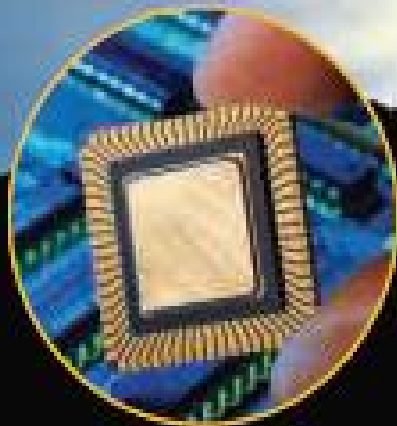


Agilent Technologies

6890 GC 日常维护, 故障诊断

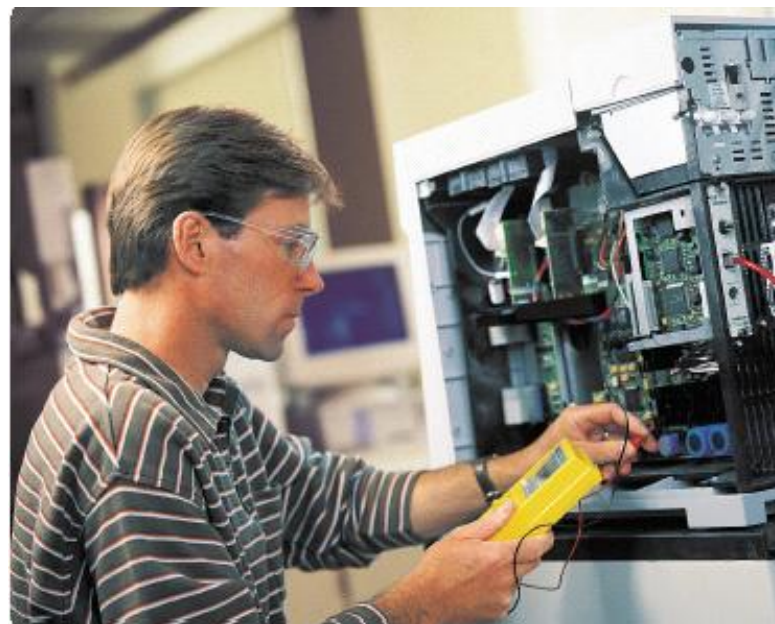


安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

Agilent 6890 GC

气源和净化器
仪器结构
日常维护
故障诊断
技术支持 & 服务流程



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

气源和气体净化器

减压阀使用不锈钢膜片



气体纯度>99.999%

颜色标识:

- 1 = 水分捕集阱
- 2 = 烃类捕集阱
- 3 = 氧气捕集阱
- 4 = 氧气指示捕集阱
- 5 = 气体净化系统
- 6 = 除去水分、氧气和烃类的组合捕集阱

从长期使用的角度，我们不建议使用气体发生器和压缩机，如果必须，请添加干燥管和除烃管且有足够缓冲。



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

气源和气体净化器

气体净化器的目的是除去载气和检测器气体中的水分，氧气，和烃类等杂质。色谱柱与氧气和水分的持续接触，特别是在高温下，将会迅速导致色谱柱的严重损坏。如果气体在接头处有泄漏，净化器还可以起到一定的保护作用。在净化器失效之前，由于泄漏而进入管道里的杂质都会被净化器吸附，这就创造了一个在色谱柱或仪器被损毁之前探测和排除泄漏的机会。

水分净化器



装填13X分子筛和指示剂。重新装填非常容易。金属外壳的水分净化器可以在GC中老化。

氧气净化器



氧气净化器应使用金属外壳。因为有些塑料对空气是有渗透的。氧气净化器可将氧气浓度降低到15-20ppb以下，还可以除去小分子有机物和含硫化合物。

烃类净化器



烃类净化器所用的吸附剂通常为活性炭。用于从气流中除去有机物，如碳氢化合物和卤代烃。包括几乎每个实验室都使用的常见溶剂。可以重新装填。



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

气源和气体净化器

Agilent提供组合的**气体净化器**，用单一净化器除去多种污染物

- 单管设计消除了使用多个净化器可能发生的泄漏问题。
- 单一净化管实现气体最终净化
- 维护简便，节约成本。



氧气 / 水分净化器



烃类 / 水分净化器



氧气，烃类，水分，CO,CO2 净化器



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

Agilent 6890气相色谱仪的结构

- 进样口类型
- 分流 / 无分流进样口
- 自动进样器
- 色谱柱的保存
- 检测器(FID, NPD, FPD, TCD, ECD)



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

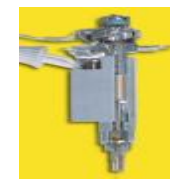


- 进样口类型

1. 分流/不分流进样口 (SSI)
2. 隔垫吹扫填充柱进样口 (PPI)
3. 程序升温冷柱头进样口 (Cool On-Column)
4. 程序升温汽化进样口 (PTV)
5. 气体样品进样接口 (Volatiles Interface)

- 根据GC，GCMSD的故障统计，90%的问题发生在进样口

“If the column is described as the heart of chromatography, then sample introduction may, with some justification, be referred to as the Achilles heel”-----V.Pretorius and W. Bertsch.



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

分流 / 无分流进样口

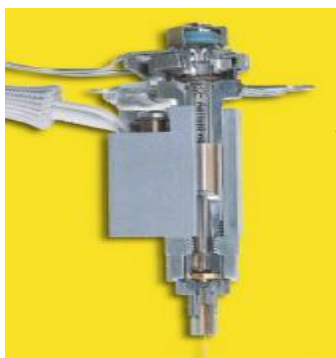
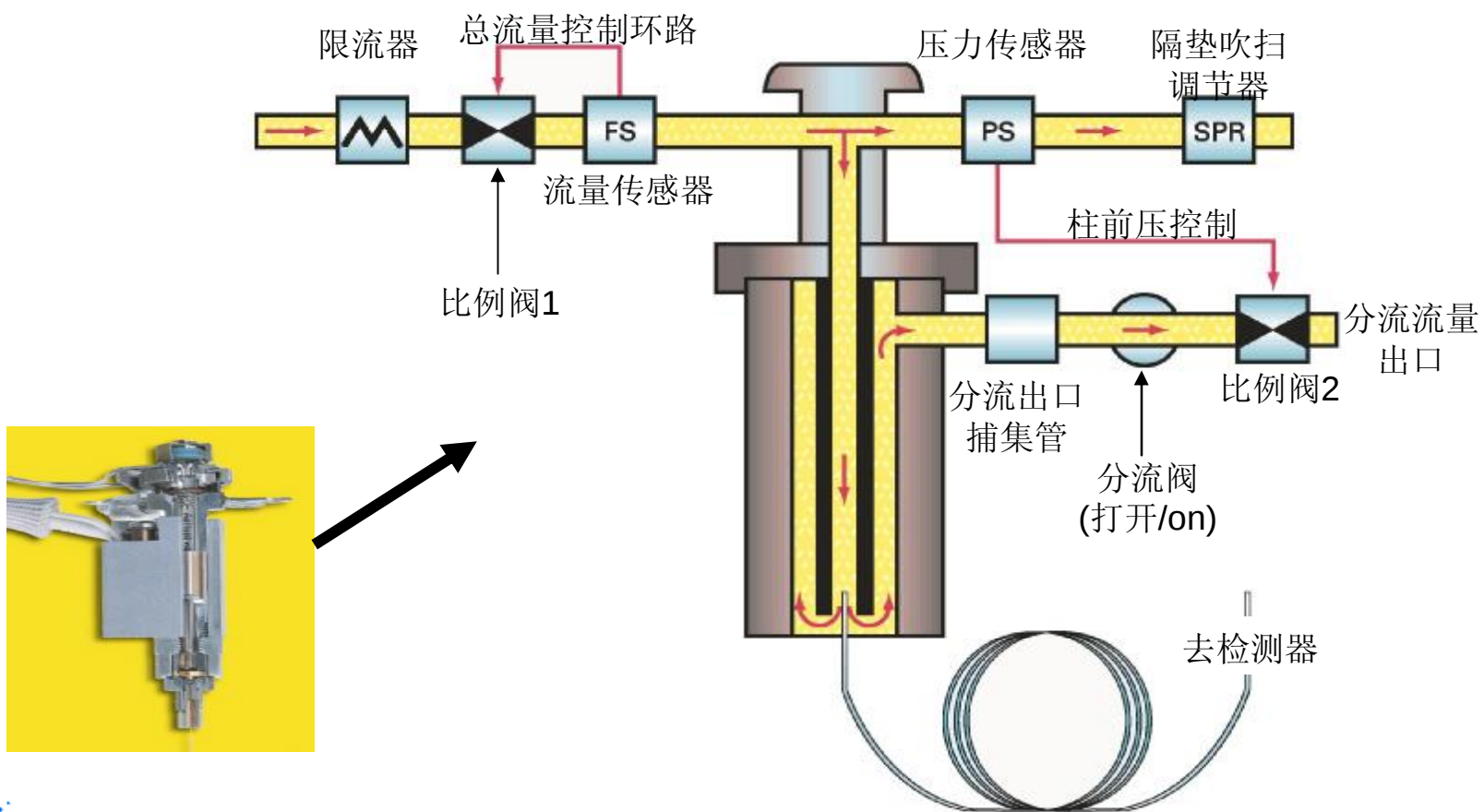
- Agilent GC 进样口的基本结构
- 进样方式与进样过程
- 进样口的日常维护
- 进样口的常见故障



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

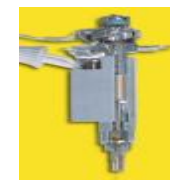
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口结构

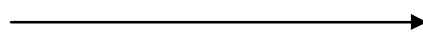


Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样方式与进样过程



进样方式



目的

分流(Split)

主要组分分析

脉冲分流(Pulse Split)

允许更大进样量

不分流(Splitless)

痕量组分分析

脉冲不分流 (Pulse Splitless)

允许更大进样量

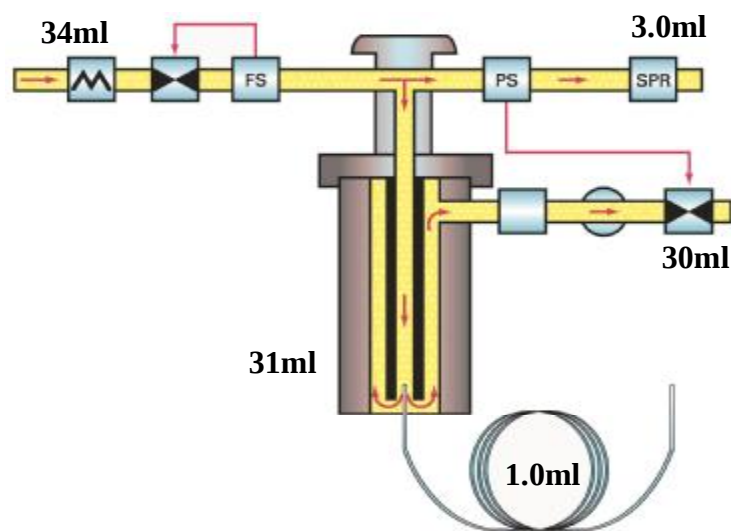


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

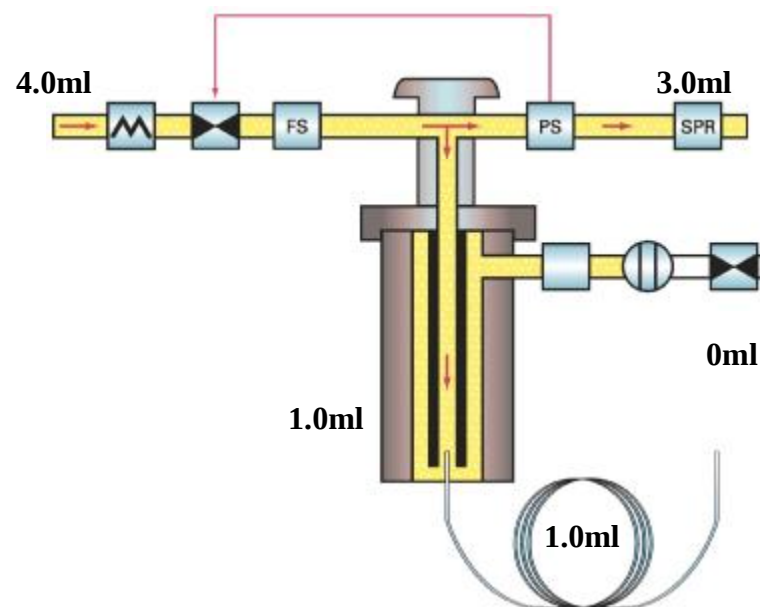
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样方式与进样过程

分流(Split)模式



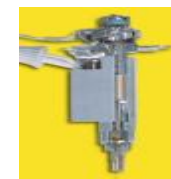
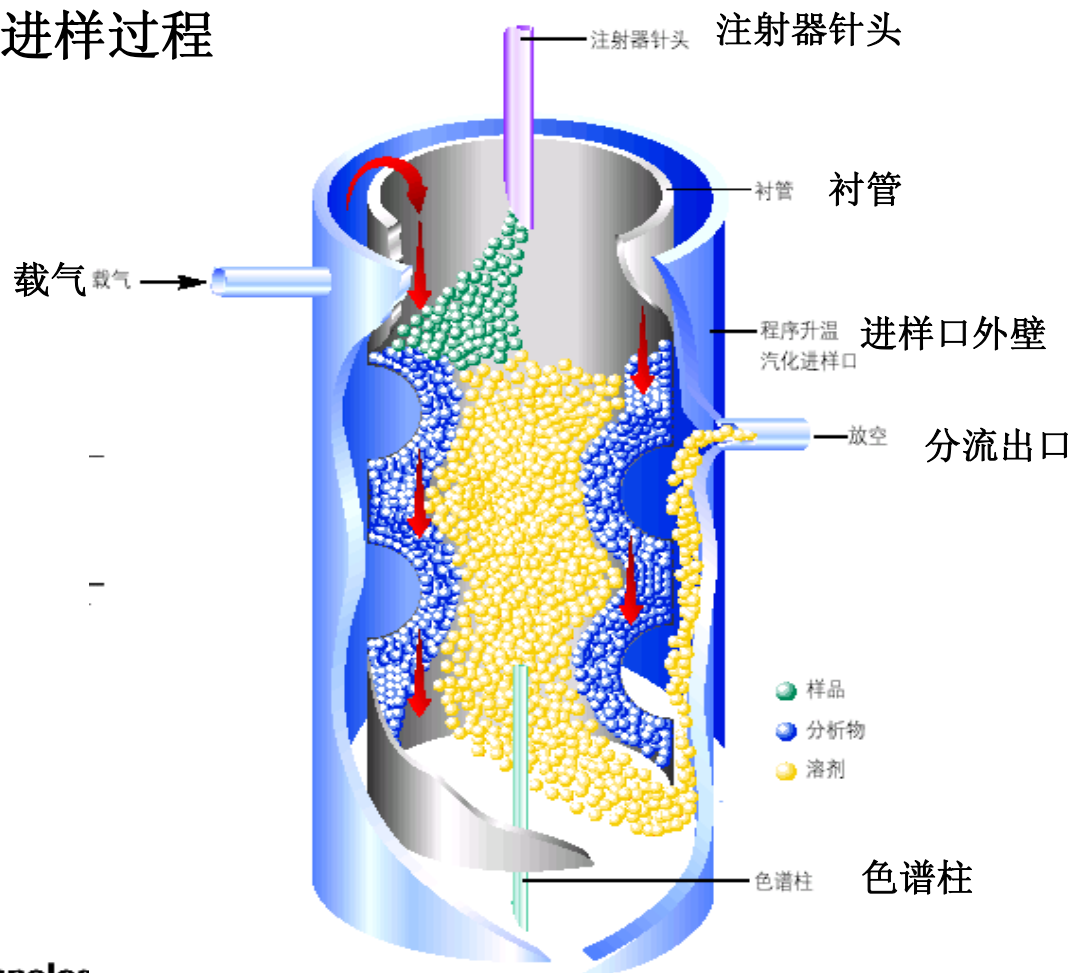
不分流(Splitless)模式



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

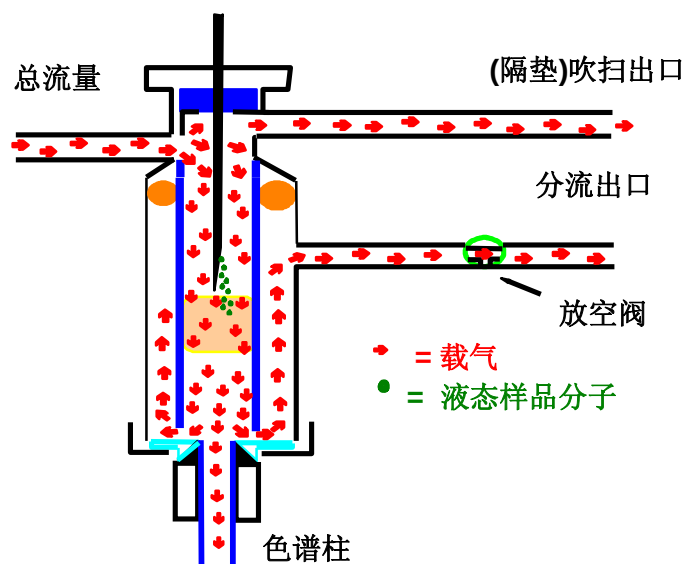
- 进样方式与进样过程



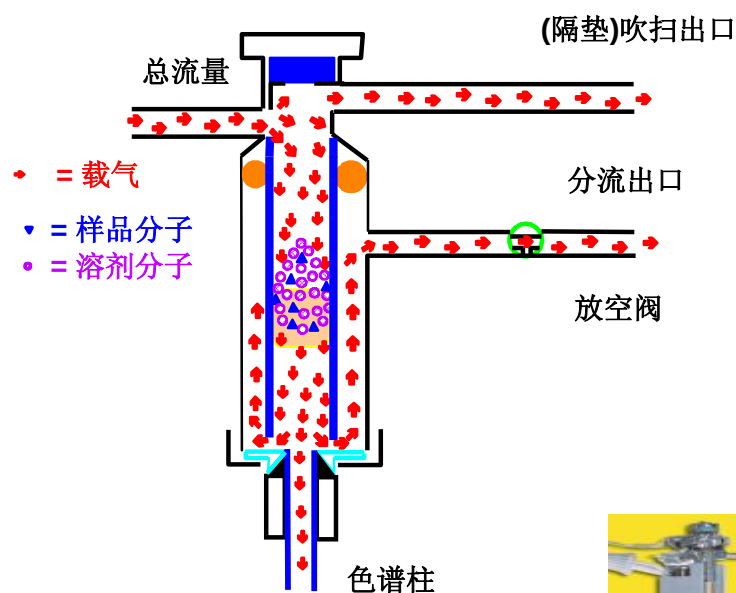
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样方式与进样过程

