泄漏问题。

检查 GC 是否泄漏

检查这些连接处是否泄漏：

- 进样口隔垫、隔垫头、衬管、分流口捕集阱、分流口捕集阱排气管、吹扫出口接头
- 色谱柱到进样口、检测器、阀门、分流器、接头的连接
- 连接流量模块和进样口、检测器、阀门的接头
- 色谱柱转换器

首先，使用 GC 内置泄漏测试检查进样口色谱柱接头、隔垫、衬管、分流口捕集阱排气管等部件是否有泄漏。请参见“[执行进样口泄漏检查](#)”。更正使用此测试找到的任何泄漏。如果 GC 仍显示泄漏症状，请检查其他可能的泄漏点。

如果使用 Agilent Instrument Utilities，您还可以使用它来远程运行进样口泄漏检查（适用于某些进样口类型）。

如果进样口通过进样口泄漏检查，但您仍怀疑进样口存在泄漏问题，则可以使用 Instrument Utilities 软件对大多数进样口进行压力衰减测试。（您也可以在任何进样口上执行手动压力衰减测试。）任何通过进样口压力衰减测试的进样口即可认为是无泄漏。

- [执行压力衰减泄漏测试](#)

使用电子检漏仪检查色谱柱连接和管线连接。另请参见：

- [手动检查分流/不分流进样口中是否存在泄漏](#)
- [毛细管流量接头中的泄漏检查](#)

毛细管流量接头中的泄漏检查

对于毛细管流量接头，出现泄漏问题通常表明接头拧得过紧。除非接头明显松动，否则不要将其拧得过紧。而是应断开连接，裁剪色谱柱末端，然后重新安装。

还应检查盘和连接以确定色谱柱顶端是否损坏。

执行进样口泄漏检查

GC 为所有的进样口提供了实时的内置泄漏检查。此检查对于在进样口维护期间和之后查找进样口泄漏十分有用。虽然此检查不如完整的进样口压力测试那么彻底或准确，但它通常是在安装和配置了色谱柱的情况下进行，可快速可靠地确保进样口无泄漏。Agilent 建议在进样口维护之前和期间运行此检查，以便您拧紧任何接头时，可以保证进样口没有任何泄漏。虽然有些应用中可能需要更可靠的泄漏测试，但此测试适用于大多数应用中。

进样口泄漏检查可找到以下位置中的泄漏：

- 进样口色谱柱接头
- 分流平板（如果适用）
- 分流口捕集阱外壳（如果适用）
- 隔垫螺母和隔垫（如果适用）
- 导向管焊件螺母/隔垫头组件（如果适用）

运行测试：

- 1 选择 **Diagnostics**（诊断） > **Diagnostic Tests**（诊断测试） > **Inlets**（进样口），选择所需进样口，然后选择 **Leak & Restriction Test**（泄漏和限制测试）。
- 2 选择 **Start Test**（开始测试）。

注意

如果您在执行维护之前对无泄漏的进样口运行了测试，则维护后的泄漏测试结果应该与维护前的结果相同。

- 3 如果该测试仍然失败，请执行以下操作：
- 4 更换
 - 隔垫
 - 将色谱柱重新安装到进样口中
 - 更换衬管和衬管“O”形圈
 - 打开分流口捕集阱并检查“O”形圈底座。更换分流口捕集阱（如果需要）。

如果该测试通过，但您仍怀疑进样口有泄漏，请执行压力衰减泄漏测试。请参见：

- [执行压力衰减泄漏测试](#)
- [对吹扫/填充进样口执行压力衰减泄漏测试时](#)

执行压力衰减泄漏测试

使用“进样口泄漏和限制测试”确定进样口是否存在泄漏。打开此软件，选择 GC，然后对此进样口运行测试。请参见第 106 页上的“执行进样口泄漏检查”和第 127 页上的“运行分流口限制测试”。

如果该测试失败，请执行以下操作：

- 检查堵塞的色谱柱接头和隔垫吹扫端盖。
- 检查隔垫头。将其拧紧（如果需要）。
- 更换隔垫（如果需要）。
- 检查并重新安装衬管（如果衬管有泄漏现象）。
- 拧紧分流口捕集阱（如果需要），或安装新的柱芯和“O”形环。
- 拧紧到进样口的分流出口管连接。

