

安捷伦科技
电子捕获
检测器(ECD)

EMEA 和 ID0 国家的管理



注意

安捷伦科技公司,2007

因受美国和国际版权法保护，未经 Agilent 科技公司同意和书面许可，不得以任何形式或手段(包括电子储存、恢复或翻译成外语)复制本手册的任何部分。

手册部件号

5989-6009CHCN

版本

2007年三月第一版

于美国印刷

Agilent 科技公司

惠灵顿 DE, Centerville 路 2850

号,Agilent 科技公司, 19808-1610

Microsoft © 是美国微软公司的注册

商标.

保证事项

本档中所包含的材料符合“当前情况”，在将来的版本中可能更改，恕不另行通知。另外，为了最大程度地被适用法律所允许，关于本手册和其中所包含的任何信息，Agilent 拒绝所有保证事项，无论是直接的或是隐讳的。包含但不限制针对个别用途的可售性和适用性。Agilent 不对本文档的供应、使用和功能或文档中所包含的任何信息中的错误、附带的或因此而遭受的损失承担义务。Agilent 和用户应另有一份包含保证事项的手写协议，该协议应对本文中的材料与这些保证事项相矛盾之处加以控制。

安全提示

注意

注意提示表示存在危险。它提示人们对操作步骤、练习等加以注意。如不正确执行或遵照，可能导致产品丢失重要数据。遇到注意提示请勿继续操作，直至完全理解并达到所示条件。

警告

警告提示表示存在危险。它提示人们对操作步骤、练习等加以注意。如不正确执行或遵照，可能导致人身伤害或死亡。遇到警告提示请勿继续操作，直至完全理解并达到所示条件。

目录

1	技术信息	5
	给普通执照持有人的重要信息-请阅读	6
	介绍	7
	定义	8
	ECD 说明	9
	ECD 的属性	9
	限制要求	10
	操作 ECD 时要遵守的的安全注意事项	10
	ECD 警告	11
	给您的 ECD 加盖	12
	温度限制	12
	维护	14
	热清洗	14
	安装	16
	ECD 的排放	16
	保存您的 ECD	17
	卸载您的 ECD	18
	卸载 G1533A 和 G2397A ECD (6890 GC)的指示	18
	卸载新型检测器盖	19
	卸载旧型检测器盖	19
	卸载右侧盖	20
	卸载电子盖	21
	断开电缆	22
	卸载组合气体适配器	23

卸载 ECD	24
卸载 G1223A 和 G1224A ECD (5890)的指示	25
卸载 19233 和 19235 ECD (5890 GC)的指示	30
卸载 19303 和 19312 ECD (5880 GC)的指示	35
在 6850 GC 上维护微电池 ECD 的指示	37
放射性擦拭检测	44
事件	45
操作原理	46
ECD 检测何种类型的样品?	46
灵敏度	47



安捷伦科技电子捕获检测器 (ECD)
EMEA 和 ID0 国家的管理

1

技术信息

给普通执照持有人的重要信息-请阅读	6
介绍	7
定义	8
ECD 说明	9
限制要求	10
维护	14
卸载您的 ECD	18
放射性擦拭检测	44
事件	45
操作原理	46

给普通执照持有人的重要信息-请阅读

参阅：ECD 控制

亲爱的安捷伦的客户们，

我们希望带来一个问题引起您的注意，我们的一些客户和管理代理机构与我们共同享有关于控制电子捕获检测器(ECD)的管理要求。您或许也知道，由于内部设备、实验室人员和公司变动，ECD 的所有权和地位会频繁地变化。作为这些变化的结果，与 ECD 控制和监控有关的责任有时不明确，并且放射安全官员(RSO)或实验室管理员可能会潜在地面临着在面对管理检查者时无法提供所有权记录的情况。

如果您能够防止可能出现的矛盾以及您和您的公司可能面临的困难，那么您当地的管理代理机构和安捷伦科技将对此十分感兴趣。由于这一原因，我们强烈要求您和您公司的 RSO 在处理放射安全问题时考虑到下一页所给出的建议。这些建议对于您与您当地的管理代理机构建立良好的关系十分有用。

安捷伦科技

敬启

介绍

本刊物对安捷伦所生产 ECD 的正确安装、操作和维护作了描述。亦探讨了掌握其用法的法规以及安全注意事项，必须遵守这些安全注意事项以避免放射性危险。

注 本手册中所包含的有关“法规”的材料精确到截稿日期。但是，法规可能变化。用户有责任遵守最新的法规。

虽然遵守安全注意事项以及本手册中的诸多要求是一个良好的习惯，但您也有责任遵守你当地的法规。

定义

代理机构：在您的国家、州等范围内管理放射性材料之使用的当地组织。

客户应联系当地“代理机构”来确定适用法规。

ECD: GC: 气相色谱仪

放射性擦拭检测：这也被称为擦拭检测或泄漏测试，是一种在所有的安捷伦 ECD 上都要进行的测试。擦拭检测就是用滤纸或棉棒来擦 ECD 外部，然后用液体闪烁计数器来进行分析，确定擦拭的活性。更多信息请参阅第 50 页上的“放射性擦拭检测”。

法规：本手册中指您各自所在国家的“代理机构”所制定的法规。

ECD 说明

ECD 可作为购买本设备时的选购品而购买。它可能在出厂时就已安装到您的 GC 中，或者作为添加附件由您或安捷伦科技来进行安装。

ECD 由检测器电池、电池周围的热绝缘材料、安装用硬件、ECD 盖以及配套的过热保护电路（如有需要）组成。ECD 机体的两半由防干扰螺丝（须用特殊工具才能取下）将其结在一起。该工具不随 ECD 一同提供。