1. 进样



2. 样品气化

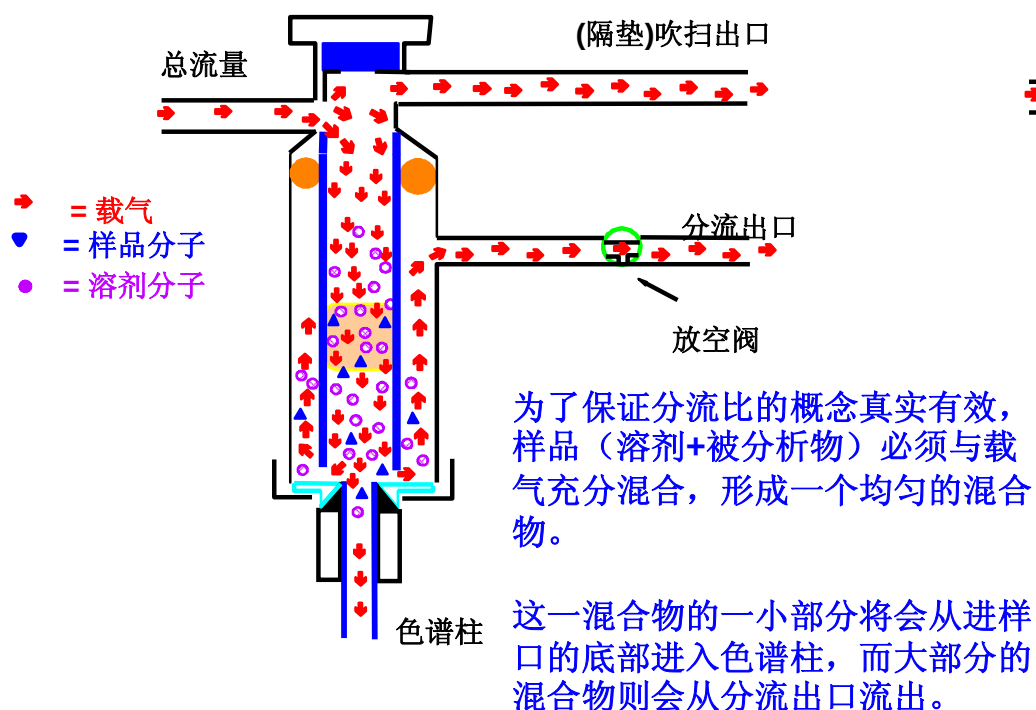


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

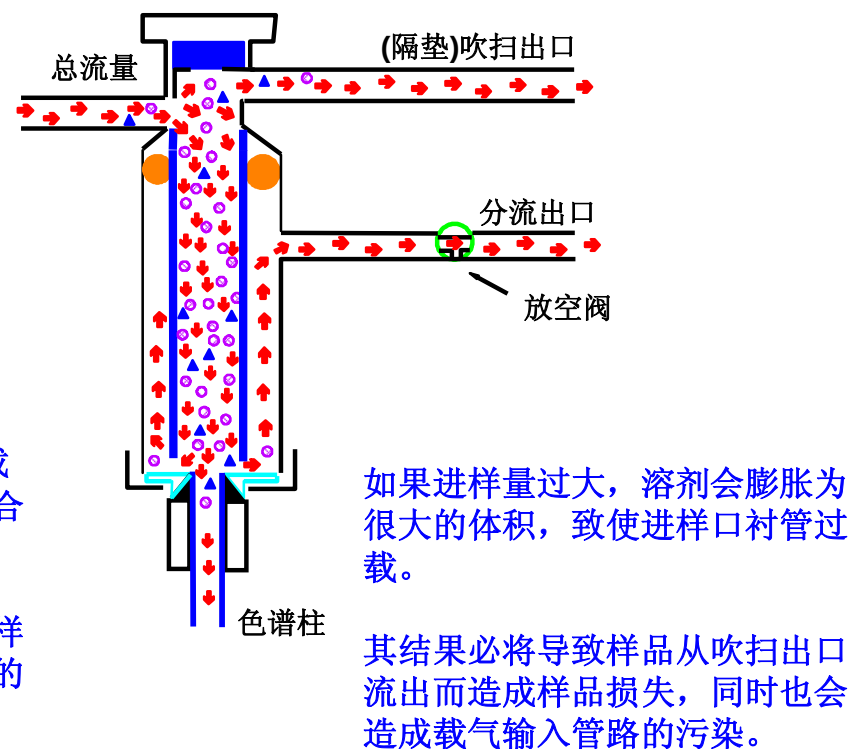
Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样方式与进样过程

3. 样品与载气的混合



4. 衬管过载



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

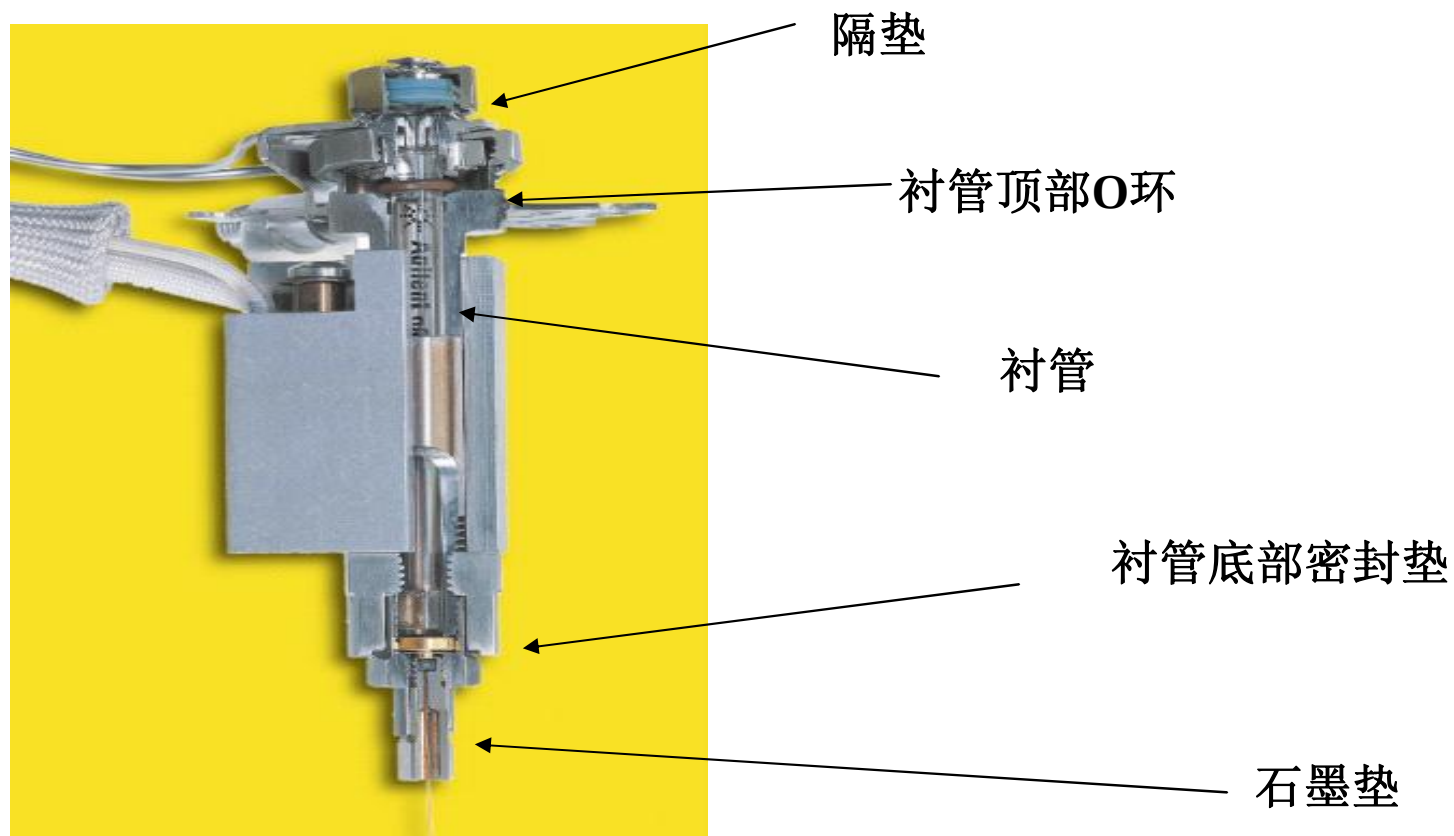
- 根据GC，GCMSD的故障统计，90%的问题发生在进样口



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护 **— 分析难题迎刃而解**

隔垫

隔垫的作用

隔垫将样品流路与外部隔开，进样针插入时，能保持系统内压，防止泄漏，避免外部空气渗入，污染系统。隔垫一般由耐高温，惰性好，气密性好的硅橡胶制成。

为什么要更换隔垫

隔垫要定期更换，为防止：

- 漏汽， 分解， 样品损失， 出鬼峰， 柱效下降

如何避免出现问题

- 进样口温度不要超过隔垫的最高使用温度
- 定期更换（200次）
- 安装后用“手紧”
- 使用针尖锋利的注射器



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护 **— 分析难题迎刃而解**

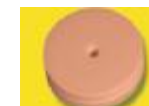
隔垫

隔垫的种类 (11mm)



普通的隔垫：低流失，耐高温（350C），长寿命（>200次），易穿刺，不易成核

优级隔垫：中央有凹孔，针头不易弯曲，长寿命（>400次）



特殊隔垫：寿命更长（>2000次）
鸭嘴形隔垫设计
进样口压力：3-100 psi
进样口温度：100-300° C



Merlin Microseal



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

隔垫

进样隔垫特性总结

隔垫种类	流失性	寿命	温度极限
BTO隔垫 (流失与温度优化隔垫)	XXX (适用于高温)	X	400℃
长寿命隔垫	X	XXX	350℃
高级绿色隔垫	XX	XX	350℃

XXX=最好

XX=较好

X=好



部件号 5183-4757



部件号 5183-4761



部件号 5183-4759



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

安捷伦进样口隔垫的特点：

- ✦针对隔垫的流失，寿命，粘连和硬度4项关键指标进行优化。
- ✦中心导孔引导进样针从同一位置扎入，易穿刺，有效减少碎屑脱落。
- ✦侧面凹槽增加隔垫弹性，密封效果更好。
- ✦药片式独立包装，完全避免了取用隔垫时给其它隔垫造成的污染。

Tip: 进样口隔垫需要定期更换——普通隔垫>200次进样，长寿命隔垫>400次进样。否则有可能发生泄漏、鬼峰、样品损失以及柱效下降。



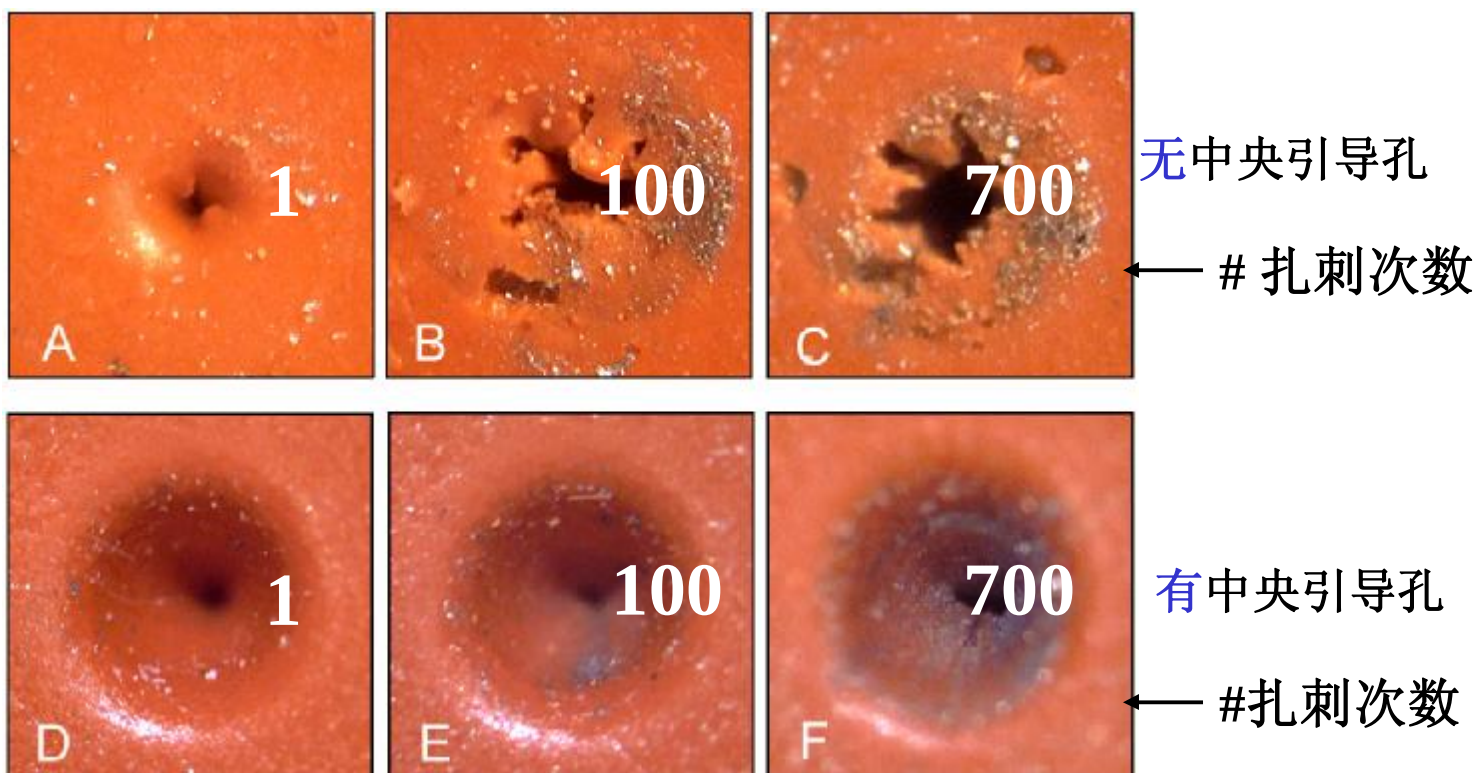
Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

隔垫碎屑脱落(放大30倍)

BTO 隔垫



有中央引导孔的隔垫几乎没有碎屑脱落!



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

衬管

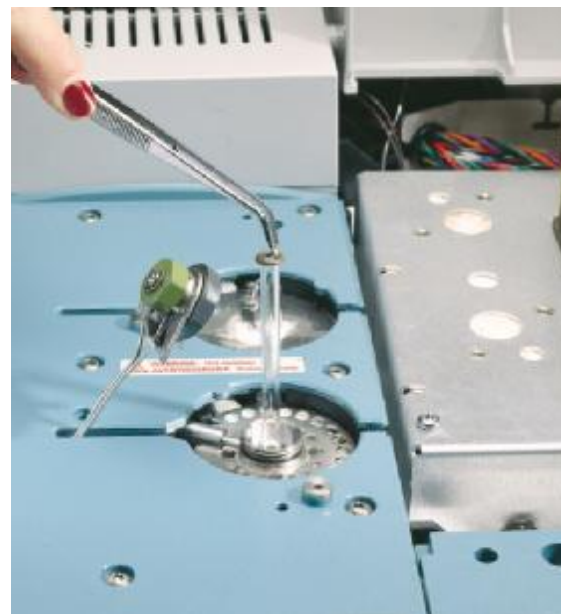
衬管的作用

衬管是进样口的中心，样品在此气化

为什么要更换衬管

衬管不定期更换，或使用不当会出现：

- 峰形变坏，
- 样品分解或歧视，
- 重现性差，
- 出鬼峰。



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

衬管

如何选择合适的衬管

对某种应用选择合适的衬管是一件困难和复杂的工作。
需要考虑衬管的五个特性：

1. 衬管的容积. (Flow/Pressure calculator)
2. 衬管的处理和去活问题.
3. 衬管的形状特点
4. 玻璃棉的装填位置.
5. 是否需要玻璃棉???