从浏览器用户界面执行进样口压力衰减测试

压力衰减测试将检查从进样口流量模块一直到色谱柱接头之间是否有泄漏。

执行维护之后，首先检查外部可接触区域是否有泄漏。请参见“检查外部是否泄漏”。

如果已知存在泄漏情况，请首先检查外部可接触的进样口接头，特别是最近维护过的任何连接，如隔垫螺母、色谱柱转接头、色谱柱连接等。

此测试能够/无法检测到以下泄漏类型：

该测试能够检测到以下位置中的泄漏情况：	该测试无法检测到以下位置中的泄漏情况：
隔垫	色谱柱接头
隔垫螺母	连接流量模块的供气管线密封接头
衬管“O”形圈密封垫	连接到进样口的传输线中的管线和连接
分流平板/垫圈和变径螺母	EPC 或 EPR 模块中的内部泄漏
进样口主体	
流量歧管分流口阀	
分流口管线和捕集阱	
隔垫吹扫管线	
进样口流量模块和进样口主体之间的管线中的密封垫	

执行此测试需要使用以下材料：

- 无孔密封垫圈
- 1/4 英寸扳手
- 防护手套（如果进样口很热）
- 色谱柱螺帽

7 检查是否有泄漏

- 新隔垫
 - “O”形圈
 - ECD/TCD 检测器插头（部件号 5060-9055）
- 5 选择 **Diagnostics**（诊断） > **Diagnostic Tests**（诊断测试） > **Inlets**（进样口）。
 - 6 选择 **Pressure Decay Test**（压力衰减测试）。
 - 7 选择 **Start Test**（开始测试）。
 - 8 请按照浏览器用户界面上显示的说明执行操作。
 - 9 进样口通过测试后，将 GC 恢复到操作状态。
 - 恢复气源压力。
 - 取下任何盖子/插头。
 - 重新安装色谱柱。
 - 恢复正确的色谱柱配置。
 - 调用操作方法。

手动检查分流/不分流进样口中是否存在泄漏

此过程介绍如何检查和修复分流/不分流进样口中存在的泄漏情况。根据进样口的症状，执行以下过程。

无法达到调整值或压力设定值

如果分流/不分流进样口没有达到其调整值或压力设定值，则 GC 将为“未就绪”。（配备 EPR 的进样口将通过闪烁星号指示缺少或就绪。）触摸屏上方的状态指示器和触摸屏上的状态面板将为橙色。如果进样口无法加压和进行控制，则 GC 将在大约 5.5 min 内关闭。

如果您最近已执行了维护，请首先检查所有已处理的接头/部件中是否有泄漏现象。

- 1 验证传输到 GC 的供气压力是否足够，并确认供气没有泄漏现象（请参见[检查外部是否泄漏](#)）。进样口要求比该方法中使用的最高压力高出 70 kPa (10 psi)。
 - 对于 0–100 psi 进样口，最大值为 120 psi
 - 对于 0–150 psi 进样口，最大值为 170 psi
- 2 检查总流量设置。总流量必须足够高，才能保持整个运行中的进样口压力。粗径柱要求流速更高。通常，50 mL/min 即可。要增加总流量，请执行以下操作：
 - 增加分流比（如果在分流模式下）
 - 增加不分流模式的吹扫流量
- 3 如果压力始终很低，请继续执行下一步。
- 4 执行进样口运行泄漏检查。请参见“[执行进样口泄漏检查](#)”。总流量指明泄漏点的大小。在检查/拧紧接头的同时监测总流量：
 - 隔垫螺母
 - 色谱柱
 - 分流口捕集阱/“O”形圈
 - 衬管/“O”形圈
 - 分流平板
 - 到进样口主体的分流出口管连接
 - 流量歧管上的流量阻止接头

此外，请使用电子检漏仪来检查这些接头/连接。

如果这些检查无法解决问题，请与 Agilent 联系进行维修。

警告

小心！柱箱、进样口和/或检测器可能很热，会造成烫伤。请戴上防护手套以保护您的双手。

灵敏度低或重现性差

分流/不分流进样口中的小泄漏可能会导致灵敏度低或重现性差。按照下面的说明检查并找到小的泄漏。

如果您最近已执行了维护，请首先检查所有已处理的接头/部件中是否有泄漏现象。

- 1 执行进样口压力衰减测试。请参见“[执行压力衰减泄漏测试](#)”。如果测试通过，则表示进样口不存在泄漏，请检查导致灵敏度低或重现性差的其他可能原因。
- 2 如果压力衰减测试失败，请执行进样口泄漏检查。请参见“[执行进样口泄漏检查](#)”。在检查/拧紧接头的同时监测总流量：
 - 隔垫螺母
 - 色谱柱
 - 分流口捕集阱
 - 衬管/“O”形圈
 - 分流平板
 - 到进样口主体的分流出口管连接
 - 流量歧管上的流量阻止接头
- 3 如果进样口（预运行）泄漏检查未解决此问题，则说明泄漏点可能太小了，使用该测试无法检测到。请使用电子检漏仪来检查这些接头/连接。

