

Газовый хроматограф Agilent серии 8890

## Устранение неполадок



## Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2019 г.

Согласно законам США и международным законам об авторском праве запрещается воспроизведение любой части данного руководства в любой форме и любым способом (включая сохранение на электронных носителях, извлечение или перевод на иностранный язык) без предварительного письменного разрешения компании Agilent Technologies, Inc.

### Номер руководства по каталогу

G3450-98016

### Издание

Издание 1-е, январь 2019 г.

Отпечатано в США

Agilent Technologies, Inc.  
Wilmington, DE 19808-1610 USA (США)  
Wilmington, DE 19808-1610 USA (США)

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

Материал представлен в документе «как есть» и может быть изменен в последующих изданиях без уведомления. Кроме того, в пределах, допустимых действующим законодательством, компания Agilent отказывается от всех явных или подразумеваемых гарантийных обязательств в отношении данного руководства и любой содержащейся в нем информации, в том числе от подразумеваемой гарантии товарной пригодности и гарантии пригодности для конкретной цели. Компания Agilent не несет ответственности за ошибки, случайные или косвенные убытки, связанные с поставкой и эффективным применением на практике данного документа и любой содержащейся в нем информации. Если между компанией Agilent и пользователем подписано отдельное соглашение, условия гарантии которого не соответствуют условиям гарантий, содержащимся в данном документе, то силу имеют условия отдельного соглашения.

## Предупреждающие сообщения

### ВНИМАНИЕ!

Сообщение **ВНИМАНИЕ** указывает на опасность. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к повреждению прибора или потере важных данных. Если в документе встречается сообщение **ВНИМАНИЕ**, не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

### ОСТОРОЖНО!

Сообщение **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** указывает на опасность. Данное сообщение предназначено для привлечения внимания к процедуре, методике и т. п., которые при неправильном выполнении или несоблюдении рекомендаций могут привести к травме или смерти. Если в документе встречается сообщение **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**, не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

# Содержимое

## 1 Основные понятия и процедуры

|                                                                                      |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Основные понятия                                                                     | 10 |
| Устранение неполадок с помощью данного руководства                                   | 10 |
| Использование диагностических функций ГХ                                             | 10 |
| Системы, которые включают другие инструменты                                         | 11 |
| Задаваемые в конфигурации элементы должны всегда быть актуальны                      | 12 |
| Конфигурация канала ввода и детектора                                                | 12 |
| Конфигурация колонки                                                                 | 12 |
| Конфигурация автоматического устройства ввода жидких проб                            | 13 |
| Конфигурация газов                                                                   | 13 |
| Просмотр журнала циклов, журнала обслуживания и системного журнала                   | 14 |
| Журнал циклов                                                                        | 14 |
| Журнал обслуживания                                                                  | 14 |
| Системный журнал                                                                     | 14 |
| Информация, которую необходимо предоставить при обращении в службу поддержки Agilent | 15 |

## 2 Признаки неполадки ALS и детектора

|                                                                        |    |
|------------------------------------------------------------------------|----|
| Ошибки плунжера                                                        | 18 |
| Процедура                                                              | 18 |
| ALS (7693A) неправильно управляет виалой                               | 19 |
| Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7693A/7650A    | 21 |
| Игла шприца сгибается во время ввода в канал ввода                     | 22 |
| АФД не проходит проверку на ток утечки                                 | 23 |
| ПИД не проходит проверку базовой линии                                 | 24 |
| ПИД не воспламеняется                                                  | 25 |
| Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности зажигания | 26 |
| Коррозия коллектора ПИД или свечи воспламенителя                       | 28 |
| ПФД+ не зажигается                                                     | 29 |
| Не удастся выполнить регулировку смещения АФД                          | 31 |
| Таблетка АФД не зажигается                                             | 32 |
| Температура ПФД+ не достигает состояния готовности                     | 33 |
| Выключение (неисправного) устройства                                   | 34 |

### 3 Хроматографические признаки

|                                                                                       |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Время удерживания не воспроизводится                                                  | 37 |
| Площади пиков не воспроизводятся                                                      | 38 |
| Загрязнение или перенос пробы                                                         | 39 |
| Выявление источника неисправности                                                     | 39 |
| Проверка возможных причин — все сочетания канала ввода и детектора                    | 39 |
| Размер пиков превышает ожидаемый                                                      | 41 |
| Пики не отображаются или отсутствуют                                                  | 42 |
| Подъем базовой линии при выполнении программы температуры термостата                  | 44 |
| Низкое разрешение пиков                                                               | 45 |
| Размывание заднего фронта пика                                                        | 46 |
| Размывание заднего фронта пика АФД                                                    | 47 |
| Дискриминация пиков по температуре кипения или молекулярному весу                     | 48 |
| Для любого канала ввода, работающего в режиме с делением потока с любым детектором    | 48 |
| Для любого канала ввода, работающего в режиме без деления потока с любым детектором   | 48 |
| Разложение пробы в канале ввода/отсутствие пиков                                      | 49 |
| Размытие переднего фронта пика                                                        | 50 |
| Шумы детектора, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии                     | 51 |
| Шумы базовой линии                                                                    | 51 |
| Отклонение и дрейф базовой линии                                                      | 53 |
| Выброс базовой линии                                                                  | 54 |
| Шум и чувствительность детектора захвата электронов (ЭЗД)                             | 56 |
| Оценка отображаемого сигнала                                                          | 56 |
| Чувствительность                                                                      | 58 |
| Загрязнение (высокая базовая линия)                                                   | 59 |
| Площадь или высота пика слишком малы (низкая чувствительность)                        | 60 |
| Устранение пониженной чувствительности ПИД                                            | 61 |
| Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла, производится попытка повторного зажигания | 63 |
| Выход базовой линии ПИД выше 20 пА                                                    | 65 |
| Выход базовой линии ПИД на максимальном уровне (прибл. 8 млн.)                        | 66 |
| Пламя ПФД+ гаснет во время выполнения цикла и при попытке повторного зажигания        | 67 |

|                                                                                                                   |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Подавление и повторяемость ПФД+                                                                                   | 68 |
| Слишком высокий или слишком низкий вывод ПФД+                                                                     | 69 |
| Низкие площади пиков ПФД+                                                                                         | 70 |
| Ширина большого пика ПФД+ на половине высоты                                                                      | 71 |
| Высокий уровень выходной базовой линии ПФД+, > 20 пА                                                              | 72 |
| На хроматографическом выводе ПФД+ отображаются обрезанные пики                                                    | 73 |
| Подавление растворителем в АФД                                                                                    | 74 |
| Низкий отклик АФД                                                                                                 | 75 |
| Выходная базовая линия АФД > 8 млн                                                                                | 76 |
| Не работает процесс регулировки смещения АФД                                                                      | 77 |
| Низкая селективность АФД                                                                                          | 78 |
| При использовании ДТП наблюдаются отрицательные пики                                                              | 79 |
| В базовой линии ДТП присутствуют пики с затухающим синусоидальным шумом на заднем фронте (звонящая базовая линия) | 80 |
| В пиках ДТП на заднем фронте присутствует отрицательная ступенька                                                 | 81 |

#### 4 Признаки неготовности ГХ

|                                                                                                             |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| ГХ не переходит в состояние готовности                                                                      | 84 |
| Поток не переходит в состояние готовности                                                                   | 85 |
| Температура термостата не опускается или опускается очень медленно                                          | 86 |
| Термостат не нагревается                                                                                    | 87 |
| Температура не достигает состояния готовности                                                               | 88 |
| Не удается установить поток или давление                                                                    | 89 |
| Не достигается заданное значение давления или потока газа                                                   | 90 |
| Превышено заданное значение давления или потока газа                                                        | 91 |
| Неустойчивое давление или поток канала ввода                                                                | 92 |
| Невозможно поддерживать низкое давление, соответствующее заданному значению, в канале с делением потока     | 93 |
| Измеряемый поток колонки не совпадает с отображаемым потоком                                                | 94 |
| ПИД не воспламеняется                                                                                       | 95 |
| Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности ввода                                          | 96 |
| Измеренные значения скорости потоков водорода и газа поддувки ПИД или АФД намного меньше заданного значения | 98 |

Не удастся выполнить регулировку смещения АФД **99**

ПФД+ не зажигается **100**

Кран не готов **102**

Внешние клапаны **102**

Газовые краны дозаторы **102**

Многопозиционный клапан **102**

## 5 Признаки, связанные с выключением

Выключения из-за проблем с колонкой **104**

Отключения из-за проблем с подачей водорода **105**

Водород используется в каналах ввода и вспомогательных потоках  
газа **105**

Водородный датчик **106**

Выключения из-за проблем с воздухом в детекторе **107**

Выключение МС **108**

Выход из состояния выключения МС **109**

Действия после выхода из состояния отключения МС **109**

Выключения вследствие нарушений температуры **110**

## 6 Устранение неисправностей электроники Признаки включения и обмена данными ГХ

ГХ не включается **112**

Не удастся установить связь между ГХ и компьютером **113**

Не удастся установить связь между ГХ и заданным в конфигурации МС или  
ПП **114**

ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время  
самопроверки) **115**

## 7 Проверка отсутствия утечек

Советы по проверке отсутствия утечек **120**

Проверка внешних утечек **121**

Проверка утечек ГХ **123**

Утечки в фитингах капиллярной колонки **124**

Проверка отсутствия утечек в канале ввода **125**

Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления **126**

Проверка затухания давления в набивном канале ввода с продувкой через  
локальный пользовательский интерфейс **126**

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

|                                                                                                      |     |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Устранение утечек в каналах ввода с/без деления потока                                               | 130 |
| Проверка отсутствия утечек в многорежимном канале ввода вручную                                      | 131 |
| Не удастся достичь заданного значения давления                                                       | 131 |
| Низкая чувствительность или плохая повторяемость                                                     | 133 |
| Устранение утечек в многорежимном канале ввода                                                       | 134 |
| Во время проверки на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой | 135 |
| Устранение утечек в набивном канале ввода с продувкой                                                | 136 |
| Устранение утечек в канале ввода СОС                                                                 | 137 |
| Устранение утечек в канале ввода ИПТИ                                                                | 138 |
| Устранение утечек в порте для летучих соединений                                                     | 139 |

## 8 Процедуры устранения неполадок

|                                                                                     |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Измерение скорости потока колонки                                                   | 142 |
| Измерение скорости потока колонки с ПИД, ДТП, ЭЗД и ПФД+                            | 142 |
| Измерение скорости потока колонки с АФД                                             | 144 |
| Измерение скорости потока сброса с делителя или потока обдува септы                 | 146 |
| Измерение скорости потока детектора                                                 | 148 |
| Измерение скорости потока ПИД, ДТП, ЭЗД и ПФД+                                      | 148 |
| Измерение скорости потоков АФД                                                      | 151 |
| Выполнение самопроверки ГХ                                                          | 153 |
| Проверка или мониторинг противодавления в линии сброса с делителя                   | 154 |
| Проверка на наличие ограничений сброса с делителя                                   | 155 |
| Настройка порога зажигания ПИД                                                      | 156 |
| Проверка горения пламени ПИД                                                        | 157 |
| Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания | 158 |
| Измерение тока утечки в ПИД                                                         | 159 |
| Измерение выходной базовой линии ПИД                                                | 160 |
| Определение причины шума ПИД                                                        | 161 |
| Измерение тока утечки в АФД                                                         | 162 |
| Проверка наличия засоренного сопла ПИД                                              | 163 |
| Проверка наличия засора сопла АФД                                                   | 164 |
| Проверка воспламенения таблетки АФД                                                 | 165 |

|                                               |     |
|-----------------------------------------------|-----|
| Проверка горения пламени ПФД+                 | 166 |
| Настройка порога зажигания ПФД+               | 167 |
| Замена очистителей газа                       | 168 |
| Игнорирование состояния готовности устройства | 169 |

# Основные понятия и процедуры

Основные понятия 10

Системы, которые включают другие инструменты 11

Задаваемые в конфигурации элементы должны всегда быть актуальны 12

Просмотр журнала циклов, журнала обслуживания и системного журнала 14

Информация, которую необходимо предоставить при обращении в службу поддержки Agilent 15

## Основные понятия

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

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

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

### Устранение неполадок с помощью данного руководства

Используйте следующие шаги в качестве общего подхода по устранению неполадок.

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

### Использование диагностических функций ГХ

Сенсорный экран и интерфейс браузера включают в себя главные страницы , которые отображают текущие температуры, потоки и подобные данные, включая графики выходных сигналов или другие сигналы, полезные для устранения неполадок.

Дополнение

- Перейдите в раздел «Диагностика», чтобы просмотреть все неполадки, обнаруженные ГХ. Для некоторых неполадок ГХ может предоставить автоматическое устранение неполадок. ГХ также предоставляет в распоряжение пользователя различные автоматизированные диагностические проверки, доступные в разделе «Диагностика» > «Тесты диагностики».
- Отчет об исправности системы, доступный на вкладке диагностики, отображает текущее состояние всех компонентов ГХ, а также включает сведения, необходимые при обращении в компанию Agilent за поддержкой (версия микропрограммы, серийный номер и прочие данные). Данный отчет также содержит результаты самостоятельной диагностики.
- Перейдите в раздел журналов и просмотрите журнал циклов и системный журнал.

## Системы, которые включают другие инструменты

При конфигурации с другими приборами, поддерживающими расширенную связь, например МСД 5977, МС с тройным КФМ 7000С или парофазным пробоотборником 7697, ГХ серии 8890 и приборы, участвующие в конфигурации, тесно взаимодействуют. Кроме простого отправления команд о начале 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 МС выключится или защитит себя иным образом.
- Напуск в МС приводит к изменениям в ГХ для поддержки процесса напуска.
- Отключение МС может привести к тому, что ГХ изменит свои параметры, чтобы защитить себя и МС.
- Потеря связи между приборами может привести к изменениям в одном или обоих приборах.
- Цикл режимов сна/пробуждения ГХ запускает цикл режимов сна/пробуждения в МС и ПП (если доступно).
- Настроенный парофазный пробоотборник определяет свой временной режим на основании загруженного метода ГХ.

Принимая во внимание это взаимодействие, всегда проверяйте дисплеи на всех приборах и в системе данных, чтобы получить полную информацию о состоянии системы. В целом, дисплей ГХ будет показывать, помимо собственных сообщений, сообщения о состоянии заданных в конфигурации приборов.

## Задаваемые в конфигурации элементы должны всегда быть актуальны

Некоторые задаваемые в конфигурации элементы ГХ должны всегда соответствовать реально установленным на приборе. В противном случае снизится чувствительность, возникнут ошибки хроматографирования и, возможно, появится угроза безопасности.

Дополнительный считыватель штрих-кода G3494A или G3494B позволяет напрямую сканировать информацию о деталях (колонках, лайнерах и шприцах ALS) и считывать ее на ГХ, исключая необходимость вводить эти данные с помощью клавиатуры.

### Конфигурация канала ввода и детектора

При смене одного метода на другой проверьте, не требуется ли также заменить расходные элементы канала ввода детектора. Если вы не установите соответствующие расходные элементы, это может привести к непредсказуемым результатам.

**Лайнеры:** Уместность использования типа лайнера меняется в зависимости от режима канала ввода ГХ, например режима с делением потока или без деления потока, а также типа анализа.

**Фильтры ПФД+:** фильтрам ПФД+ для правильной работы требуются различные потоки газа. Установите потоки в соответствии с установленным фильтром ПФД+ (фосфорный или серный) и убедитесь, что установлен правильный фильтр.

### Конфигурация колонки

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

## Конфигурация автоматического устройства ввода жидких проб

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

## Конфигурация газов

**ОСТОРОЖНО!**

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

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

Чтобы проверить тип газа, настроенного для компонента, перейдите в раздел **Настройки > Конфигурация**, а затем выберите необходимый компонент (например, канал ввода или детектор).

## Просмотр журнала циклов, журнала обслуживания и системного журнала

ГХ поддерживает внутренние журналы событий. Используйте эти журналы при устранении неполадок, особенно в тех случаях, когда сообщение не отображается на экране.

Для доступа к журналам перейдите в раздел **Журналы** и выберите элемент **Журнал циклов**, **Системный журнал** или **Журнал обслуживания**.

### Журнал циклов

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

### Журнал обслуживания

В журнале обслуживания сохраняется запись в каждом случае достижения, сброса или изменения ограничения для предупреждения о необходимости обслуживания. В журнале записываются, например, сведения о следующем: счетчик, значение счетчика, новое значение счетчика, а также информация о том, был ли сброшен счетчик (это указывает на замену детали). Журнал обслуживания также включает записи для каждого раза, когда выполнялось автоматизированное обслуживание для всех условий, найденных самодиагностикой прибора.

### Системный журнал

В системном журнале записываются сведения о таких событиях, как отключения, предупреждения, ошибки и изменения состояния ГХ (запуск цикла, остановка цикла и т. д.), происходящие во время работы ГХ. Системный журнал включает записи о запуске системы, обновлениях микропрограммы и последовательностях.

## Информация, которую необходимо предоставить при обращении в службу поддержки Agilent

Если возможно, создайте отчет об исправности системы с помощью интерфейса браузера. Этот отчет содержит большую часть информации, перечисленной ниже.

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

- Признаки.
- Описание проблемы.
- Установленное оборудование и параметры/конфигурация на момент возникновения ошибки (проба, тип подаваемого газа, скорости потока газа, установленные детекторы/каналы ввода и т. д.).
- Все появляющиеся сообщения
- Результаты всех проведенных проверок с целью устранения неполадок.
- Сведения о приборе. Подготовьте следующую информацию:
  - Серийный номер ГХ находится на наклейке в нижней правой части ГХ.
  - Версия микропрограммы ГХ расположена в разделе **Настройки > О системе**
  - Конфигурация электропитания ГХ (располагается на наклейке в нижней части на задней панели ГХ)



- конфигурация термостата (быстрое или медленное нагревание).

Контактные телефоны отделов обслуживания/поддержки можно найти на веб-сайте Agilent [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).



## Признаки неполадки ALS и детектора

|                                                                        |    |
|------------------------------------------------------------------------|----|
| Ошибки плунжера                                                        | 18 |
| Включен индикатор выравнивания в башне устройства ввода 7693A/7650A    | 21 |
| Игла шприца сгибается во время ввода в канал ввода                     | 22 |
| АФД не проходит проверку на ток утечки                                 | 23 |
| ПИД не проходит проверку базовой линии                                 | 24 |
| ПИД не воспламеняется                                                  | 25 |
| Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности зажигания | 26 |
| Коррозия коллектора ПИД или свечи воспламенителя                       | 28 |
| ПФД+ не зажигается                                                     | 29 |
| Не удастся выполнить регулировку смещения АФД                          | 31 |
| Таблетка АФД не зажигается                                             | 32 |
| Температура ПФД+ не достигает состояния готовности                     | 33 |
| Выключение (неисправного) устройства                                   | 34 |

## Ошибки плунжера

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

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

## Процедура

- 1 Извлеките шприц и проверьте плунжер на предмет заливаний или заеданий.
- 2 При необходимости замените шприц. См. документацию к **7693A** или **7650A**, в зависимости от ситуации.
- 3 Проверьте соответствие вязкости пробы параметру вязкости.
- 4 При необходимости сбросьте параметр вязкости.
- 5 Перезапустите последовательность.