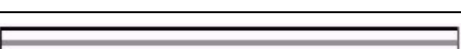
去活玻璃棉 50g / 包装 部件号: 5080-8764

农残专用玻璃棉 10g / 包装 部件号: 5181-3317



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

	去活性低压降, 870uL	分流	5183-4647
	去活性, 900uL	不分流	
	去活性, 2mm ID, 250uL	直管型	5181-8818
	广泛适用, 870uL	分流/不分流	5183-4711
	去活性, 900uL	不分流	5062-3587
	去活性, 800uL	不分流	5181-3315
	1.5mm ID, 140uL	直管型	18740-80200
	2mm ID, 250uL	直管型	18740-80220
	4mm ID, 玻璃毛, 990uL	分流	19251-60540
	带杯无填充, 800uL	分流, 手动	18740-80190
	带杯有填充, 800uL	分流, 手动	18740-60840



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

衬管



正常



不正常



正常



不正常



不正常



正常

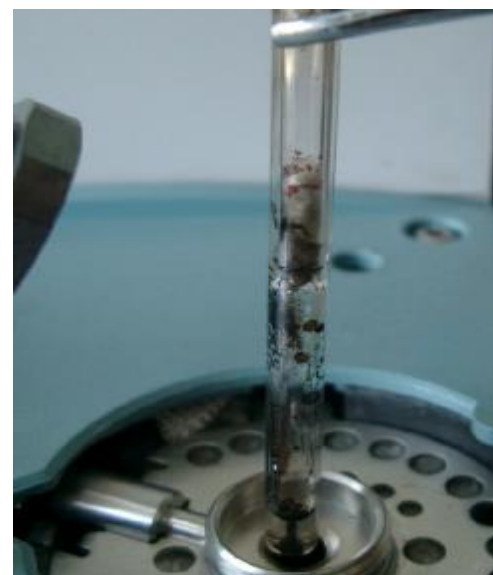


不正常



不正常

严重污染的衬管



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

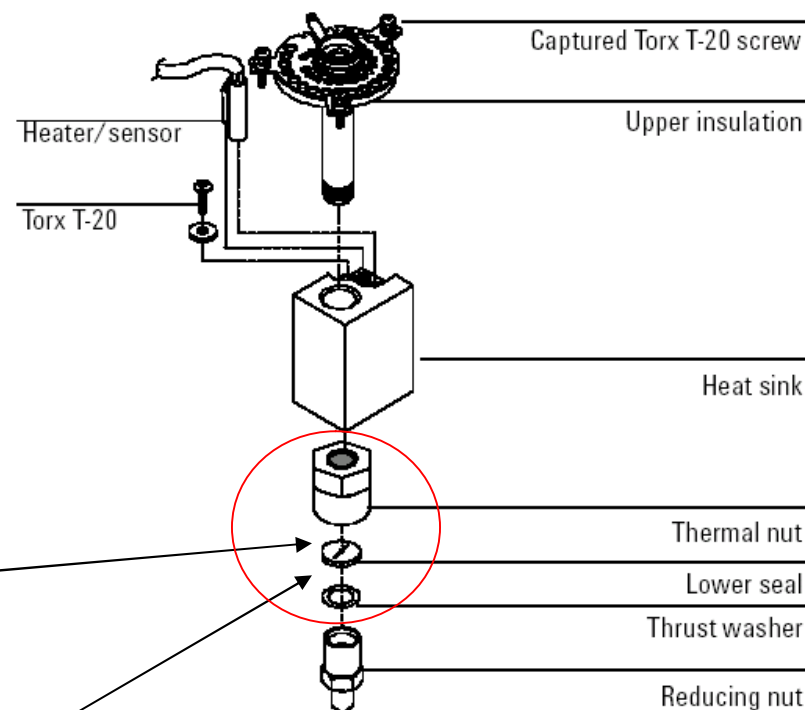
衬管密封垫—经常被遗忘的角落

衬管顶部密封垫有两种

1. 普通的硅橡胶O环
2. 耐高温的石墨O环

衬管底部密封垫有三种

1. 不锈钢垫
2. 镀金垫
3. 十字孔镀金垫



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

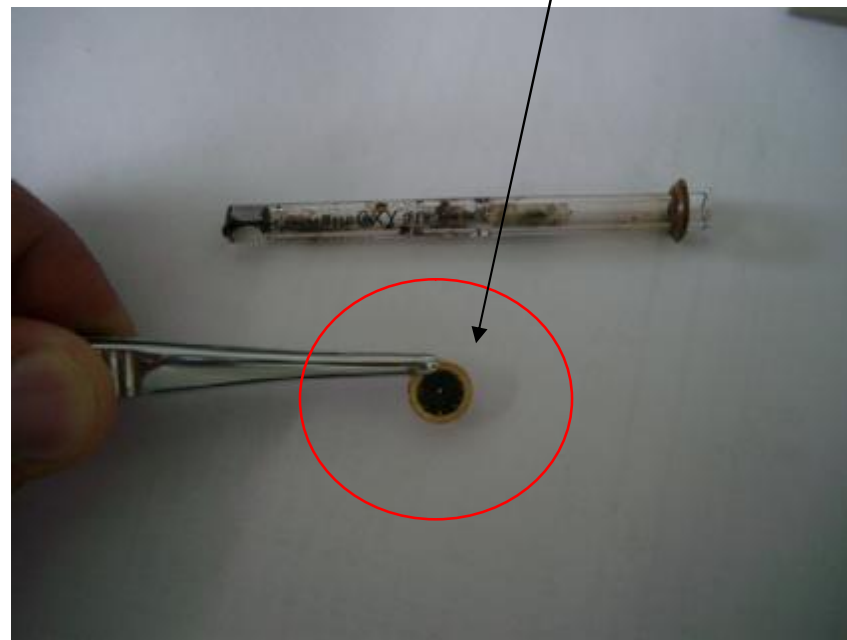
- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

衬管底部密封垫—经常被遗忘的角落

定期检查，清洗衬管底部密封垫

污染的密封垫导致

- 峰形变坏，
- 样品分解或歧视，
- 重现性差，
- 出鬼峰。



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

新型进样口顶部密封翻转工具

• 客户更换/检查衬管时会遇到的问题

- Ø 必须使用awkward angled扳子
- Ø 进样口很热!
- Ø 拧回螺帽时若拧得过紧会压碎衬管
- Ø 进样口可能暴露于室温5~10分钟

• 新型进样口顶部密封翻转工具提供了安全而可靠的更换衬管方法

- Ø 将更换衬管的时间减少到30秒
- Ø 不需要工具的可靠而重现的密封
- Ø 只需抬起拉杆臂抬起即可松开进样口
- Ø 将拉杆臂压下重新扣封好进样口

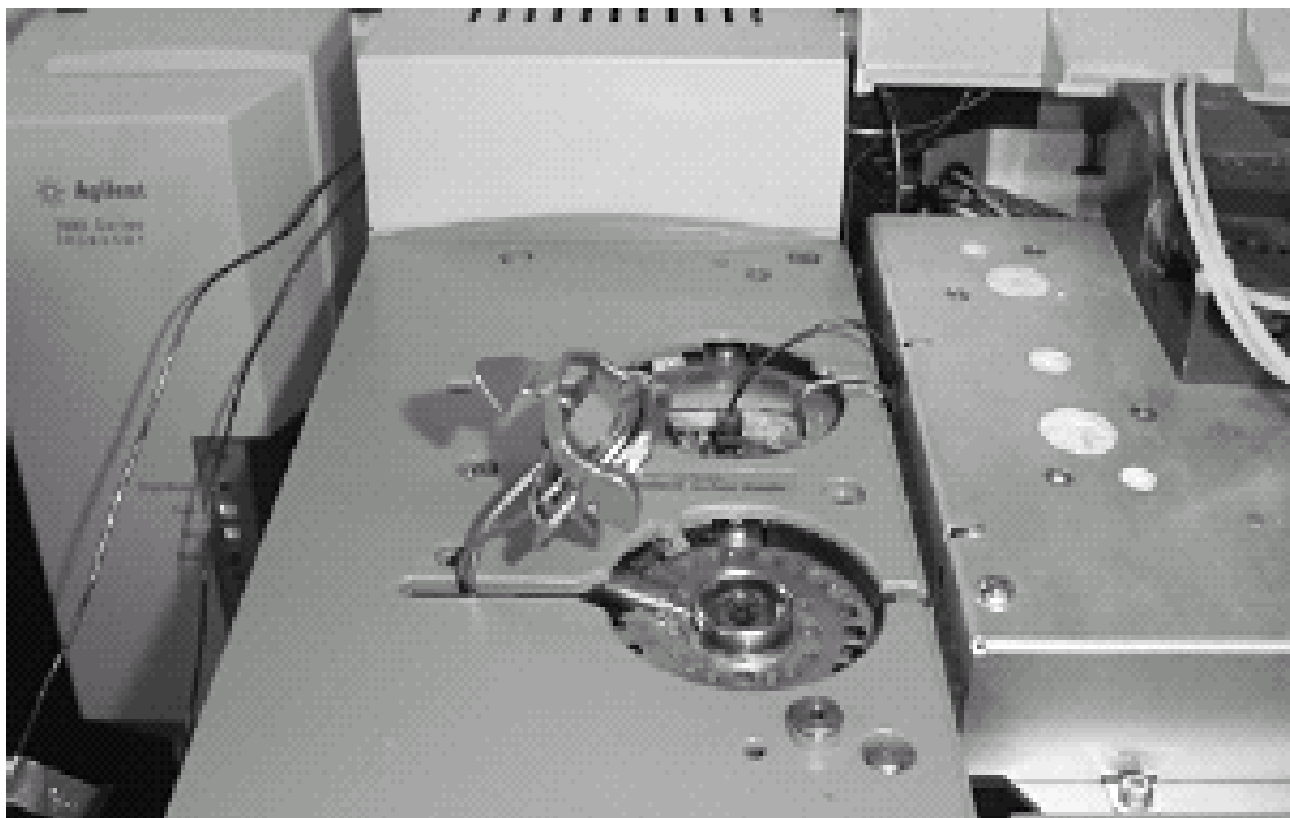


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护 **— 分析难题迎刃而解**

新型进样口顶部密封翻转工具



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

石墨垫

石墨垫的作用

色谱柱与色谱系统的连接处靠密封垫密封。理想的密封垫提供无泄漏的密封效果，适合各种外径的色谱柱，不用过分拧紧，与色谱柱或接头不粘连，且耐温度变化。

为什么要更换石墨垫

石墨垫损坏会造成：水，空气渗入系统，破坏色谱柱，样品损失，出鬼峰，污染质谱仪

如何避免出现问题

- 先用手拧紧柱帽，再用扳手拧紧。
- 保持清洁，避免手印，油的污染。
- 用放大镜检查是否有破损，裂纹。



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

石墨垫

石墨垫的种类

100%纯石墨：软，易成型，密封性能优良，稳定，不含硫，无过度石墨蒸发，耐高温。不能用于MS系统（Why?）

（85%/15%）Vespel / 石墨：石墨与Vespel混合材料的密封垫。氧扩散率低，质地较硬，不易变形。必须与不同外径的色谱柱配套使用，GCMS系统专用。

高温下会流失造成收缩，经常要拧紧，防止泄漏。



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

石墨垫

色谱柱密封垫类型	优点	局限
石墨垫	使用方便 密封性能稳定 耐高温	质软，易变形 1.可能造成系统污染 2. 不能用于GC/MS
Vespel 或Vespel-石墨	机械强度好 使用寿命长	高温下易流失 1. 必须经常拧紧密封垫 2. 易泄漏 对某些检测器(NPD,ECD) 可能会带来聚物流失.



Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

- 进样口的日常维护—分析难题迎刃而解

石墨垫

密封圈 / 密封垫选择条件

类型	上限温度	用途	局限性
石墨（100%）	450℃	通常用于毛细柱，适用于FID, NPD. 推荐用于高温和冷柱头进样，拆卸方便.	质谱分析或对氧敏感的检测器不适用.
Vespel / 石墨（85%/15%）	350℃	通常用于毛细柱，适用于质谱和氧敏感的检测器，气密性好可靠	不能重复使用.
Vespel（100%）	280℃	恒温操作，可重复使用. 拆卸方便.	温度往复升降后易泄漏.

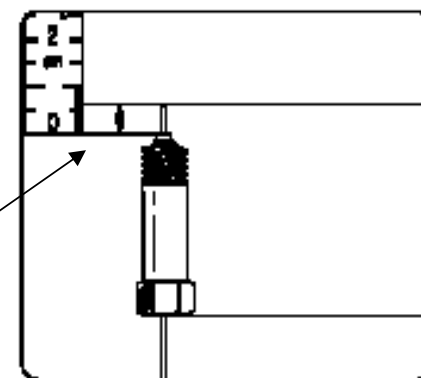


Agilent 6890 GC 分流 / 无分流进样口

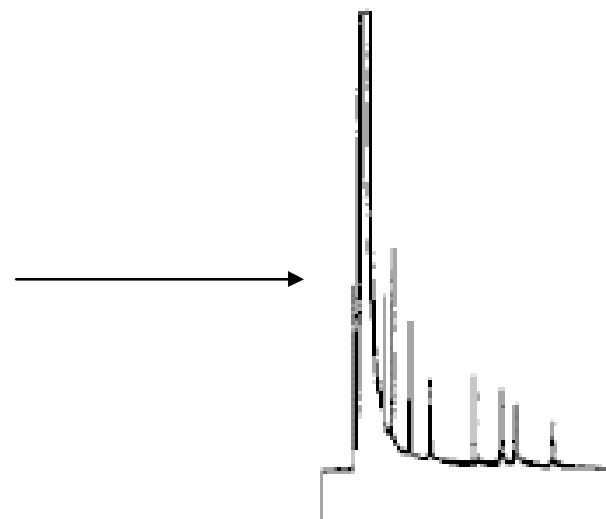
- 故障诊断

石墨垫

正确安装石墨垫，确认距离是在 ? mm



色谱柱在进样口中的位置不正确
载气流路中有密封垫颗粒



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

- 自动进样器的结构
- 日常维护
- 常见故障

自动液体进样器



100位
样品托盘



不使用托盘的8位样品转盘



使用托盘的11位传送转盘



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

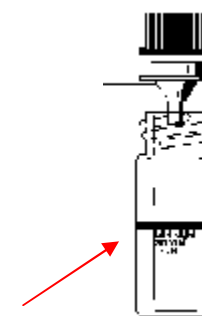
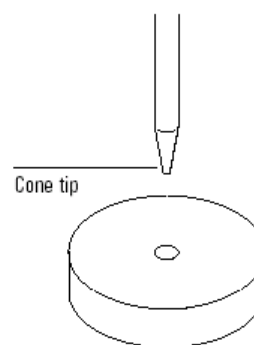
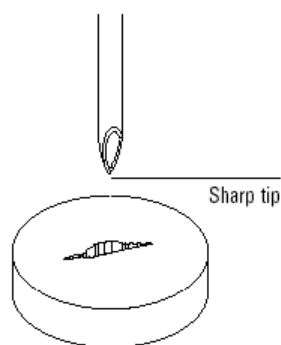
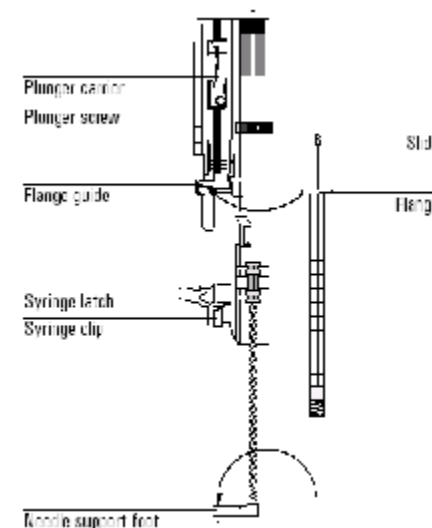
Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

- 自动进样器的结构

正确选择

注射器
样品瓶
进样隔垫



此刻度？



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

- 日常维护

经常检查进样口隔垫
清洗检查进样针
清洗样品盘，机械臂上的灰尘
清除样品盘周围的异物



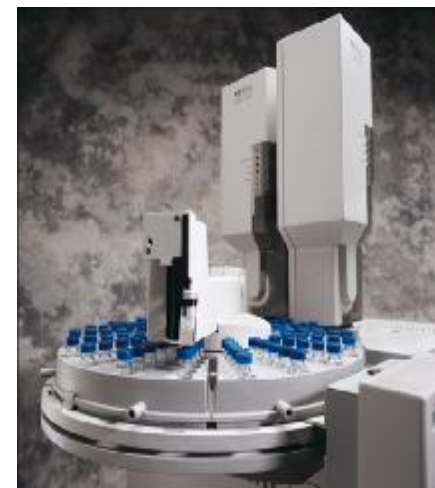
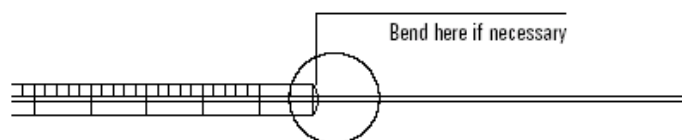
Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC 液体自动进样器

Agilent 7683/7673 自动进样器

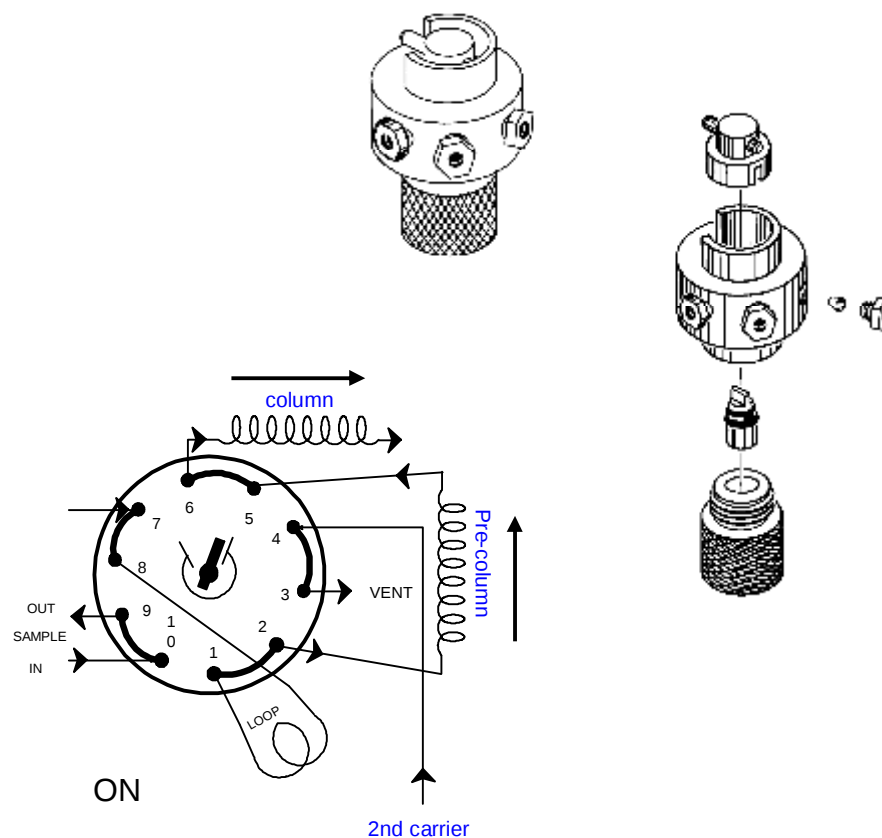
- 常见故障

1. 重现性不好: 样品粘度, 抽样速度, 排汽泡
2. 样品残留: 增加洗针的次数(溶剂洗针, 样品洗针)
3. 污染和鬼峰: 彻底清洗进样针, 更换进样垫和衬管
4. 注射器故障: 换针



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断



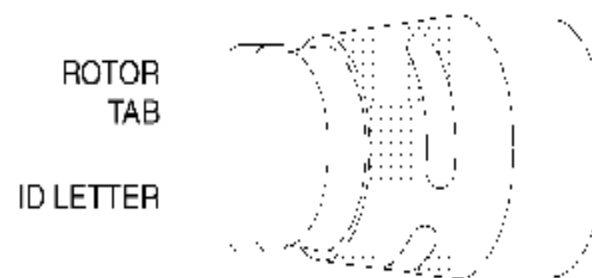
Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