如果这些检查无法解决问题，请与 Agilent 联系进行维修。

解决分流/不分流进样口中的泄漏问题

如果进样口没有通过压力衰减测试，请检查下列各项：

- 检查测试中使用的盖子/插头，确保每个盖子/插头已正确插紧。
- 如果在进行了维护之后执行泄漏测试，请检查维护期间使用的部件是否正确安装。
- 请检查隔垫螺母的紧固程度。
- 检查隔垫。如果隔垫较旧或损坏，则更换它。
- 检查插件组件安装。
- 检查衬管和衬管“O”形圈。
- 如果更换了分流平板，则检查是否正确安装。
- 确保进样口温度在测试期间保持恒定。

对吹扫/填充进样口执行压力衰减泄漏测试时

使用进样口压力衰减测试确定吹扫/填充进样口中是否存在泄漏现象。

如果该测试失败，请执行以下操作：

- 拧紧隔垫螺母/Merlin 端盖。
- 更换隔垫或 Merlin 微量密封垫。
- 拧紧顶部插入焊接件。更换衬管。
- 更换“O”形圈并拧紧色谱柱转接头连接。如果需要，请重新安装。
- 检查堵塞的色谱柱接头和隔垫吹扫端盖。

解决吹扫填充进样口中的泄漏问题

- 1 如果进样口没有通过泄漏测试，请检查下列各项：
 - 检查测试中使用的盖子/插头，确保每个盖子/插头已正确插紧。
 - 如果在进行了维护之后执行泄漏测试，请检查维护期间使用的部件是否正确安装。
 - 请检查隔垫螺母的紧固程度。
 - 检查隔垫。如果隔垫较旧或损坏，则更换它。
 - 检查顶部插入焊接件的安装是否牢固。
 - 更换“O”形圈。
 - 还要检查玻璃插件。
 - 将密封垫圈重新安装在转接头上。
 - 确保进样口温度在测试期间保持恒定
- 2 如果这些项目无法解决问题，请与 Agilent 联系进行维修。

手动检查填充柱进样口中是否存在泄漏

此方法将检查从进样口流量模块到色谱柱接头之间是否有泄漏。

执行维护之后，首先检查外部可接触区域是否有泄漏。请参见“检查外部是否泄漏”。

如果已知存在泄漏情况，请首先检查外部可接触的进样口接头，特别是最近维护的任何连接，如隔垫螺母、色谱柱转接头、色谱柱连接等。

下面说明的泄漏测试需要卸下色谱柱，并盖上进样口色谱柱接头。此测试能够/无法检测到以下泄漏类型：

该测试能够检测到以下位置中的泄漏情况：	该测试无法检测到以下位置中的泄漏情况：
隔垫	色谱柱接头
隔垫螺母	
转换器和密封垫圈	
进样口主体	
顶部插入焊接件	
进样口流量模块和进样口主体之间的管线中的密封垫	

警告

此泄漏测试不适用于易燃载气，如氢气。

- 备齐下列各项：
 - 9/16 英寸扳手
 - 7/16 英寸扳手
 - 防护手套（如果进样口很热）
 - 1/8 英寸和 1/4 英寸 Swagelok 端盖
- 将进样口和柱箱温度设置为 35 °C。
- 如果色谱柱已安装，请卸下色谱柱。
- 卸下旧的隔垫并将其更换为新隔垫。
- 检查“O”形圈，如果它变得又硬又脆或破裂，则更换它。
- 如果不确定转接头密封垫圈的质量，请更换它。
- 使用软件键盘上的 2/+ 和 8/- 键将色谱柱流量调整至 5 mL/min。
- 插入色谱图接头。
 - 如果安装了 1/8 英寸填充柱转接头，请使用 1/8 英寸 Swagelok 端盖 (5180-4121)。
 - 如果安装了 1/4 英寸填充柱转接头，请使用 1/4 英寸 Swagelok 端盖 (5180-4120)。
- 由于在盖上市谱柱接头时气体将无处释放，因此显示的色谱柱流量应降至 0.0 mL/min 或小于 0.1 mL/min。

- 10 双击 Status（状态）可查看进样口的实际流量。
- 11 如果显示的色谱柱流量大于 0.1 mL/min，或者它达到调整值，则存在泄漏。否则，系统不存在泄漏。
- 12 进样口通过测试后，将 GC 恢复到操作状态。
- 13 取下任何盖子/插头。
- 14 重新安装色谱柱。
- 15 恢复正确的色谱柱配置。
- 16 调用操作方法。

解决填充柱进样口中的泄漏问题

如果进样口没有通过泄漏测试，请检查下列各项：

- 检查测试中使用的盖子/插头，确保每个盖子/插头已正确插紧。
- 如果在进行了维护之后执行泄漏测试，请检查维护期间使用的部件是否正确安装。
- 请检查隔垫螺母的紧固程度。
- 检查隔垫。如果隔垫较旧或损坏，则更换它。
- 检查顶部插入焊接件的安装是否牢固。
- 更换“O”形圈。
- 还要检查玻璃插件。
- 将密封垫圈重新安装在转接头上。
- 确保进样口温度在测试期间保持恒定。