## ALS (7693A) неправильно управляет виалой

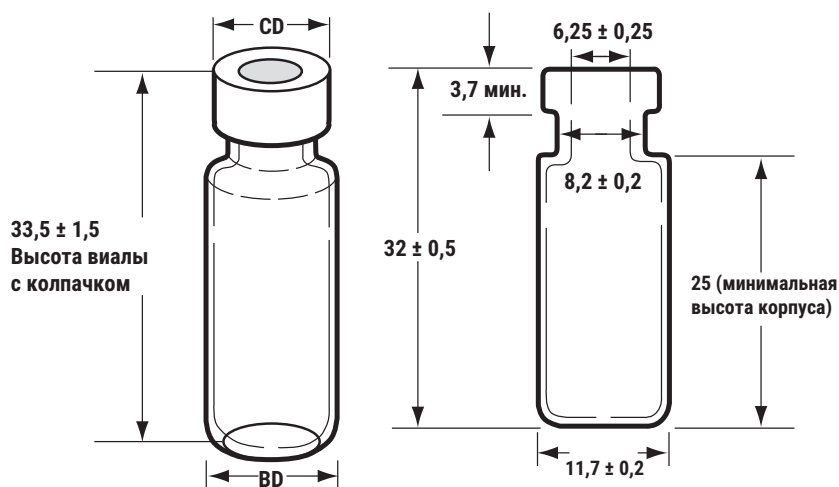
Для получения дополнительных сведений см. **документацию по работе с пробоотборником**.

При обнаружении виалы с пробой, в отношении которой осуществлялось неправильное управление, выполните следующие действия.

- Проверьте отсутствие сгибов и складок в обжимной крышке, особенно вблизи горлышка виалы с пробой.
- Используйте виалы с пробой, рекомендованные компанией Agilent.

На рисунке ниже показаны критически важные размеры виал для проб и вставок для микровиал, которые необходимо использовать в системе ALS 7693A. Данные размеры не представляют собой полный набор характеристик.

**Диаметр корпуса (BD) =  $11,7 \pm 0,2$**   
**Диаметр колпачка (CD) =  $BD \times 1,03$  максимально**  
**Все размеры указаны в миллиметрах**



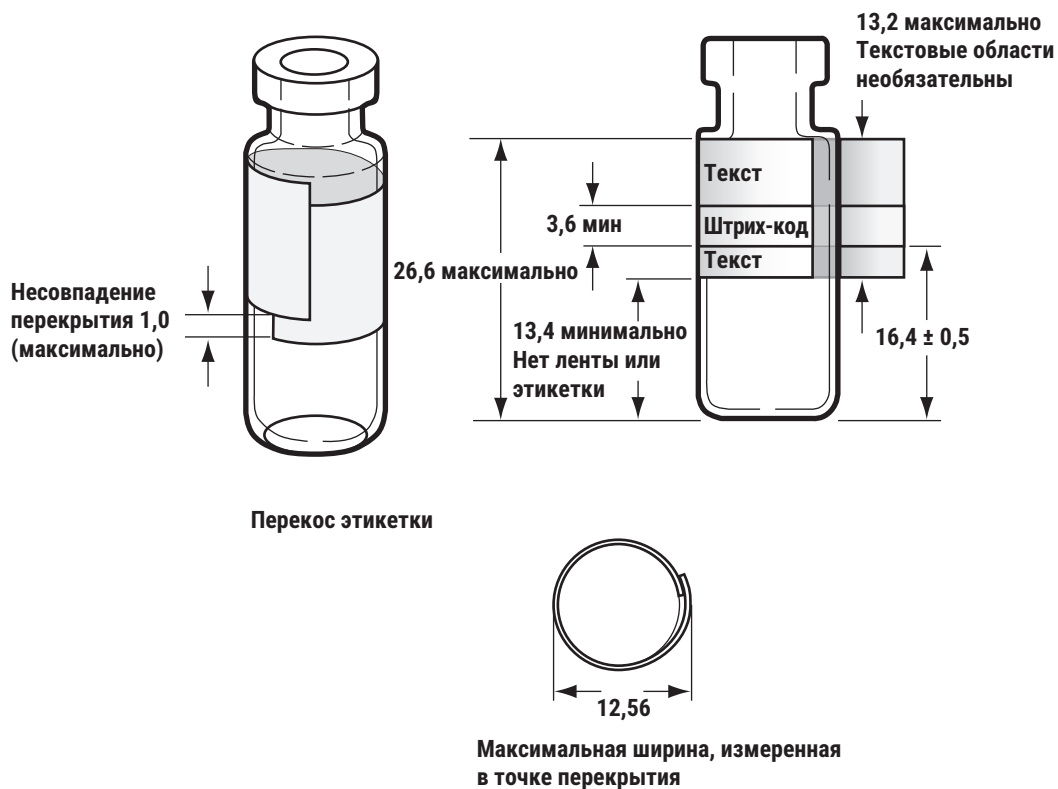
Максимальная высота виалы с колпачком      Виала для проб с обжимным колпачком

- Если используется лоток G4514A, убедитесь, что установлена передаточная турель.
- Проверьте наклейки проб (если используются).
  - Проверьте правильность размеров.
  - Убедитесь, что наклейки не препятствуют работе захвата.

## 2 Признаки неполадки ALS и детектора

Имеются в наличии виалы со специальным покрытием для маркировки. Если вы решили создавать и применять собственные наклейки, компания Agilent Technologies рекомендует использовать расположение и максимальную толщину наклеек, приведенные на рисунке ниже.

Все размеры указаны в миллиметрах



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

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

Если индикатор режима выравнивания включен, сначала убедитесь, что турель установлена правильно. Затем выполните процедуру выравнивания, как описано в руководстве «Установка, эксплуатация и обслуживание ALS 7693A» или руководстве «Установка, эксплуатация и обслуживание ALS 7650A».

## Игла шприца сгибается во время ввода в канал ввода

### ОСТОРОЖНО!

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

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

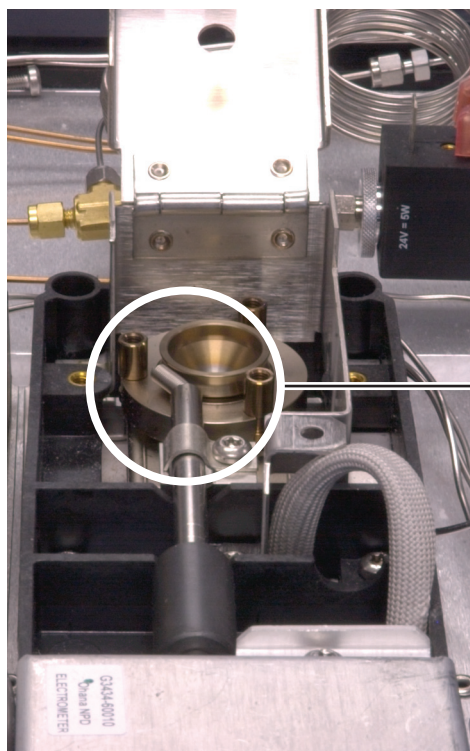
- Убедитесь, что гайка септы ГХ не затянута слишком туго.
- Убедитесь, что шприц правильно установлен в каретке.
- Убедитесь, что держатель и направляющая иглы чистые. Удалите все остатки или налет септы. Установите новое основание опоры иглы при необходимости.
- При использовании канала ввода СОС убедитесь, что для шприца установлена подходящая вставка.
- Убедитесь, что используется подходящий шприц. Общая длина цилиндра шприца и иглы должна составлять приблизительно 126,5 мм.
- Убедитесь, что размеры виалы с пробой соответствуют требованиям. См. **"ALS (7693A) неправильно управляет виалой"**.
- Проверьте правильность установки обжимной крышки. См. документацию к пробоотборнику.

## АФД не проходит проверку на ток утечки

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

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

- 1 Замените керамические изоляторы. Проведите повторную проверку.
- 2 Выключите таблетку и посмотрите выход детектора (ток утечки).
- 3 Удалите таблетку и поместите ее для хранения в безопасном месте.
- 4 Открутите три винта, фиксирующие крышку, а затем снимите крышку.
- 5 Осмотрите контактную пружину. Убедитесь, что контактная пружина не повреждена, не погнута и не загрязнена. Контактная пружина должна касаться нижней части коллектора.



Правильно

- 6 Если пружина соединительного модуля не повреждена и не загрязнена, а уровень сигнала на выводе детектора по-прежнему высок, обратитесь в компанию Agilent с просьбой об обслуживании.

## ПИД не проходит проверку базовой линии

Если вы недавно 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/израсходованные химические фильтры.
- Выполните отжиг детектора.

## ПИД не воспламеняется

- Убедитесь, что порог зажигания составляет  $\leq 2,0$  пА.
- Убедитесь, что температура ПИД достаточно высокая для зажигания ( $>150$  °C). Компания Agilent рекомендует установить температуру на уровне  $> 300$  °C.
- Убедитесь, что воспламенитель ПИД загорается во время последовательности зажигания. (См. **«Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания»** на стр. 158.)
- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПИД. Это упростит зажигание и не потребует изменения заданных значений.
- Продолжайте увеличивать поток водорода и уменьшать (или отключите) поток поддувочного газа, пока не произойдет зажигание, после этого снизьте их до значений, определенных в методе. Изменяйте значения для получения наилучших результатов.

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

- Проверьте, не закупорено ли сопло полностью или частично. (См. **«Проверка наличия засоренного сопла ПИД»** на стр. 163.)
- Измерьте значения скорости потока ПИД. Фактические значения скорости потока должны отличаться от заданного значения не более, чем на 10% в большую или меньшую сторону. (См. раздел «Начальные условия для ПИД» в Руководстве по эксплуатации 8890.) Соотношение водорода и воздуха существенно влияет на зажигание. Неоптимальные параметры потоков могут препятствовать зажиганию пламени. (См. **«Измерение скорости потока детектора»** на стр. 148.)
- Если пламя по-прежнему не зажигается, это может означать наличие крупной утечки в системе. Крупные утечки вызывают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки в ПИД. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)
- Проверьте скорость потока колонки. (См. **«Измерение скорости потока колонки»** на стр. 142.) Скорость потока водорода должна превышать сумму значений скорости потока колонки и потока поддувочного газа.
- Проверьте фитинг колонки ПИД на наличие утечек.
- Убедитесь, что температура ПИД достаточно высокая для зажигания ( $>150$  °C).
- Если анализ позволяет, замените азот на гелий, чтобы использовать его в качестве поддувочного газа.

## Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности зажигания

**ОСТОРОЖНО!**

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

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



Если проверку не удастся выполнить, проверьте следующие возможные причины.

- Возможно, неисправен воспламенитель. Замените воспламенитель. (См. **«Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания»** на стр. 158.)
- Температура детектора установлена на уровне  $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Компания Agilent рекомендует работать с ПИД при температуре  $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Отсутствует необходимое заземление воспламенителя.
  - Воспламенитель должен быть плотно прикручен к корпусу ПИД.
  - Три винта T-20 Torx, удерживающих корпус коллектора, должны быть плотно затянуты.
  - Латунная рифленая гайка, удерживающая корпус ПИД, должна быть плотно затянута.

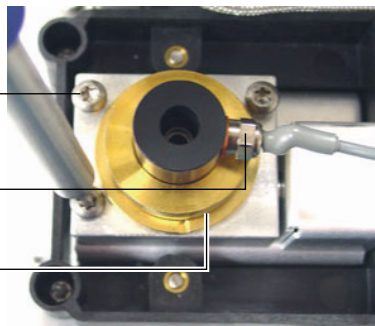
## 2 Признаки неполадки ALS и детектора

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

Винты Torx T-20 (3)

Воспламенитель

Гайка с накаткой



## 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 хлор-содержащими растворителями или пробами вызывает коррозию и утрату чувствительности.

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

## ПФД+ не зажигается

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

Таблица 1 Рекомендуемая скорость потока ПФД+

|                                        | Скорость потока в<br>серном режиме,<br>мл/мин | Скорость потока в<br>фосфорном режиме,<br>мл/мин |
|----------------------------------------|-----------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| Носитель (водород, гелий, азот, аргон) |                                               |                                                  |
| Набивные колонки                       | от 10 до 60                                   | от 10 до 60                                      |
| Капиллярные колонки                    | от 1 до 5                                     | от 1 до 5                                        |
| Газы детектора                         |                                               |                                                  |
| Водород                                | 60                                            | 60                                               |
| Воздух                                 | 60                                            | 60                                               |
| Носитель и газ поддувки                | 60                                            | 60                                               |

- Измерьте фактическую скорость потоков детектора.
- Возможно, колонка установлена слишком высоко в детекторе.
- Убедитесь, что воспламенитель ПФД+ работает.
- Во время последовательности зажигания отобразите на экране скорость потока воздуха. Скорость потока воздуха должна приближаться к 400 мл/мин при попытках зажечь пламя. В противном случае давление подаваемого воздуха будет недостаточным.
- Проверьте скорость потоков колонки и поддувочного газа.
- Убедитесь, что конденсат в трубке напуска не попадает обратно в детектор. Для правильного высушивания водного конденсата гибкая пластиковая трубка напуска должна вести, не провисая, от детектора к контейнеру. Открытый конец трубки должен находиться над водой в контейнере.
- Проверьте значение **Порог зажигания**. Обычное значение параметра **Порог зажигания** — 2. При нулевом значении функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- Если пламя по-прежнему не горит, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)

## 2 Признаки неполадки ALS и детектора

- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПФД+. Это упростит зажигание и не потребует изменения заданных значений.
- Проверьте значение **Порог зажигания**. При нулевом значении функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- В определенных рабочих условиях пламя проще зажечь, сняв трубку для напуска. После того как пламя зажжется, установите трубку для напуска на место.
- Проверьте подключение кабелей к муфте, подключение муфты к свече, затяжку свечи.

## Не удастся выполнить регулировку смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено.
- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. Если скорости потоков водорода или поддувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние таблетки. Замените при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока.
- Если процедуру по-прежнему не удастся выполнить, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)

## Таблетка АФД не зажигается

- Убедитесь в правильности и соответствии параметров потока.
- Если процедуру по-прежнему не удастся выполнить, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг адаптера колонки/детектора. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)
- Проверьте наличие сообщений о сбоях. Нажмите кнопку **Диагностика** и просмотрите журналы ГХ. Также можно просмотреть данные о токе таблетки.
- Проверьте состояние таблетки.
- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. **«Проверка наличия засора сопла АФД»** на стр. 164.)
- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. **«Измерение скорости потока детектора»** на стр. 148.) Если скорости потоков водорода или поддувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.

## Температура ПФД+ не достигает состояния ГОТОВНОСТИ

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

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

## Выключение (неисправного) устройства

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

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

Чтобы не учитывать состояние устройства, выполните следующие действия.

- 1 Отключите нагреватель устройства и потоки газа, если такие используются. (Убедитесь, что это не создаст угрозу безопасности.)
- 2 Перейдите в раздел **Настройки > Конфигурация**, а затем выберите компонент и отключите параметр **Готовность**. Ту же задачу можно выполнить в редакторе методов системы обработки данных.

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

### ВНИМАНИЕ!

**Включать функцию игнорирования состояния готовности используемого устройства стоит только в том случае, когда достижение устройством заданного значения не важно.**

**Убедитесь, что вы повторно включили параметр Готовность после того, как устройство будет отремонтировано. В противном случае его состояние (температура, поток, давление и т. д.) будет и дальше не учитываться, даже если это устройство используется в анализе.**

|                                                                                       |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Время удерживания не воспроизводится                                                  | 37 |
| Площади пиков не воспроизводятся                                                      | 38 |
| Загрязнение или перенос пробы                                                         | 39 |
| Размер пиков превышает ожидаемый                                                      | 41 |
| Пики не отображаются или отсутствуют                                                  | 42 |
| Подъем базовой линии при выполнении программы температуры термостата                  | 44 |
| Низкое разрешение пиков                                                               | 45 |
| Размывание заднего фронта пика                                                        | 46 |
| Дискриминация пиков по температуре кипения или молекулярному весу                     | 48 |
| Разложение пробы в канале ввода/отсутствие пиков                                      | 49 |
| Размытие переднего фронта пика                                                        | 50 |
| Шумы детектора, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии                     | 51 |
| Шум и чувствительность детектора захвата электронов (ЭЗД)                             | 56 |
| Площадь или высота пика слишком малы (низкая чувствительность)                        | 60 |
| Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла, производится попытка повторного зажигания | 63 |
| Выход базовой линии ПИД выше 20 пА                                                    | 65 |
| Выход базовой линии ПИД на максимальном уровне (прибл. 8 млн.)                        | 66 |
| Пламя ПФД+ гаснет во время выполнения цикла и при попытке повторного зажигания        | 67 |
| Подавление и повторяемость ПФД+                                                       | 68 |
| Слишком высокий или слишком низкий вывод ПФД+                                         | 69 |
| Низкие площади пиков ПФД+                                                             | 70 |
| Ширина большого пика ПФД+ на половине высоты                                          | 71 |
| Высокий уровень выходной базовой линии ПФД+, > 20 пА                                  | 72 |
| На хроматографическом выводе ПФД+ отображаются обрезанные пики                        | 73 |
| Подавление растворителем в АФД                                                        | 74 |
| Низкий отклик АФД                                                                     | 75 |
| Выходная базовая линия АФД > 8 млн                                                    | 76 |
| Не работает процесс регулировки смещения АФД                                          | 77 |
| Низкая селективность АФД                                                              | 78 |

При использовании ДТП наблюдаются отрицательные пики 79

В базовой линии ДТП присутствуют пики с затухающим синусоидальным шумом на заднем фронте (звонящая базовая линия) 80

В пиках ДТП на заднем фронте присутствует отрицательная ступенька 81

## Время удерживания не воспроизводится

- Замените септу.
- Проверьте отсутствие утечек в канале ввода, лайнере (если используется) и соединении колонки. (См. **"Проверка отсутствия утечек"**.)
  - **«Проверка отсутствия утечек в канале ввода»** на стр. 125
  - **«Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления»** на стр. 126
- Убедитесь, что давление на источнике газа-носителя является достаточным. Давление подаваемого на ГХ газа должно быть по крайней мере на 40 кПа (10 psi) больше максимального давления в канале ввода, необходимого при конечной температуре термостата.
- Запустите анализ с известными стандартами для подтверждения существующей проблемы.
- Убедитесь, что используемый тип лайнера соответствует вводимой пробе.
- Обратите внимание на то, являлся ли цикл первым. (Стабилизировался ли ГХ?)
- Если используется ПИД или АФД и время удерживания возросло (дрейф), проверьте сопло на наличие загрязнений или замените его.

## Площади пиков не воспроизводятся

Проверьте работу шприца ALS. (См. раздел об устранении неполадок в руководстве по эксплуатации пробоотборника)

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

Для многорежимного канала ввода или канала ввода с/без деления потока в режиме с делением потока также проверьте следующее.

- Ненормальное ограничение сброса с делителя потока. См. **Проверка на наличие ограничений сброса с делителя**.
- Для устранения небольших утечек в многорежимном канале ввода или канале ввода с/без деления потока см. раздел **Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока вручную** или **Проверка отсутствия утечек в многорежимном канале ввода вручную**.

## Загрязнение или перенос пробы

Если в выходном сигнале наблюдаются загрязнения или неожиданные пики, выполните следующие действия.

### Выявление источника неисправности

- 1 Выполните холостой цикл с растворителем, используя новый, чистый растворитель из другого источника. Если загрязнение исчезнет, проблема заключается в пробе или растворителе.
- 2 Выполните холостой цикл (извлеките шприц из устройства ввода и запустите цикл). Если загрязнение исчезнет, проблема заключается в шприце.
- 3 Извлеките колонку из детектора и наденьте заглушку на фитинг детектора. Выполните еще один холостой цикл. Если загрязнение исчезнет, проблема заключается в канале ввода или колонке. Если загрязнение остается, проблема заключается в детекторе.