- 气相色谱中的阀系统

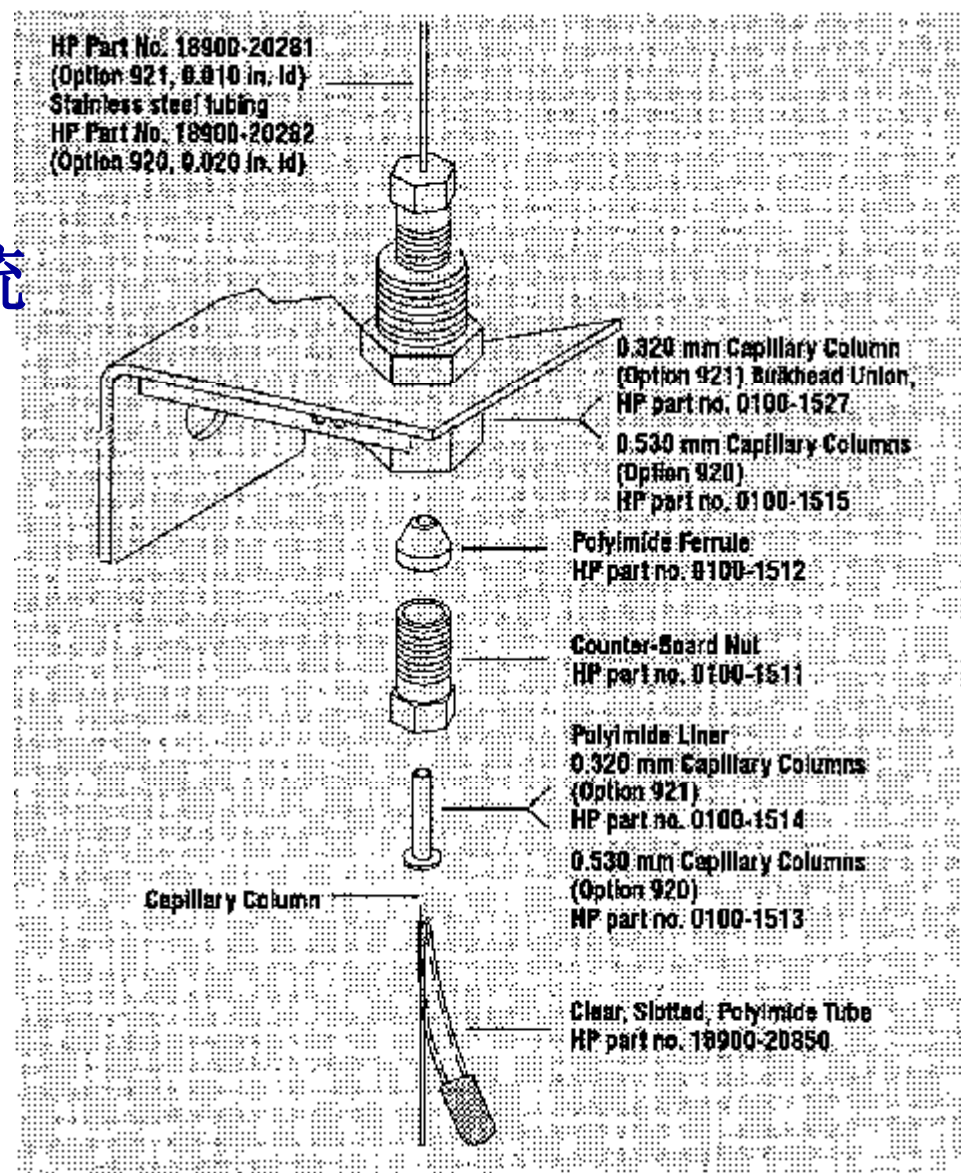
不注意操作可能会出现的问题

- 超过阀的使用温度
- 不要使用带有标准使用温度的阀的GC对色谱柱进行老化 (why? Refinery gas analyzer)
- 不要让柱填料 (backflush) 和样品中的颗粒状物质进入到阀系统, 一定要使用样品in-line filter
- 气体质量和样品不要含有不挥发物质



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

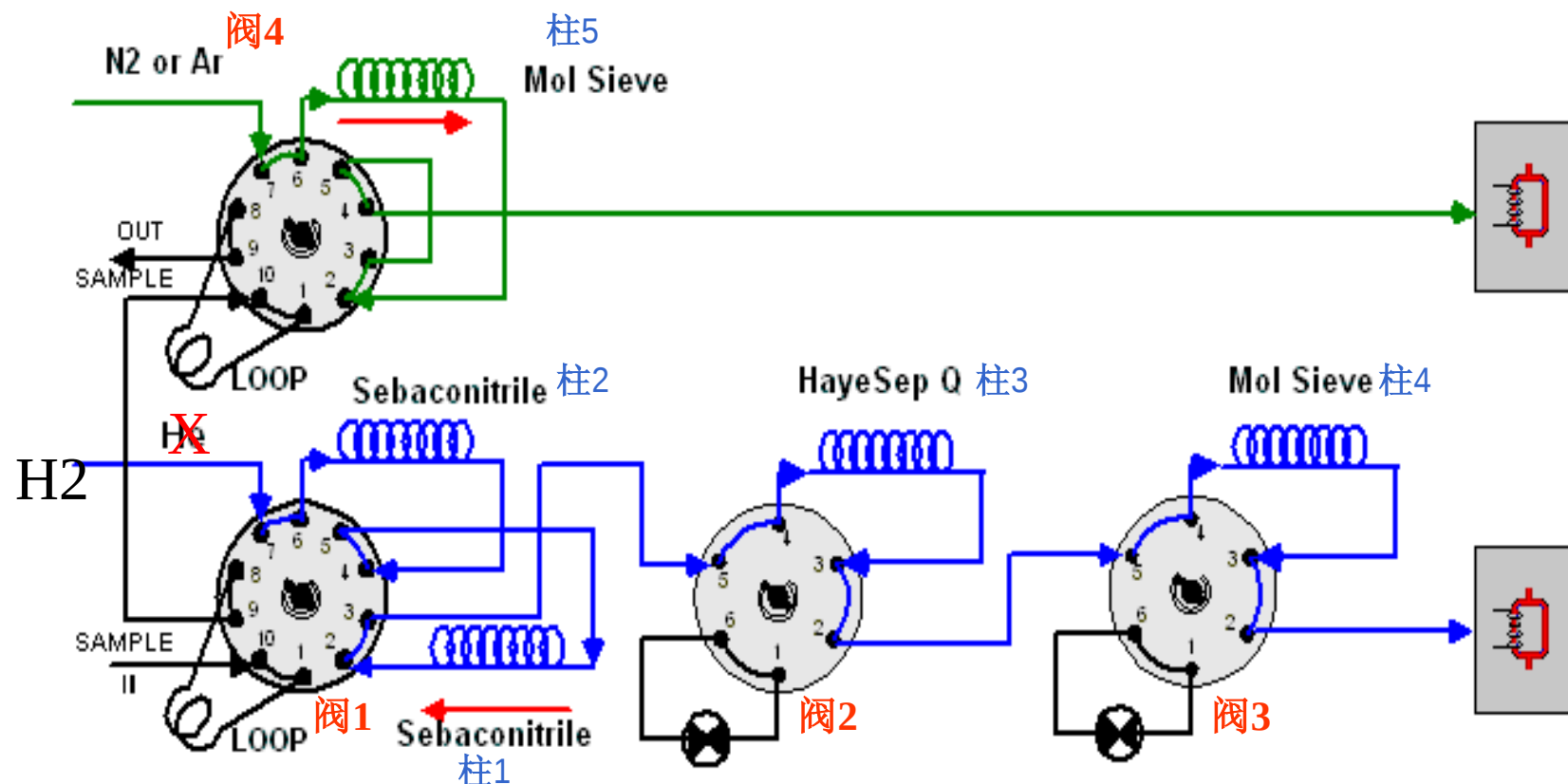
毛细管柱阀系统



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

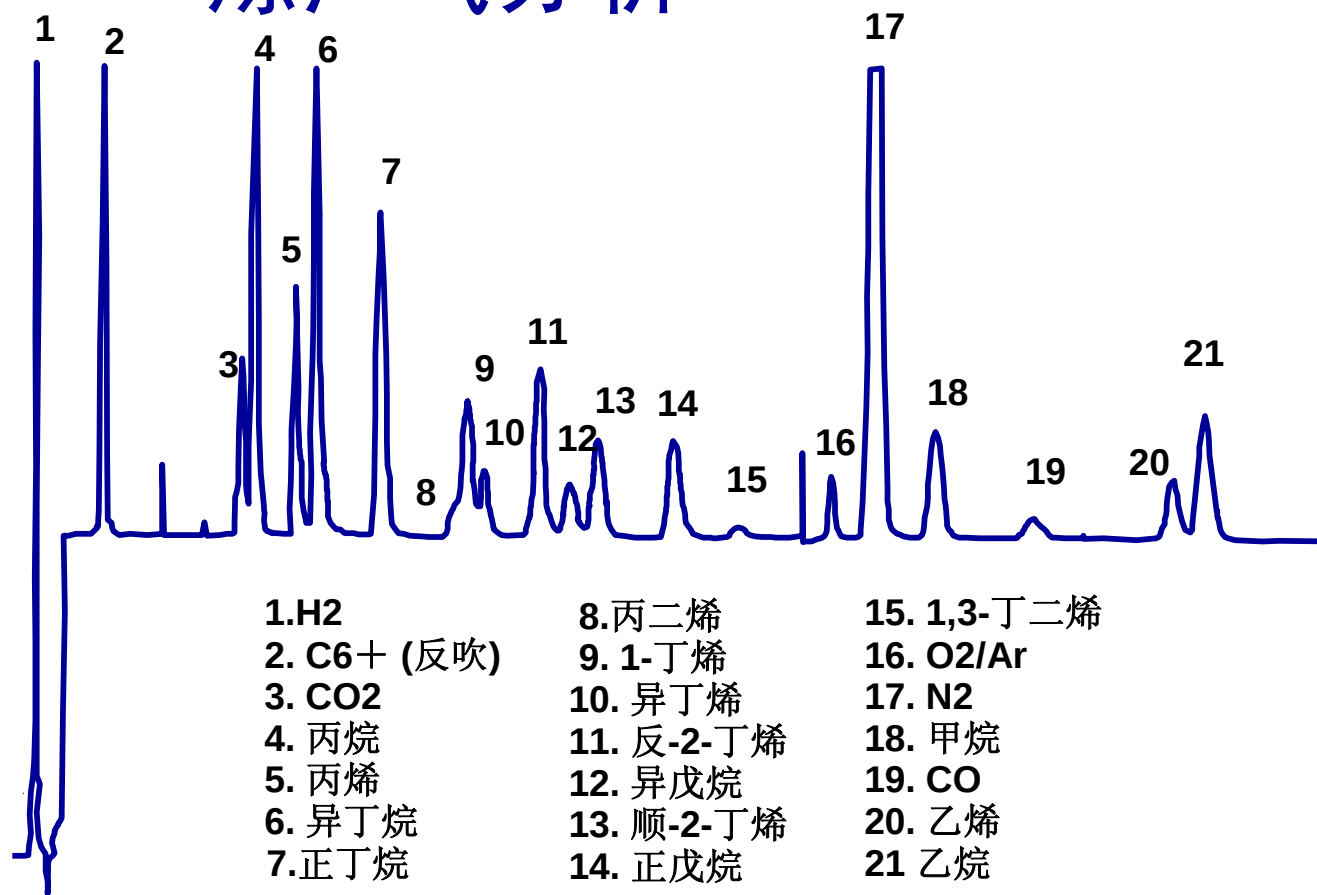
Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