ECD 的属性

ECD 中所使用的放射源为 ^{63}Ni 。该材料位于电池体一个内表面上。这是一种用于色谱仪的材料，常温下为固体。此处列出它的一些属性。

- 半衰期：101.1 年
- 排放：最大 65.87 keV，线辐射
- 熔点：1453°C
- ECD 活动部件尺寸：
 - 内径：1.2 cm
 - 高度：1 cm
- 微电池 ECD (μECD):
 - 内径：6 mm
 - 高度：4.2 mm
- 最大活动性：（不超过）15 毫居里或 555 MBq

限制要求

一般而言，以下为与 ECD 的所有权和使用相关的限制要求。但是，您有责任遵守您当地核“代理机构”的要求。

- 1 您不得取下用电线绑到 ECD 上的金属标签。
- 2 您必须遵守本手册以及其它任何关于 ECD 的手册或说明书中的指示。
- 3 如果 ECD 出现任何损坏征兆，您必须立即停止使用并通知您当地的“代理机构”。
- 4 您必须定期进行或已进行放射性泄漏测试。
- 5 如果放射性泄漏测试的结果表明放射性泄漏为 0.05 微居里或以上，您必须停止使用该 ECD 并通知您当地的“代理机构”。
- 6 您必须坚持记录 ECD 所收到的数据、转交给他人的日期（包括送回厂方修理等）以及放射性测试的结果。您当地的“代理机构”会检查这些记录。
- 7 您必须根据欧洲法规将 ECD 送回安捷伦科技（说明请见第 2 章）。
- 8 任何情况下您都不可对 ECD 电池进行切割、钻孔、打开、焊接或进行其它任何毁坏性或损坏性操作。
- 9 腐蚀性化学药品不得接近 ECD。
- 10 禁止分解 ECD。

操作 ECD 时要遵守的安全注意事项

- 1 操作 ECD 时切勿饮、食或吸烟。
- 2 操作 ECD 或靠近时必须戴上安全眼镜和手套。
- 3 操作 ECD 时，穿上防护衣，例如实验室服、安全眼镜和手套，并养成良好的实验室习惯。另外，操作完 ECD 后应使用稀研磨剂来洗手。

- 4 不使用 ECD 时将其输入输出盖盖上。
- 5 使用 ECD 时应始终将 ECD 的排气孔连接到通风橱或采用其它可行办法将其连接到外面。

ECD 警告

虽然这一能量水平的 β 粒子几乎没有穿透力(皮肤表层或一些纸张可以阻挡大部分), 但是如果摄取并吸入同位素, 仍然可能存在危险。由于这一原因, 必须小心处理电池, 必须按照您当地核代理机构的要求定期进行放射性泄漏测试, ECD 不使用时输入和输出必须盖上, 腐蚀性化学药品不得接近探测器, 并且探测器的排气口必须在实验室环境之外。

警告 不论是为了使产品形成挥发性或为了使镀金薄膜物理衰退, 都不得使用可能与 ^{63}Ni 源发生反应的材料。这些材料包括氧化物、酸、湿卤素、湿硝酸、氨盐基、硫化氢、PCP 和一氧化碳。此处无法列出所有材料, 但已指出了可能对 ^{63}Ni 探测器造成损伤的化合物种类。

警告 有极小的可能性加热炉和 ECD 加热区域同时发生热失控(最大失控加热不超过 400°C) 并且 ECD 暴露在这种条件下超过 12 小时, 则必须采取以下措施:

- 关闭主电源并使设备冷却后, 盖上 ECD 的输入和排气口。戴上一次性塑胶手套并遵守一般注意事项。
- 根据本手册中所包含的指示将电池送回安捷伦科技(见第 2 章)。

在这一罕见的情形下, 还有极低的可能性放射性材料从电池中泄漏。但是, 电池内的 ^{63}Ni 镀层可能受到永久损伤, 因此必须将电池送回调换。

警告

切勿使用溶剂来清洗 ECD。

警告

除非经过您当地核管理机构的批准，否则您不可以打开 ECD 电池。切勿打乱四个插座头螺钉。它们共同固定电池。拆除或打乱它们可能造成安全危机。

给您的 ECD 加盖

警告

过热或化学损伤可能导致放射性微粒从输入口填充物上掉下。

没有安装栏杆时，ECD 输入口的填充物必须加盖。另外在排气线未连接时，ECD 一侧伸出的金属排气管必须加盖。如将不使用 ECD 或要将其储藏起来，请见第 23 页上的“保存您的 ECD”。

温度限制

检测器运行温度的最大限度为 400°C（5790、5880 和 6850 GC 为 350°C），并且 ECD 加热不能超过以上所限制得温度。这一限度被置入 GC 的温度控制系统中。如果要发生故障并且 ECD 温度要上升到 425°C，设备的主机加热系统将关闭所有加热区域。

对于 5970 和 5880 GC，如果温度要上升到 350°C 以上，不论是由于输入了错误的设定点还是由于设备故障，安全电路都将在 370 +/- 10°C 时切断加热器电源。