### Проверка возможных причин — все сочетания канала ввода и детектора

#### Канал ввода, пробоотборник, проба, подача газа

- Проверьте тип и установку септы. Возможно, септа виалы растворяется в пробе. Убедитесь, что септа виалы устойчива к используемому растворителю. Также убедитесь в том, что септа виалы плоская. Если это не так, игла может крошить центр септы, в результате чего ее частицы попадут в пробу, что приведет к появлению загрязнений и ложных пиков.
- Выполните полное обслуживание канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Проверьте, происходит ли перенос пробы из предыдущих циклов. Выполните несколько холостых циклов без ввода и проверьте, отсутствуют или уменьшились ли ложные пики.
- Проверьте поток обдува септы. Если он очень слабый, в септе могут скапливаться загрязнения или конденсат может создавать закупорку в линии обдува. Для каналов ввода из нержавеющей стали, МРП, ИПТИ и РР выполните следующие действия. Установите для потока обдува значение не менее 3 мл/мин, чтобы септа оставалась чистой. Для каналов ввода ХПК установите поток продувки септы как минимум на 15 мл/мин. Измерьте поток. См. "[Измерение скорости потока колонки](#)".
- Проверьте все индикаторы и даты газовых фильтров.
- Проверьте чистоту газа. Запустите повторяющиеся циклы: несколько циклов с малым интервалом, несколько — с большим. Если пики загрязнений больше при циклах с большим интервалом, скорее всего в газе присутствуют загрязнения: у них больше времени, чтобы отложиться в колонке и лайнере.
- Проверьте наличие загрязнений во входных трубках и фитинге.
- Если предполагается наличие загрязнений в канале ввода, выполните отжиг.

- Проверьте работу каналов ввода. Почистите канал ввода и замените его загрязненные детали.
- Проверьте уровень растворителя в промывных емкостях ALS.
- Замените шприц АПЖМ при необходимости.
- Проверьте вводимый объем пробы. Убедитесь, что ALS вводит достаточное количество пробы в канал ввода. Используйте калькулятор объема испарения растворителя для определения объема пробы, который необходимо ввести.
- Иногда ложные пики возникают вследствие загрязнения виал для проб. Используйте новые или чистые виалы, чтобы проверить, не исчезнут ли ложные пики.
- Некоторые виды проб изменяются под действием тепла или ультрафиолетового излучения. Убедитесь в стабильности пробы.

#### **Колонка, метод**

- Выполните обслуживание колонки: Проведите прокаливанию примесей, снимите секцию колонки с примесями вблизи канала ввода, а затем поменяйте положение и прокалите колонку при необходимости.
- Если предполагается наличие загрязнений в колонке, выполните отжиг.
- Убедитесь, что значения температуры и времени в программе термостата являются достаточными для вводимых проб. Более широкие, чем соседние пики проб, ложные пики могут остаться от предыдущего цикла.
- Проверьте колонку на наличие загрязнений. Пробы с высоким молекулярным весом, которые содержат осадок, могут привести к появлению примесей в шприце, лайнере канала ввода или в нескольких первых дьюмах колонки.
- Установите систему обратной продувки колонки Agilent.

#### **Детектор, подача газов для детектора**

- Проверьте все индикаторы и даты газовых фильтров.
- Проверьте чистоту газа. Запустите повторяющиеся циклы: несколько циклов с малым интервалом, несколько — с большим. Если пики загрязнений больше при циклах с большим интервалом, скорее всего в газе присутствуют загрязнения: у них больше времени, чтобы отложиться в колонке и лайнере.
- Проверьте наличие загрязнений во входных трубках и фитинге.
- Если предполагается наличие загрязнений в детекторе, выполните отжиг.
- Проверьте работу детекторов. Замените загрязненные детали детектора.

## Размер пиков превышает ожидаемый

- Проверьте размеры каждой заданной в конфигурации колонки в сравнении с фактическими размерами колонки. (См. **"Задаваемые в конфигурации элементы должны всегда быть актуальны"**.) Для получения дополнительной информации о процедурах конфигурации колонок см. Расширенное руководство пользователя.
- Проверьте вводимый пробоотборником объем пробы. При нормальном режиме ввода пробоотборник использует быстрый ввод, чтобы ввести репрезентативное количество пробы. Быстрый ввод минимизирует фракционирование в игле. На хроматограммах, выполненных в режиме ручного ввода или с помощью более медленных устройств автоматизированного ввода, наблюдаются более высокие уровни низкомолекулярных веществ в сравнении с высокомолекулярными, потому что летучие соединения быстрее испаряются из иглы чем высокомолекулярные соединения.
- Проверьте колпачки виал. Неплотные колпачки виал могут привести к селективным потерям более легких соединений в пробе. Правильно установленный колпачок не должен свободно прокручиваться.
- Проверьте заданный в конфигурации размер шприца. Для некоторых шприцов размер обозначен как половина вместимости. Если максимальная отметка объема шприца находится на половине высоты цилиндра, а не на его высоте, **дважды** введите отмеченный объем при настраивании размера шприца.

## Пики не отображаются или отсутствуют

- При использовании ALS выполните следующие действия.
  - Убедитесь, что в виае присутствует проба.
  - Убедитесь, что каретка плунжера ALS фиксирует плунжер шприца.
  - Убедитесь, что шприц правильно установлен и что он набирает пробу.
  - Убедитесь, что шприц правильно установлен и что он набирает пробу.
  - Убедитесь, что турель/лоток правильно загружены и ввод не выполняется из виал, отсутствующих в последовательности.
  - Проследите за тем, чтобы проба набиралась в шприц.
- Убедитесь, что назначенный сигнал соответствует используемому детектору.
- Убедитесь в правильности установки колонки.
- Убедитесь, что колонка не закупорена. (См. **"Измерение скорости потока колонки"**.) Выполните обслуживание колонки.
- Убедитесь в отсутствии течей. (См. **"Проверка отсутствия утечек"**.)
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. (См. **"Измерение скорости потока детектора"**.)
- Некоторые виды проб изменяются под действием тепла или ультрафиолетового излучения. Проверьте стабильность пробы.
- Проверьте уровень пробы в виае.
- Если проба вязкая, выполните указанные ниже действия.
  - Увеличьте время задержки на вязкость.
  - Разведите пробу в соответствующем маловязком растворителе.
  - Выключите вентилятор башни.
  - В случае использования ALS 7693A используйте нагреватель виалы (аксессуар G4514A: устройство считывания штрих-кода/миксер/нагреватель), чтобы подогреть виалу с пробой.

Если проблема заключается в детекторе, см. **Таблица 2**.

Таблица 2 Устранение неполадок детектора

| Детектор  | Решение                                                                                                                                                                                                            |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ПИД, ПФД+ | <ul style="list-style-type: none"><li>• Убедитесь, что электрометр включен.</li><li>• Убедитесь, что пламя по-прежнему горит.</li></ul>                                                                            |
| ДТП       | <ul style="list-style-type: none"><li>• Убедитесь, что нить накала включена.</li><li>• Убедитесь, что газ сравнения не установлен на ноль. (Нить накала не включится при нулевом потоке газа сравнения.)</li></ul> |
| АФД, ЭЗД  | Убедитесь, что электрометр включен.                                                                                                                                                                                |

## Подъем базовой линии при выполнении программы температуры термостата

- Проверьте фон колонки.
- Убедитесь в отсутствии утечек газа носителя или примеси в нем кислорода. Кислород может повредить капиллярные колонки с фазой.
- Проверьте индикатор и дату на кислородном фильтре для газа-носителя.
- Выполните холостые циклы с растворителем для оценки состояния базовой линии при отсутствии пробы.
- Выполните холостые циклы без ввода (извлеките шприц из устройства ввода и запустите цикл) для оценки состояния базовой линии при отсутствии растворителя.
- Проверьте, присутствуют ли загрязнения. (См. **Загрязнение или перенос пробы**.)
- Учтите влияние толщины пленки колонки на фон. Попробуйте использовать колонку с более тонкой пленкой.
- Убедитесь в отсутствии утечек в фитингах колонки. (См. **"Проверка отсутствия утечек"**.)
- Подготовьте и используйте профиль компенсации колонки.

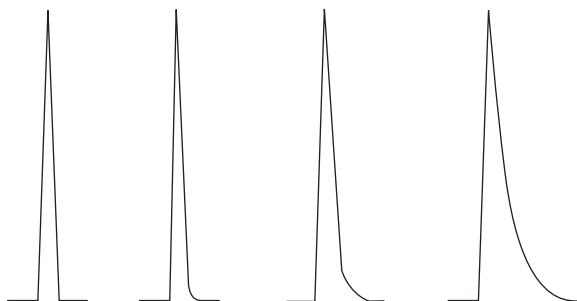
## Низкое разрешение пиков

- Установите оптимальную линейную скорость потока колонки.
- Установите и используйте деактивированные расходные детали в канале ввода (например, лайнер).
- Выполните обслуживание колонки: Проведите прокачивание примесей, снимите секцию колонки с примесями вблизи канала ввода, а затем поменяйте положение и прокалите колонку при необходимости.
- Проверьте установку колонки с обоих концов.
- Выберите колонку с более высоким разрешением.

## Размывание заднего фронта пика

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

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



- Проверьте колонку на наличие сильного загрязнения.
  - При использовании капиллярной колонки удалите от 1/2 до 1 метра из передней части колонки.
  - Для пришитой фазы и поперечно-сшитой фазы промойте колонку растворителем.
  - Убедитесь в отсутствии загрязнений в канале ввода. Размывание пика иногда возрастает при увеличении удерживания соединения. Почистите канал ввода и замените загрязненные детали канала ввода. (См. Руководство по обслуживанию.)
- Примите во внимание неподвижную фазу колонки (активность колонки). Это касается только активных соединений. На активной колонке размытие заднего фронта обычно, возрастает с ростом времени удерживания.
- Отрежьте
  - 1 метр от передней части колонки.
  - Замените колонку.
- Убедитесь, что колонка была правильно обрезана и установлена.
  - Еще раз обрежьте и переустановите колонку в канал ввода и замените ферулы. Сделайте чистый, ровный разрез с помощью надежного инструмента.
  - Убедитесь в отсутствии утечек после установки. Если в фитинге колонки есть протечка, вы увидите повышенное размывание заднего фронта для ранних элюирующих пиков. (См. **"Проверка отсутствия утечек"**.)

- Примите во внимание используемый тип переходника, лайнера и уплотнителя канала ввода. Один или все элементы могут содержать загрязнения или быть активными.
  - Используйте новый, деактивированный лайнер. Это касается только активных соединений.
  - Почистите или замените уплотнитель канала ввода.
- Проверьте переходники (если они установлены) и лайнер на наличие твердых частиц. Если видны твердые частицы, почистите или замените эти компоненты.
- В случае капиллярного ввода без деления потока проверьте совместимость растворителя и колонки.
  - Используйте другой растворитель. Это поможет в случаях, где присутствует большее размытие заднего фронта для ранних элюирующих пиков или пиков, ближайших к фронту пика растворителя.
  - Используйте промежуток удержания от 3 до 5 метров.
- Убедитесь, что используется правильный метод ввода. Это обычно связано с неравномерным нажатием плунжера или наличием пробы в игле шприца.
- Проверьте температуру канала ввода.
  - Если температура слишком высока, размытие заднего фронта, как правило, сильнее для рано элюирующих пиков. Уменьшите температуру канала ввода на 50 °C.
  - Если температура слишком низкая, размытие заднего фронта обычно возрастает с удерживанием. Увеличьте температуру канала ввода на 50 °C.
- Проверьте наличие «мертвого объема» в системе. Проверьте правильность установки колонки с обоих концов.
  - Если размытие заднего фронта пика снижается со временем удержания, уменьшите «мертвый объем» в соединительных узлах линии передачи, соединительных муфтах из плавленого кварца и т. д.
  - Колонка, установленная слишком высоко в детекторе или канале ввода, может создавать участки «мертвого объема».
- Осмотрите все линии передачи на наличие холодных участков. Холодные участки являются причиной размытия заднего фронта, которое обычно возрастает со временем удержания.

## Размывание заднего фронта пика АФД

В случае использования АФД выполните следующие действия.

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

## Дискриминация пиков по температуре кипения или молекулярному весу

При возникновении проблемы с дискриминацией пиков по температуре кипения или молекулярной массе (дискриминация канала ввода), выполните следующее.

- Проверьте канал ввода на наличие загрязнений. Очистите и замените лайнер при необходимости. Замените все расходные элементы канала ввода. См. Руководство по обслуживанию.
- Отрегулируйте температуру канала ввода.
- Выполните анализ стандартов известным методом для определения ожидаемого результата.

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

- Проверьте тип лайнера. Используйте лайнер, оптимизированный для анализа с делением потока. Такой лайнер содержит стекловолокно или другую набивку с большой поверхностью, обеспечивающую полное испарение пробы.
- Поднимите температуру канала ввода и убедитесь, что изоляционный колпачок установлен и имеет изоляцию.
- Проверьте, как колонка обрезана и установлена в канале ввода.

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

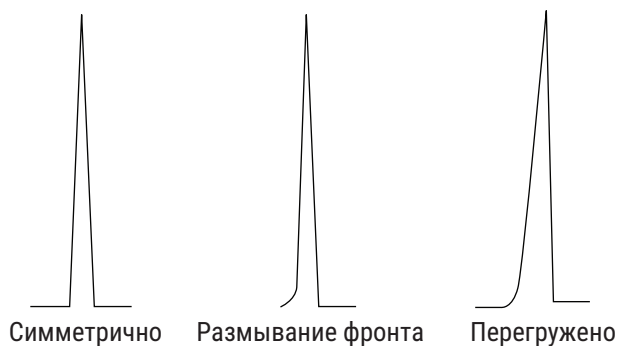
- Убедитесь в отсутствии утечек в канале ввода. (См. **"Проверка отсутствия утечек"**.)
- Проверьте тип лайнера. Используйте лайнер, оптимизированный для анализа без деления потока (деактивированный, большого объема).
- Убедитесь, что начальная температура термостата ниже точки кипения растворителя.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

## Разложение пробы в канале ввода/отсутствие пиков

- Снизьте температуру канала ввода.
- Проверьте газ-носитель на наличие воздуха или воды. Проверьте чистоту газа и функциональность фильтров.
- Убедитесь в использовании соответствующего лайнера для вводимой пробы.
- Выполните полное обслуживание канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- 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 импульса давления для ускорения переноса пробы в колонку.
- Выполните отжиг канала ввода.
- Очистите канал ввода.

## Размытие переднего фронта пика

На рисунке внизу показаны примеры трех типов пика: симметричный, с размытым передним фронтом и с перегрузкой.



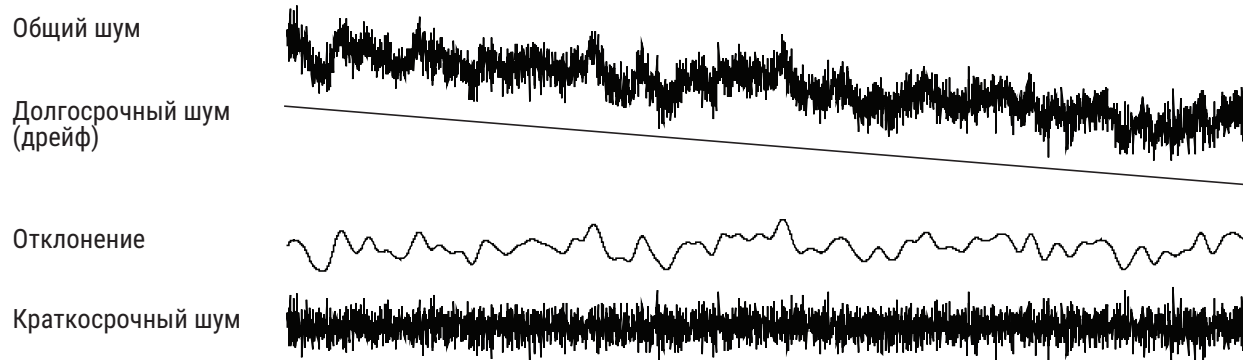
Если возникает размытие переднего фронта или перегрузка пика, попробуйте выполнить следующие действия.

- Убедитесь в правильности вводимого объема пробы. Перегрузка колонки является самой распространенной причиной пиков с размытым передним фронтом.
  - Уменьшите объем ввода, разбавьте пробу и/или увеличьте соотношение деления.
  - Измените тип колонки или толщину пленки.
- Убедитесь, что колонка установлена правильно. Если это не так, переустановите колонку в канале ввода.
- Убедитесь, что используется надлежащий метод ввода. Это обычно связано с неравномерным нажатием плунжера или наличием пробы в игле шприца.
- При использовании капиллярного ввода без деления потока проверьте растворимость вещества в используемом для ввода растворителе.
  - Замените растворитель.
  - Используйте предколонку.
- Проверьте чистоту растворителя для пробы. В случае растворителей с большой разницей в полярности или точках кипения смешанный растворитель для пробы может вызвать размытие переднего фронта пика. Замените растворитель пробы.

## Шумы детектора, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии

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

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



### Шумы базовой линии

Шумы базовой линии или высокий уровень сигнала детектора указывают на возможное присутствие течей, загрязнений или проблем электроники. Некоторый шум производит сам детектор, однако высокие уровни ослабления сигнала могут его замаскировать. 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  $\leq 5$  Гц.

При внезапном появлении шума на ранее чистой базовой линии выполните следующее.

- Проанализируйте последние изменения, внесенные в систему.

- Выполните отжиг канала ввода.

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

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

Если новый газ имеет так много загрязнений, что он привел к насыщению фильтров, возврат к старому баллону может лишь ненадолго улучшить ситуацию до тех пор пока фильтры не будут заменены или восстановлены. Это проблема чаще всего встречается при использовании азота в качестве газа-носителя. Работайте с надежным поставщиком газа-носителя.

- В случае ДТП проверьте колебания давления окружающей среды в ГХ. Потoki воздуха от вентилятора или кондиционера, обдувающие ГХ, могут влиять на выход газа из детектора. Это возможная, хотя и не самая вероятная причина появления шумов, так как детекторы хорошо защищены. Выявить эту проблему поможет выключение источника потока воздуха или экранирование выхода детектора. Установите ограничитель выхода ДТП (G1532-60070).
- Неплотный контакт в детекторе или его тракте сигнала вызывает шум.
- Проверьте правильность сборки после последнего обслуживания.
- Проверьте детектор на наличие загрязнений.

Если шум постепенно возрастает до неприемлемого уровня, выполните следующее.

- Выполните отжиг детектора.
- Проверьте детектор на наличие загрязнений. Замените детали при необходимости. (См. Руководство по обслуживанию)
- Проверьте колонку и канал ввода на наличие загрязнений.
- Проверьте сопло ПИД или АФД на наличие загрязнений.
  - **Проверка наличия засоренного сопла ПИД**
  - **Проверка наличия засора сопла АФД**
- Убедитесь, что трубка фотоумножителя ПФД+ правильно установлена. Если это не так, возможно проникновение света, что в свою очередь вызовет шум.

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

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

Диоксид кремния (белый) образуется, когда унос из колонки с силановой фазой сгорает в пламени. Чтобы минимизировать это явление, используйте низкие загрузки колонки, выбирайте фазы с высоким пределом по температуре, тщательно кондиционируйте колонки перед использованием, используйте самые низкие возможные температуры термостата для анализа.

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

Далее приведены другие факторы, способствующие возникновению шума.

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

## Отклонение и дрейф базовой линии

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

Если происходит отклонение базовой линии, убедитесь в отсутствии утечек, особенно в септе и колонке. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.) Если течь находится на конце колонки со стороны детектора, время удерживания будет стабильно от цикла к циклу, но чувствительность снизится. Если же она находится на конце, направленном к каналу ввода, чувствительность снижается, а время удержания возрастает.

Также проверьте, 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 фона.)
- Убедитесь, что колонка откондиционирована.
- Проверьте фон колонки при рабочей температуре.
- Проверьте режим сигнала, назначенного колонке, в системе данных.
- Проверьте профиль компенсации колонки. Возможно, он слишком мал (вертикальный дрейф вверх) или слишком велик (вертикальный дрейф вниз).