炼厂气分析-系统配置



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

炼厂气分析



问题：为什么分析没有H₂的样品，H₂出峰？返回上图

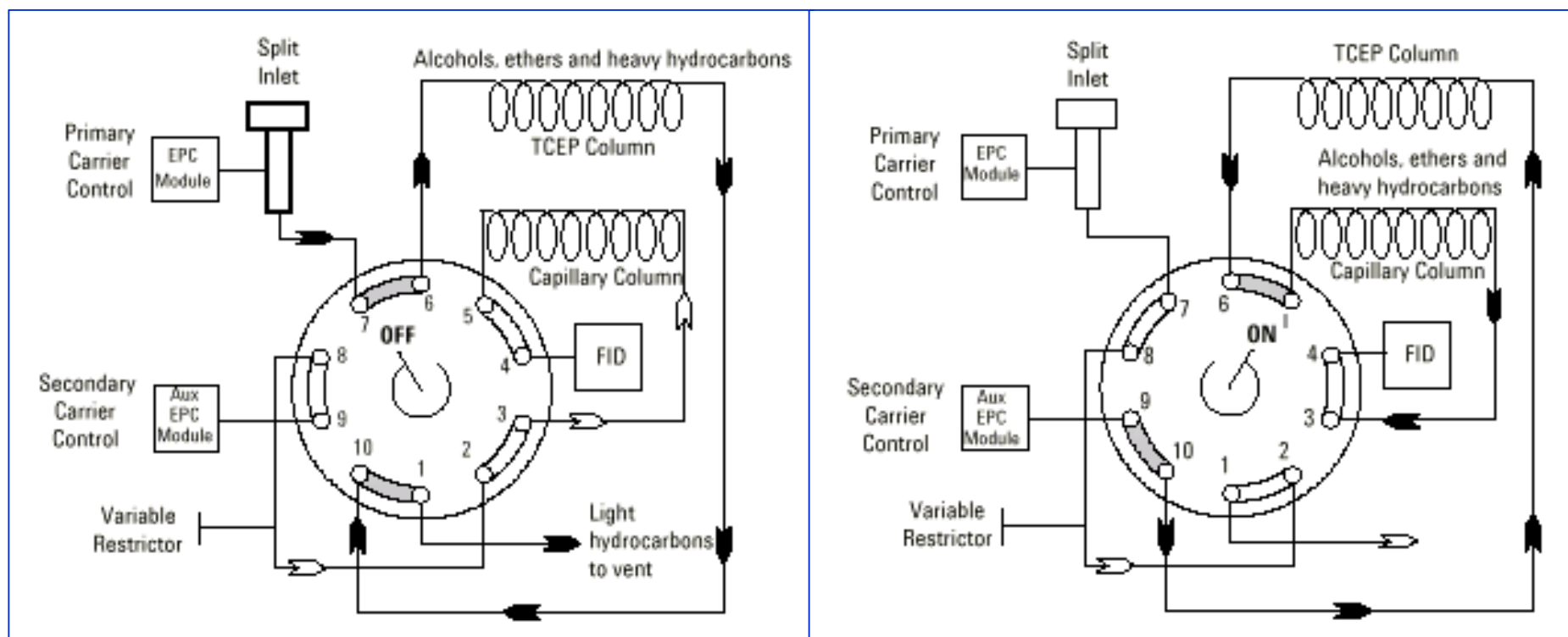


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

6890 ASTM D4815和D5580配置

阀一进样状态

阀一反吹状态

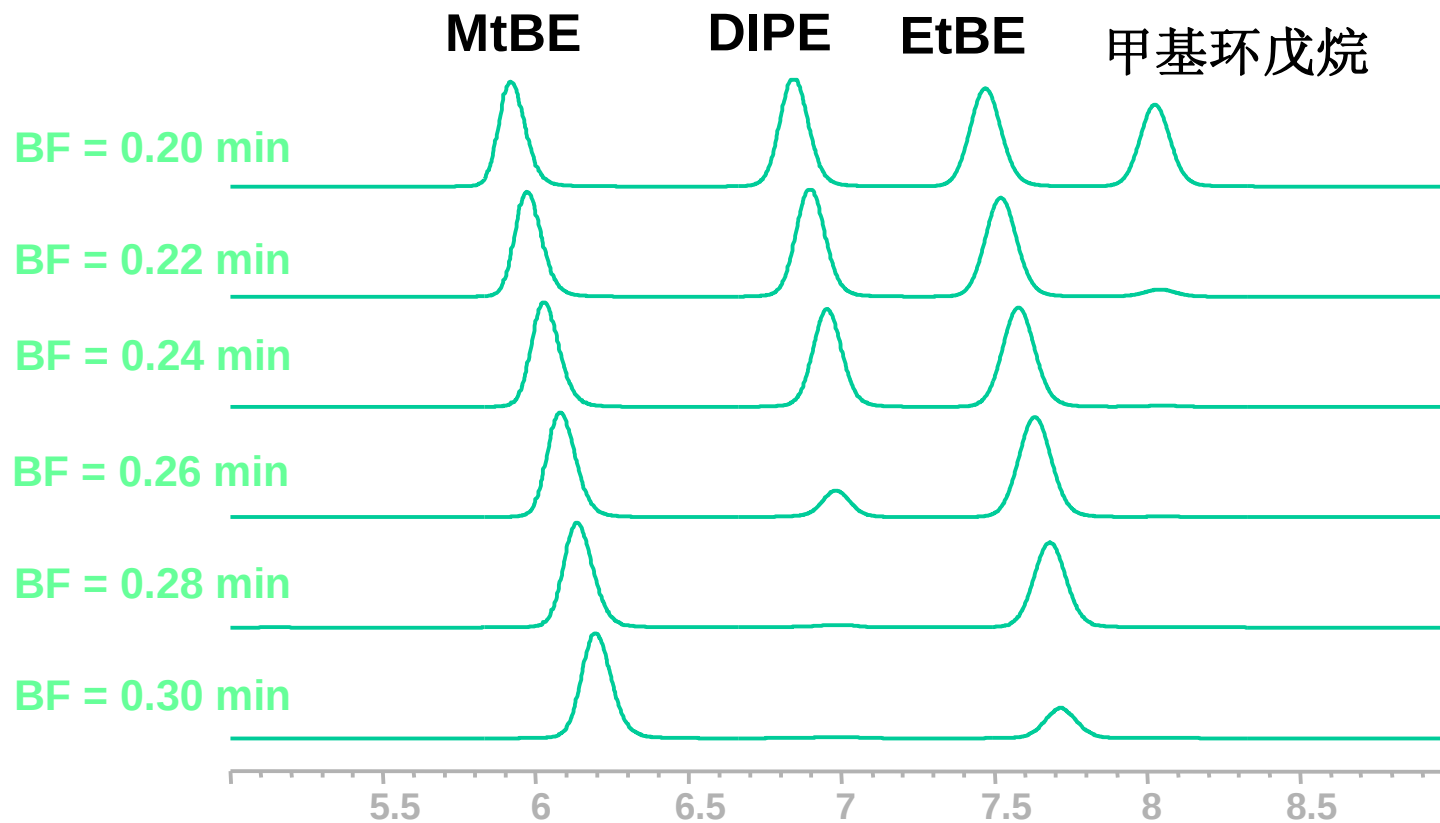


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

- 气相色谱中的阀系统

确定反吹时间—ASTM D4815

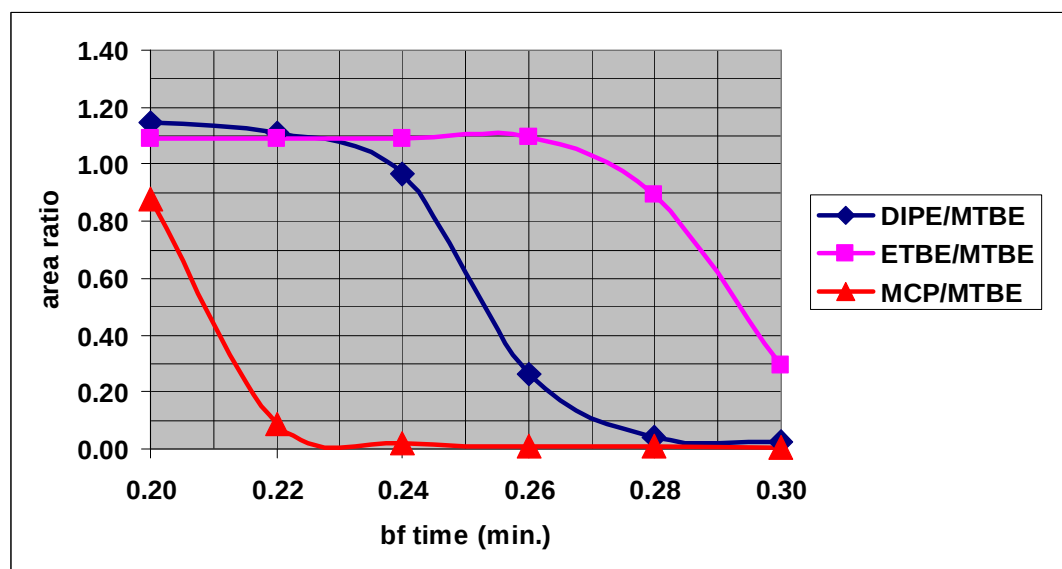


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

- 气相色谱中的阀系统

确定反吹时间



- 选择甲基环戊烷出峰后的时间
- 对于分析DIPE可适当减少时间
- 如果不分析 DIPE 可适当延长时间

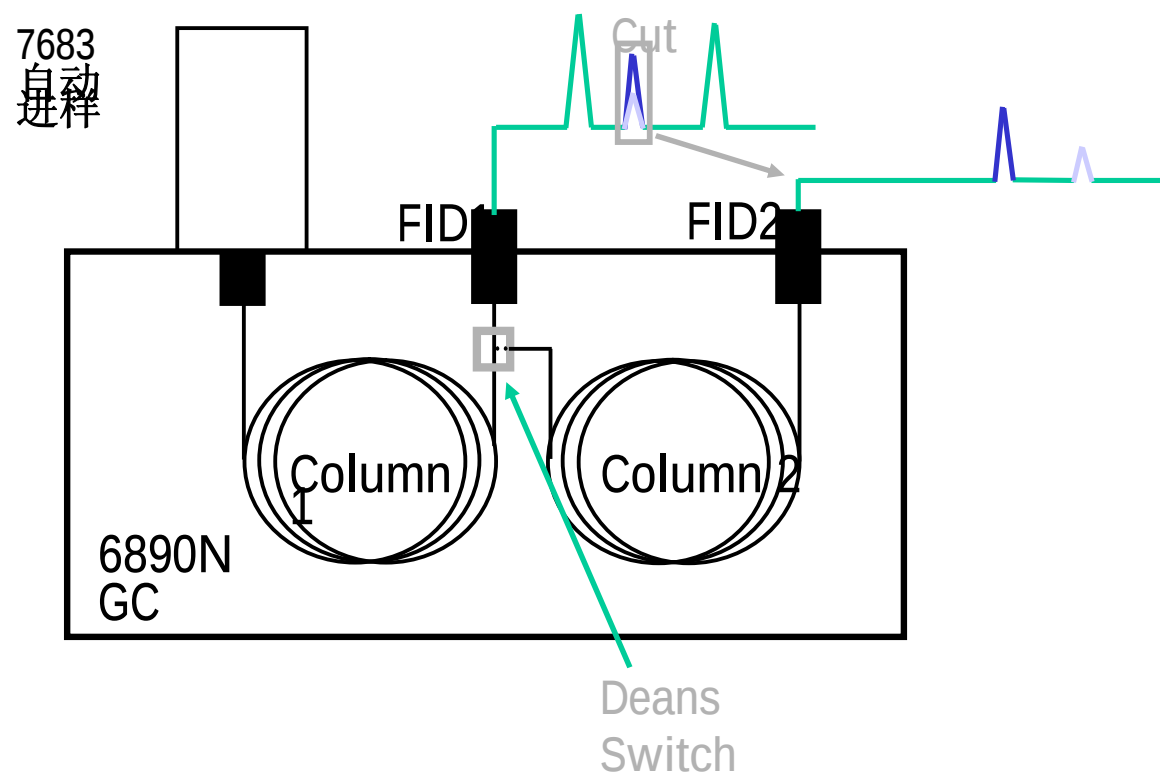


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

- 气相色谱中的阀系统

中心切割—二维GC

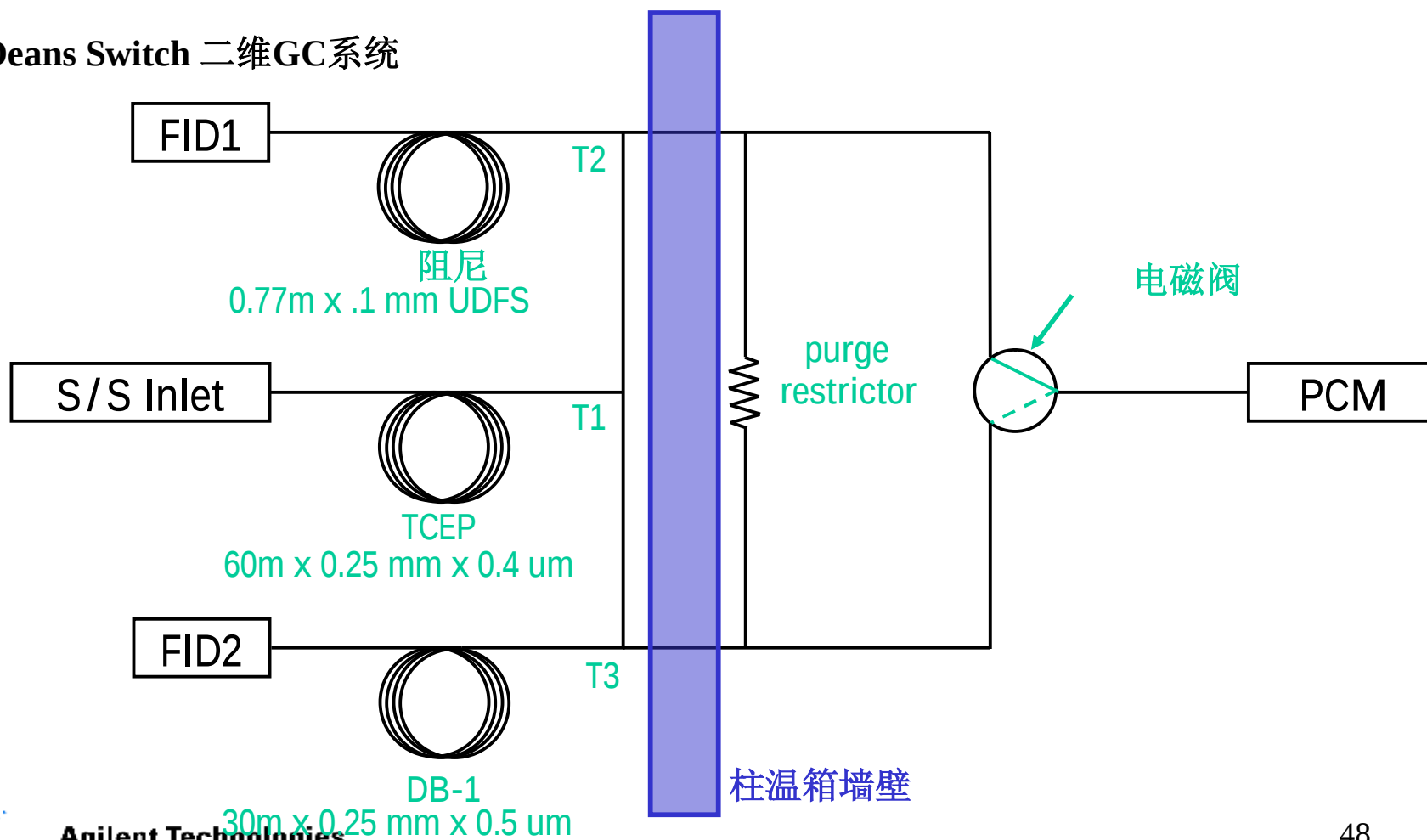


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

- 气相色谱中的阀系统

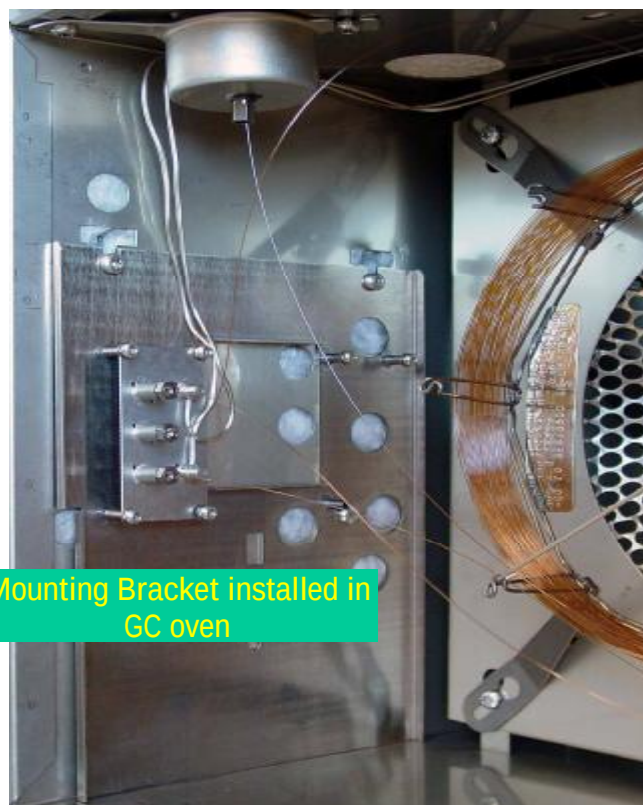
Deans Switch 二维GC系统



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱日常维护 & 故障诊断

- 气相色谱中的阀系统



Mounting Bracket installed in GC oven



Micro-Fluidics plate installed on Bracket



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断

- 日常维护—GC系统推荐的维护时间表

	维护周期	描述	备注
载气	- 压力: 每天 - 净化器: 根据需要	清洗铜管: 5180-4196 干燥器: 3150-0532 脱氧管: 3150-0414	- 使用 99.999% (或更纯) 的载气 - 使用金属净化器
进样口	根据进样体积	隔垫: 5181-3383 衬管: 19251-60540 橡胶O形环: 5180-4182 分流板: 18740-20885 密封圈: 5061-5869	- 使用低流失隔垫. - 使用适当的衬管.清洗或更换分流板
色谱柱	根据需要	HP5MS: 19091S-433 柱接头螺帽 (进样口): 5181-8830 柱接头螺帽 (MSD): 05988-20066	使用低流失交联柱, 柱子接MS前老化
垫圈	- 进样口: 根据需要 - GC/MS接口: 更换柱子时	进样口: 0.20mm: 5080-8853 0.25mm: 0.32mm: GC/MS接口:: 0.20mm: 5062-3508 0.25mm: 5062-3508 0.32mm: 5062-3506	- 不要在GC/MS接口使用100%石墨垫圈! - 不要过度拧紧!



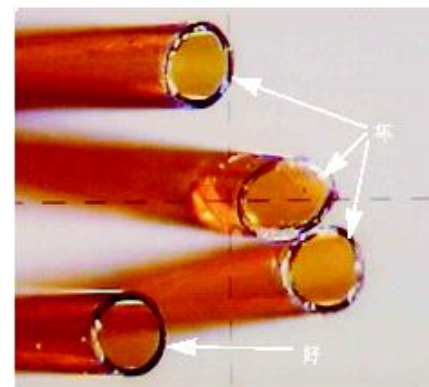
Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断

- 色谱柱的维护与保存

色谱柱在不使用时要安全保存起来。

安全保存中有两大要点：

1. 保存柱子切勿划伤。划伤后的柱子可能由于高温加热而足以使之从划痕处断裂。 **Why?**
2. 堵上柱子两端以保护柱子中的固定液不被氧气和其它污染物所污染。



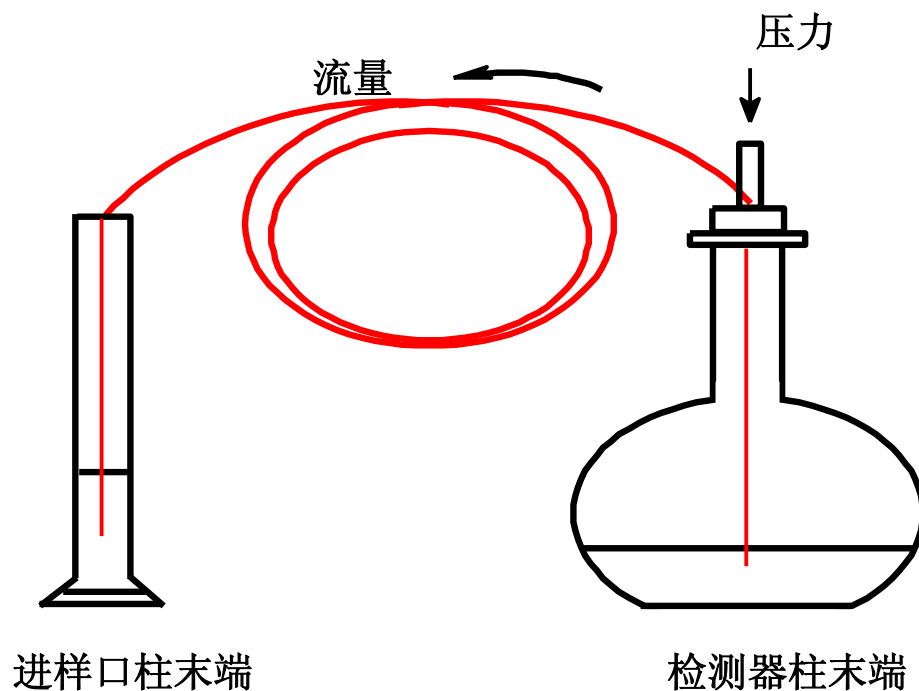
当使用熔硅柱时，记住这是一种玻璃材质，一定要注意保护眼睛。



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断

- 色谱柱的维护与保存



固定相（交联的硅氧相）允许我们使用溶剂淋洗柱来溶掉或移走柱上的沉积物，这样可以避免峰拖尾。

毛细管柱淋洗贮罐：订货号 9301-0982



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC

检测器故障诊断及日常维护

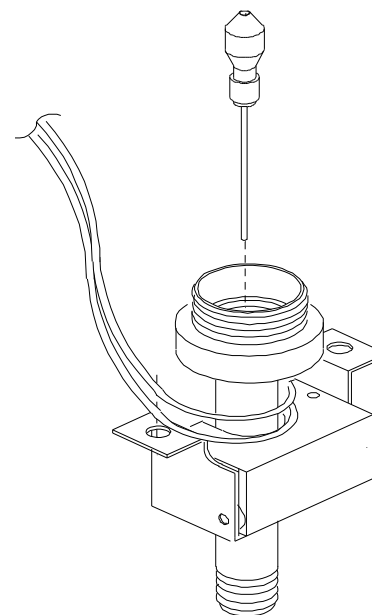


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 检测器类型

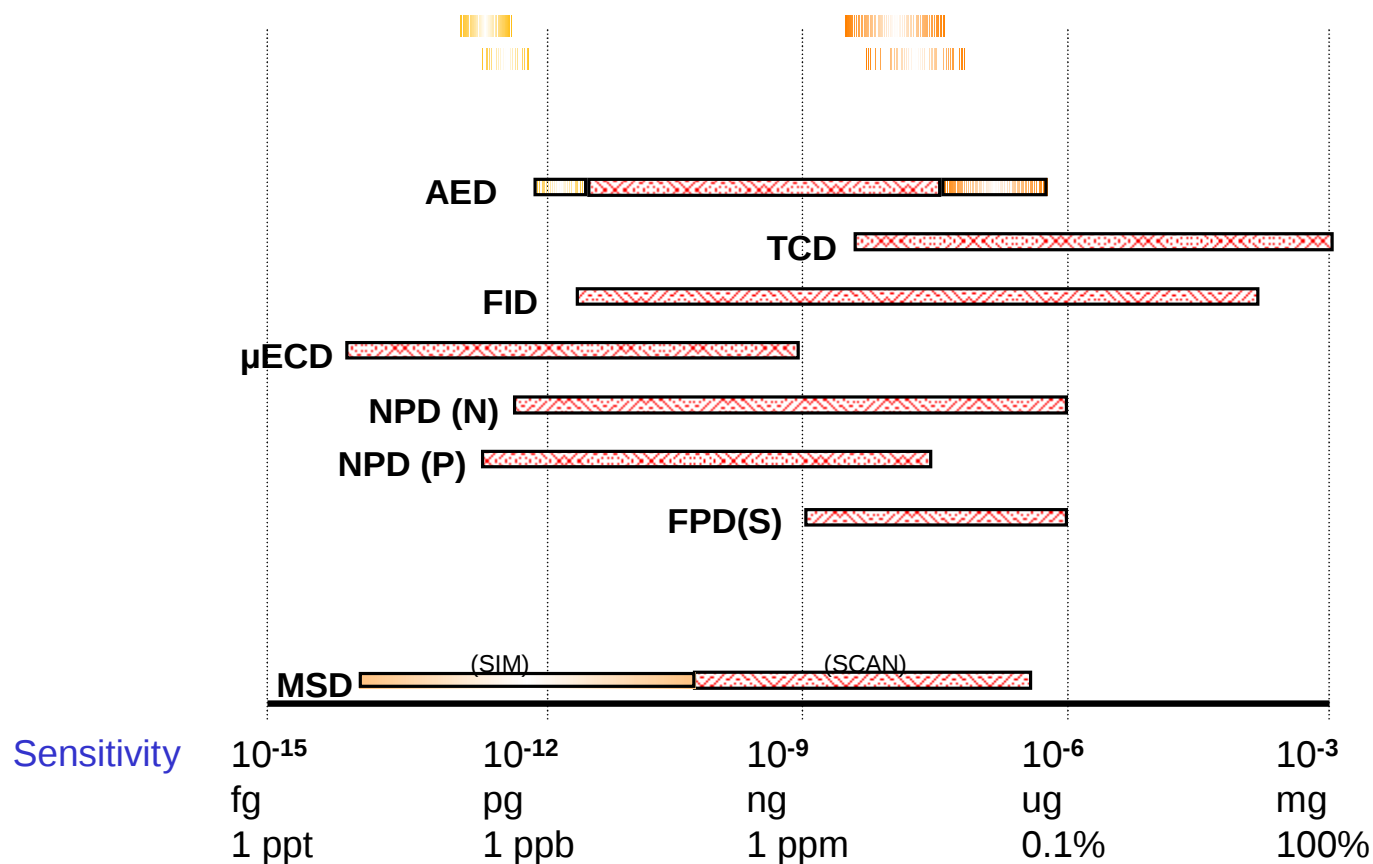
- 氢火焰离子化检测器 (FID)
- 热导检测器 (TCD)
- 微电子捕获检测器 (u-ECD)
- 氮磷检测器 (NPD)
- 火焰光度检测器 (FPD)
- 原子发射检测器 (AED)
- 质谱检测器 (MSD)