警告

如果要停用 ECD 的加热器，设备中可能出现硬件问题。从设备手册上查阅诊断信息并纠正问题：

6890 系列气相色谱仪维修手册

6850 系列气相色谱仪维修手册

5890 系列气相色谱仪参考手册

5880 系列气相色谱仪操作手册

5790 系列气相色谱仪参考手册

只有将整个设备关闭并再次打开才能恢复加热器电源。

维护

客户对 ECD 的维护只限于进行安装、放射性泄漏测试、热清洗和卸载 ECD。我们推荐定期（建议为 5 年）将 ECD 送回厂方作彻底检查和维修。

监控 ECD 操作的最简单的方法之一就是监控信号基线。指定信息请见您的 GC 操作员文档。

漏气可能对您的 ECD 性能造成不良影响。找到并修补所有漏气口，这一点很重要。进行漏气检测的完整指示可在随设备提供的维护和故障排除文档中找到。

卸载 ECD 的指示可在适用于你的 GC 的维修文档中找到，本手册中也有（请见第 24 页上的“卸载您的 ECD”）。

热清洗

警告

勿让液体溶剂接触 ECD 电池。

热清洗过程中 ECD 的流出物必须排出。

为了方便排出，取走注入孔和 ECD 之间的所有栏杆并采取以下措施之一：

- 安装一个空的（未包装的）、干净的玻璃/金属大型孔柱以保证气流进入并穿过 ECD。将气象色谱仪炉温设为 250°C 并将载气流量设为 30~90 mL/min。将 ECD 温度升至正常运行温度和最大运行温度限度之间（对于 5880A GC，最大 ECD 温度为 370°C，对于 5890 和 6890 GC 设备，最大温度为 400°C）。

或者

- 取下栏杆并盖上检测器输入口。使用辅助气来维持 30~90 mL/min. 的流量。

保持气象色谱仪老化时间为 (3-24) 小时直至 ECD 基线稳定。所需的总时间取决于污染类型和程度, 以及正常运行温度与烘烤温度的对比。在更高 (正常运行温度以上) 的温度和更纯的气体烘烤 ECD 可缩短所需时间。烘烤期间监控 ECD 的信号/基线以决定所需时间是一个良好的习惯。典型基线曲线图可能近似图 1。

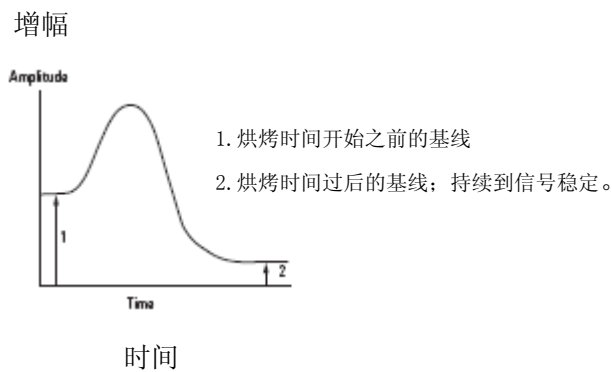


图 1 典型基线曲线图

热清洗 ECD 将很可能改变其响应特性, 因此您可能需要根据实际方法来重新校准您的 ECD。

安装

ECD 作为安捷伦 GC 的选配件，已在出厂前安装完毕。如果 ECD 作为额外附件而购买，则会随 ECD 附有详细安装说明。

警告

（仅 5880 GC）为了防止出现危险情形，必须完全遵守指示。对有关过热保护板和热测量板的章节更须额外注意。

指示中包含确认过热保护电路正确运行的步骤。如果该电路功能发挥不正确，将设备关闭，立即通知您当地的安捷伦服务组织，并且不要再尝试使用设备。

安装 ECD 时，始终记住按照第 22 页上“ECD 的排放”中指定的步骤来处理检测器的排放，并且记住按照指示安装所有标签。

ECD 的排放

安装 ECD 的设备必须置于能排放 ECD 流出物之处。ECD 出口管不应排放到实验室环境。将通风管连接到通风橱是一个方便的办法。该注意事项用于在遇到反常条件时防止实验室的放射性污染。

安捷伦科技推荐将通风线连接到通风橱。内径应为 6 mm（1/4 英寸）或以上，以防背压在 ECD 信号中产生噪声。用这一直径的电线，管道长度不重要。

保存您的 ECD

由于实验室的需要，现场备有另一个 ECD 以便快速更换弄脏的 ECD，这是一个良好的前摄习惯。特别是在实验室中工作量或样品量大，必须保持设备不断运行时。这一“备用 ECD 电池”操作很可能是由安捷伦所设计，但需要注意一些事项以在备用 ECD 投入使用时保证无麻烦运行。

由于 ECD 中有化学性极强的气体，使空气和湿气远离电池是明智的。使用检测器时载气流即起着这一作用，但如果把 ECD 长期这样保存会导致 ECD 在恢复使用时不能按所期望那样运行。这可能是由于电池中有来自空气电离化合物的腐蚀性化合物（例如硝酸）。根据我们所掌握的知识，这一点尚未被证明，但如果存在此类化合物，很可能对 ECD 有害。为了防止其产生，我们建议用较慢的清扫气吹过保存中的 ECD 或吹过 ECD 电池并在其中密封一些惰性气体以防空气（氧气和水）进入电池活动区域。氮自身并不是一个问题，但是与氧化合后会形成腐蚀性很强的化合物。氩气或氦气等惰性气体是这一清扫气的最佳选择。

注 在不使用或保存时必须持续进行放射性材料的漏电流定期擦拭检测（见第 50 页上的“放射性擦拭检测”）。

卸载您的 ECD

在您想要将 ECD 在 GC 上重新定位或送回安捷伦科技时,您需要将其卸载。ECD 由两个部分组成: ECD 电池和加热块。任何条件下都不得分解 ECD 电池。

从关闭加热区,使设备冷却到室温开始。当 ECD 冷却后,关闭所有气流,拆除连接检测器的栏杆并关闭主设备电源。从墙上的插座上断开主电源线。

从您的色谱仪上取下 ECD 所需的设备取决于 GC 型号。确定您所有的是哪个型号的 ECD 并遵照适当的指示。卸载 ECD 时,戴上一次性手套并在处理完 ECD 后用肥皂和水彻底洗手。如果您要把 ECD 送回安捷伦科技,参阅您所在国家的“如何处理“用完的 ECD””指示。如果您在卸载 ECD 时遇到任何问题或复杂情况,请致电当地安捷伦客户工程师或安捷伦应答中心。