如果这些项目无法解决问题，请与 Agilent 联系进行维修。

解决冷柱头进样口中的泄漏问题

如果进样口没有通过压力衰减测试，请检查下列各项：

- 检查测试中使用的盖子/插头，确保每个盖子/插头已正确插紧。
- 如果在进行了维护之后执行泄漏测试，请检查维护期间使用的部件是否正确安装。
- 检查隔垫螺母或冷却塔组件的紧固程度。
- 检查隔垫。如果隔垫较旧或损坏，则更换它。
- 确保进样口温度在测试期间保持恒定。

如果这些项目无法解决问题，请与 Agilent 联系进行维修。

- 测量色谱柱流量 118
- 测量分流口或隔垫吹扫流量 121
- 测量检测器流量 122
- 执行 GC 自检 125
- 检查或监测分流出口管背压 126
- 运行分流口限制测试 127
- 调整 FID 点火补偿值 128
- 验证 FID 火焰已点燃 129
- 在点火序列中验证 FID 点火器功能 130
- 测量 FID 泄漏电流 131
- 测量 FID 基线输出 132
- 找出 FID 噪音的原因 133
- 测量 NPD 泄露电流 134
- 检查 FID 喷嘴是否堵塞 135
- 检查 NPD 喷嘴是否堵塞 136
- 验证 NPD 钷珠已点燃 137
- 验证 FPD+ 火焰已点燃 138
- 调整 FPD+ 点火补偿值 139
- 何时更换气体净化器 140
- 忽略设备的就绪状态 141

测量色谱柱流量

测量 FID、TCD、ECD 和 FPD+ 色谱柱流量

可以使用下列步骤来测量 FID、TCD、ECD 或 FPD+ 的色谱柱流量。

警告

氢气 (H₂) 是易燃气体，在密闭空间（例如，流量计）中与空气混合会爆炸。根据需要使用惰性气体吹扫流量计。始终单独测量各种气体。始终关闭检测器以避免火焰/铷珠自燃。

警告

小心！检测器可能很热，会造成烫伤。请戴上防护手套以保护您的双手。

- 1 备齐下列各项：
 - 合适的流量计转接头管（GC 运输工具箱中附带）
 - 针对关注的气体 and 流速进行校正的电子流量计
- 2 关闭检测器。
- 3 关闭检测器流量。
- 4 将合适的转接头连接到检测器排气口。

注意

流量计管内径随着型号的不同而有变化；根据需要针对流量计管修改转接头。

将一根 1/8 英寸的橡胶转接头管直接连接到 ECD 或 TCD 排气口。

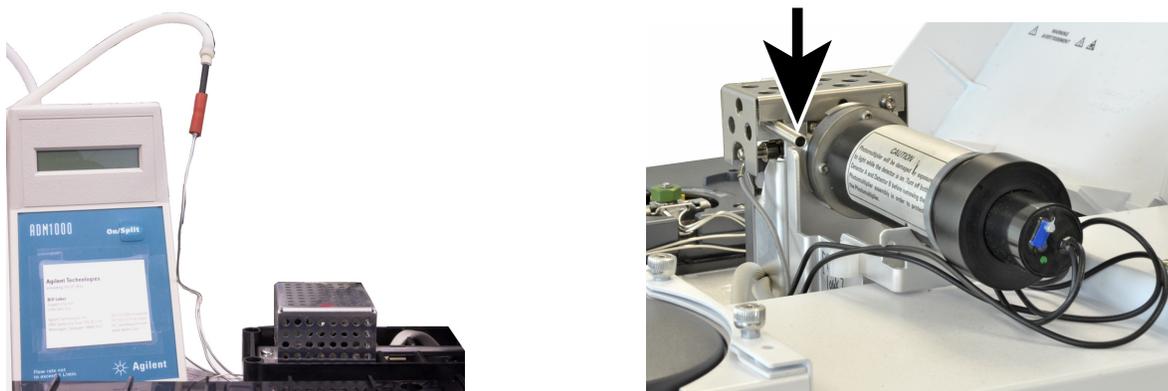


为 FID 提供了一个单独的转接头 (19301-60660)。将转接头尽量完全地插入检测器排气口。当用力将转接头 O 形环按入检测器排气口时将会感到有阻力。插入过程中旋转并推动转接头以确保良好密封。



8 故障排除任务

对于 FPD+, 请从 FPD+ 排气口卸下塑料管线, 并将流量计直接连接至 FPD+ 放空管。如有必要, 请在检测器排气口与流量计管之间使用 1/4 英寸的管转接头。