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

## Выброс базовой линии

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

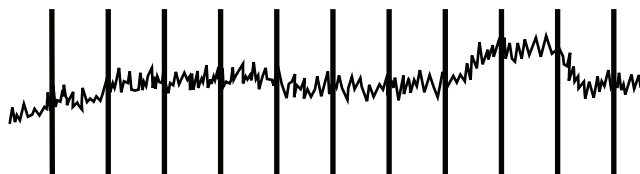


Рис. 1. Циклический выброс

Циклический выброс может быть вызван следующим.

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

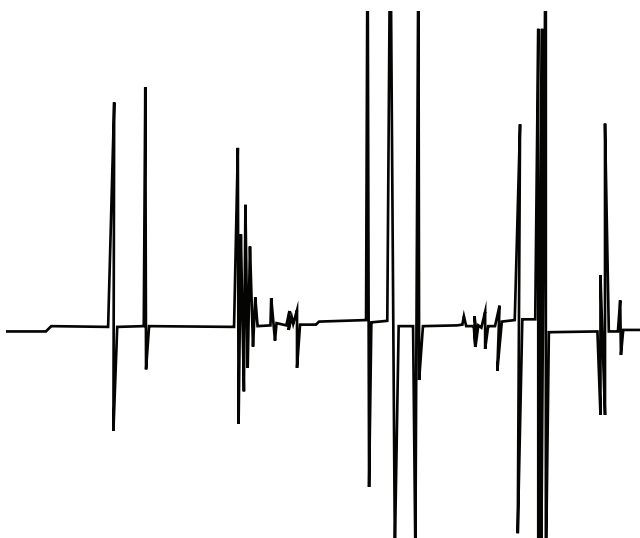


Рис. 2. Случайный выброс

Выбросами являются изолированные помехи базовой линии, обычно появляющиеся в виде внезапных (и больших) вертикальных движений вверх на шкале. Если одновременно возрастает шум, устраните проблему шума в первую очередь, т. к. одновременно могут исчезнуть и выбросы.

- Проверьте детектор на наличие загрязнений. В чрезмерно загрязненном ПИД частицы углерода или диоксида кремния могут отделиться и упасть в зону определения.

- Если используется набивная колонка, необходимо проверить надежность уплотнения стеклянным волокном на выходе. Частицы набивки могут быть занесены потоком в детектор. Причиной этого послужит поврежденная заглушка из стекловолокна на выходе из набивной колонки или ее отсутствие. Это может случиться с любым детектором, но пламенный детектор особенно чувствителен, так как он имеет узкий внутренний диаметр сопла.
- Проверьте установку набивной колонки. Дно сопла или конец трубки передачи должен входить в конец колонки. Если он касается заглушки из стекловолокна, появляются выбросы.
- Проверьте правильность типа сопла.
- Убедитесь, что температура детектора не очень низкая.

## Шум и чувствительность детектора захвата электронов (ЭЗД)

### ВНИМАНИЕ!

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

### ОСТОРОЖНО!

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

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

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

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

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

**См. также следующие материалы.**

"Оценка отображаемого сигнала"

"Чувствительность"

## Оценка отображаемого сигнала

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

Таблица 3 Оценка сигнала ЭЗД

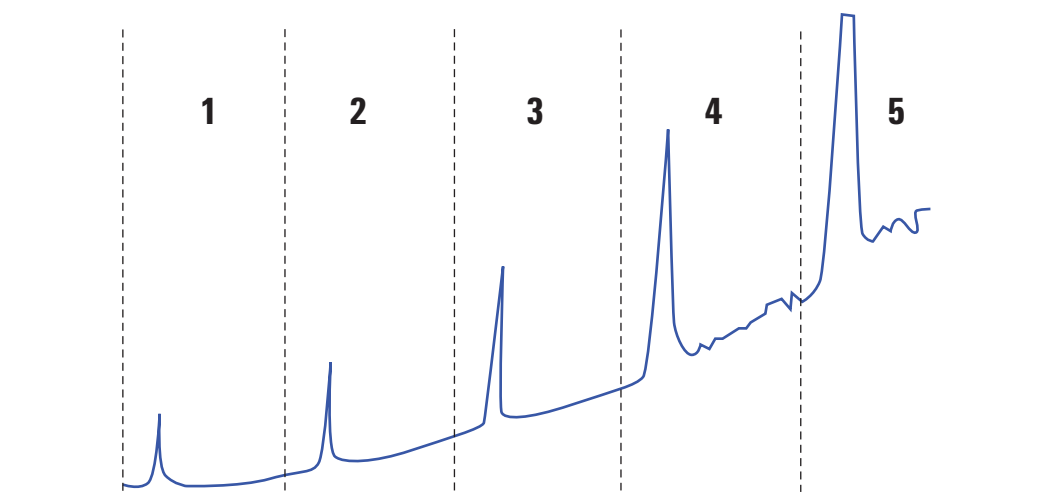
| Сигнал ЭЗД      | Комментарии                                                                                                                                                                            |
|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------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

**Примечание!**

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

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

#### Типичные этапы цикла службы ЭЗД



Этап 1: Новая ячейка

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

Этап 2: от 6 месяцев до 1 года

Фон = 180 Гц. Повышенный уровень ответа.

Этап 3: 1–2 года

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

Этап 4: от 2 до 4 лет

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

Этап 5: 4–10 лет

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

Рис. 3. Типичный жизненный цикл ЭЗД

## Чувствительность

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

- 1 При использовании канала ввода в режимах с/без деления потока убедитесь, что режим не поменялся и что клапан с делением потока функционирует. Для этого необходимо проверить наличие соответствующих изменений в ответе при

выполнении сначала ввода с делением потока, а затем без деления потока, при этом все остальные параметры метода следует оставить неизменными. При использовании режима с делением потока проверьте поток с делением с помощью измерителя потоков.

- 2 Проверьте все скорости потока. См. **"Измерение скорости потока ПИД, ДТП, ЭЗД и ПФД+"**.
- 3 Убедитесь, что было проведено полное обслуживание канала ввода. Оно включает в себя подгонку и переустановку колонки.
- 4 Убедитесь, что устройство ввода работает правильно. Если в методе используется дозирующий кран, сделайте шприцем прямой ввод загустителя, подобного тому, который вводится краном. Исключите проблему с краном.
- 5 Осмотрите смесительный лайнер в переходнике поддувочного газа. Маленький кусочек графита или примеси в пробе могут понизить чувствительность.

## Загрязнение (высокая базовая линия)

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

- Исключите все другие возможные причины. См. **"Чувствительность"** выше. Также проверьте подачу газа-носителя и газа детектора, ловушки подачи газа и колонку.
- Осмотрите смесительный лайнер в переходнике поддувочного газа. Маленький кусочек графита может исказить результаты.
- Если базовая линия детектора находится на уровне > 500 Гц, независимо от срока службы детектора, проведите отжиг детектора. Запустите его на 1–2 дня.

## Площадь или высота пика слишком малы (низкая чувствительность)

- При использовании канала ввода в режиме с/без деления потока, проверьте соотношение деления.
- Убедитесь в отсутствии течей. (См. "**Проверка отсутствия утечек**".) Для устранения небольших утечек в многорежимном канале ввода или канале ввода с/без деления потока см. раздел **Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока вручную** или **Проверка отсутствия утечек в многорежимном канале ввода вручную**.
- Проверьте канал ввода на наличие загрязнений. (См. "**Загрязнение или перенос пробы**".)
- Убедитесь, что все колонки обрезаны и правильно установлены с обоих концов.
- Убедитесь в правильности типа колонки.
- Выполните обслуживание колонки: Проведите прокаливанию примесей, снимите секцию колонки с примесями вблизи канала ввода, а затем поменяйте положение и прокалите колонку при необходимости.
- Убедитесь, что выбранный тип лайнера подходит для пробы.
- Проверьте правильность параметров потока детектора.

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

- **Измерение скорости потока детектора**
- **Проверка наличия засоренного сопла ПИД**
- **Проверка наличия засора сопла АФД**

- Проверьте чистоту подаваемого газа.
- Проверьте все индикаторы и даты на фильтрах.
- Проверьте правильность параметров метода.
- Некоторые виды проб изменяются под действием тепла или ультрафиолетового излучения. Проверьте стабильность пробы.
- Проверьте заданный в конфигурации размер шприца. Для некоторых шприцов размер обозначен как половина вместимости. 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 загрязнений. Выполните отжиг детектора.

При использовании ПИД выполните следующее.

- Убедитесь, что установлено правильное сопло.
- Убедитесь, что сопло не загрязнено.

- Убедитесь в отсутствии загрязнений на деталях детектора.

- **Проверка наличия засоренного сопла ПИД**

При использовании ЭЗД выполните следующее.

- Замените смесительный лайнер из плавленного кварца.
- Замените и установите колонку.
- Очистите переходник поддувочного газа.

При использовании АФД выполните следующее.

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

При использовании ПФД+ выполните следующее.

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

## Устранение пониженной чувствительности ПИД

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

Для получения дополнительной информации о потере чувствительности, связанной с шумом, отклонением или дрейфом, также см. **"Шумы детектора, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии"**.

- 1 Проверьте параметры потока детектора.

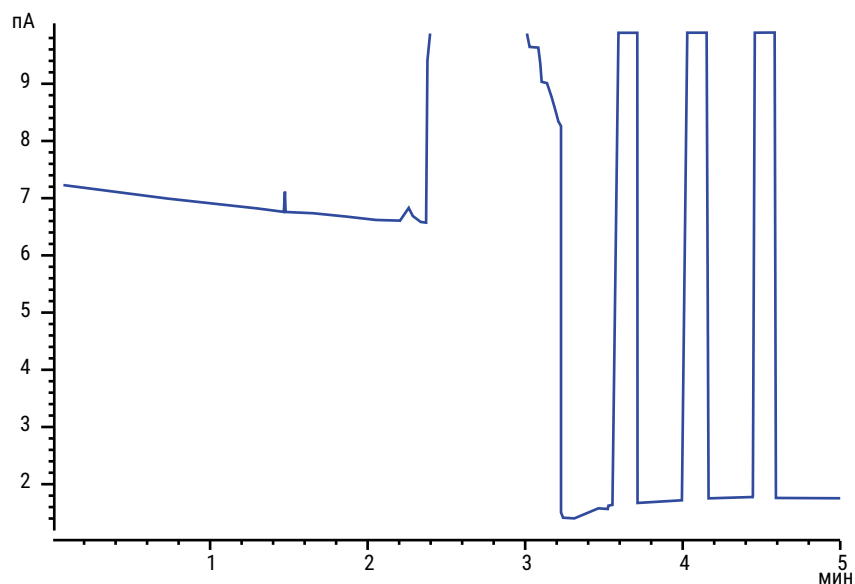
Общее правило - использовать отношение потока водорода к потоку (колонка + поддувочный газ) 1:1.

- 2 Измерьте фактические скорости потоков детектора. См. **"Измерение скорости потока детектора"**. Если фактические потоки водорода, поддувочного газа и капиллярной колонки ниже отображаемых, это указывает на засорение сопла. См. **"Проверка наличия засоренного сопла ПИД"**. Замените сопло.
- 3 Убедитесь, что колонка установлена правильно. Переустановите ее. Убедитесь, что колонка установлена на всем протяжении до тонкого конца и извлечена на 1–2 мм. (внутренний диаметр колонки > 100 мкм).

- 4 Проверьте параметры канала ввода, которые контролируют сброс, например соотношение деления потока и время задержки продувки без деления потока. Убедитесь, что проба случайно не направлена в сброс
- 5 Проведите обслуживание канала ввода (замените все расходуемые элементы) и проверьте канал ввода под давлением по завершении. См. Руководство по обслуживанию и "**Проверка отсутствия утечек**".
- 6 Проведите полное обслуживание ПИД. Разберите ПИД и почистите или замените все детали.

## Пламя ПИД гаснет во время выполнения цикла, производится попытка повторного зажигания

Ниже приведен пример хроматограммы с гашением пламени вследствие 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 **Порог зажигания** независимо от того, погасло ли пламя. (В очень чистой системе выходная базовая линия может быть меньше 2 пА.)

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

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

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

- Убедитесь, что параметр ПИД **Порог зажигания** соответствует циклу (обычно составляет < 2.0 пА).
- Проверьте, не является ли причиной гашения ароматический пик или вода.
- Проверьте, не закупорено ли частично сопло. Измерьте фактические потоки водорода, воздуха и поддувочного газа в детекторе. (См. "**Измерение скорости потока детектора**"). Замените сопло при необходимости.

### 3 Хроматографические признаки

- Убедитесь, что колонка установлена правильно. Переустановите ее. Убедитесь, что колонка установлена на всем протяжении до тонкого конца и извлечена на 1–2 мм. (внутренний диаметр колонки > 100 мкм).
- Проверьте отсутствие утечек в фитинге колонки детектора. (См. "**Проверка отсутствия утечек**".)

## Выход 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 ALS.
- Проверьте фон колонки. Снизьте температуру термостата до комнатной. Если выход детектора значительно падает, скорее всего причина заключается в загрязнении или химическом фоне колонки или присутствии примесей в газе-носителе. Проверьте унос фазы колонки, выключив поток колонки (при холодном термостате) и проверив выход детектора.
- Проверьте индикаторы/даты на фильтрах подачи газа и убедитесь, что фильтры не израсходованы.
- Проверьте правильность сборки детектора после последнего обслуживания.
- Проверьте детектор на наличие загрязнений. Выполните отжиг детектора.
- Убедитесь, что ток утечки ПИД составляет < 2 пА. (См. **"Измерение тока утечки в ПИД"**.)

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

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

- 1 Проверьте, не погнута ли контактная пружина. Достаньте узел коллектора и осмотрите пружину.
- 2 Разберите узел коллектора и осмотрите все его детали на предмет накопления ржавчины. Замените детали при необходимости. Чтобы избежать этой проблемы, используйте детектор при температуре  $> 300^{\circ}\text{C}$ .
- 3 Проверьте, не образовался ли нагар в детекторе вследствие ввода ароматических или хлорсодержащих растворителей. Чтобы избежать этой проблемы, эксплуатируйте детектор при температуре  $> 300^{\circ}\text{C}$ . 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 попытке повторного зажигания

Если пламя гаснет во время цикла, выполните следующие действия.

- Проверьте систему ГХ на наличие утечек, особенно в фитинге колонки детектора. (См. "**Проверка отсутствия утечек**".)
- ПФД+ Убедитесь, что температура транспортной линии установлена на  $\geq 200$  °C.
- Убедитесь, что конденсат в трубке напуска не попадает обратно в детектор. Для правильного высушивания водного конденсата гибкая пластиковая трубка напуска должна вести, не провисая, от детектора к контейнеру. Открытый конец трубки должен находиться над водой в контейнере.

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

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

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

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

Переустановите параметр **Порог зажигания** на 2.

## Подавление и повторяемость ПФД+

Подавление углеводородами происходит, когда высокая концентрация диоксида углерода от пика углеводорода попадает в пламя одновременно с образцами серы. Часть света, излученного образцами серы, поглощается некоторыми образцами CO<sub>2</sub>.

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

Для устранения подавления углеводородами выполните следующее.

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

## СЛИШКОМ ВЫСОКИЙ ИЛИ СЛИШКОМ НИЗКИЙ ВЫВОД ПФД+

- Убедитесь, что используется правильный фильтр. Не используйте фосфорный фильтр с серно-оптимизированными потоками или серный фильтр с фосфорно-оптимизированными потоками.
- Проверьте положение колонки, установленной в детекторе.
- Проверьте чистоту газа.
- Убедитесь, что потоки оптимизированы для используемого фильтра. Проверьте выходной сигнал ПФД+. В таблице ниже представлены примеры выхода детектора, когда установленный в детекторе фильтр и потоки используемого газа не совпадают.

Таблица 4

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

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

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

## Низкие площади пиков ПФД+

- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. (См. **"Измерение скорости потока детектора"**.)
- Выполните полное обслуживание канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Выполните обслуживание колонки: Проведите прокаливанию примесей, снимите секцию колонки с примесями вблизи канала ввода, а затем поменяйте положение и прокалите колонку при необходимости.
- Убедитесь, что колонка установлена правильно.
- Проверьте 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+ производит пики, ненормально широкие на половине высоты, выполните следующие действия.

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

## Высокий уровень выходной базовой линии ПФД+, > 20 пА

- Проверьте чистоту подаваемого газа.
- Проверьте все индикаторы и даты на фильтрах.
- Проверьте детектор на наличие загрязнений.
- Убедитесь в отсутствии проникновения света в фотоумножитель. Затяните его, если крепление ослаблено.
- Выполните полное обслуживание канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Выполните обслуживание колонки: выполните отжиг для удаления загрязнений при необходимости.

## На хроматографическом выводе ПФД+ отображаются обрезанные пики

Если ваше приложение находится на верхней границе динамического диапазона (особенно с серой), возможно вам придется уменьшить чувствительность вашего инструмента. Замените серный фильтр 1000-1437 на фильтр с каталожным номером 19256-80000. Затем установите потоки газа детектора на значения, используемые в методе фосфорной проверки. Это поднимает базовую линию, но с некоторыми потерями в коэффициенте отношения сигнал/шум.

Не должно возникнуть проблем ни с раствором ни с использованием водорода. Однако, обратите внимание на следующее предупреждение.

### ОСТОРОЖНО!

**Водородный газ огнеопасен и потенциально взрывоопасен. Убедитесь, что вы перекрыли водородный газ у источника до того, как все соединения будут сделаны. Также проверьте на утечку соединения, линии и клапаны перед работой или сервисным обслуживанием инструмента.**

## Подавление растворителем в АФД

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

- Отключите/включите подачу водорода возле пика растворителя.
- Используйте азот в качестве поддувочного газа.
- Установите суммарную скорость потока колонки и газа поддувки менее 10 мл/мин.
- Увеличьте поток воздуха на 10 мл/мин.
- Установите для детектора температуру 325 °С.
- Примените метод сброса растворителя системы переключения Динса.

## Низкий отклик АФД

- Выполните полное обслуживание канала ввода: замените все расходные детали и выполните отжиг канала ввода.
- Выполните обслуживание колонки: выполните отжиг для удаления загрязнений при необходимости. Проверьте правильность установки колонки.
- Из-за большой концентрации растворителя погасла плазма водорода/воздуха. Запустите поддувочный газ со скоростью потока 5 мл/мин.
- Убедитесь, что из внешнего источника поступает водород. Убедитесь, что поток и давление включены на клавиатуре. Скорость потока водорода должна быть между 1,0 и 5,5 мл/мин. Измерьте действительный поток газа в детекторе. (См. **"Измерение скорости потока детектора"**.)
- Проверьте, не закупорено ли частично сопло. См. **Проверка наличия засоренного сопла ПИД**.
- Убедитесь, что таблетка активирована. С помощью зеркала посмотрите в выходное отверстие в крышке детектора и проверьте, светится ли таблетка оранжевым светом. Если таблетка не светится, проверьте фоновый сигнал детектора. Выключите таблетку, для достижения исходного уровня, а затем включите таблетку и ожидайте внезапного резкого подъема выходного сигнала, что будет указывать на зажигание. Если на таблетку подается напряжение в 4 В, но она не зажигается (отображается в разделе **Настройки > Режим обслуживания > Детекторы > Сигнал**), возможно, таблетка перегорела. Замените таблетку.