卸载 G1533A 和 G2397A ECD (6890 GC) 的指示

安全

警告

所有版本的 ECD 电池都包含放射性材料。暴露于放射性材料下对人身健康是有危害的。任何条件下都不得分解 ECD 电池。必须将 ECD 送回经许可的单位。安捷伦将只接受由 Hewlett-Packard 或安捷伦科技所制造的 ECD。

注意

关闭气源之前必须留出时间使 GC 炉温和其他加热区冷却。否则可能使 ECD 受损。

警告 着手之前，关闭 GC 炉温及所有加热区域的温度并使其冷却。冷却后，关闭检测器气源，然后关闭主电源开关并拔下电源线。

注意 继续操作之前先确保用 ESD 线接地。

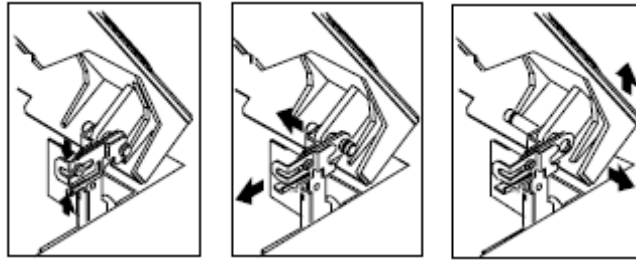
卸载新型探测器盖

垂直抬起 GC 的检测器盖并从设备上取下。

卸载旧型检测器盖

检测器盖保护检测器、阀门盒以及阀门组件。

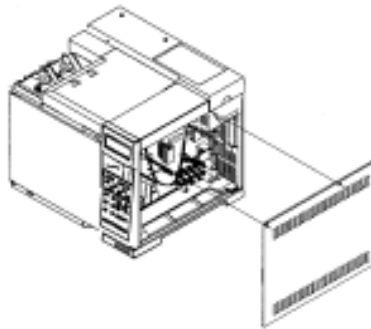
- 1 使检测器盖倾斜。
- 2 紧握右侧铰链上的把手，拔出把手并旋转。
- 3 将把手后的金属针相左推。
- 4 向右滑动检测器盖并将其取下，如下图所示。



- 5 重新安装检测器盖：
 - a 将盖子左侧的塑料标竿滑入注入孔风扇盖上的孔中。
 - b 用金属针将盖子右侧尖嘴中的孔对齐并将针向右推使其穿过孔。
 - c 向后下方旋转把手并快速返回金属针后。

卸载右侧盖

- 1 完全拧松盖子顶部的两个外加螺丝 (Torx T-20)。
- 2 向 GC 背侧微微滑动盖子并将盖子从底座底部的插槽中取出。



卸载电子盖

电子盖位于 6890 系列 GC 的顶部右侧。

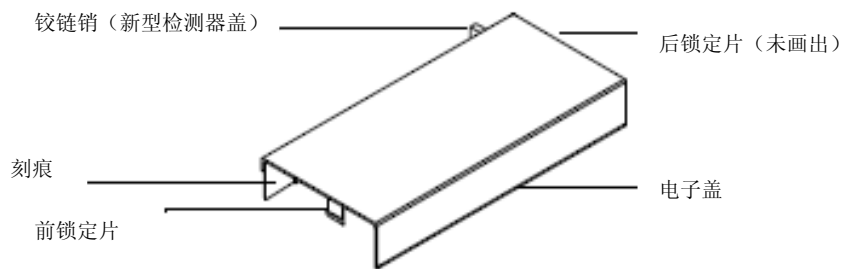
警告

电子盖屏蔽了主板上的高压部件。
取下盖子之前先关闭主电源开关并拔下电源线。

注意

执行这一步骤时 6890 底座必须用 ESC 线接地。

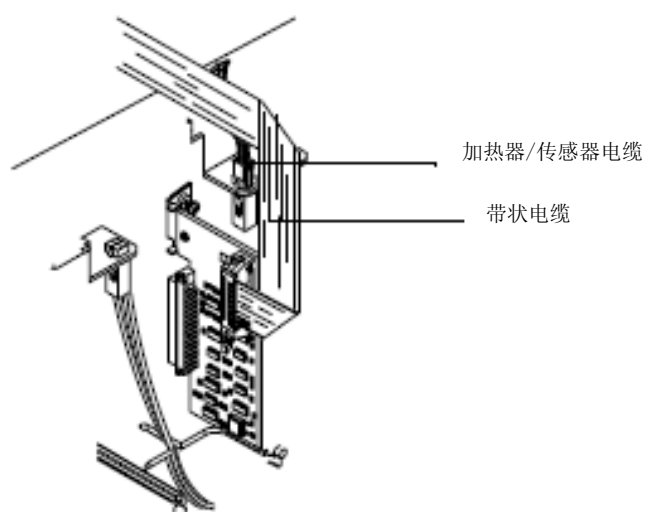
- 1 取下 GC 右侧盖。
- 2 将手经过设备前面伸到电子盖下面并按下后盖锁定片。
- 3 按下锁定片时，抬起电子盖后侧并向后、上滑动盖子，从设备上取下。
见下图。