5 将流量计与流量计转接头连接在一起以测量流速。

测量 NPD 色谱柱流量

1 备齐下列各项：

- NPD 流量计转接头工具 (G1534-60640)



- 流量测量插头 (19301-60660)
- 针对关注的气体和流速进行校正的电子流量计

2 关闭铷珠。

3 将 NPD 冷却到 100 °C。

警告

小心！检测器可能很热，会造成烫伤。请戴上防护手套以保护您的双手。

4 取下铷珠并小心保存，直到重新安装。

5 将 NPD 流量计转接头工具插入到 NPD 收集器中。

6 将流量测量插头连接到 NPD 流量计转接头工具。



7 将流量计管放置到流量测量插头上以开始测量流量。

测量分流口或隔垫吹扫流量

注意，GC 将报告在 25 °C 和 1 个大气压下校正的流量。相应地纠正流量计结果。

警告

氢气 (H₂) 是易燃气体，在密闭空间（例如，流量计）中与空气混合会爆炸。根据需要使用惰性气体吹扫流量计。始终单独测量各种气体。始终关闭检测器以避免火焰/铷珠自燃。

隔垫吹扫和分流口流量通过 GC 后部顶端的气路模块排出。请参见下图。

要测量分流口或隔垫吹扫流量，将流量计连接到合适的管上。取下 GC 气路控制组件盖板，露出后进样口排气口。

- 分流出口有一个 1/8 英寸 Swagelok 螺纹接头。分流口使用 1/8 英寸 Swagelok 螺纹接头。利用 1/8 英寸管转接头（如下图所示）将 1/8 英寸螺纹接头转换为 1/8 英寸的管子。这可以防止橡胶流量计管在螺纹周围泄漏，而泄漏将导致流量读数不正确。



- 隔垫吹扫是 1/8 英寸的管子。使用图中的红色橡胶转换器测量流量。

测量检测器流量

检测器，特别是带有火焰的检测器，要求具有精确的流量测量值才能正确操作。由于以下原因会导致流量不正确：

- 供应管线中的限制，将导致 GC 显示屏（所有检测器）上显示 **Not Ready**（未就绪）消息
- 有泄漏的色谱柱或色谱柱转换接头（所有检测器）
- 堵塞的喷嘴（FID、NPD）。
- 燃烧室、窗口密封垫或点火器密封垫 (FPD+) 中有泄漏现象
- 需要归零的压力传感器。
- 没有正确操作的 EPC 或 EPR 阀。

为找出此问题，请将一个气体通道的流量与实际流速进行比较。

测量 FID、TCD、ECD 和 FPD+ 流量

警告

氢气 (H₂) 是易燃气体，在密闭空间（例如，流量计）中与空气混合会爆炸。根据需要使用惰性气体吹扫流量计。始终单独测量各种气体。始终关闭检测器以避免火焰/铷珠自燃。

1 备齐下列各项：

- 合适的流量计转接头管（GC 运输工具箱中附带）
- 针对关注的气体和流速进行校正的电子流量计

小心

为了避免损坏色谱柱，在关闭色谱柱流量之前首先应冷却柱箱。

- 2 将柱箱温度设置为室温 (35 °C)。
- 3 关闭色谱柱流量和压力。
- 4 关闭所有的检测器气体。
- 5 关闭 FID 火焰、FPD 火焰或 TCD 灯丝（如果适用）。
- 6 冷却检测器。
- 7 将合适的转接头连接到检测器排气口。

注意

流量计管内径随着型号的不同而有变化；根据需要针对流量计管修改转接头。

8 故障排除任务

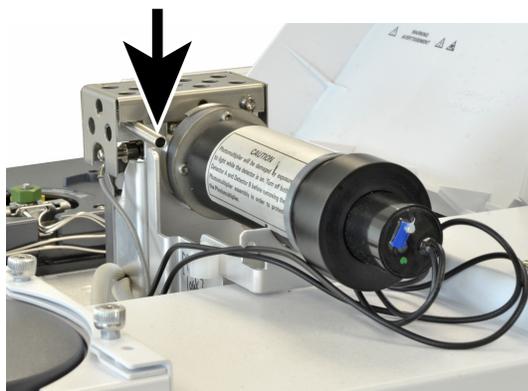
将一根橡胶转接头管直接连接到 ECD 或 TCD 排气口。



为 FID 提供了一个单独的转接头 (19301-60660)。将转接头尽量完全地插入检测器排气口。当用力将转接头 O 形环按入检测器排气口时将会感到有阻力。插入过程中旋转并推动转接头以确保良好密封。



对于 FPD+, 请从 FPD+ 排气口卸下塑料管线, 并将流量计直接连接至 FPD+ 放空管。如有必要, 请在检测器排气口与流量计管之间使用 1/4 英寸的管转接头。