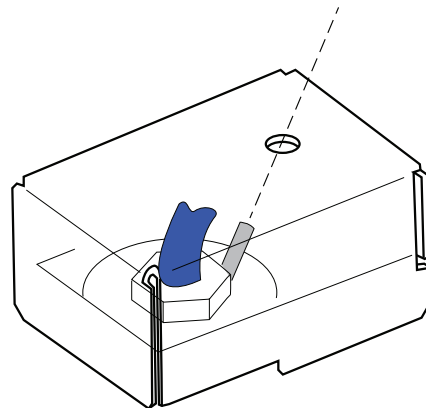
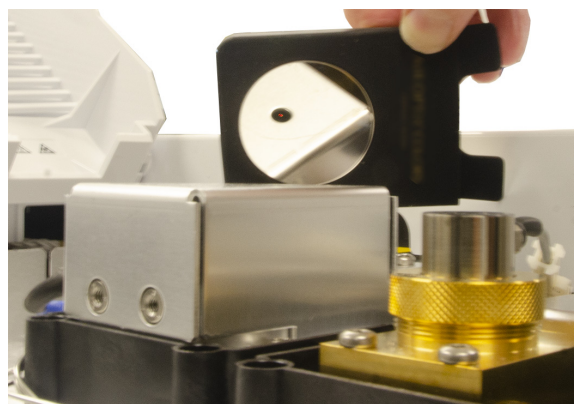


Рис. 4. Зажигание таблетки Blos

### ОСТОРОЖНО!

**Выбросы детектора могут быть горячими и вызвать ожоги. Используйте соответствующую защиту (например, защитные очки или зеркало) во время визуальной проверки свечения таблетки.**

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

## Выходная базовая линия АФД > 8 млн

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

## Не работает процесс регулировки смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. **«Проверка наличия засора сопла АФД»** на стр. 164)
- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. **«Измерение скорости потока детектора»** на стр. 148.) Если скорости потоков водорода или поддувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние таблетки. Замените при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока.
- Если процедуру по-прежнему не удастся выполнить, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)

## Низкая селективность АФД

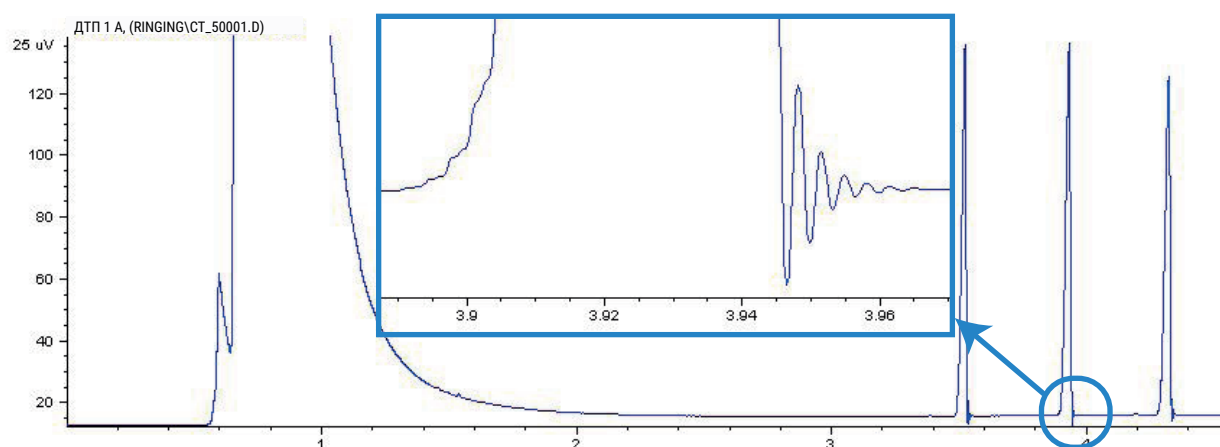
(Высокий отклик углеводов по отношению к азоту или фосфору.)

- Проверьте правильность установки потока водорода (должен быть  $< 3$  мл/мин).
- Осмотрите таблетку. Она может быть неисправна или изношена.
- Замените коллектор и изоляторы.

## При использовании ДТП наблюдаются отрицательные пики

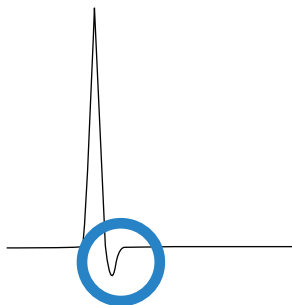
- Убедитесь, что используется правильный тип газа.
- Проверьте систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)
- Проверьте теплопроводимость аналитов по отношению к носителю.
- Проанализируйте чувствительность к аналитам.
- Проверьте параметры потока, а затем измерьте фактические потоки детектора. (См. **«Измерение скорости потока детектора»** на стр. 148».)

В базовой линии ДТП присутствуют пики с затухающим синусоидальным шумом на заднем фронте (звонящая базовая линия)



В системе данных выбрана неправильная скорость данных. Для ДТП скорость данных должна быть  $\leq 5$  ГЦ.

В пиках ДТП на заднем фронте присутствует отрицательная ступенька



- Проверьте отсутствие утечек в фитинге переходника колонки детектора. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)
- Установите в детекторе пассивированную нить накала.



- ГХ не переходит в состояние готовности 84
  - Поток не переходит в состояние готовности 85
  - Температура термостата не опускается или опускается очень медленно 86
  - Термостат не нагревается 87
  - Температура не достигает состояния готовности 88
  - Не удается установить поток или давление 89
  - Не достигается заданное значение давления или потока газа 90
  - Превышено заданное значение давления или потока газа 91
  - Неустойчивое давление или поток канала ввода 92
  - Невозможно поддерживать низкое давление, соответствующее заданному значению, в канале с делением потока 93
  - Измеряемый поток колонки не совпадает с отображаемым потоком 94
  - ПИД не воспламеняется 95
  - Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности ввода 96
  - Измеренные значения скорости потоков водорода и газа поддувки ПИД или АФД намного меньше заданного значения 98
  - Не удается выполнить регулировку смещения АФД 99
  - ПФД+ не зажигается 100
  - Кран не готов 102
- В этом разделе описаны сбои и признаки, возникающие в случае неготовности включенного ГХ к выполнению анализов. На это будут указывать предупреждение «Не готов», сообщения о сбоях или другие признаки.

## ГХ не переходит в состояние готовности

Обычно ГХ переходит в состояние готовности после того, как достигаются заданные значения потоков и температуры. Если ГХ не переходит в состояние готовности в течение длительного периода времени, выполните следующие действия.

- Выберите панель состояния/управления или компонент в разделе **Метод**, чтобы проверить, какие заданные значения или условия не готовы.
- Проверьте пробоотборник на наличие неполадок.
- Проверьте систему данных на наличие неполадок.
- При вводе проб вручную в режиме без деления потока или в режиме экономии газа может потребоваться выбрать  подготовку канала ввода перед вводом. Таким образом, например, могут решаться следующие задачи.
  - Переключение клапана продувки канала ввода перед вводом пробы без деления потока.
  - Подготовка импульсного ввода.
  - Выключение режима экономии газа.

Дополнительные сведения см. в , Руководстве по эксплуатации ГХ Agilent 8890.

## Поток не переходит в состояние готовности

Если поток газа не переходит в состояние готовности, выполните следующее.

- Убедитесь, что газ подается под достаточным давлением.
- Проверьте ограничители, установленные в модуле доп. ЭКД (если есть).
- Проверьте правильность заданного в конфигурации типа газа. Заданный в конфигурации тип газа должен соответствовать газу, который фактически подается в ГХ.
- Проверьте газовые трубки и ГХ на отсутствие утечек. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)

## Температура термостата не опускается или опускается очень медленно

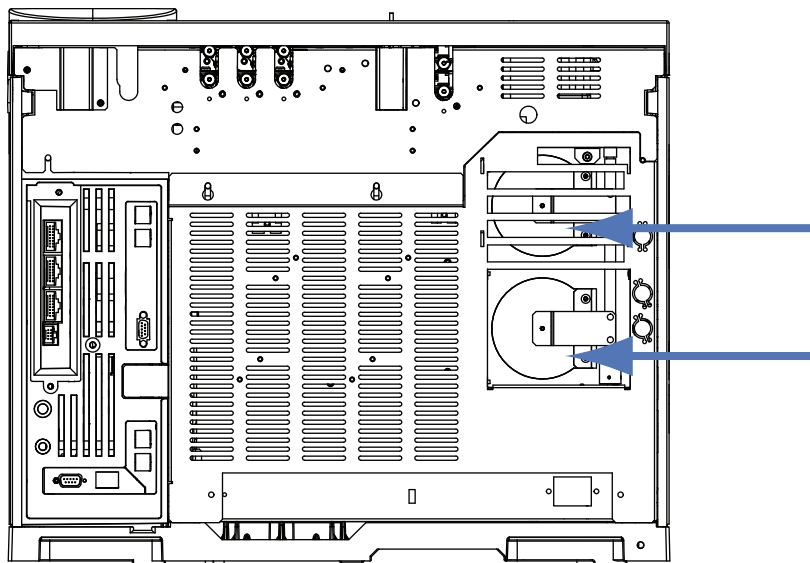
Если термостат не охлаждается или охлаждается очень медленно, выполните следующее.

**ОСТОРОЖНО!**

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

- 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 удастся 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

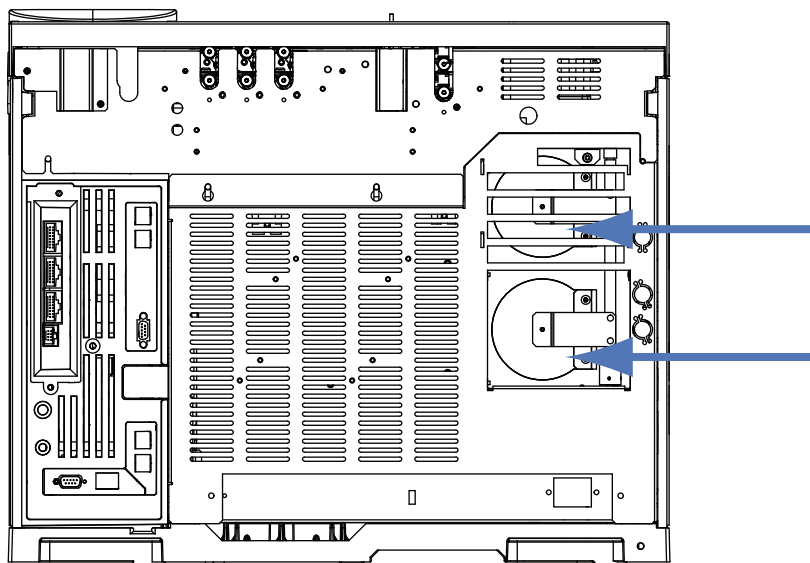
- Нажмите клавишу **Диагностика**, чтобы отправить отчет об ошибках в Agilent.

**ОСТОРОЖНО!**

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

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

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



## Температура не достигает состояния готовности

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

- Проверьте, присутствует ли изоляционный колпачок в канале ввода или детекторе.
- Проверьте, нет ли существенной разницы между температурой термостата и канала ввода или детектора.
- Проверьте изоляцию вокруг канала ввода или детектора.
- При использовании криогенного охлаждения канала ввода (СОС, ИПТИ или МРП) 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 очень низкой температуре канала ввода, канал ввода может не достичь требуемой температуры.

## Не удастся установить поток или давление

Если не удастся настроить поток или давление с помощью каналов ввода с/без деления потока, МРП, ИПТИ, КВЛС или каналов ввода СОС, выполните следующие действия.

- Проверьте режим колонки.
- Убедитесь, что капиллярная колонка сконфигурирована для правильного канала ввода.
- Проверьте заданные в конфигурации размеры колонки.
- Убедитесь, что поток включен.

Если не удастся настроить поток или давление, используя канал ввода для набивных колонок, выполните следующие действия.

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

## Не достигается заданное значение давления или потока газа

Если в канале ввода не достигается заданное значение давления, давление в канале ввода отключается по истечении периода времени, установленного для данного типа канала ввода. Выполните следующее.

- Проверьте давление подаваемого газа. Давление на источнике должно быть минимум на 10 psi выше заданного значения.
- Убедитесь в отсутствии течей. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.) Возможно, в системе присутствует крупная утечка. Используйте электронный течеискатель для поиска и последующего устранения утечек. Не забудьте проверить колонку — сломанная колонка создает очень большую утечку.
- Для устранения неполадок в многорежимном канале ввода или канале ввода с/без деления потока см. раздел **«Проверка отсутствия утечек в многорежимном канале ввода вручную»** на стр. 131 или **«Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока вручную»** на стр. 128.
- При использовании режима экономии газа убедитесь, что скорость потока в этом режиме достаточно высока для обеспечения наибольшего давления на входе в колонку в течение всего цикла.
- Убедитесь, что колонки установлены правильно.
- Проверьте канал ввода и датчик давления на наличие повреждений.

При использовании канала ввода с/без деления потока, каналов ввода ИПТИ, МРП или блока для летучих соединений выполните следующее.

- Проверьте соотношение деления потока. Увеличьте объем разделенного потока.

## Превышено заданное значение давления или потока газа

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

При использовании канала ввода с/без деления потока, каналов ввода ИПТИ, МРП или блока для летучих соединений выполните следующее.

- Уменьшите соотношение деления потока.
- Замените фильтр сброса с делителя потока. См. процедуру для канала ввода с/без деления потока, МРП, ИПТИ или КВЛС.
- Убедитесь, что в линии фильтра сброса с делителя потока отсутствуют загрязнения или ограничения. Выполните проверку на наличие помех в напуске с делением потока в Agilent Instrument Utilities (если есть) или с помощью передней панели ГХ. См.:
  - **Проверка или мониторинг противодавления в линии сброса с делителя**
  - **Проверка на наличие ограничений сброса с делителя**
- Замените разделенную вентиляционную трубу и ловушку. См. руководство по обслуживанию.
- Убедитесь, что выбран правильный лайнер (если используется).
- Убедитесь, что значения параметров давления выбранного метода для канала ввода с/без деления потока выше, чем минимальные возможные значения, доступные на ГХ. См. **Таблица 5** на стр. 93.
- Проверьте золотистый уплотнитель канала ввода с/без деления потока на наличие загрязнений.
- Для канала ввода с/без деления потока: при использовании лайнера, вызывающего сопротивление потоку, установите золотистый уплотнитель для большого потока.

При использовании ПИД или АФД выполните следующее.

- Убедитесь, что сопло не засорено. См. **«Проверка наличия засоренного сопла ПИД»** на стр. 163 или **«Проверка наличия засора сопла АФД»** на стр. 164.

Краны:

- Убедитесь, что не смещен ротор. При необходимости выровняйте его.

## Неустойчивое давление или поток канала ввода

Неустойчивость давления канала ввода вызывает отклонения скорости потока и времен удерживания в течение цикла. Выполните следующее.

- Убедитесь, что газовый очиститель или генератор газа работают на полную мощность или близко к ней.
- Убедитесь, что газ подается под достаточным давлением.
- Убедитесь, что редуктор давления на источнике работает исправно. Для систем с длинными трубками от источника может понадобиться установить возле ГХ понижающий редуктор. Кроме того, используйте дополнительный редуктор для уменьшения колебаний, вызванных генераторами газа.
- Убедитесь в отсутствии течей. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.) Возможно, в системе присутствует крупная утечка. Используйте электронный течеискатель для поиска и последующего устранения утечек. Не забудьте проверить колонку — сломанная колонка создает очень большую утечку.
- Проверьте лайнер, канал ввода или фильтр сброса с делителя потока на наличие сильных сопротивлений потоку.
- Убедитесь, что установлен правильный лайнер. На некоторых лайнерах наблюдаются большие перепады давления, связанные с конструкцией или плотной набивкой.
- Проверьте отсутствие резких изменений комнатной температуры во время цикла. Решите проблему с температурой в лаборатории или переместите прибор в более подходящее место.
- Убедитесь в отсутствии помех в парофазе, продувке, ловушке и других внешних устройствах отбора проб.
- Убедитесь, что функция Auto Flow Zero включена.

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

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

- Примените лайнер, предназначенный для анализа с делением потока.
- Значение давления в выбранном методе (или давления, получаемого при задании потока) слишком низкое для данного типа газа-носителя. См. **Таблица 5**.

**Таблица 5 Приблизительные минимальные значения давления канала ввода (с/без деления потока или многорежимного), возможные в режиме с делением потока (в psi)**

|                                                    | Сброс с делителя потока (мл/мин) |         |         |         |
|----------------------------------------------------|----------------------------------|---------|---------|---------|
|                                                    | 50-100                           | 100-200 | 200-400 | 400-600 |
| <b>Гелий и водород в качестве газа-носителя</b>    |                                  |         |         |         |
| Лайнеры с делением потока — 5183-4647, 19251-60540 | 2,5                              | 3,5     | 4,5     | 6,0     |
| Лайнеры без деления потока — 5062-3587, 5181-8818  | 4,0                              | 5,5     | 8,0     | 11,0    |
| <b>Азот в качестве газа-носителя</b>               |                                  |         |         |         |
| Лайнеры с делением потока — 19251-60540, 5183-4647 | 3,0                              | 4,0     | —       | —       |
| Лайнеры без деления потока — 5062-3587, 5181-8818  | 4,0                              | 6,0     | —       | —       |

- Убедитесь, что лайнер не закупорен.
- Осмотрите линию напуска с делением потока на наличие загрязнений. Обратитесь в сервисный центр Agilent при необходимости замены.
- **«Проверка или мониторинг противодействия в линии сброса с делителя»** на стр. 154
  - **«Проверка на наличие ограничений сброса с делителя»** на стр. 155
- Если используется канал ввода с/без деления потока, замените золотистый уплотнитель.

## Измеряемый поток колонки не совпадает с отображаемым потоком

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

- Убедитесь, что измеряемые потоки откорректированы на 25 °С и 1 атм.
- Убедитесь в правильности размеров колонки, в том числе фактической (усеченной) длины колонки.
- Короткая (< 15 м) WCOT-колонка с внутренним диаметром 0,58–0,75 мм используется с капиллярным каналом ввода с/без деления потока. Контроллер суммарного потока настроен на высокую скорость потока, вследствие чего возникает некоторое давление в канале ввода, вследствие чего поток колонки возникает даже если заданное значение давления равно нулю. (В таких ситуациях на дисплее может отображаться фактическое давление, даже при заданном нулевом значении.) При использовании коротких (от 530 до 750 мм) колонок удерживайте наиболее низкую суммарную скорость потока (например, от 20 до 30 мл/мин). Установите более длинную колонку с более высоким сопротивлением (например, от 15 до 30 м).
- Линия или фильтр сброса с делителя потока может быть частично засорены, что создает более высокое фактическое давление канала ввода по отношению к заданному значению. Проверьте линию сброса с делителя потока на наличие сопротивления потоку. См. **«Проверка на наличие ограничений сброса с делителя»** на стр. 155.
- При использовании масс-селективного детектора убедитесь, что для выхода колонки линии передачи указано значение **МСД**.
- Убедитесь, что функция "auto flow zero" включена. Обнулите датчик потока и давления в модуле потока (если допустимо). Если проблема не устраняется, замените модуль потока.

## ПИД не воспламеняется

- Убедитесь, что порог зажигания составляет  $\leq 2,0$  пА.
- Убедитесь, что температура ПИД достаточно высокая для зажигания ( $>150$  °C). Компания Agilent рекомендует установить температуру на уровне  $> 300$  °C.
- Убедитесь, что воспламенитель ПИД загорается во время последовательности зажигания. (См. **«Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания»** на стр. 158.)
- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПИД. Это упростит зажигание и не потребует изменения заданных значений.
- Продолжайте увеличивать поток водорода и уменьшать (или отключите) поток поддувочного газа, пока не произойдет зажигание, после этого снизьте их до значений, определенных в методе. Изменяйте значения для получения наилучших результатов.