- 4 要重新安装盖子，确保盖子有凹口的边缘面对设备左前方并将其嵌入位置。

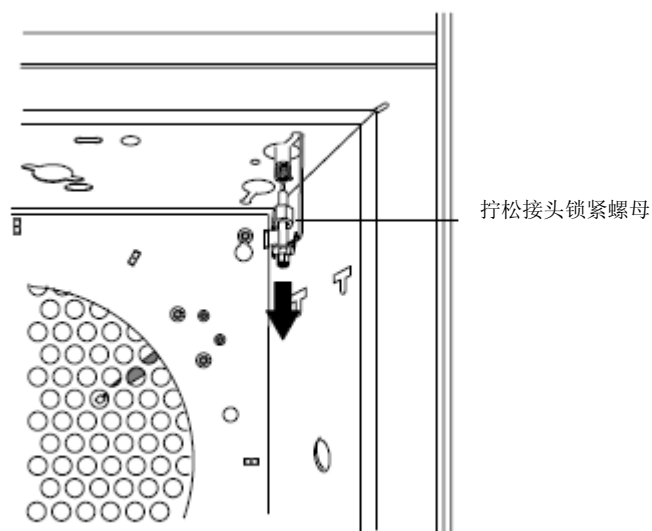
断开电缆

- 1 从 GC 右侧的连接器上断开加热器/传感器导线。
- 2 从检测器板上断开带状电缆。



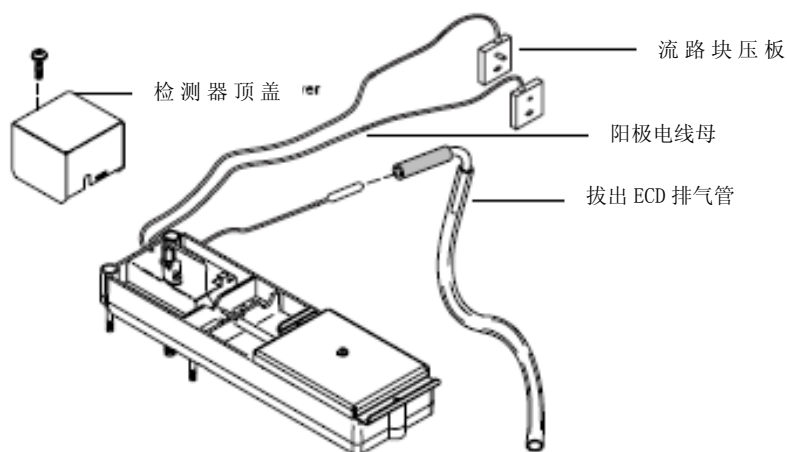
卸载组合气体适配器

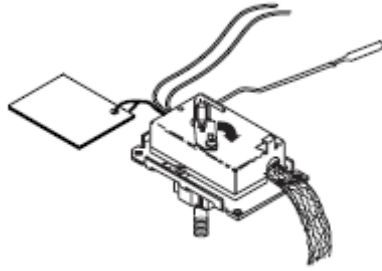
- 1 在 GC 炉膛中，取下杯形绝缘子并从组合气体适配器处断开栏杆。
- 2 使用 9/16 英寸的扳钳拧松组合气体适配器上的 $\frac{1}{4}$ 英寸接头锁紧螺母。
将检测器底部的组合气体适配器滑出检测器底部。



卸载 ECD

- 1 断开橡皮套处的 ECD 通风管。
- 2 在通风处通过取下 T-10 Torx 螺丝并分开填充片来断开阳极电线或者
使用 5/16 英寸的扳钳断开阳极电线上的 1/16 英寸接头锁紧螺母。
- 3 取下固定 ECD 检测器顶盖的 Torx T-20 螺丝放到检测器栈板上并取下盖子。
- 4 从检测器处断开阳极信号线。
- 5 完全拧松检测器栈板上的四个 Torx T-20 螺丝，从右侧抬起栈板。
- 6 将加热器/传感器导线穿过检测器栈板并从栈板上取下检测器剩余导线。
- 7 为了便于出货或保存，盖上输入口、阳极电线盒排气管。