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

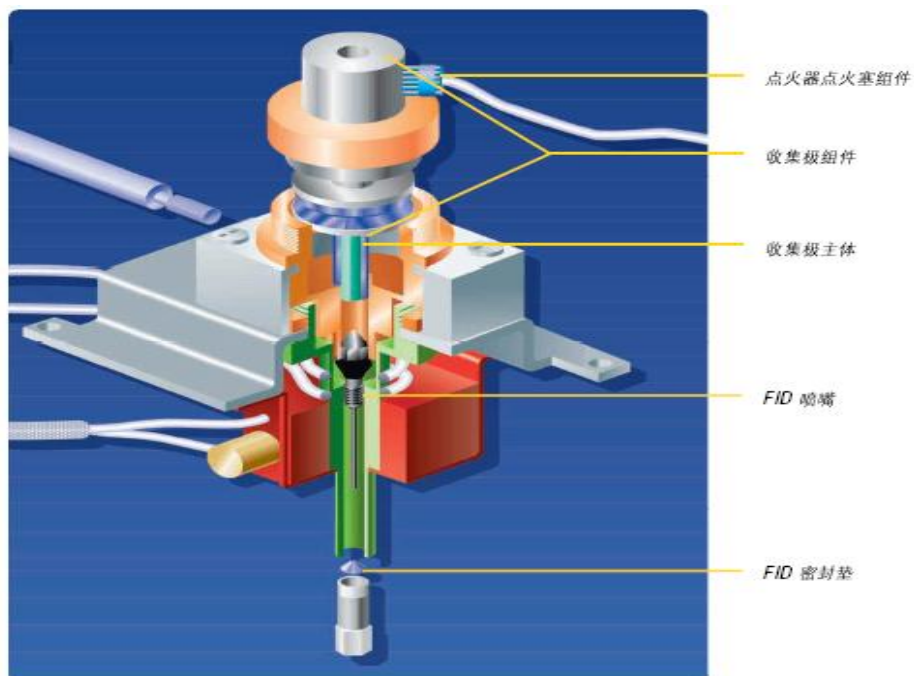
常用检测器灵敏度的比较



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

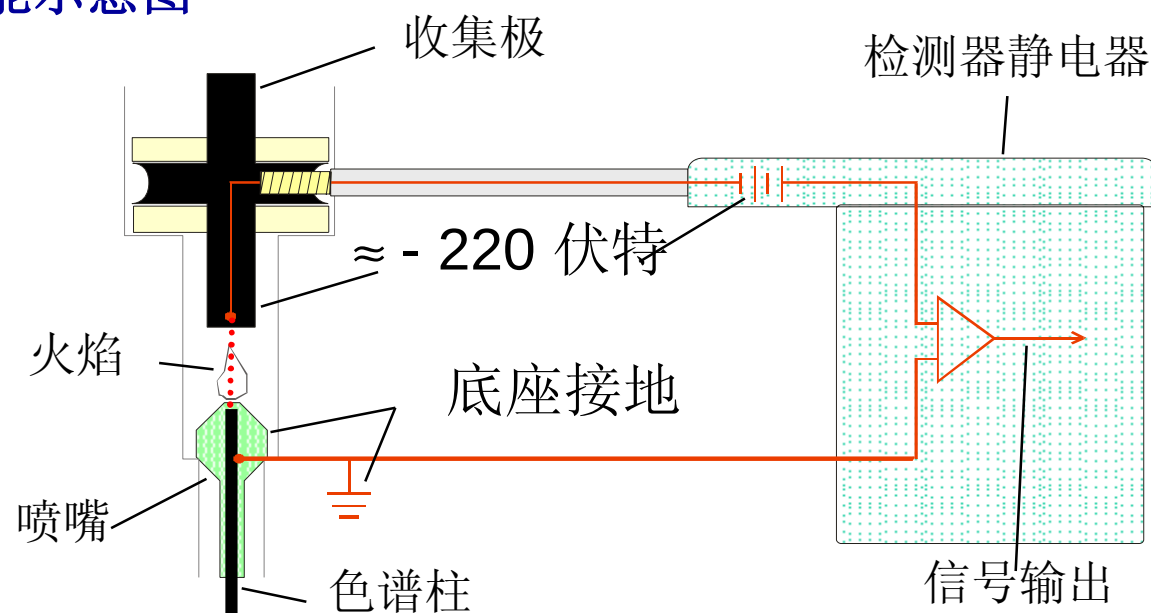


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

FID 功能示意图

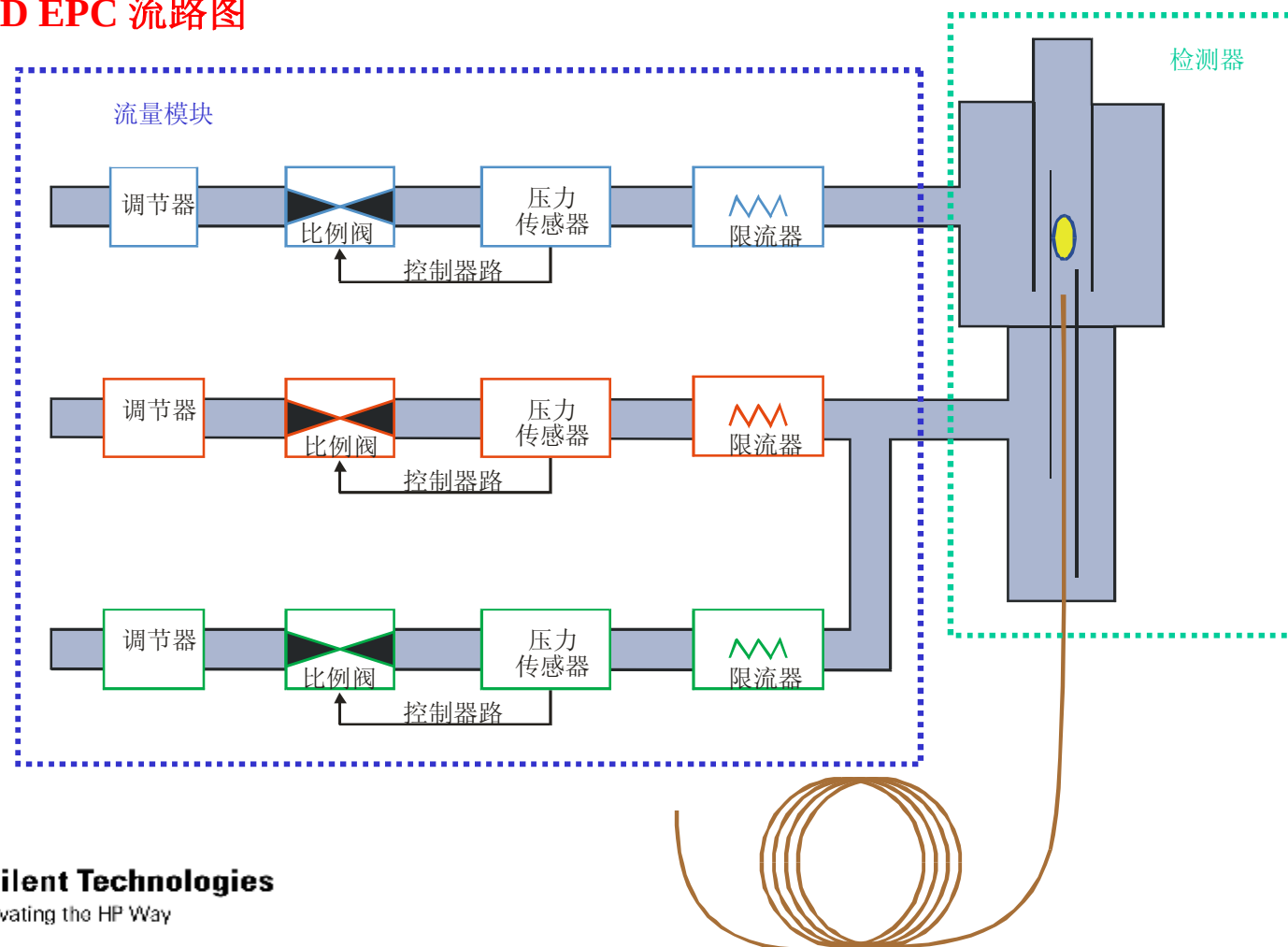


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

FID EPC 流路图

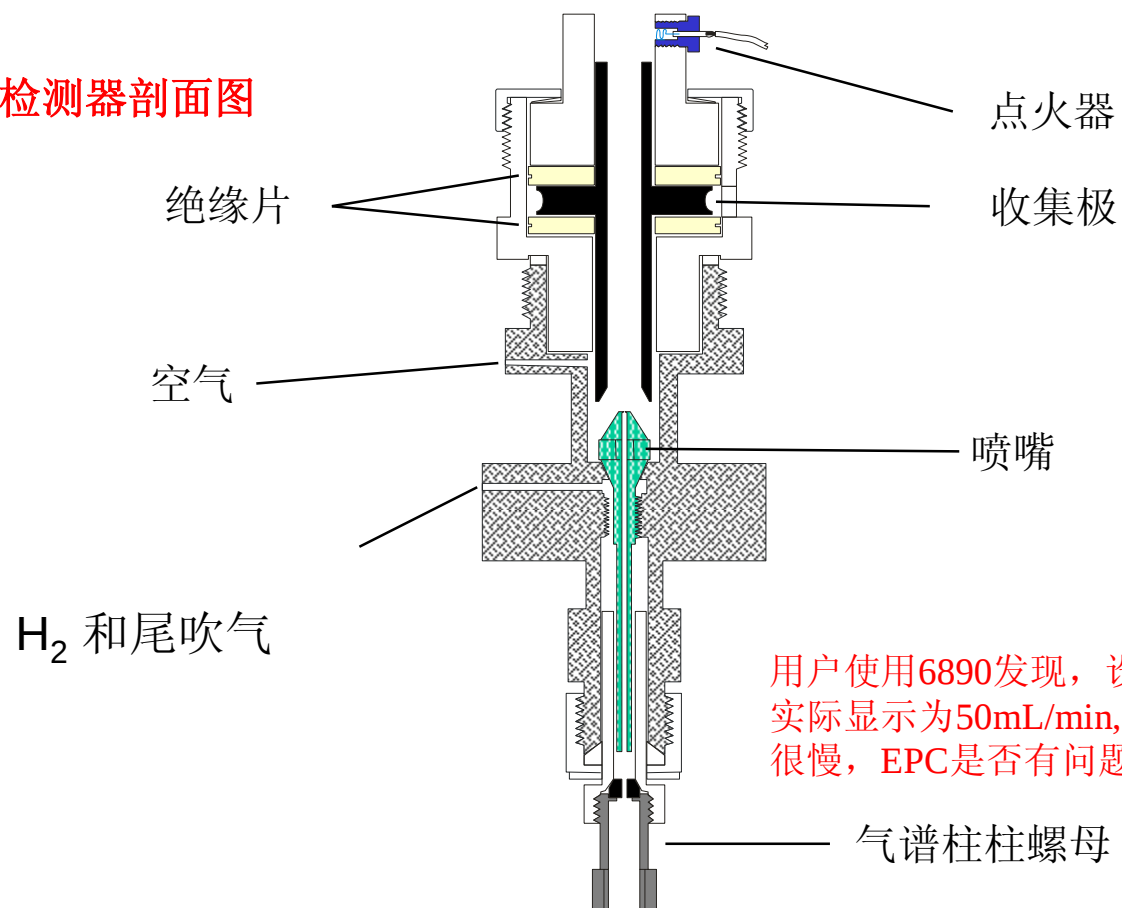


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

FID 检测器剖面图



用户使用6890发现，设定H₂流量为30mL/min，实际显示为50mL/min，点火困难。H₂ off后下降很慢，EPC是否有问题？



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

在 FID 上产生很小响应或不响应的化合物

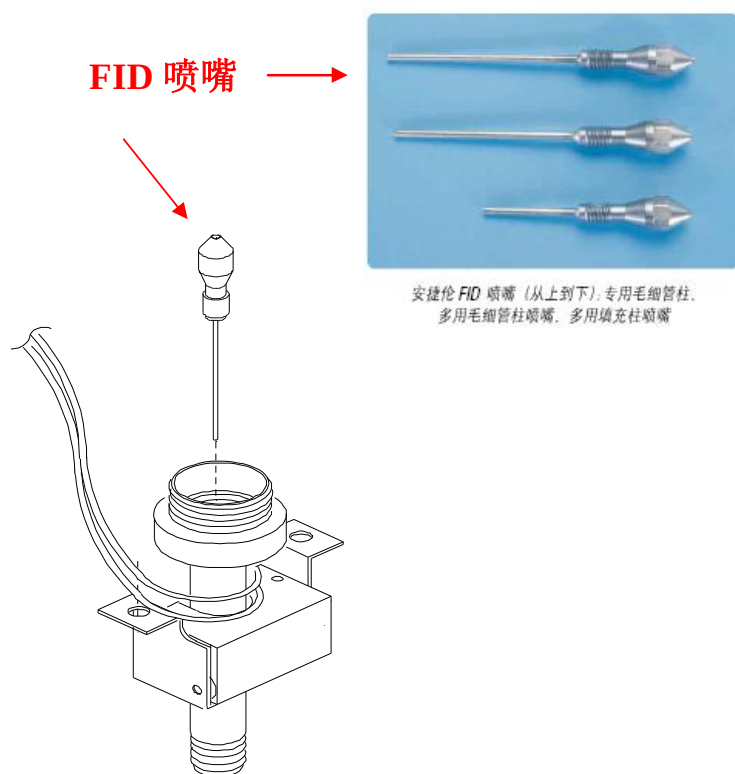
稀有气体	NH_3	CS_2
氮的氧化物	H_2	COS
硅的卤化物	CO	O_2
水	CO_2	N_2
全卤取代化合物	HCOH	HCOOH



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)



适用 FID 喷嘴

喷嘴类型	订货号	喷嘴径 ID
毛细管柱的	19244-80560	0.29 mm 0.011 in.
填充柱的	18710-20119	0.47 mm 0.018 in.
高温的	19244-80620	0.47 mm 0.018 in.

毛细管柱适用型 FID 喷嘴

喷嘴类型	订货号	喷嘴径 ID
毛细管柱的	G1531-80560	0.29 mm 0.011 in.
高温的	G1531-80620	0.47 mm 0.018 in.



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

喷嘴清洗步骤

(使用安捷伦的 FID 清洗工具包, 部件号: 9301-0985)

1. 用清洗金属丝从喷嘴顶部穿入。插入拉出数次, 直到金属丝可光滑移动。要小心不要在喷嘴上造成划痕。(不要迫使太粗的金属丝或探针进入喷嘴口, 否则喷嘴口将被破坏。若喷嘴变形, 将会导致灵敏度下降、峰形变差、和/或点火困难。)
2. 在超声波清洗浴中盛上水溶性洗涤剂, 将喷嘴置于其中, 超声 5 分钟。
3. 使用喷嘴钻孔器清洗喷嘴内部。
4. 再超声清洗 5 分钟。

注意: 从现在起, 只能用镊子夹部件 (不能用手) !

5. 从超声浴中取出喷嘴, 先用热自来水, 然后用少量 GC 级甲醇彻底淋洗喷嘴。
6. 用压缩空气或氮气吹干喷嘴, 然后将喷嘴置于纸巾上, 让其风干。



严重堵塞的FID 喷嘴

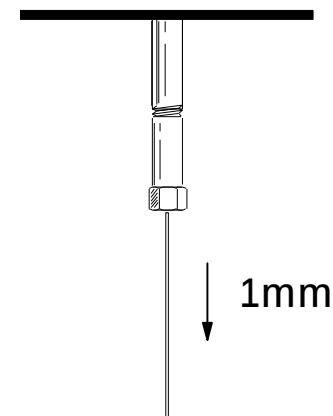
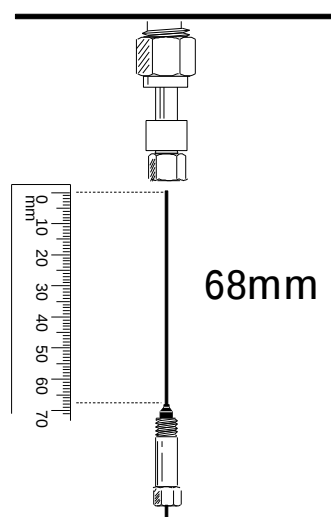
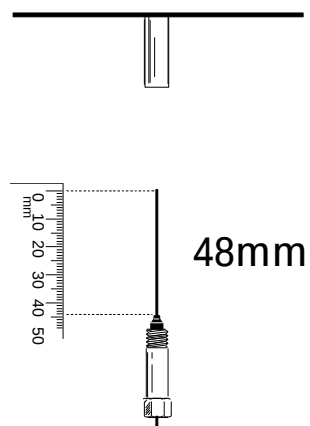


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

FID上 柱子的安装



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

FID 气体流量的设定

	气体类型	流量范围	典型流量
载气 (H ₂ , He, N ₂)	填充柱	10 – 60 ml/min	30 ml/min (1/8" 柱)
	毛细管柱	0.5 – 5 ml/min	1.5 ml/min (0.32 mm 柱)
检测器气体	氢气	24 – 60 ml/min	40 ml/min
	空气	200 – 600 ml/min	450 ml/min
	柱 + 尾吹气	10 – 60 ml/min	50 ml/min