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

- Проверьте, не закупорено ли сопло полностью или частично. (См. **«Проверка наличия засоренного сопла ПИД»** на стр. 163.)
- Измерьте значения скорости потока ПИД. Фактические значения скорости потока должны отличаться от заданного значения не более, чем на 10% в большую или меньшую сторону. (См. Раздел «Начальные условия для ПИД».) Соотношение водорода и воздуха существенно влияет на зажигание. Неоптимальные параметры потоков могут препятствовать зажиганию пламени. (См. **«Измерение скорости потока детектора»** на стр. 148.)
- Если пламя по-прежнему не зажигается, это может означать наличие крупной утечки в системе. Крупные утечки вызывают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки в ПИД. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)
- Проверьте скорость потока колонки. (См. **«Измерение скорости потока колонки»** на стр. 142.) Скорость потока водорода должна превышать сумму значений скорости потока колонки и потока поддувочного газа.
- Проверьте фитинг колонки ПИД на наличие утечек.
- Убедитесь, что температура ПИД достаточно высокая для зажигания ( $>150$  °C).
- Если анализ позволяет, замените азот на гелий, чтобы использовать его в качестве поддувочного газа.

## Воспламенитель ПИД не накаляется во время последовательности ввода

**ОСТОРОЖНО!**

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

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



Если проверку не удастся выполнить, проверьте следующие возможные причины.

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

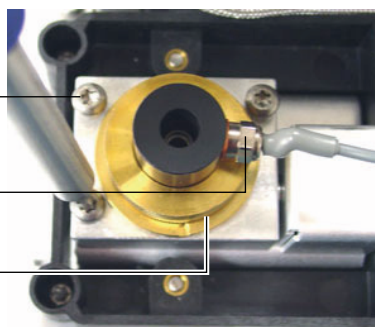
#### 4 Признаки неготовности ГХ

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

Винты Torx T-20 (3)

Воспламенитель

Гайка с накаткой



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

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

**«Проверка наличия засоренного сопла ПИД»** на стр. 163

**«Проверка наличия засора сопла АФД»** на стр. 164

- Убедитесь в отсутствии утечек в фитинге колонки в основании детектора.
- Замените сопло ПИД или АФД.

## Не удастся выполнить регулировку смещения АФД

- Убедитесь, что сопло не закупорено. (См. Раздел «Проверка засора сопла АФД».)
- Измерьте фактическую скорость потоков детектора. (См. Раздел «Измерение скорости потока в детекторе».) Если скорости потоков водорода или поддувочного газа равны нулю или значительно ниже отображаемой скорости потока, предполагается наличие закупоренного сопла.
- Проверьте состояние таблетки. Замените при необходимости.
- Убедитесь в правильности параметров потока.
- Если процедуру по-прежнему не удастся выполнить, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек, особенно фитинг колонки детектора. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)

## ПФД+ не зажигается

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

**Таблица 6** Рекомендуемая скорость потока ПФД+

|                                        | Скорость потока в<br>серном режиме,<br>мл/мин | Скорость потока в<br>фосфорном режиме,<br>мл/мин |
|----------------------------------------|-----------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| Носитель (водород, гелий, азот, аргон) |                                               |                                                  |
| Набивные колонки                       | от 10 до 60                                   | от 10 до 60                                      |
| Капиллярные колонки                    | от 1 до 5                                     | от 1 до 5                                        |
| Газы детектора                         |                                               |                                                  |
| Водород                                | 60                                            | 60                                               |
| Воздух                                 | 60                                            | 60                                               |
| Носитель и газ поддувки                | 60                                            | 60                                               |

- Измерьте фактическую скорость потоков детектора.
- Возможно, колонка установлена слишком высоко в детекторе.
- Убедитесь, что воспламенитель ПФД+ работает.
- Во время последовательности зажигания отобразите на экране скорость потока воздуха. Скорость потока воздуха должна приближаться к 400 мл/мин при попытках зажечь пламя. В противном случае давление подаваемого воздуха будет недостаточным.
- Проверьте скорость потоков колонки и поддувочного газа.
- Убедитесь, что конденсат в трубке напуска не попадает обратно в детектор. Для правильного высушивания водного конденсата гибкая пластиковая трубка напуска должна вести, не провисая, от детектора к контейнеру. Открытый конец трубки должен находиться над водой в контейнере.
- Проверьте значение **Порог зажигания**. Обычное значение параметра **Порог зажигания** — 2. При нулевом значении функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- Если пламя по-прежнему не горит, это может говорить о крупной утечке в системе. В результате возникают различия между измеренными и фактическими значениями скорости потока, что приводит к неподходящим условиям для зажигания. Тщательно проверьте всю систему на наличие утечек. (См. **«Проверка отсутствия утечек»** на стр. 119.)

- Попробуйте увеличить давление подачи в модуль потока ПФД+. Это упростит зажигание и не потребует изменения заданных значений.
- Проверьте значение **Порог зажигания**. При нулевом значении функция автоматического зажигания отключается. При слишком большом значении программа не сможет определить, что пламя горит, и отключит детектор.
- В определенных рабочих условиях пламя проще зажечь, сняв трубку для напуска. После того как пламя зажжется, установите трубку для напуска на место.
- Проверьте подключение кабелей к муфте, подключение муфты к свече, затяжку свечи.

## Кран 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 фактически меньше, чем +16.5 В. Все клапаны отключены во избежание неисправной работы.

После возобновления полной подачи напряжения ГХ переходит в состояние готовности.

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

### Газовые краны дозаторы

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

### Многопозиционный клапан

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

- Многопозиционный клапан находится не в заданной 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 перейдет в состояние готовности.
- Заданное значение BCD для выходной полярности клапана BCD неправильное. Скорее всего клапан завершит работу с ошибкой выключения «Недопустимое положение» или «Не включается».
- Если клапан засорен или проба вязкая, время переключения может быть слишком коротким для включения клапана. Увеличьте время переключения.

## Признаки, связанные с выключением

- Выключения из-за проблем с колонкой 104
- Отключения из-за проблем с подачей водорода 105
- Выключения из-за проблем с воздухом в детекторе 107
- Выключение MC 108
- Выключения вследствие нарушений температуры 110

## Выключения из-за проблем с колонкой

ГХ контролирует канал ввода и вспомогательные потоки газа. Если газ-носитель (для которого может использоваться дополнительный модуль потока или модуль пневматического управления) не может достигнуть заданного значения потока или давления, ГХ регистрирует утечку. По прошествии 25 секунд подается предупреждающий звуковой сигнал, затем звуковой сигнал подается с некоторым интервалом. По прошествии приблизительно 5 минут ГХ выключает компоненты, чтобы создать безопасное состояние. ГХ выполняет следующие действия.

- Выводит сообщение **Отключение давления в ближнем канале ввода**.
- Выключается для предотвращения повреждения колонок.
- Наполовину открывает откидные клапаны сзади термостата.
- Отключает все потоки колонки. Во время просмотра мигает индикатор параметров **Выкл.**. Например, будут отключены поток обдува септы и поток колонки для канала ввода с/без деления потока.
- Выключает все остальные нагреватели. Во время просмотра мигает индикатор параметров температуры **Выкл.**.
- При попытке активации зоны выключения появляется сообщение об ошибке.
- Выключает нить накала ДТП.
- Выключает воспламенитель ПИД или ПФД+, а также потоки воздуха и газа горения.
- Выключает таблетку АФД, а также потоки воздуха и газа горения.
- 8890: обменивается данными с МС (при наличии), чтобы МС мог отреагировать на событие выключения.

Чтобы выйти из этого состояния, выполните следующее.

- 1 Устраните причину выключения. Проверьте подачу газа-носителя. Для ГХ требуется подача газа под давлением на 70 кПа (10 psi) выше максимального давления, использованного во время цикла. См. Руководство Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и ALS.
  - Убедитесь, что колонка рядом с каналом ввода не повреждена.
  - Убедитесь в отсутствии течей.
  - Замените септу канала ввода.
  - Замените кольцевой уплотнитель канала ввода.
  - Проверьте давление подачи.
- 2 Выберите **Диагностика**. Выберите предупреждение. Выберите **Очистить состояние выключения - Вкл.**, чтобы очистить предупреждение и включить все зоны. Выберите **Очистить состояние выключения - Выкл.**, чтобы очистить предупреждение и включить все зоны, кроме зоны выключения.

## Отключения из-за проблем с подачей водорода

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

### Водород используется в каналах ввода и вспомогательных потоках газа

ГХ контролирует канал ввода и вспомогательные потоки газа. Если поток не может достичь заданного значения скорости или давления и он сконфигурирован на использование водорода, ГХ регистрирует течь. 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 **Отключение по причине водородной безопасности**.
- Закрывает клапан подачи газа-носителя в канал ввода и отключает элементы управления давлением и потоком.
- Открывает клапаны напуска с делением потока в каналах ввода с/без деления потока и каналах ИПТИ.
- Выключает нагреватель термостата и вентилятор, а также открывает откидные клапаны термостата.
- Выключает все нагреватели (в том числе все устройства, подключенные к вспомогательному пульту управления нагревателя, например нагреватели коробки клапанов или нагреватели линии передачи).
- Выключает нить накала ДТП.
- Выключает воспламенитель ПИД или ПФД+, а также потоки воздуха и газа горения.
- Выключает таблетку АФД, а также потоки воздуха и газа горения.
- Подает сигнал тревоги.
- 8890: Обменивается данными с МС (при наличии), чтобы МС 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 колпачками или заглушками. Потоки водорода должны быть заданы в конфигурации таким образом, чтобы ГХ было известно о них.**

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

- 1 Устраните причину выключения.
  - Замените септу канала ввода. См. Руководство по обслуживанию.
  - Замените кольцевой уплотнитель канала ввода. См. Руководство по обслуживанию.

- Убедитесь, что колонка не повреждена.
  - Проверьте давление подачи. Убедитесь, что подача газа соответствует рекомендациям по давлению, приведенным в Руководстве Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и ALS.
  - Проверьте систему на отсутствие утечек. См. [Советы по проверке отсутствия утечек](#).
- 2 Отключите и снова включите электропитание ГХ.
  - 3 Выберите **Диагностика**. Выберите предупреждение. Выберите **Очистить состояние выключения - Вкл.**, чтобы очистить предупреждение и включить все зоны. Выберите **Очистить состояние выключения - Выкл.**, чтобы очистить предупреждение и включить все зоны, кроме зоны выключения.

## Водородный датчик

В случае наличия дополнительного водородного датчика, ГС выполнит отключение по причине водородной безопасности, если датчик зафиксирует в термостате концентрацию необгоревшего водорода на уровне 1% (примерно 25% нижнего предела взрываемости водорода).

## Выключения из-за проблем с воздухом в детекторе

При использовании воздуха в качестве газа горения (вместе с водородом) в детекторе, недостаточная подача воздуха вызовет отключение воздушного канала. Кроме того, потоки **Воздух** и **Водород**, которые подаются в соответствующий детектор, перейдут в состояние **Выкл.**

Чтобы выйти из этого состояния, выполните следующее.

- 1 Устраните причину выключения. Проверьте подачу воздуха. Для ПИД и АФД требуется подача газа под давлением 380–690 кПа (55–100 psi). Для ПФД+ требуется подача газа под давлением 690–827 кПа (100–120 psi). См. Руководство Agilent по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и ALS.
- 2 Выберите **Диагностика**. Выберите предупреждение. Выберите **Очистить состояние выключения - Вкл.**, чтобы очистить предупреждение и включить все зоны. Выберите **Очистить состояние выключения - Выкл.**, чтобы очистить предупреждение и включить все зоны, кроме зоны выключения.

## Выключение МС

Если ГХ получает сигнал о выключении от заданного в конфигурации МС (или теряет с ним связь), ГХ реагирует путем следующих изменений.

- Выключает термостат колонки.
- Устанавливает низкое значение давления/потока для тракта потока МС.
- Выключает поток водорода, используемого в качестве газа-носителя (если используется).
- Прерывает текущий цикл.
- Выключает нагреватель интерфейса МС.
- Блокирует все изменения значений параметров.

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

Во время устранения неполадок при выключении МСД выполните следующие действия.

- 1 Просмотрите все события и журналы ГХ, МС и системы данных. ГХ переходит в состояние отключения 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.

### 5977A, 7000C, 7010:

- a Выберите **Параметры > Конфигурация > Детекторы**.
- b Флажок **Включить соединения** должен быть установлен. В противном случае проверьте IP-адреса ГХ и МС, указанные в параметрах ГХ, МС и ПК. Для всех трех расположений должны быть указаны одни и те же IP-адреса ГХ и МС.
- c Проверьте подключение ГХ и МС к локальной сети. Работает ли коммутатор или концентратор локальной сети?

### 5977B:

- a Выберите **Параметры > Конфигурация > Детекторы**.
- b Флажок **Включить соединения** должен быть установлен.
- c Проверьте подключение ГХ и МС к локальной сети. Работает ли коммутатор или концентратор локальной сети?

## Выход из состояния выключения МС

В отличие от других случаев выключения, из этого состояния невозможно выйти, отключив заданное значение (это связано с тем, что изменения заданного значения блокируются). Вместо этого отключите связь между ГХ и МС, чтобы выйти из данного состояния.

- 1 Выберите **Параметры > Конфигурация > Детекторы**.
- 2 Выберите флажок **Включить соединения**, чтобы снять его.

Если выключение было запущено со стороны ГХ, теперь можно устранить неисправность и исправить сбой ГХ.

## Действия после выхода из состояния отключения МС

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

- 1 Выберите **Параметры > Конфигурация > Детекторы**.
- 2 Выберите флажок **Включить соединения**, чтобы установить его.

## Выключения вследствие нарушений температуры

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

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

Чтобы выйти из этого состояния, выполните следующее.

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

## Устранение неисправностей электроники Признаки включения и обмена данными ГХ

ГХ не включается 112

Не удается установить связь между ГХ и компьютером 113

Не удается установить связь между ГХ и заданным в конфигурации МС или ПП 114

ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время самопроверки) 115

## ГХ не включается

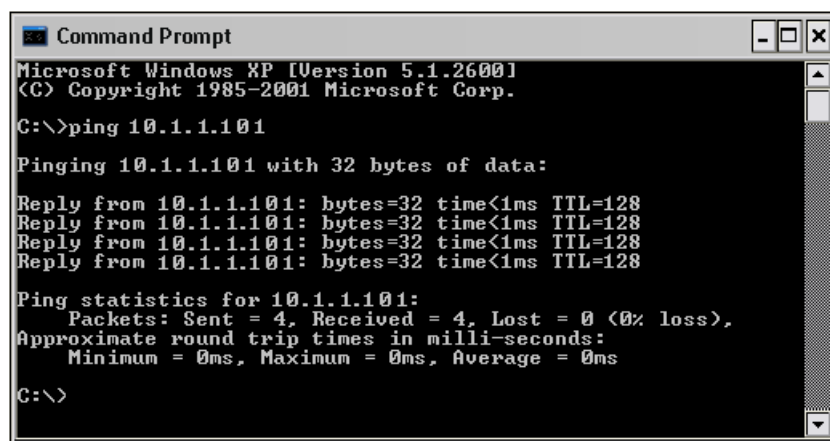
Если ГХ не включается, выполните следующее.

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

## Не удастся установить связь между ГХ и компьютером

- Запустите проверку **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 об успешном результате. 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
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