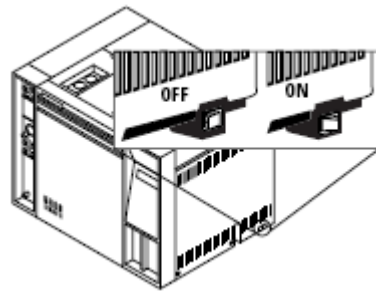
8 ECD 检测器现在已被完全分解，可以送回安捷伦。

卸载 G1223A 和 G1224A ECD (5890) 的指示

警告

连接了电源时设备内有危险电压。着手处理设备之前应先断开电源以避免潜在的触电危险。

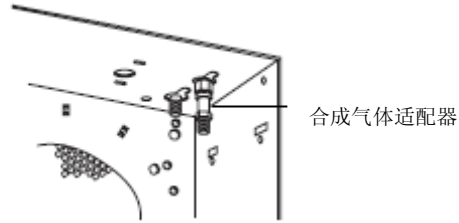
1 将主电源线开关设置在 off 位置。



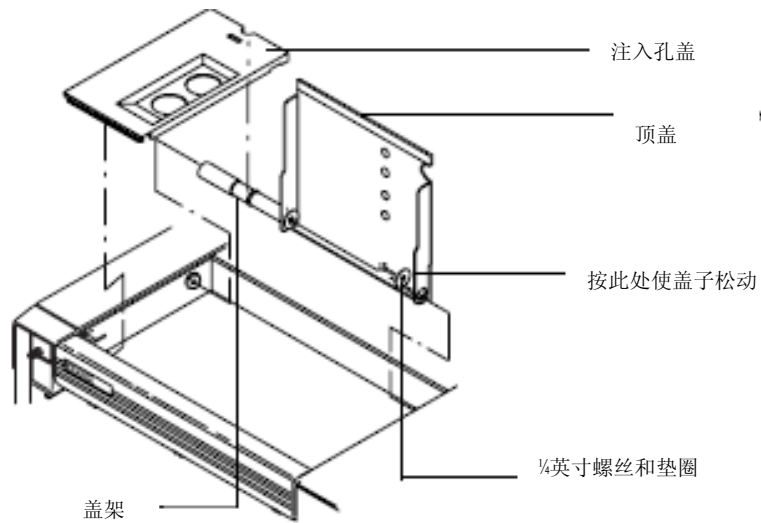
2 从插座上断开电源线

3 留出时间使 GC 炉温和其他加热区温度冷却

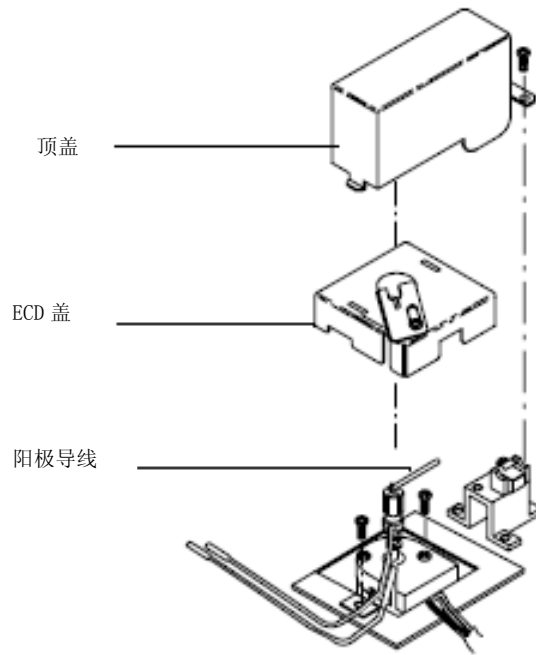
- 4 加热区域冷却后，关闭所有气源。
- 5 在 GC 炉膛内部，在要被取下的检测器底部，取下与检测器有关的栏杆盒硬件（集线器、栏杆/集线器套头、金属环、合成气体适配器等）。



- 6 握住后边缘并向上抬起注入孔并将其取下。
- 7 从前面抬起铰链顶盖，露出检测器区域。
- 8 取下从右侧铰链点固定盖子的1/4英寸螺丝和垫圈。
- 9 取下固定铰链顶盖接地线的螺丝。

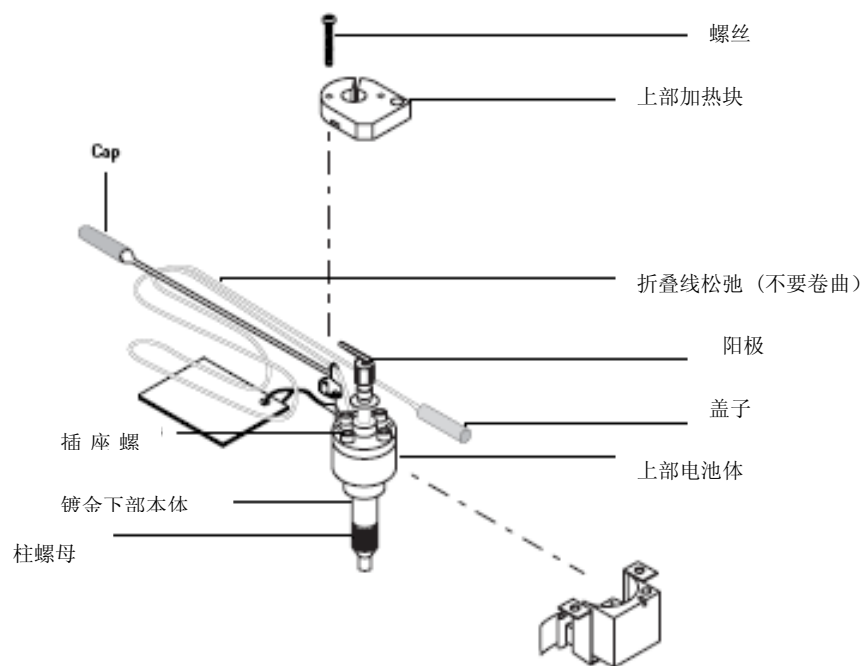


- 10 将盖子右下部向里推，抬起盖子右侧将其向右滑动以取下顶盖和盖架。
- 11 使用 Pozidriv 螺丝刀取下将检测器顶盖固定到线路上的螺丝。
- 12 取下 ECD 顶盖。
- 13 断开安装到 ECD 排气和通风管上的管道。
- 14 从 PCB 内连线上断开电池阳极导线。
- 15 拧松 ECD 盖子上的锁定螺丝。
- 16 向后滑动 ECD 盖上的锁定片，从电池阳轴上释放盖子。



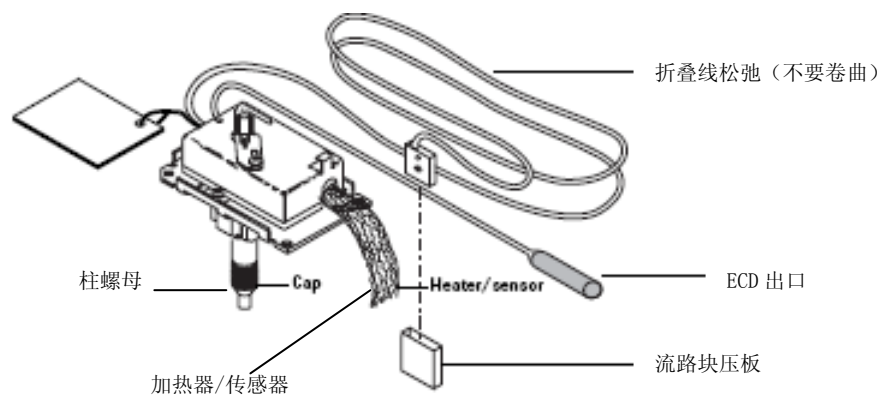
- 17 小心地将 ECD 盖滑过阳轴和阳极并从 ECD 上取下。

- 18 在 GC 炉膛内拧紧 ECD 柱螺母以防 ECD 受损或污染。
- 19 取下两个将上下加热块固定到电池上的 Pozidriv 螺丝。
- 20 从电池上取下上部加热块。
- 21 从下部加热块上取下电池。