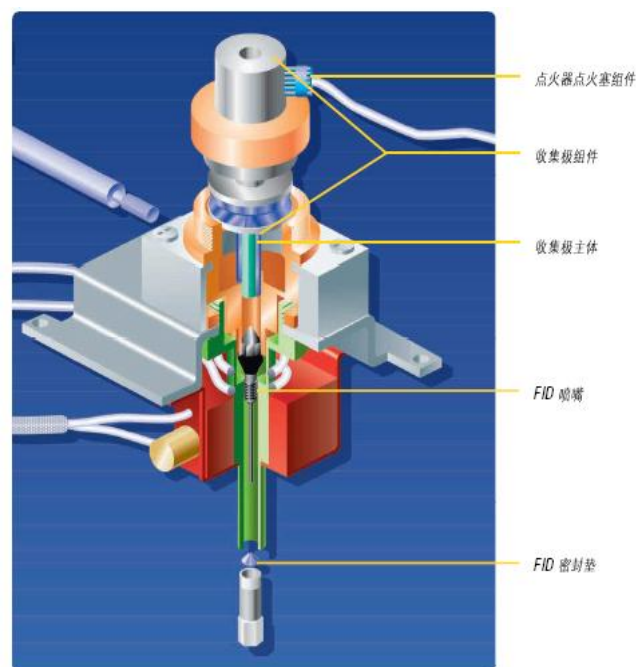


Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

FID 常见故障

- 火焰吹息或点不着
- 出刺
- 低灵敏度
- 噪音
- 漂移



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

如何解决FID点火问题

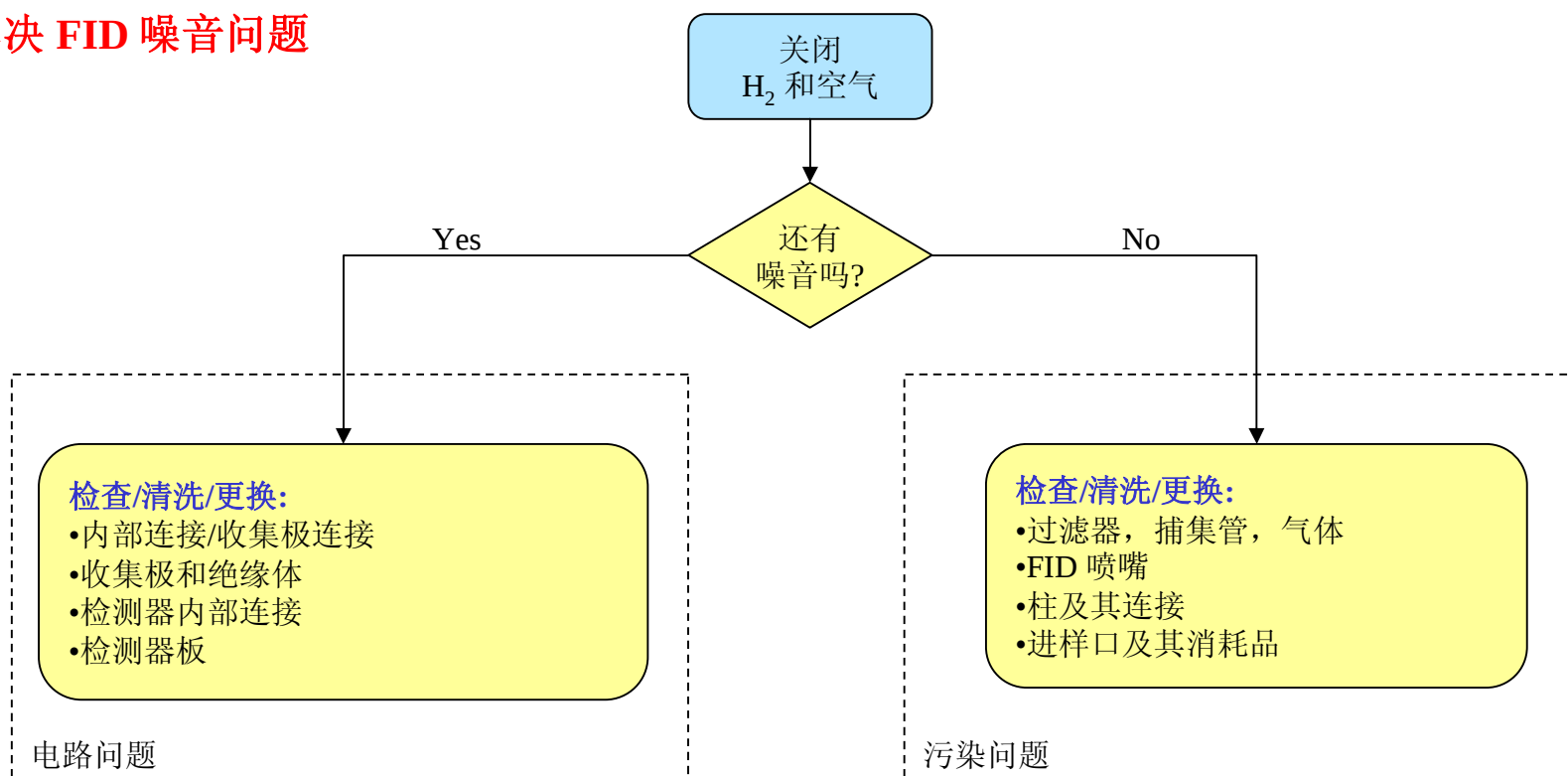
- 检查检测器参数设置
 - 流量
 - 火焰 ON
 - 检测器 ON
 - 点火设置 (lit offset)
- 检查喷嘴
- 检查点火器
- 检查柱连接
- 检查气体供应压力



Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

解决 FID 噪音问题



Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 氢火焰离子化检测器 (FID)

FID 日常维护

- 检测背景信号 (for 5890,signal 830,000?)
- 检查压力/流量
- 清洗或更换喷嘴
- 检查点火组件
- 清洗收集极及组件
- 移走，切割及重新安装柱子



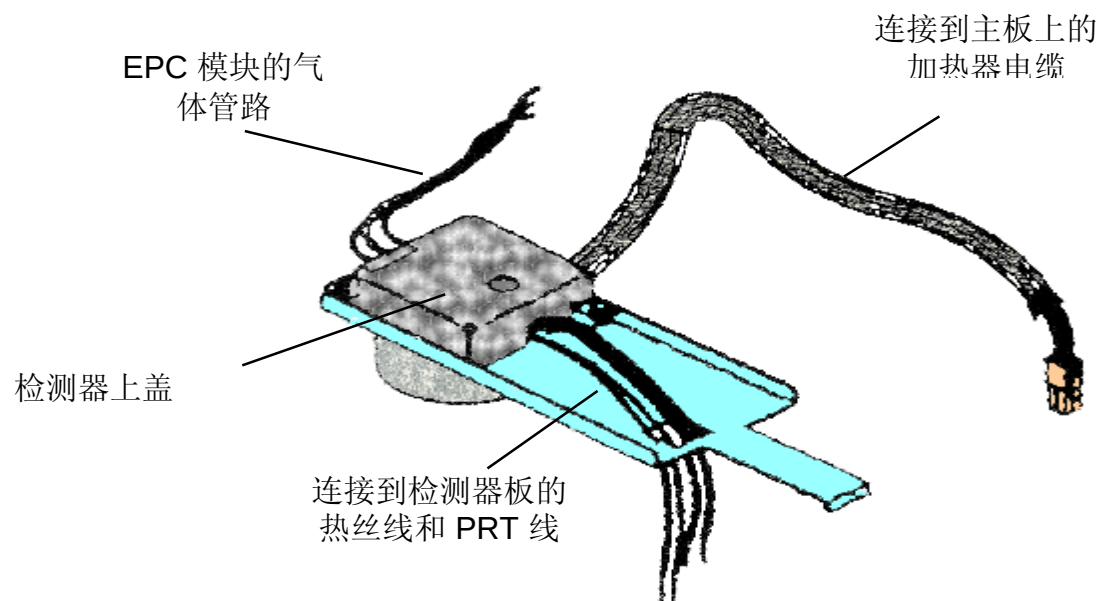
Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

热导基础

化合物	相对热导率
四氯化碳	0.05
苯	0.11
己烷	0.12
氙气	0.12
甲醇	0.13
氮气	0.17
氦气	1.00
氢气	1.28



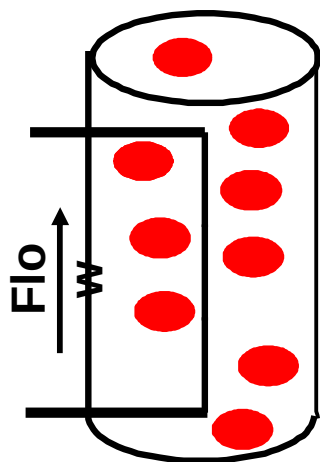
Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

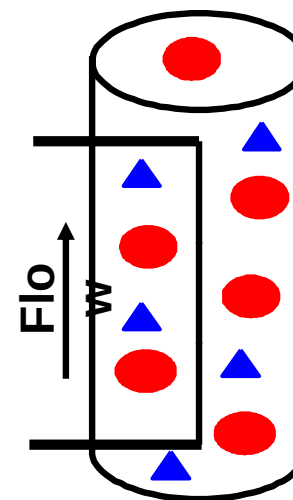
Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

热导基础

TCD 是一个非破坏性的浓度型的检测器，被加热的热丝由载气 ● 流量冷却。



当载气有样品 ▲ 通过时，气体的冷却效果改变。冷却量的差异产生检测器信号。



只要浓度足够高，任何区别于载气的物质都可在**TCD**上得到响应。

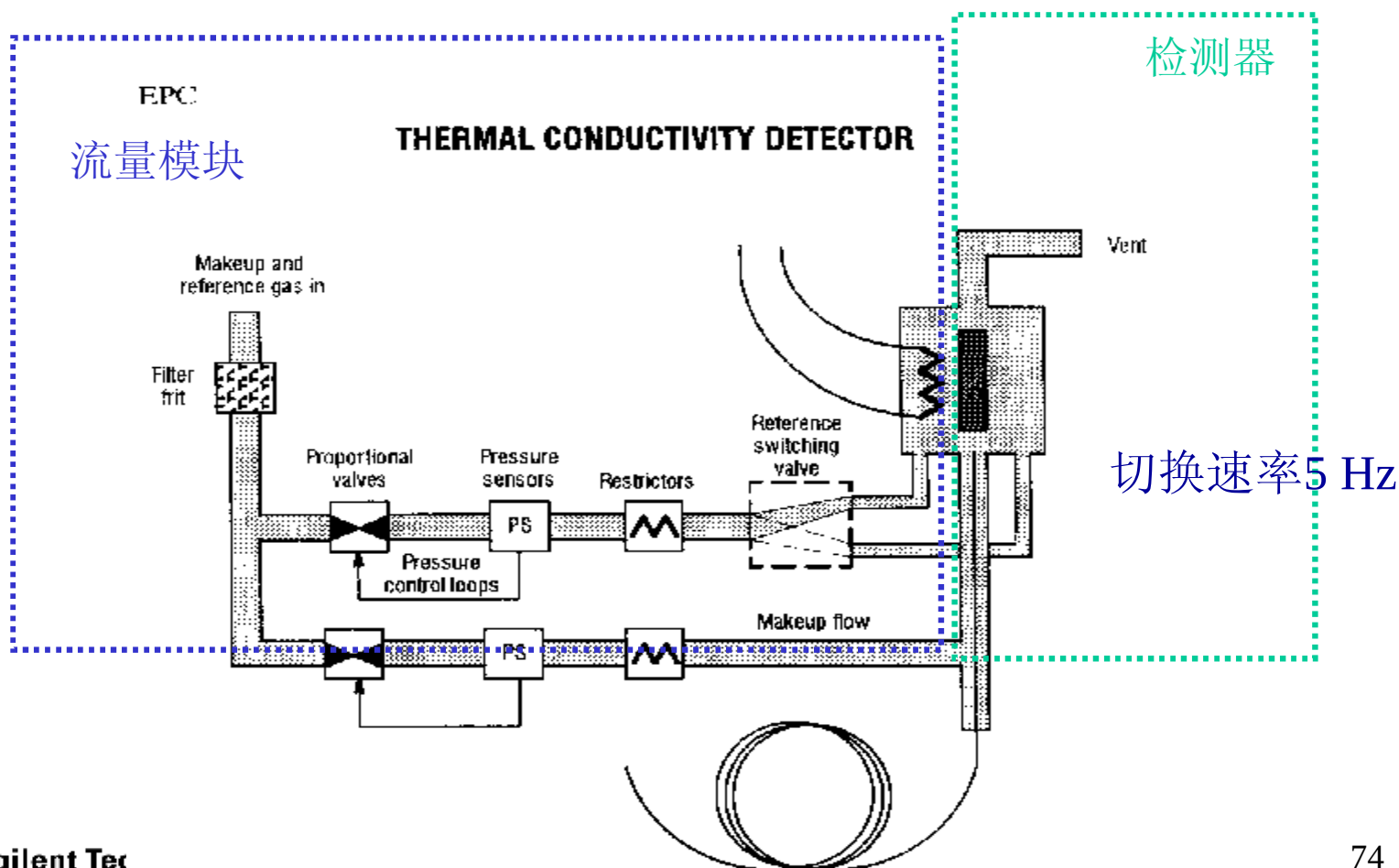


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

TCD EPC 流路图



Agilent Tec
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

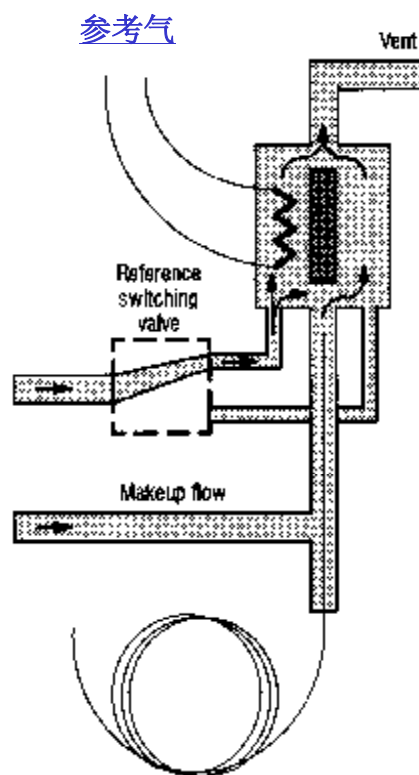
Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

TCD 流路

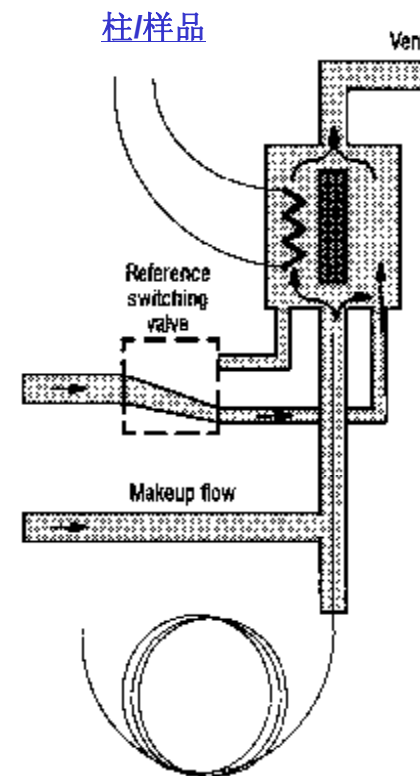
柱流量是进入三个入口中的一个。

参考气被列入两个旁路之一。而进入哪一路取决于前面的切控阀。

辅加气或尾吹气，气流量通过柱外，并在柱流量进入检测器中间入口之前与之混合在一起。



Column effluent diverted to bypass channel. Filament surrounded by reference gas.



Column effluent diverted to filament channel. If sample is present, thermal conductivity rises or falls, depending on gas type.