- 8 将流量计连接到流量计转接头。
- 9 每次测量一种气体的实际流速。

测量 NPD 流量

1 备齐下列各项：

- NPD 流量计转接头工具 (G1534-60640)



- 流量测量插头 (19301-60660)
- 针对关注的气体和流速进行校正的电子流量计

2 关闭铷珠。

3 将 NPD 冷却到 100 °C。

警告

小心！检测器可能很热，会造成烫伤。请戴上防护手套以保护您的双手。

4 取下铷珠并小心保存，直到重新安装。

5 将 NPD 流量计转接头工具插入到 NPD 收集器中。

6 将流量测量插头连接到 NPD 流量计转接头工具。



7 将流量计管放置到流量测量插头上以开始测量流量。

执行 GC 自检

- 1 关闭 GC。
- 2 等待 1 分钟，然后再打开 GC 电源。如果出现主 GC 状态屏幕，则表明 GC 已通过自检。

检查或监测分流出口管背压

Agilent 提供了一个内置测试，用于测量分流/不分流进样口的分流口捕集阱和分流出口管路中的反压力。此测试可测量按用户选择的给定流速在分流出口流路中产生的压力。此流速可以是您方法的分流流量设定值，或者是 Agilent 用来与“典型”值进行比较的缺省值 400 mL/min。

通过在干净系统上运行此测试，您可以为分流出口管中的预期背压确定基线。然后，您可以定期重新运行此测试，以确定是否需要更换捕集阱，确保捕集阱不会影响您的色谱仪。

此测试测量的压力受以下因素影响：

- 所安装的衬管
- 所用的流速

因此，实际测量值会因为不同的设置和不同的 GC 而不同。

此测试可检查以下方面：

- 衬管限制
- 分流平板被污染
- 分流出口管中的限制，例如，分流出口管和捕集阱中的冷凝样品污染

此测试也可为安装的硬件提供适用性测量。使用您方法的设定值和硬件，运行此测试。如果测得的测试压力很接近所需的柱头压，这意味着，只要分流出口管中存在微小的限制量，就会导致 GC 进入未就绪状态。您可能希望安装不同的衬管或调整方法。（对于不分流衬管，请首先尝试重新安装衬管。不分流衬管会比分流衬管产生更大的背压，因此，在方向上细微的变化就可能在较低柱头压下出现差异。）

运行分流口限制测试

执行此测试可能需要使用以下材料：

- 无孔密封垫圈 (5020-8294) 和色谱柱螺帽 (5181-8130)，或毛细管柱死堵头 (5020-8294)
- 1/4 英寸扳手

防护手套（如果进样口很热）

从浏览器用户界面中：

- 1 选择 **Diagnostics**（诊断） > **Diagnostic Tests**（诊断测试） > **Inlets**（进样口）。
- 2 选择 **Split Vent Restriction Test**（分流口限制测试）。
- 3 请按照浏览器用户界面上显示的说明执行操作。

调整 FID 点火补偿值

要调整 FID 点火补偿值，请执行以下操作：

- 1 选择 **Settings**（设置）> **Configuration**（配置）> **Detector**（检测器）。
- 2 轻触 **Lit offset**（点火补偿值）以显示键盘。使用键盘输入所需值。
- 3 点火补偿值应小于 2.0 pA，或低于点火时正常的 FID 输出。
- 4 选择 **Apply**（应用）以保存您进行的更改。

验证 FID 火焰已点燃

要验证 FID 火焰已点燃，可以手持一面镜子或其他具有反射性表面的物品置于收集极排气口的上方。稳定的水汽凝结表明火焰已点燃。

通常，点燃火焰时 FID 输出将在 5.0 到 20.0 pA 之间，未点燃火焰时 FID 输出将小于 2.0 pA。

如果火焰没有点燃，请执行以下操作：

- 验证检测器温度是否高于 150 °C。Agilent 建议在 ≥ 300 °C 时操作 FID。
- 验证检测器流量是否正确。
- 检查喷嘴有无污染。
- 验证喷嘴安装是否正确。
- 检查色谱柱连接是否有泄漏现象。

在点火序列中验证 FID 点火器功能

警告

执行此任务时操作者身体应与 FID 排气口保持一定的安全距离。如果使用氢气，FID 火焰将不可见。

- 1 取下检测器顶盖。
- 2 点燃 FID 火焰。
- 3 通过 FID 排气口观察点火器火花塞。在点火过程中，这个小孔应该发光。

测量 FID 泄漏电流

- 1 调用分析方法。
 - 确保流量在点燃范围之内。
 - 将检测器加热到工作温度或 300°C。
- 2 熄灭 FID 火焰。
- 3 检查是否已启用 FID 静电计。
- 4 选择 **Method**（方法）> **Detectors**（检测器），然后滚动直到 **Detector Specifics**（检测器细节）可见。
- 5 验证输出是否稳定并且小于 1.0 pA。