- 22 为了便于出货和保存，盖上输入口、通风和排气管。

23 ECD 检测器现已完全分解，可以送回安捷伦。

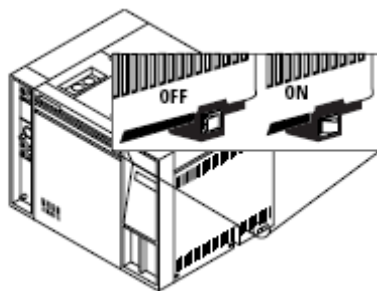


卸载 19233 和 19235 ECD (5890 GC) 的指示

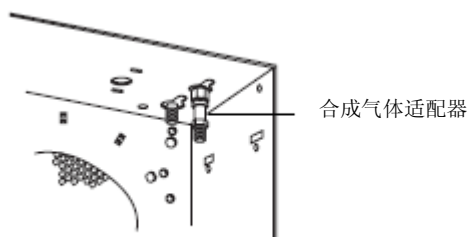
警告

连接了电源时设备内有危险电压。着手处理设备之前应先断开电源以避免潜在的触电危险。

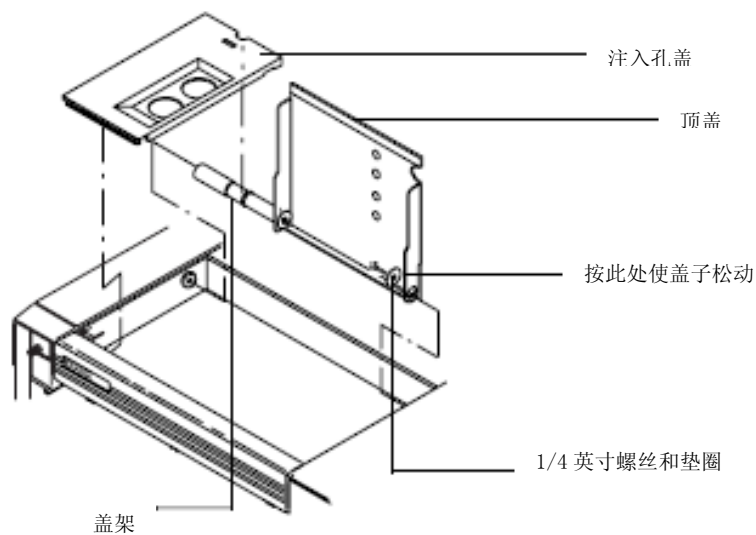
- 1 将主电源开关设在 off 位置。



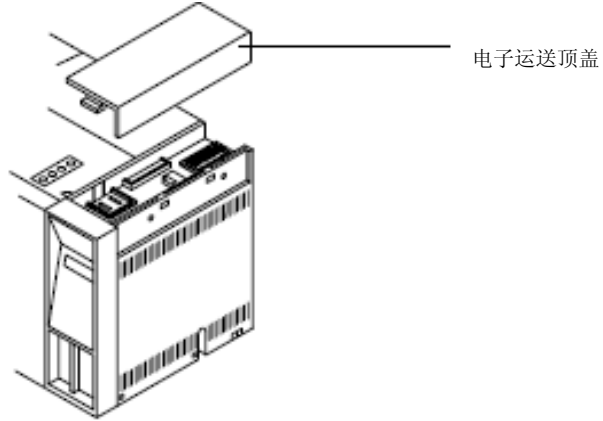
- 2 从插座上断开电源线
- 3 留出时间使 GC 炉温和其他加热区温度冷却
- 4 加热区域冷却后，关闭所有气源



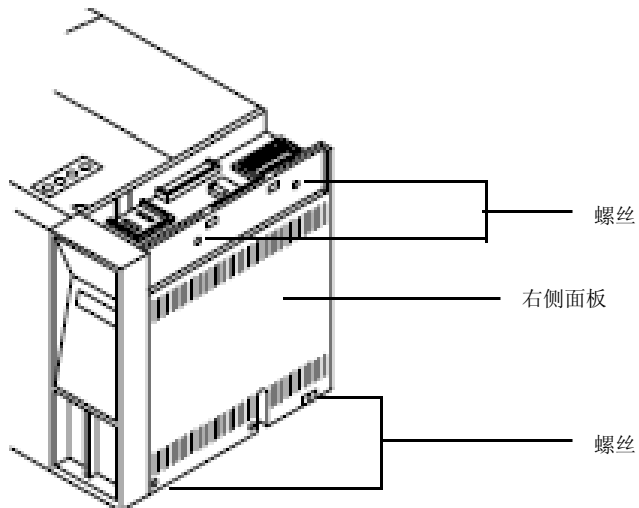
- 5 在 GC 炉膛内部，在要被取下的检测器底部，取下与检测器有关的栏杆盒硬件（集线器、栏杆/集线器套头、金属环、合成气体适配器等）。
- 6 握住后边缘并向上抬起注入孔并将其取下。
- 7 从前面抬起铰链顶盖，露出检测器区域。
- 8 取下从右侧铰链点固定盖子的1/4英寸螺丝和垫圈。
- 9 取下固定铰链顶盖接地线的螺丝。