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

C:\>
  
```

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

Если проблема заключается в том, что система данных не может подключиться к ГХ, проверьте, не управляется ли ГХ со стороны другого ПК. На клавиатуре ГХ нажмите **Настройки > Системные параметры > Сеть**. Если компьютер подключен к ГХ, его сетевое имя отобразится ниже строки **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.

## Не удастся установить связь между ГХ и заданным в конфигурации МС или ПП

- 1 Во-первых, убедитесь, что включена связь между ГХ и МС (или ГХ и ГС).

Для МСД или МС:

**a** Выберите **Параметры > Конфигурация > Детекторы**.

**b** Прокрутите до флажка **Включить соединения**.

Для ГС выполните следующее.

**a** Выберите **Параметры > Конфигурация > Парофаза**.

**b** Прокрутите до флажка **Включить соединения**.

Если флажок **Включить соединения** не установлен, установите его.

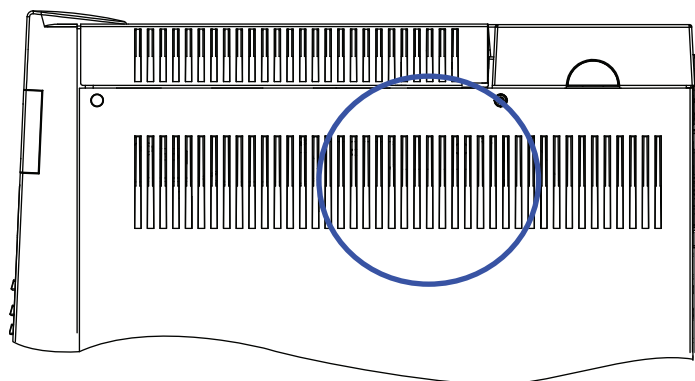
Если этот флажок установлен, но ГХ не может установить соединение, продолжите устранение неполадок.

- 2 Убедитесь, что IP-адрес ГХ введен правильно там, где это требуется. IP-адрес ГХ можно найти в разделе **Настройки > Системные параметры > Сеть**.
- 3 **5977A, 7000C, 7010**: Убедитесь, что IP-адрес МС или ГС правильно введен в ГХ. Сравните эту запись с IP-адресом, отображаемым на дисплее МС или ГС.  
**5977B**: Убедитесь, что IP-адрес МС введен правильно там, где это требуется.
- 4 **5977A, 7000C, 7010**: Если используется МС, с помощью клавиатуры МС проверьте IP-адреса МС и ГХ, введенные в МС. Они должны полностью совпадать с адресами, введенными в ГХ.
- 5 Если используется ГС, с помощью клавиатуры ГС проверьте IP-адреса ГС и ГХ, введенные в ГС. Они должны полностью совпадать с адресами, введенными в ГХ.
- 6 Если адреса введены правильно как в ГХ, так и в МС или ГС, проверьте каждый прибор с помощью команды **ping** с компьютера в той же локальной сети. (См. "**Не удастся установить связь между ГХ и компьютером**" для получения более подробной информации о компьютерной команде **ping**.)
- 7 При использовании системы данных Agilent проверьте IP-адреса ГХ, ГС и МС, введенные в программное обеспечение системы данных. Как и в предыдущих случаях, они должны полностью совпадать со значениями, введенными в каждый прибор.

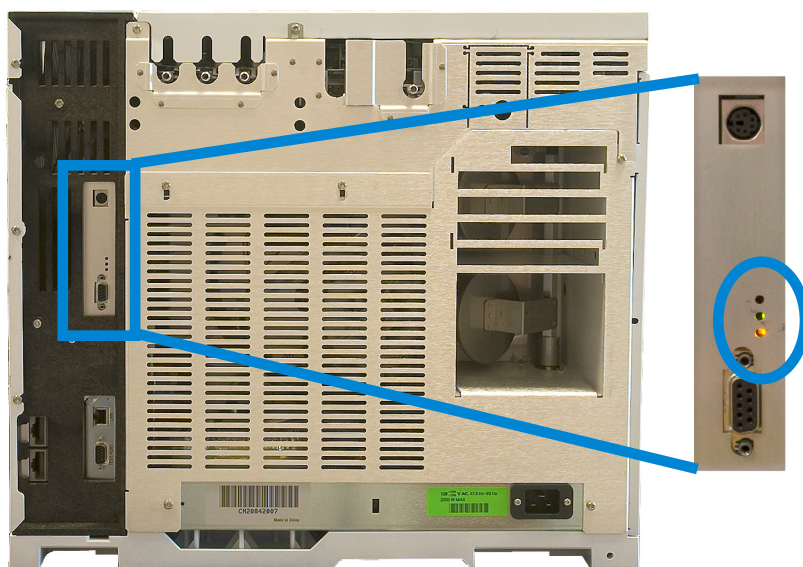
## ГХ включается, а затем перестает работать при запуске (во время самопроверки)

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

- 1 Переведите выключатель электропитания ГХ в положение **Выкл.** Подождите 1 минуту, затем переведите выключатель электропитания ГХ в положение **Вкл.**
- 2 Если ГХ не возвращается в нормальное состояние, запишите сообщения, отобразившиеся на дисплее. Осмотрите заднюю панель ГХ. Над соединителем REMOTE располагаются индикаторы (зеленый, желтый или красный), которые могут мигать или светиться непрерывно. (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, которую необходимо предоставить при обращении в службу поддержки Agilent**» на стр. 15".)



Старая модель ГХ: индикаторы можно увидеть на боковой панели.





- Советы по проверке отсутствия утечек 120
- Проверка внешних утечек 121
- Проверка утечек ГХ 123
- Утечки в фитингах капиллярной колонки 124
- Проверка отсутствия утечек в канале ввода 125
- Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления 126
- Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока вручную 128
- Проверка отсутствия утечек в многорежимном канале ввода вручную 131
- Устранение утечек в многорежимном канале ввода 134
- Во время проверки на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой 135
- Устранение утечек в набивном канале ввода с продувкой 136
- Устранение утечек в канале ввода СОС 137
- Устранение утечек в канале ввода ИПТИ 138
- Устранение утечек в порте для летучих соединений 139

## Советы по проверке отсутствия утечек

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

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

### ОСТОРОЖНО!

**Водород (H<sub>2</sub>) 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 самовозгорания или самовоспламенения таблетки.**

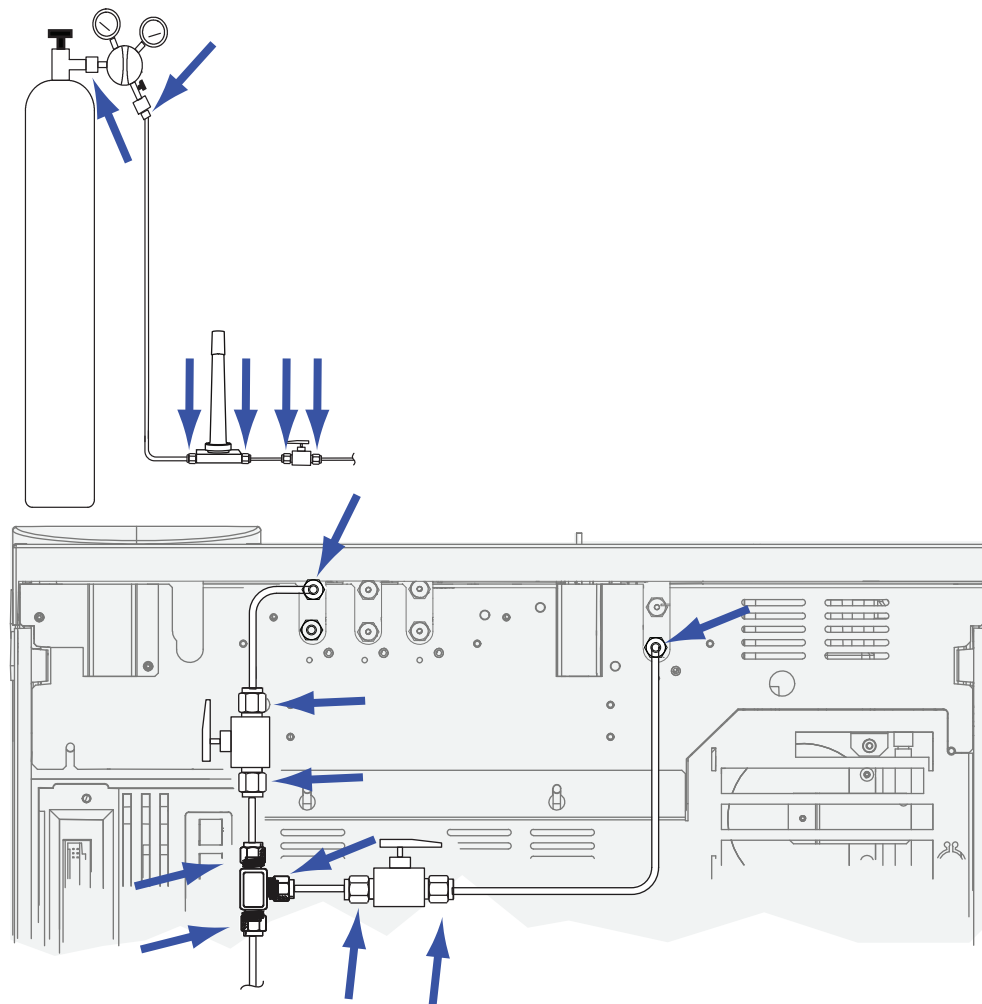
### ОСТОРОЖНО!

**Могут присутствовать опасные образцы газов.**

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

## Проверка внешних утечек

Проверьте отсутствие утечек в следующих соединениях.



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

Выполните проверку падения давления.

- 1 Отключите ГХ.
- 2 Установите давление редуктора на уровне 415 кПа (60 psi).

## 7 Проверка отсутствия утечек

- 3 Поверните кран регулировки давления редуктора против часовой стрелки до конца, чтобы отключить клапан.
- 4 Подождите 10 минут. Если давление снизилось больше, чем на 7 кПа (1 psi), значит, во внешних соединениях имеется утечка.

## Проверка утечек ГХ

Проверьте отсутствие утечек в следующих соединениях.

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

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

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

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

- **Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления**

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

- **Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока вручную**
- **Проверка отсутствия утечек в многорежимном канале ввода вручную**
- **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.

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

## Проверка отсутствия утечек в канале ввода

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

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

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

Для запуска проверки выполните следующие действия.

- 1 Выберите **Диагностика > Тесты диагностики > Каналы ввода**, выберите необходимый канал ввода, а затем — **Проверка на утечки и ограничения**.
- 2 Выберите **Начать тест**.

### Примечание!

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

- 3 Если проверка все еще не пройдена, выполните следующие действия.
- 4 Замените
  - септу
  - Установите колонку в канал ввода.
  - Замените лайнер и его кольцевой уплотнитель.
  - Откройте ловушку напуска с делением потока и проверьте положение кольцевого уплотнителя. Замените ловушку разделенной вентиляции при необходимости.

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

- **Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления**
- **Во время проверки на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой**

## Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления

Используйте проверку на утечки и ограничения потока, чтобы определить наличие утечки в канале ввода. Откройте программу, выберите ГХ и запустите проверку для канала ввода. См. «[Проверка отсутствия утечек в канале ввода](#)» на стр. 125 и «[Проверка на наличие ограничений сброса с делителя](#)» на стр. 155.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

- Проверьте фитинг колонки с заглушкой и колпачок обдува 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 напуска с делением потока или установите новый картридж и кольцевые уплотнители.
- Затяните соединение линии напуска с делением потока с каналом ввода.

## Проверка затухания давления в набивном канале ввода с продувкой через локальный пользовательский интерфейс

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

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

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

Эта проверка определяет/не определяет следующие типы утечек.

| При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах. | При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах. |
|-------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| Септа                                                                         | Фитинг колонки                                                                   |
| Гайка септы                                                                   | Проходные фитинги подачи газа к модулю потока                                    |
| Кольцевой уплотнитель лайнера                                                 | Трубки и соединения в линии передачи, соединенной с каналом ввода                |
| Золотой уплотнитель/шайба и переходная гайка                                  | Внутренние утечки в модуле ЭКД (клапан обдува септы)                             |

| При проведении этой проверки утечки могут быть обнаружены в следующих местах. | При проведении этой проверки утечки не могут быть обнаружены в следующих местах. |
|-------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| Корпус канала ввода                                                           |                                                                                  |
| Клапан напуска с делением потока коллектора потока                            |                                                                                  |
| Клапан обдува септы коллектора потока                                         |                                                                                  |
| Ловушка и трубки напуска с делением потока                                    |                                                                                  |
| Трубки обдува септы                                                           |                                                                                  |
| Уплотнения в трубках между модулем потока и корпусом канала ввода             |                                                                                  |

Для выполнения этого теста потребуются приведенные ниже материалы.

- Ферила без отквкртия.
- Гаечный ключ 1/4".
- Термостойкие перчатки (если канал ввода горячий).
- Гайка колонки.
- Новая септа.
- Кольцевой уплотнитель
- Пробка детектора ЭЗД/ДТП (каталожный номер 5060-9055).

5 Выберите **Диагностика > Тесты диагностики > Каналы ввода**.

6 Выберите **Проверка падения давления**.

7 Выберите **Начать тест**.

8 Следуйте инструкциям, представленным в локальном пользовательском интерфейсе.

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

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

## Проверка отсутствия утечек в канале ввода с/без деления потока вручную

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

### Не удается достичь заданного значения давления

Если канал ввода с/без деления потока не достигает заданного значения давления, ГХ будет находиться в режиме «Не готов». Индикатор состояния под сенсорным экраном и лоток состояния на сенсорном экране будут оранжевого цвета. ГХ выключится примерно через 5,5 минуты, если канал ввода не достигнет необходимых показателей давления и управляемости.

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

- 1 Убедитесь в достаточном давлении подачи газа, поступающего в ГХ, и убедитесь в отсутствии утечек в системе подачи газа (см. [Проверка внешних утечек](#)). Давление в канале ввода должно быть на 70 кПа (10 psi) выше самого высокого давления, используемого в методе.
  - 120psi —максимальный уровень для канала ввода, рассчитанного на 0-100psi.
  - 170psi —максимальный уровень для канала ввода, рассчитанного на 0-150psi.
- 2 Проверьте настройку суммарной скорости потока. Суммарный поток должен быть достаточно сильным, чтобы поддерживать давление в канале ввода на всем протяжении цикла. Колонки большого диаметра требуют более высокой скорости потоков. Как правило, достаточный уровень скорости — 50 мл/мин. Для увеличения суммарной скорости потока выполните следующие действия.
  - Увеличьте соотношение деления при режиме с делением потока
  - Увеличьте поток продувки при режиме без деления потока
- 3 Если давление остается низким, переходите к следующему шагу.
- 4 Выполните проверку на наличие утечек в канале ввода во время цикла. См. ["Проверка отсутствия утечек в канале ввода"](#). Представление о величине утечки дает суммарная скорость потока. Следите за суммарной скоростью потока при проверке или затяжке следующих креплений.
  - Гайка септы
  - Колонка
  - Ловушка напуска с делением потока и кольцевые уплотнители
  - Лайнер/кольцевые уплотнители
  - Золотой уплотнитель
  - Соединение линии напуска с делением потока с корпусом канала ввода
  - Фитинги блокировки потока на коллекторе потока

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

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

### ОСТОРОЖНО!

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

### Низкая чувствительность или плохая повторяемость

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

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

- 1 Проведите проверку затухания давления в канале ввода. См. **"Проверка на наличие утечек с помощью затухания давления"**. Если проверка пройдена успешно, канал ввода может считаться герметичным. Проверьте другие возможные причины низкой чувствительности или плохой повторяемости.
- 2 Если проверка затухания давления не пройдена, выполните поиск утечки в канале ввода. См. **"Проверка отсутствия утечек в канале ввода"**. Следите за суммарной скоростью потока при проверке или затяжке следующих креплений.
  - Гайка септы
  - Колонка
  - Фильтр сброса с делителя потока
  - Лайнер/кольцевой уплотнитель
  - Золотой уплотнитель
  - Соединение линии напуска с делением потока с корпусом канала ввода
  - Фитинги блокировки потока на коллекторе потока
- 3 Если проверка на наличие утечек (предварительная) не решит проблему, утечка может быть слишком мала для обнаружения с помощью этой проверки. Используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить соединения и фитинги.

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

## Устранение утечек в каналах ввода с/без деления потока

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

- Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
- Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы.
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте установку узла вставки.
- Проверьте лайнер и его кольцевой уплотнитель.
- Если золотой уплотнитель был заменен, проверьте правильность установки.
- Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.

## Проверка отсутствия утечек в многорежимном канале ввода вручную

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

### Не удастся достичь заданного значения давления

Если многорежимный канал ввода ЭКД не достигает заданного значения давления, ГХ будет находиться в режиме «Не готов». ГХ выключится примерно через 5,5 минуты, если канал ввода не достигнет необходимых показателей давления и управляемости.

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

- 1 Убедитесь в достаточном давлении подачи газа, поступающего в ГХ (см. Руководство по подготовке рабочего места для ГХ, ГХ/МС и АПЖМ), и проверьте отсутствие утечек в системе подачи газа (см. «**Проверка внешних утечек**» на стр. 121). Давление в канале ввода должно быть на 70 кПа (10 psi) выше самого высокого давления, используемого в методе.
  - 120psi —максимальный уровень для канала ввода, рассчитанного на 0-100psi.
  - 170psi —максимальный уровень для канала ввода, рассчитанного на 0-150psi.
- 2 Проверьте настройку суммарной скорости потока. Суммарный поток должен быть достаточно сильным, чтобы поддерживать давление в канале ввода на всем протяжении цикла. Колонки большого диаметра требуют более высокой скорости потоков. Как правило, достаточный уровень скорости — 50 мл/мин. Для увеличения суммарной скорости потока выполните следующие действия.
  - Увеличьте соотношение деления при режиме с делением потока
  - Увеличьте поток продувки при режиме без деления потока
- 3 Положите большой палец (или септу) на выходное отверстие напуска с делением потока. Если давление канала ввода начинает расти до заданного значения, обратитесь в Agilent за обслуживанием. Если давление канала ввода начинает расти до контрольного значения, **замените** пропорциональный клапан разделенной вентиляции в модуле потока канала ввода. Если давление остается низким, переходите к следующему шагу.
- 4 Выполните проверку на наличие утечек в канале ввода. См. "**Проверка отсутствия утечек в канале ввода**". Представление о величине утечки дает суммарная скорость потока. Следите за суммарной скоростью потока при проверке или затяжке следующих креплений.
  - Гайка септы
  - Колонка
  - Ловушка напуска с делением потока и кольцевые уплотнители
  - Лайнер/кольцевые уплотнители
  - Соединение линии напуска с делением потока с корпусом канала ввода

- Фитинги блокировки потока на коллекторе потока

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

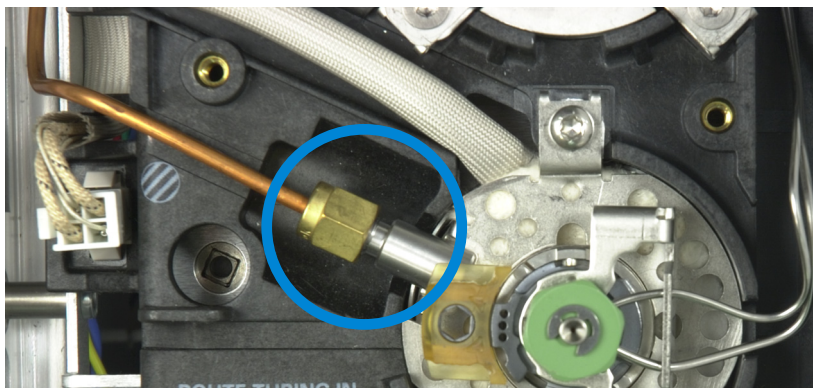
Если проверка не помогла решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

Если проверка не помогла решить проблему, переходите к следующим шагам.

### ОСТОРОЖНО!

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

- 5 Переведите регулятор температуры в канале ввода в положение **Выкл.** и дайте каналу ввода остыть.
- 6 Переведите канал ввода в режим с **делением** потока.
- 7 Установите давление в канале ввода на 25 psi, а общую скорость потока — на 400 мл/мин.
- 8 Снимите вставку и возьмите септу за щель с нижней стороны.
  - Если общая скорость потока падает до 0 мл/мин, а давление поднимается до контрольного значения, вставка, ее трубы и соединения с модулем потока герметичны. Утечка находится где-то на корпусе канала ввода или в разделенной вентиляции. Переходите к **п. 9**.
  - Если давление остается низким, а общая скорость потока — очень высокой, используйте электронный датчик утечек, чтобы проверить герметичность септы, наличие трещин в сварных трубах канала ввода (линии газа-носителя и линии продувки септы), а также наличие утечки в трубных соединениях с модулем потока. Переходите к **п. 9**.
- 9 Проверьте отсутствие утечек во вставке и соответствующих трубах.
  - a Проверьте септу.
  - b Проверьте наличие трещин в трубах вставки. При утечке замените вставку.
  - c Проверьте отсутствие утечек в соединениях с модулем потока. При утечке затяните крепления. Если утечка не устранена, замените кольцевой уплотнитель. Не забудьте очистить поверхность уплотнителя перед установкой нового кольцевого уплотнителя.



- d** Проверьте ловушку разделенной вентиляции. Убедитесь, что кольцевые уплотнители на картридже фильтра установлены правильно, а гайка с насечкой надежно затянута.

**10** После устранения проблемы проведите испытание затухания давления.

## Низкая чувствительность или плохая повторяемость

Небольшая утечка в многорежимном канале ввода 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 фитингов и деталей, которые проверялись.

- 1** Проведите проверку затухания давления в канале ввода. Если проверка пройдена успешно, канал ввода может считаться герметичным. Проверьте другие возможные причины низкой чувствительности или плохой повторяемости.
- 2** Если проверка затухания давления не пройдена, переведите канал ввода в режим с делением потока. Установите скорость потока в колонке на значение 3 мл/мин, скорость потока обдува септы — на 3 мл/мин, а скорость потока продувки — на 50 мл/мин. Нажмите кнопку . Следите за значением суммарного потока через канал ввода. Если суммарная скорость потока намного превышает 6 мл/мин, проверьте и затяните следующие крепления:
  - Гайка септы
  - Колонка
  - Фильтр сброса с делителя потока
  - Лайнер/кольцевой уплотнитель
  - Соединение линии напуска с делением потока с корпусом канала ввода
  - Фитинги блокировки потока на коллекторе потока

Если проблема не устранена, утечка может быть небольшой.

- 3** Используйте электронный детектор утечек, чтобы проверить соединения и фитинги. Если проверка не помогла решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

## Устранение утечек в многорежимном канале ввода

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

- Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
- Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
- Проверьте затяжку гайки септы.
- Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Проверьте установку узла вставки.
- Проверьте лайнер и его кольцевой уплотнитель.
- Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.