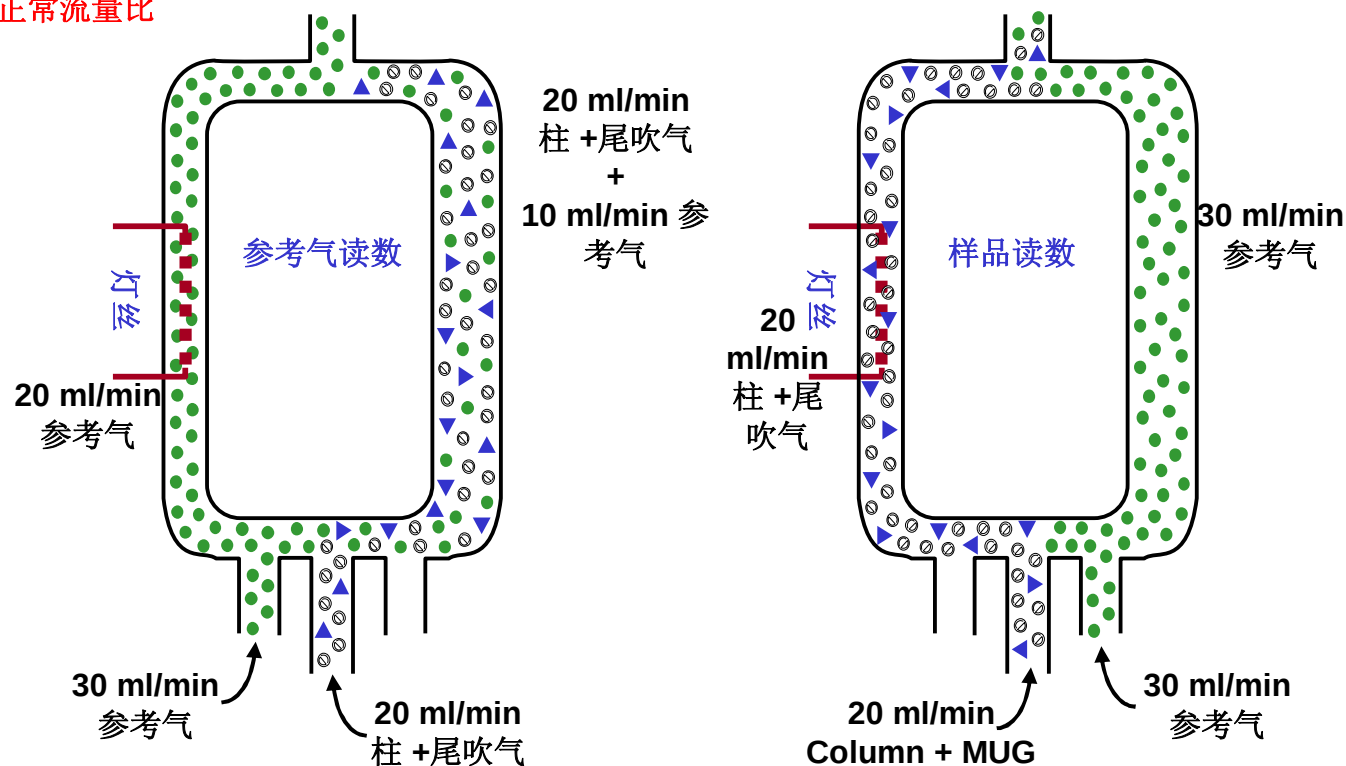


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

TCD 正常流量比



信号 (+ 极性) = 样品 - 参考气

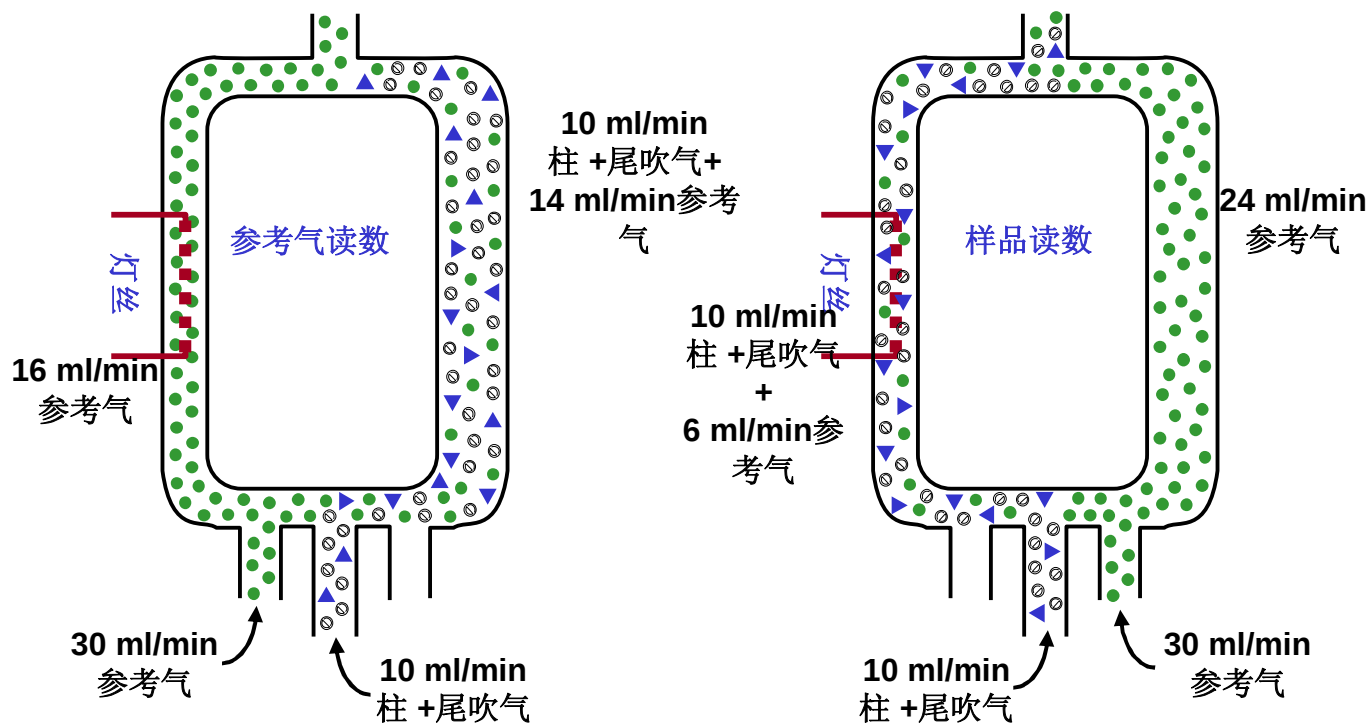


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

参考气流量太高



相对于参考气太低的柱流量，就使载气被参考流量所稀释。这会降低浓度而使TCD信号减小。

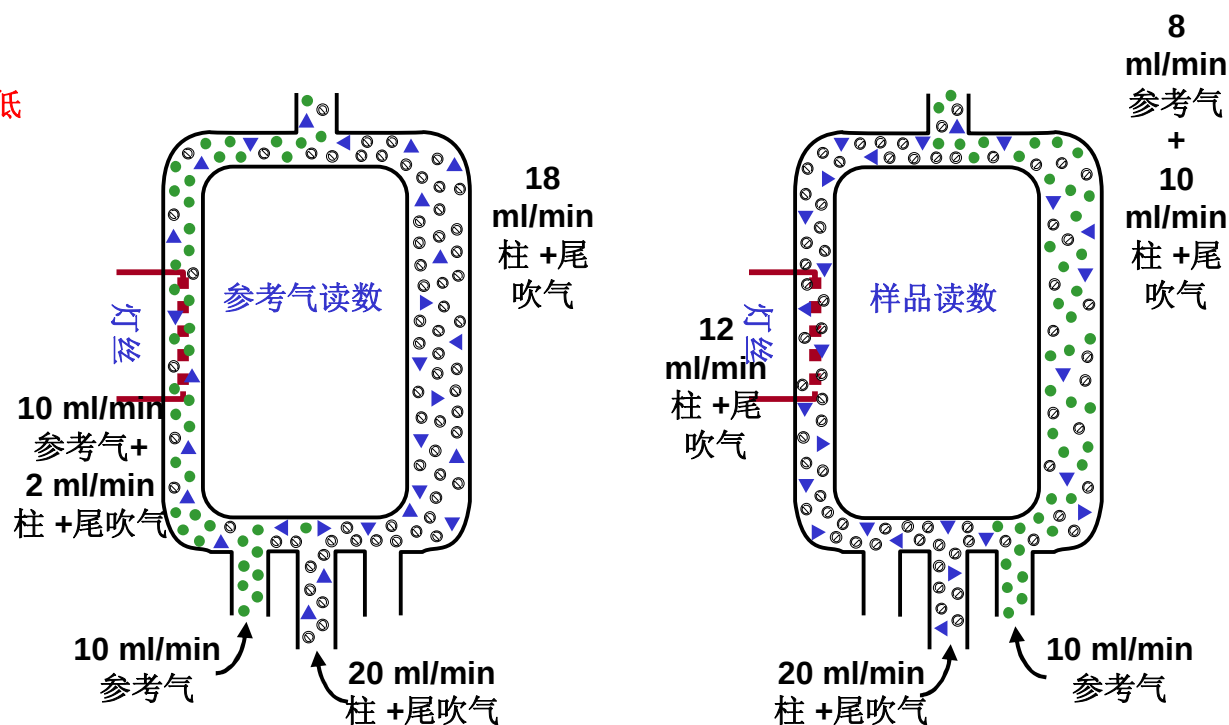


Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

参考气流量太低



从旁路通过的柱流量的丧失并不改变在灯丝通道的样品浓度。所以，样品读数无明显变化。但是参考气流量因掺杂了样品而增大了参考气读数。



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

TCD 流量的设定

	气体类型	流量范围
载气 (H ₂ , He)	填充柱	10 – 60 ml/min
	毛细管柱	1 – 5 ml/min
检测器气体 (H ₂ ,He)	参考气	15 – 60 ml/min
	填充柱 MUG	2 – 3 ml/min
	毛细管柱 MUG	5 – 15ml/min

采用标准验收条件，6890使用FID测试样品分析C14,15,16 300ppm
载气为N2，出峰很小 或几乎不出峰？



Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

解决TCD问题

- 检查流量
- 检查泄漏
- 检查灯丝（测电阻）
- 热清洗
- 溶剂清洗
- 更换EPC模块（包括切换阀）
- 更换检测池



Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

热清洗过程

- 关闭检测器
- 将色谱柱从检测器接头上拆下并盖住炉箱中的检测器端柱接头
- 将参考气流量设为20到30 ml/min
- 将检测器温度设为400 ° C
- 热清洗数小时
- 冷却到正常操作温度
- 关闭检测器并重装色谱柱
- 重将流量设为操作值



Agilent 6890 GC检测器故障诊断及日常维护

Agilent 6890 GC 热导检测器 (TCD)

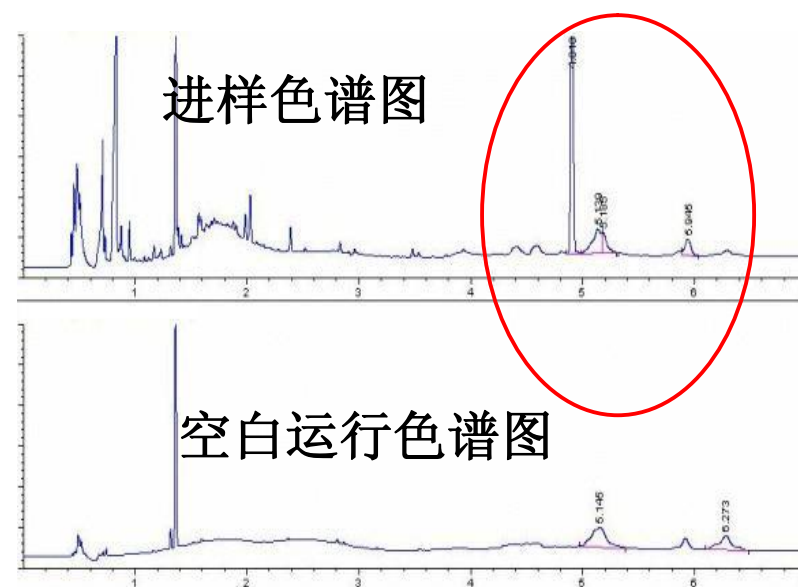
- 检查压力和流量
 - 监测背景信号
 - 热清洗
 - 拆下，切割并重新安装柱子
-
- 问题：中科院某所，TCD使用He为载气，一有人进房间基线上就有毛刺，加地线 / TCD出口加铜管缓冲 / 罩上烧杯依旧？



Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断

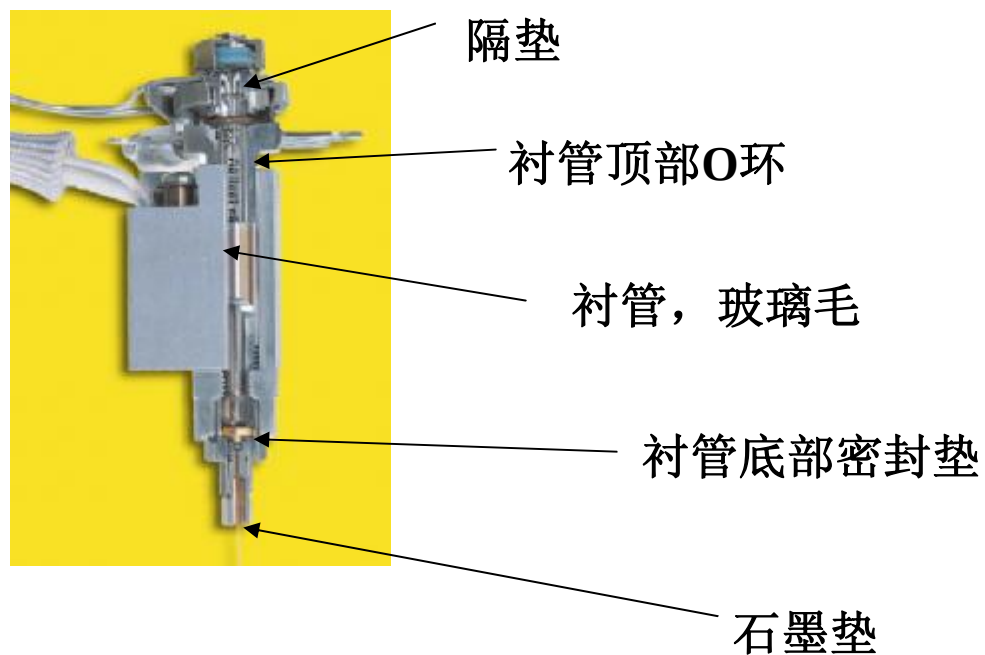
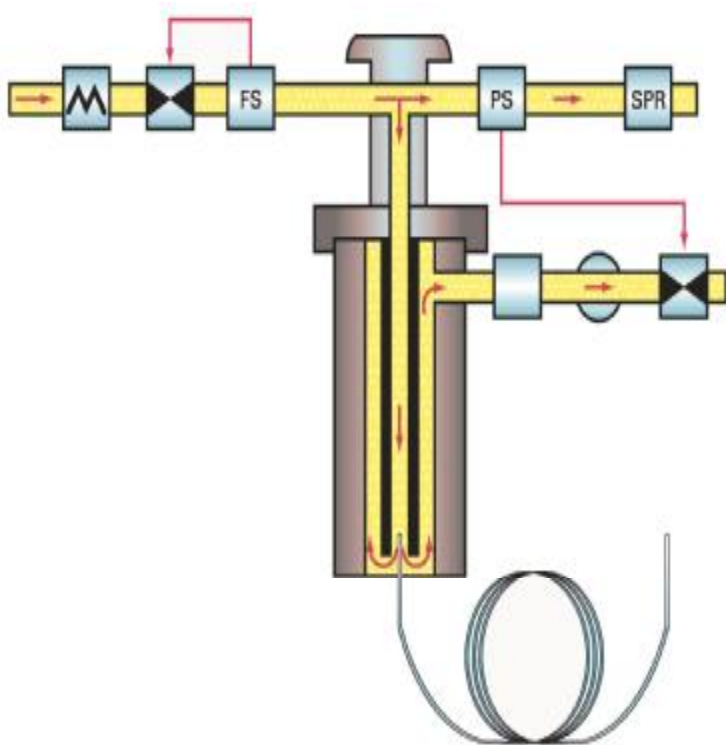
系统污染 / 鬼峰 / 残留

- 气体污染
- 进样针污染 --- 残留（溶剂清洗不够）
- 衬管/进样系统污染
- 色谱柱污染
- 程序升温不够（高沸点物质未流出）
- 样品瓶密封垫的污染
-
- 如何判断---
 - 运行溶剂空白和不进样空白对比试验
 - 卸下色谱柱，堵住检测口运行空白试验
 - 参见[故障排除思路与案例](#)



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

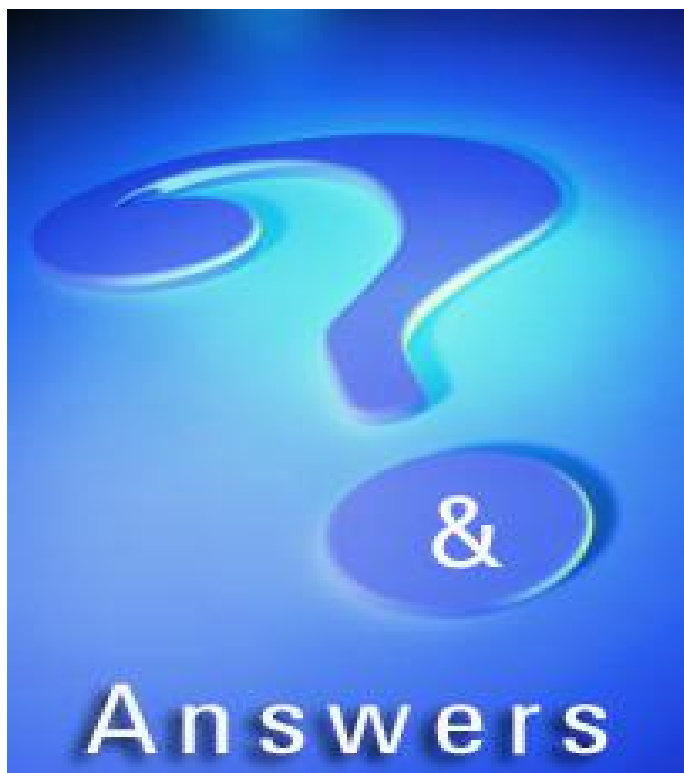
Agilent 6890 气相色谱仪 日常维护 & 故障诊断



Agilent Technologies
Innovating the HP Way



Agilent 6890 气相色谱仪

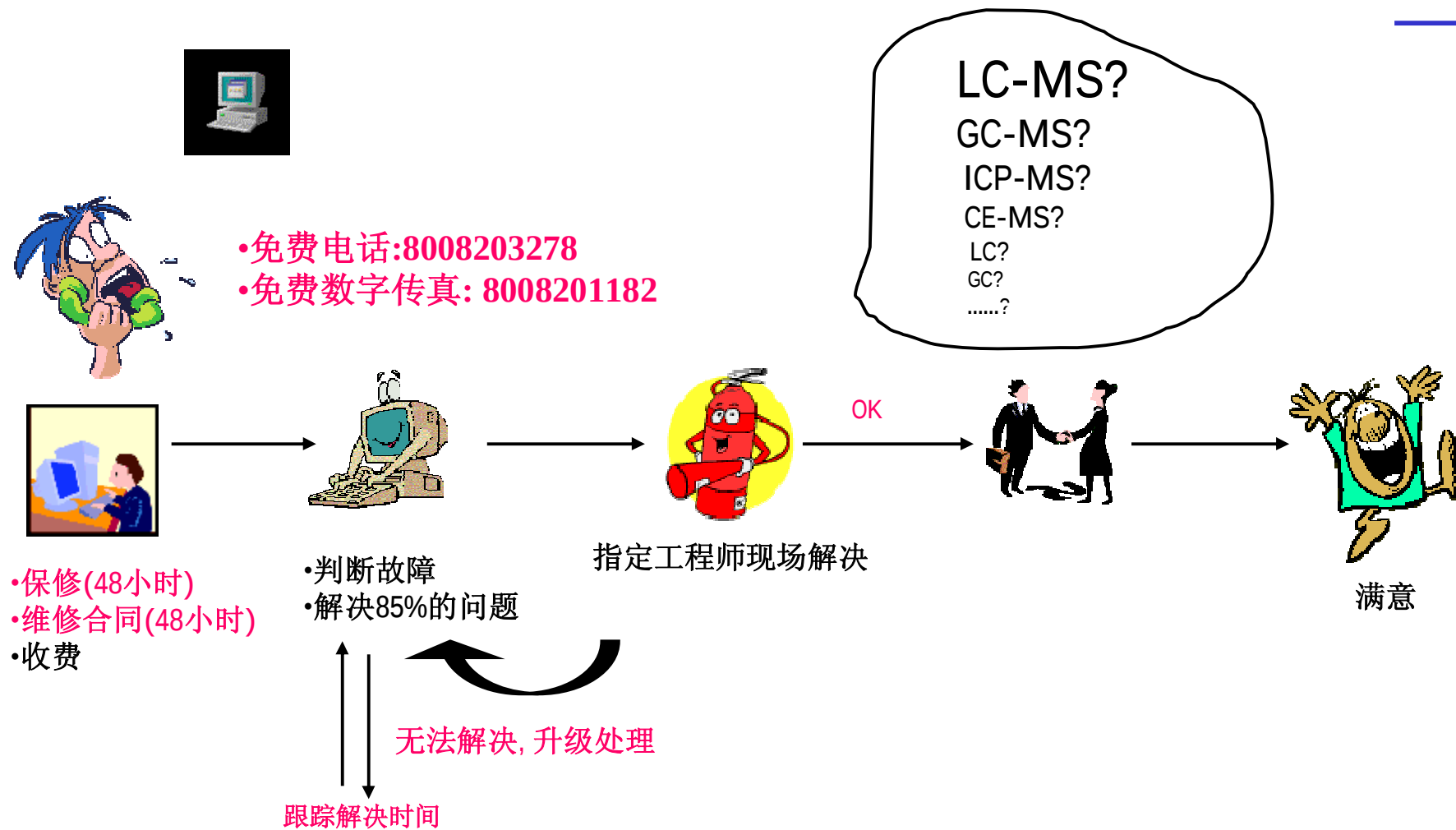


1. 一台新仪器6890GC, 用户发现作Agilent的测试样品重现性很好, 但是换自己的样品重现性不好. 检漏OK, 更换衬管, 隔垫无效.
2. 一台用了6年的6890GC+自动进样器. 一直工作正常. 用户自己作了一次清洗, 更换了衬管. 重现性变坏.
3. 一台用了3年的6890GC, Agilent 工程师上门作常规维护, 更换了进样隔垫, 大体积衬管, 但是重现性不好. 去了四次才解决.
4. 一台6890GC, 作其他样品都正常, 但是作农残样品信号很低. 隔垫, 衬管都是新的, 衬管经过去活处理, 玻璃毛的位置正确.



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

Agilent 技术支持服务流程



分析难题迎刃而解

Agilent 6890N网络化GC

- 可靠耐用，无与伦比的正常运行时间
- 先进的EPC确保结果的精确性和准确性
- 保留时间锁定功能保证结果的一致性
- 快速GC功能可完成更多的任务



谢谢!



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

安捷伦科技有限公司
生命科学与化学分析仪器部