如果输出不稳定或大于 1.0 pA，则关闭 GC 并检查 FID 上面部件的相应组件和污染物。
如果这些污染物残留在检测器中，则烘烤 FID。
- 6 点燃火焰。

测量 FID 基线输出

- 1 在已安装色谱柱的情况下，调用校验方法。
- 2 将柱箱温度设置为 35°C。
- 3 选择 **Method**（方法）> **Detectors**（检测器），然后滚动直到 **Detector Specifics**（检测器细节）可见。
- 4 点燃火焰且 GC 就绪之后，验证输出是否稳定并且小于 20 pA（这可能需要一些时间）。
- 5 如果输出不稳定或大于 20 pA，则系统或气体可能已被污染。如果确定这些污染物位于检测器中，则烘烤 FID。

找出 FID 噪音的原因

FID 噪音是由于机械、电力和化学因素造成的。FID 噪音可能是一个主观参数。通常，FID 基线噪音根据给定检测器的历史记录或与实验室中的其他检测器进行比较后被感知。为了正确诊断噪音，应根据已知标准评估已说明条件下的检测器噪音。在第 44 页上的“检测器噪音，包括波动、漂移和基线尖峰”中了解有关噪音的更多详细信息。

排除检测器的故障之前，请使用 Agilent 数据系统执行噪音测试。如果检测器无法执行噪音测试，请按照下面所述的方式消除原因。

要找出 FID 噪音的原因，请执行以下操作：

- 1 如果噪音测试失败，请取下色谱柱并仅使用 H₂/空气和检测器尾吹气重新评估检测器噪音（盖住并重新点亮 FID）。如果检测通过，则怀疑色谱柱/载气被污染。
- 2 如果没有安装色谱柱而噪音测试失败，请仅对 H₂ 和空气执行噪音测试 - 将尾吹气流量设置为“Off”（关闭）。如果检测通过，则怀疑尾吹气被污染。
- 3 如果泄漏测试失败，请更换或清洗收集极和 PTFE 绝缘体、弹簧互连和/或整个 FID 静电计组件。
- 4 如果泄漏电流测试成功，则怀疑喷嘴被污染，或者 H₂ 或空气检测器气体供给（气体、管线、捕集阱）被污染，特别是在检测器（亮起）背景压力大于 20 pA 时更是如此。

测量 NPD 泄露电流

- 1 调用分析方法。
- 2 将 **NPD Adjust Offset**（NPD 调整补偿值）设置为 **Off**（关）并关闭铷珠。
 - 使 NPD 处于操作温度。
 - 打开或关闭流量。
- 3 选择 **Method**（方法）> **Detectors**（检测器），然后滚动直到 **Detector Specifics**（检测器细节）可见。
- 4 验证输出（泄漏电流）是否稳定并且小于 1.0 pA。
- 5 输出应该慢慢地降至 0.0 pA，并应该稳定在十分之一微微安。电流大于 2.0 pA 说明有问题。

检查 FID 喷嘴是否堵塞

FID 点火问题的最常见原因为喷嘴堵塞或部分堵塞。如果喷嘴没有完全堵塞且火焰仍然点燃，则辅助症状将为峰保留时间延长。喷嘴堵塞是厚膜/高渗漏或填充柱以及高温应用环境下最常见的问题。最好是在色谱柱的温度限值范围内操作色谱柱柱箱，同时采用 GC 方法高出最高柱箱温度至少 20°C 的环境下操作 FID。如果 FID 喷嘴即将堵塞，则实际 H₂、尾吹气和毛细管柱载气流量将低于由 GC 指示的值。

检查 FID 喷嘴是否堵塞：

- 1 将色谱柱始终安装于 FID 中。如果已取下，请封住柱箱中的检测器色谱柱接头。（始终安装色谱柱将确定在喷嘴中色谱柱是否安装得太高，阻塞了口。）
- 2 将尾吹气流量设置为“Off”（关闭）。确认实际尾吹气流量的 GC 显示读数为 0.0 mL/min。
- 3 将氢气流量设置为 75 mL/min（按照需要增加 H₂ 供给压力，以实现此流速设置。）
- 4 监视尾吹气流量“实际”读数

如果尾吹气流量指出值超过 1.0 mL/min，这表明喷嘴堵塞或部分堵塞；压力将从 H₂ 通道备份到 EPC 或 EPR 模块的尾吹气通道，从而导致尾吹气通道上出现流量错误。