## Во время проверки на наличие утечек с помощью затухания давления в набивном канале ввода с продувкой

Используйте проверку затухания давления в набивном канале ввода с продувкой для поиска утечек в канале ввода данного типа.

Если проверка не пройдена, выполните следующие действия.

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

## Устранение утечек в набивном канале ввода с продувкой

- 1 Если канал ввода не проходит проверку на наличие утечек, проверьте следующее.
  - Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
  - Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
  - Проверьте затяжку гайки септы.
  - Проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
  - Проверьте надежность затяжки верхней вставки.
  - Замените кольцевой уплотнитель.
  - Также проверьте стеклянную вставку.
  - Замените уплотнитель ферулы на переходнике.
  - Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.
- 2 Если эти шаги не помогли решить проблему, обратитесь в Agilent за обслуживанием.

## Устранение утечек в канале ввода СОС

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

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

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

## Устранение утечек в канале ввода ИПТИ

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

- Проверьте все колпачки и заглушки, используемые при проверке. Убедитесь, что они установлены правильно и плотно.
- Если вы выполнили проверку на утечку после проведения технического обслуживания, проверьте правильность установки деталей, осмотренных во время обслуживания.
- При использовании головки с септой проверьте затяжку гайки септы.
- При использовании головки с септой проверьте септу. Замените старую или поврежденную септу.
- Убедитесь, что узел головки с септой или без септы установлен надежно.
- Замените лайнер и ферулу Graphpak 3D.
- Проверьте уплотнение переходника Graphpak в корпусе канала ввода. Замените серебристый уплотнитель и заново установите переходник, если это необходимо.
- При использовании головки без септы проверьте наличие утечек вокруг направляющего колпачка. Замените фторопластовую ферулу в направляющем колпачке.
- Проверьте наличие утечек в ловушке напуска с делением потока. При необходимости затяните ее. Замените фильтр и кольцевые уплотнители ловушки напуска с делением потока.
- Убедитесь, что температура канала ввода остается постоянной в течение всей проверки.

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

## Устранение утечек в порте для летучих соединений

Если канал ввода 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 обслуживания.
- Соединения напуска с делением потока и датчиков давления в порте.
- Соединение пробоотборника с портом.
- Пробоотборник.

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



|                                                                                     |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Измерение скорости потока колонки                                                   | 142 |
| Измерение скорости потока сброса с делителя или потока обдува септы                 | 146 |
| Измерение скорости потока детектора                                                 | 148 |
| Выполнение самопроверки ГХ                                                          | 153 |
| Проверка или мониторинг противодавления в линии сброса с делителя                   | 154 |
| Проверка на наличие ограничений сброса с делителя                                   | 155 |
| Настройка порога зажигания ПИД                                                      | 156 |
| Проверка горения пламени ПИД                                                        | 157 |
| Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания | 158 |
| Измерение тока утечки в ПИД                                                         | 159 |
| Измерение выходной базовой линии ПИД                                                | 160 |
| Определение причины шума ПИД                                                        | 161 |
| Измерение тока утечки в АФД                                                         | 162 |
| Проверка наличия засоренного сопла ПИД                                              | 163 |
| Проверка наличия засора сопла АФД                                                   | 164 |
| Проверка воспламенения таблетки АФД                                                 | 165 |
| Проверка горения пламени ПФД+                                                       | 166 |
| Настройка порога зажигания ПФД+                                                     | 167 |
| Замена очистителей газа                                                             | 168 |
| Игнорирование состояния готовности устройства                                       | 169 |

## Измерение скорости потока колонки

### Измерение скорости потока колонки с ПИД, ДТП, ЭЗД и ПФД+

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

#### ОСТОРОЖНО!

Водород (H<sub>2</sub>) 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 самовозгорания или самовоспламенения таблетки.

#### ОСТОРОЖНО!

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

- 1 Подготовьте следующее.
  - Подходящий адаптер для измерителя скорости потока (включен в комплект поставки ГХ)
  - Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.
- 2 Отключите детектор.
- 3 Отключите потоки в детекторе.
- 4 Подключите подходящий адаптер к выходу детектора.

#### Примечание!

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

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



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



## 8 Процедуры устранения неполадок

В случае ПФД+: извлеките пластиковую трубку из выхода ПФД+ и подсоедините измеритель скорости потока непосредственно к трубке сброса ПФД+. При необходимости соедините выход детектора с трубкой измерителя переходником 1/4 дюйма.



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

## Измерение скорости потока колонки с АФД

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



- Вставку для измерения скорости потока (19301-60660).
  - Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.
- 2 Отключите таблетку.
  - 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 Удалите таблетку и осторожно отложите ее в сторону для последующей установки на место.
  - 5 Вставьте переходной инструмент для измерителя скорости потока АФД в коллектор АФД.

## 8 Процедуры устранения неполадок

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



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

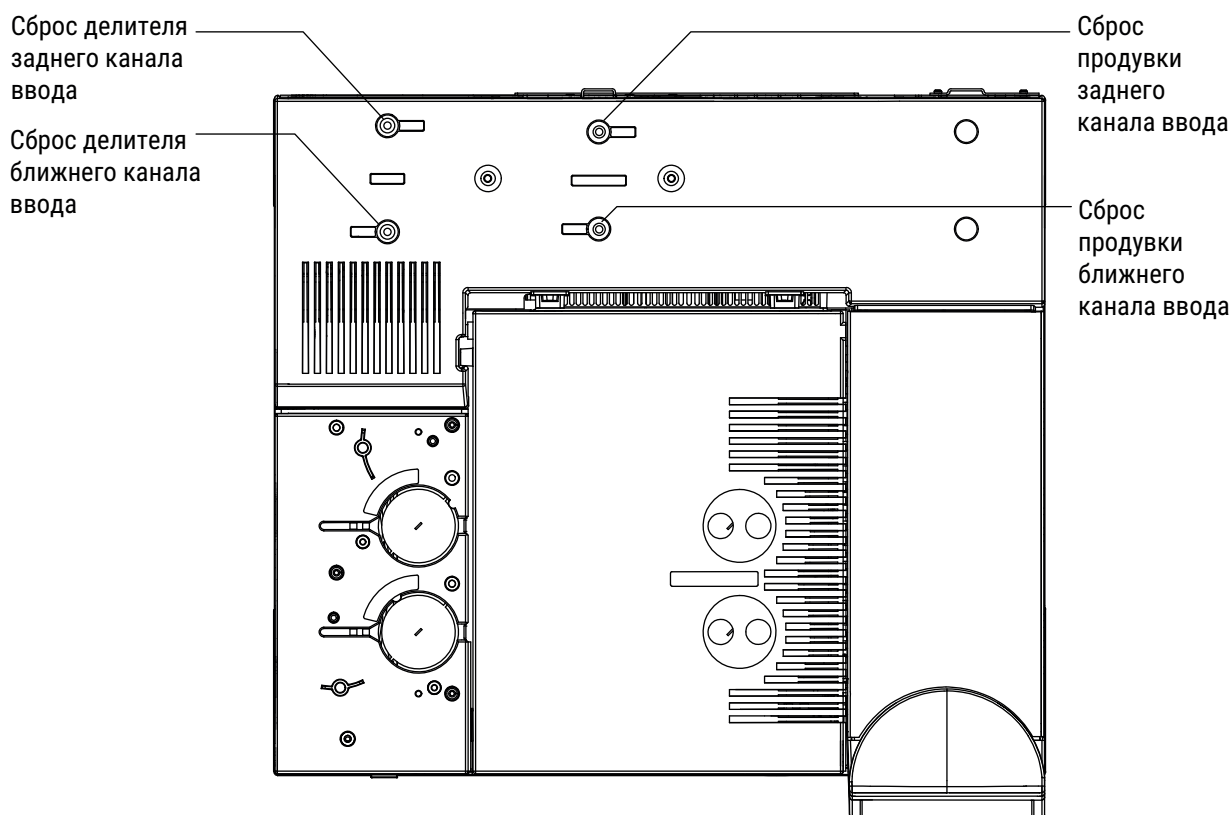
## Измерение скорости потока сброса с делителя или потока обдува септы

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

### ОСТОРОЖНО!

**Водород (H<sub>2</sub>) 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 самовозгорания или самовоспламенения таблетки.**

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



Для измерения скорости потока сброса с делителя потока или потока обдува септы подсоедините измеритель скорости потока к соответствующей трубке. Снимите пневматическую крышку ГХ для доступа к выходам задних каналов ввода.

- Для сброса делителя имеется фитинг 1/8" Swagelok с резьбой. Вентиляционные отверстия имеют фитинг 1/8 дюйма Swagelok с резьбой. Для подсоединения к фитингу 1/8" с резьбой трубки 1/8" подготовьте и используйте переходник 1/8" (как показано ниже). Это предотвратит утечки в области резьбы резиновых трубок измерителя скорости потока, которые приведут к получению неправильных значений измерения.



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

## Измерение скорости потока детектора

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

- Ограничения в линии подачи, что приведет к появлению сообщения **Не готов** на дисплее ГХ (все детекторы)
- Утечка в колонке или фитинге адаптера колонки (все детекторы)
- Засоренное сопло (ПВД, АФД).
- Утечка в камере сгорания, через уплотнение окна или воспламенителя (ПФД+)
- Датчик давления, требующий обнуления.
- Клапан ЭКД, работающий неправильно.

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

### Измерение скорости потока ПВД, ДТД, ЭЗД и ПФД+

#### ОСТОРОЖНО!

Водород ( $H_2$ ) 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 самовозгорания или самовоспламенения таблетки.

- 1 Подготовьте следующее.
  - Подходящий адаптер для измерителя скорости потока (включен в комплект поставки ГХ)
  - Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.

#### ВНИМАНИЕ!

Для предотвращения повреждения колонки охладите термостат перед отключением потока колонки.

- 2 Установите для термостата комнатную температуру (35 °C).
- 3 Отключите поток и давление колонки.
- 4 Отключите подачу всех газов в детекторах.
- 5 Выключите (где это применимо): горелку ПВД, горелку ПФД+ или нить накала ДТД.
- 6 Охладите детектор.
- 7 Подключите подходящий адаптер к выходу детектора.

### Примечание!

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

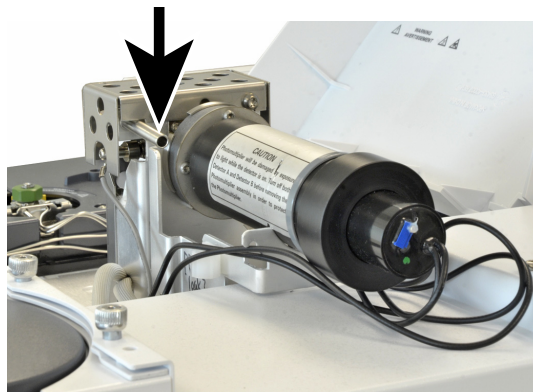
Резиновая переходная трубка подключается непосредственно к выходу напуска ЭЗД или ДТП.



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



В случае ПФД+: извлеките пластиковую трубку из выхода ПФД+ и подсоедините измеритель скорости потока непосредственно к трубке сброса ПФД+. При необходимости соедините выход детектора с трубкой измерителя переходником 1/4 дюйма.



## 8 Процедуры устранения неполадок

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

## Измерение скорости потоков АФД

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



- Вставку для измерения скорости потока (19301-60660).
  - Электронный измеритель скорости потока, откалиброванный для соответствующего газа и скорости потока.
- 2 Выключите таблетку.
  - 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 Удалите таблетку и осторожно отложите ее в сторону для последующей установки на место.
- 5 Вставьте переходной инструмент для измерителя скорости потока АФД в коллектор АФД.

## 8 Процедуры устранения неполадок

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



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

## Выполнение самопроверки ГХ

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

## Проверка или мониторинг противодавления в линии сброса с делителя

Agilent предоставляет встроенное средство проверки, которое измеряет противодавление в ловушке напуска с делением потока и линии напуска с делением потока для каналов ввода с/без деления потока, многорежимных каналов ввода, а также каналов ИПТИ и КВЛС. В ходе этой проверки измеряется давление, образуемое на пути напуска с делением потока при заданной пользователем скорости потока. Эта скорость потока может являться заданным значением метода **Разделенный поток** или по умолчанию равняться 400 мл/мин (значение, которое используется Agilent для сравнения с «типичными» значениями).

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

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

- Установленный лайнер.
- Используемая скорость потока.

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

В ходе проверки выявляется следующее.

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

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

## Проверка на наличие ограничений сброса с делителя

Для выполнения этого теста могут понадобиться перечисленные ниже материалы.

- Муфта без отверстия (5020-8294) и гайка колонки (5181-8130) или переходная гайка капиллярной колонки (5020-8294).
- Гаечный ключ 1/4".

Термостойкие перчатки (если канал ввода горячий).

Из локального интерфейса пользователя:

- 1 Выберите **Диагностика > Тесты диагностики > Каналы ввода**.
- 2 Выберите **Тест ограничений сброса с делителя потока**.
- 3 Следуйте инструкциям, появляющимся в локальном пользовательском интерфейсе.

## Настройка порога зажигания ПИД

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

- 1 Выберите **Настройки > Конфигурация > Детектор**.
- 2 Коснитесь значения параметра **Порог зажигания**, чтобы отобразить клавиатуру. С помощью клавиатуры введите необходимое значение.
- 3 Порог зажигания должен составлять  $< 2,0$  пА или ниже обычного значения ПИД при горении.
- 4 Выберите **Применить**, чтобы сохранить изменения.

## Проверка горения пламени ПИД

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

Обычно при горении пламени в ПИД значение выходного сигнала составляет от 5 до 20 пА, а при отсутствии горения -  $< 2$  пА.

Если пламя не горит, выполните следующие действия.

- Убедитесь, что температура детектора выше 150 °C. Agilent рекомендует эксплуатацию ПИД при  $\geq 300$  °C.
- Проверьте правильность параметров потоков детектора.
- Проверьте сопло на наличие загрязнений.
- Убедитесь, что сопло установлено правильно.
- Проверьте соединения колонки на отсутствие утечек.

## Проверка работоспособности воспламенителя ПИД во время последовательности зажигания

**ОСТОРОЖНО!**

При выполнении процедуры не подносите руки и не наклоняйтесь над выходом ПИД. При использовании водорода пламя ПИД будет невидимым.

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

## Измерение тока утечки в ПИД

- 1 Загрузите аналитический метод.
  - Убедитесь в наличии приемлемых потоков для зажигания.
  - Нагрейте детектор до рабочей температуры или до 300 °C.
- 2 Выключите пламя ПИД.
- 3 Убедитесь, что электрометр ПИД включен.
- 4 Выберите элементы **Метод > Детекторы**, а затем прокрутите список, пока не увидите пункт **Особенности детектора**.
- 5 Убедитесь, что выходной сигнал стабилен и составляет < 1,0 пА.

Если выходной сигнал нестабилен или составляет > 1 пА, выключите газовый хроматограф и убедитесь в правильной сборке компонентов в верхней части ПИД и отсутствии загрязнений. Если в детекторе присутствуют загрязнения, выполните отжиг ПИД.
- 6 Включите горелку.

## Измерение выходной базовой линии ПИД

- 1 При установленной колонке загрузите метод проверки.
- 2 Установите для термостата температуру 35 °C.
- 3 Выберите элементы **Метод > Детекторы**, а затем прокрутите список, пока не увидите пункт **Особенности детектора**.
- 4 После зажигания пламени и приведения ГХ в состояние готовности убедитесь, что выходной сигнал стабилен и составляет < 20 пА (это может занять некоторое время).
- 5 Если выходной сигнал нестабилен или составляет > 20 пА, возможно, в системе или газе присутствуют загрязнения. Если в детекторе присутствуют изолированные загрязнения, выполните отжиг ПИД.

## Определение причины шума ПИД

Наличие шума ПИД обуславливается механическими, электрическими и химическими факторами. Иногда шум ПИД является субъективным параметром. Часто шумы в базовой линии ПИД рассматриваются на основании опыта работы с данным детектором или в сравнении с другим детектором в лаборатории. Для правильной диагностики шумов важно оценивать шум детектора согласно задокументированным условиям в сравнении с известным стандартом. См. более подробную информацию о шуме в разделе **«Шумы детектора, включая отклонение, дрейф и выбросы базовой линии»** на стр. 51.

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

Для определения причины шума ПИД выполните следующие действия.

- 1 Если проверка на шум не пройдена, снимите колонку и повторно изучите шум детектора с закрытым ПИД и горящим пламенем, используя только водород/воздух и поддувочные газы детектора. Если проверка пройдена, причина заключается в загрязненной колонке или газе-носителе.
- 2 Если проверка на шум не пройдена без установленной колонки, повторите испытания только с водородом и воздухом, отключив поток поддувочного газа. Если проверка пройдена, причина заключается в загрязненном поддувочном газе.
- 3 Если проверка на шум все еще не пройдена, см. **Измерение тока утечки в ПИД**.
- 4 Если проверка на наличие утечки не пройдена, замените или очистите коллектор и фторопластовые изоляторы, соединитель с пружиной и/или всю сборку электрометра ПИД.
- 5 Если проверка на наличие утечки пройдена, причина заключается в загрязненном сопле или загрязненных элементах подачи водорода или воздуха в детектор (газы, трубки, ловушки), особенно если фоновый сигнал детектора в состоянии горения составляет  $> 20$  пА.

## Измерение тока утечки в АФД

- 1 Загрузите аналитический метод.
- 2 Установите для параметра **Регулировка смещения АФД** значение **Выкл.** и отключите таблетку.
  - Оставьте АФД на рабочей температуре.
  - Оставьте потоки включенными или выключенными.
- 3 Выберите элементы **Метод > Детекторы**, а затем прокрутите список, пока не увидите пункт **Особенности детектора**.
- 4 Убедитесь, что выходной сигнал (ток утечки) стабилен и составляет < 1 пА.
- 5 Уровень выходного сигнала должен медленно упасть до 0 пА и стабилизироваться в десятой части пикоампера. Значение тока > 2,0 пА указывает на проблему.

## Проверка наличия засоренного 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 удерживания пиков. Засорение сопла чаще всего происходит с колонками с толстой пленкой, высоким уносом неподвижной фазы или с набивными колонками, а также при использовании высокотемпературных методик. Лучше всего использовать термостат колонки в рамках ее температурных пределов, а также эксплуатировать ПИД при температуре по крайней мере на 20 °C выше, чем максимальная температура термостата в методе ГХ. Если сопло ПИД начинает засоряться, фактические значения скорости потока водорода, поддувочного газа и носителя капиллярной колонки становятся ниже значений, указанных на ГХ.

Чтобы проверить наличие засорения сопла ПИД, выполните следующие действия.

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

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

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

## Проверка наличия засора сопла АФД

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

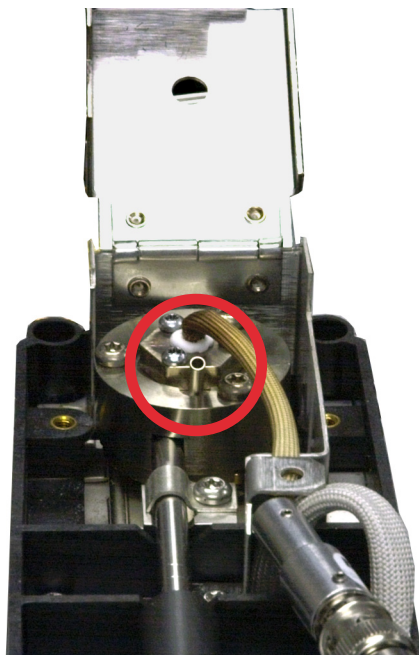
Чтобы проверить наличие закупоренного сопла АФД, измерьте фактическую скорость потоков водорода и поддувочного газа. (См. **Измерение скорости потоков АФД**.) Если скорость потоков ниже отображаемых значений, замените сопло.

## Проверка воспламенения таблетки АФД

**ОСТОРОЖНО!**

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

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



Выходной сигнал АФД выбирается оператором при регулировке смещения и обычно составляет от 5,0 до 50,0 рА.

## Проверка горения пламени ПФД+

Чтобы проверить горение пламени ПФД+, выполните следующее.

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

## Настройка порога зажигания ПФД+

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

- 1 Выберите **Настройки > Конфигурация > Детектор**.
- 2 Коснитесь значения параметра **Порог зажигания**, чтобы отобразить клавиатуру. С помощью клавиатуры введите необходимое значение.
- 3 Порог зажигания должен составлять < 2,0 пА или ниже обычного значения ПФД+ при горении.
- 4 Выберите **Применить**, чтобы сохранить изменения.

## Замена очистителей газа

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

Наилучший способ узнать время смены фильтра заключается в использовании фильтра-индикатора, который следует разместить после фильтра высокой емкости. Компания Agilent рекомендует использовать стеклянные фильтры с индикатором, например систему фильтров Gas Clean, в которой прозрачные трубки изменяют цвет в результате загрязнения. Это изменение цвета говорит о том, что фильтр пора менять.

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

## Игнорирование состояния готовности устройства

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

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

Чтобы не учитывать состояние устройства, выполните следующие действия.

- 1 Отключите нагреватель устройства и потоки газа, если такие используются. (Убедитесь, что это не создаст угрозу безопасности.)
- 2 Выберите пункты **Настройки > Конфигурация**, а затем выберите элемент.
- 3 Снимите флажок **Включить** в поле **Готовность**.

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

### ВНИМАНИЕ!

**Включать функцию игнорирования состояния готовности используемого устройства стоит только в том случае, когда достижение устройством заданного значения не важно.**

**После того как неисправное устройство будет отремонтировано, для него снова необходимо установить значение 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 **Игнорировать состояние готовности** значение **Ложь**.