此外，还应从外壳中取下喷嘴，并将其置于光源上方。检查喷嘴中的孔是否被污染。如果阻塞，请更换喷嘴。

检查 NPD 喷嘴是否堵塞

检测器 EPC 模块通过按照固定限制维护校正气压来控制流量。堵塞的喷嘴会导致流量读数不准确。

要检查阻塞的 NPD 喷嘴，请测量实际的氢气和尾吹气流量。（请参见[测量 NPD 流量](#)。）如果流量低于显示的值，请更换喷嘴。

验证 NPD 铷珠已点燃

警告

排出的废气具有高温！检测器废气具有高温，可能会导致烧伤。

要验证铷珠已点燃，可透过检测器护盖上的排气孔观察铷珠是否已发出橘红色的光。

NPD 输出是由操作员选定的（作为调整补偿值过程的一部分），通常在 5.0 到 50.0 pA 之间。

验证 FPD+ 火焰已点燃

要验证 FPD+ 火焰是否已点燃，请执行以下操作：

- 1 从检测器排气口上取下橡胶滴管。
- 2 将一面镜子或具有发亮表面的物品置于铝质排气管附近。稳定的水汽凝结表明火焰已点燃。

调整 FPD+ 点火补偿值

要调整 FPD+ 点火补偿值，请执行以下操作：

- 1 选择 **Settings**（设置）> **Configuration**（配置）> **Detector**（检测器）。
- 2 轻触 **Lit offset**（点火补偿值）以显示键盘。使用键盘输入所需值。
- 3 点火补偿值应小于 2.0 pA，或低于点火时正常的 FPD+ 输出。
- 4 选择 **Apply**（应用）以保存您进行的更改。

何时更换气体净化器

Agilent 强烈建议在气体管线中使用净化捕集阱来防止不纯物进入并污染 GC 系统或损坏色谱柱。某些捕集阱只用于消除氧气、水气或烃类，而组合捕集阱用于消除所有这些污染物。

了解何时应更改捕集阱的最佳方式是使用指示捕集阱，应将该捕集阱置于大容量捕集阱之后。Agilent 建议使用玻璃指示捕集阱（如气体清洁过滤器系统），该捕集阱的透明管显示对污染物反应时发生的显著颜色更改。此颜色更改告知分析人员此时应更换捕集阱。

如果没有使用指示捕集阱，最好是按照制造商建议的更换频率进行更换。通常，制造商会阐明使用给定捕集阱可以净化多少个气瓶。如果需要，通过执行严格的计算可以估计何时更换捕集阱。例如：您具有一个标准的“K”大小的气瓶，氮气的纯度为 99.995%，包含 7,800 L 的氮气。假设最坏的情况是所有氧气的剩余含量为 0.005%，储气罐中应含有 39 mL 或大约 56 mg 的 O₂。例如，Agilent 的 OT3 氧气捕集阱能容纳 600 mg O₂。因此，每使用 10 个气瓶，就需要更换一次 OT3 捕集阱。这只是粗略的估计，更换捕集阱时应慎重，宁可太早也不能太晚。

忽略设备的就绪状态

缺省情况下，GC 会监测所有已配置设备（进样口、检测器、阀箱加热器、阀、柱箱加热器、EPC 或 EPR 模块等）的状态，并在所有这些状态达到设定值时，GC 进入就绪状态。如果 GC 监测到这些设备中某个设备出现问题，GC 将不会进入就绪状态，可能会进入关闭状态，以进行自我保护，或防止出现安全风险。但是，在您不希望设备进入就绪状态时，可阻止运行开始。在进样口或检测器加热器存在缺陷时，就是一个重要的示例。通常，此故障会阻止 GC 进入就绪状态和开始运行。但您可以将 GC 设置为忽略此问题，以便可以使用其他进样口或检测器，直到设备修复为止。

不是所有的设备都可忽略。您可以忽略进样口、检测器、EPC 或 EPR 模块或柱箱的就绪状态。切勿忽略其他设备和组件的就绪状态，如切换阀或自动液体进样器之类的进样设备。

要忽略设备的状态，请执行以下步骤：

- 1 按照需要关闭设备的加热器和气流。（确保它不会产生安全风险。）
- 2 选择 **Settings**（设置）> **Configuration**（配置），然后选择该元件。
- 3 取消选中 **Readiness**（就绪）字段中的 **Enable**（启用）复选框。

现在，您可以使用 GC，直到修复此设备。

小心

请勿忽略您正在使用的设备的就绪状态，除非您不在乎该设备是否达到设定值。

确保在修复损坏的设备后，将此设备恢复为 **Ignore Ready = False**（忽略就绪=假）。否则，其状态（温度、流速、压力等）将继续被忽略，即使在分析中使用此设备也是如此。

要分析设备的就绪状态，请将 **Ignore Ready**（忽略就绪）设置为 **False**（假）。