- 10 将盖子右下部向里推，抬起盖子右侧将其向右滑动以取下顶盖和盖架。

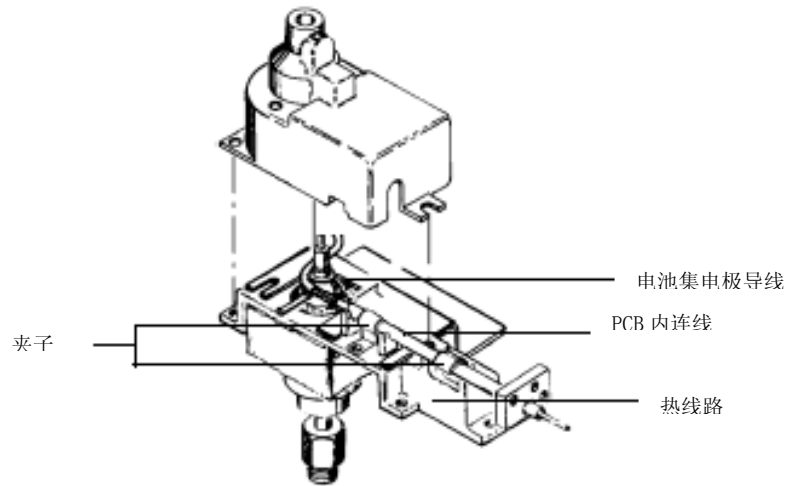


- 11 从后面握住电子运送顶盖并向上抬起直至扣住释放阀，然后从设备后面拉出，将其取下。



- 12 取下上下边各两个螺丝，然后取下右侧面板。

- 13 使用 Pozidriv 螺丝刀取下将检测器顶盖固定到热线路上的螺丝。
- 14 取下 ECD 顶盖。
- 15 断开安装到通风管上的管道。
- 16 从 PCB 内连线上断开电池阳极导线。
- 17 将固定内连线夹子的螺丝拧松。



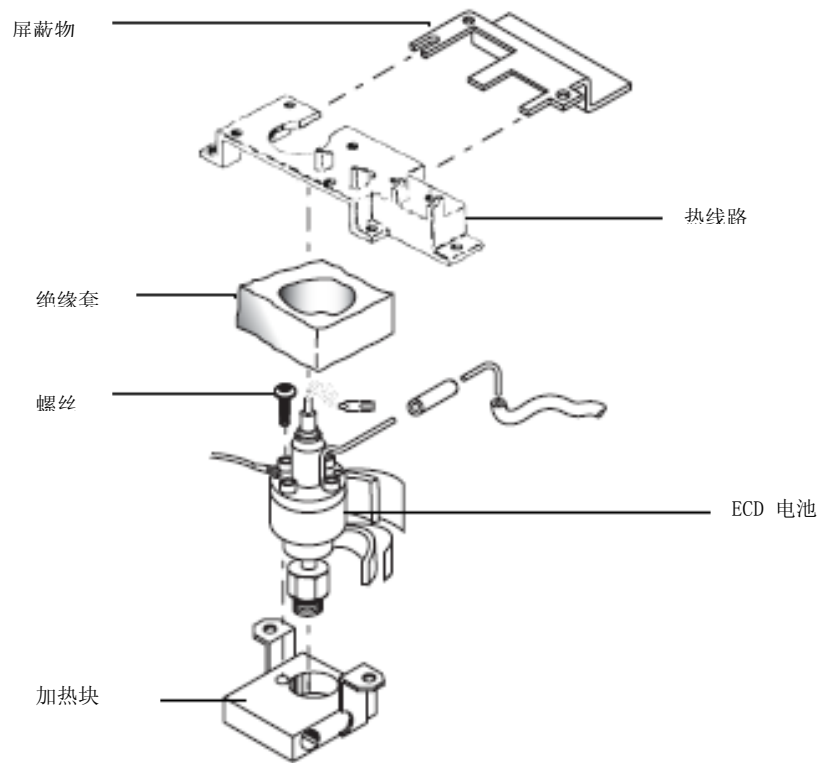
注意

以下步骤需要防 ESD（静电释放）保护。
使用接地手环[零件号 9300-0969（大）或 9300-0970（小）]连接到地面合适处。不注意这一事项可能导致设备受损。

注意

在保存或使用 PCB（印刷电路板）之间的间隔时期，应将其置于静电控制信封或护栏中。

- 18 握住 ECD 的 PCB 中间从右侧沿着外围边缘直线拔出，将其从设备上取下（这将使内连线脱离热线路上的 ECD 夹子）。



- 19 取下固定热线路和屏蔽物的五个螺丝。
- 20 将屏蔽物小心越过集电极导线和排气管，将其从热线路上取下。取决于 ECD 的位置，可能需要将屏蔽物弯曲并取下后重新安装。不要弯曲过度，那样会使金属屏蔽物过度，缩短其寿命。
- 21 取下热线路，小心地使其越过集电极导线和排气管。

- 22 在 GC 炉膛内拧紧 ECD 柱螺母以防 ECD 受损或污染。
- 23 取下 ECD 电池周围的绝缘套，露出将电池固定到加热块上的 Pozidriv 螺丝。取下螺丝。
- 24 从加热块上取下 ECD 电池。
- 25 为了便于出货或保存，盖上输入口、通风和排气管。

卸载 19303 和 19312 ECD (5880 GC) 的指示

(图片和更多详细说明请参阅您的维修手册)。

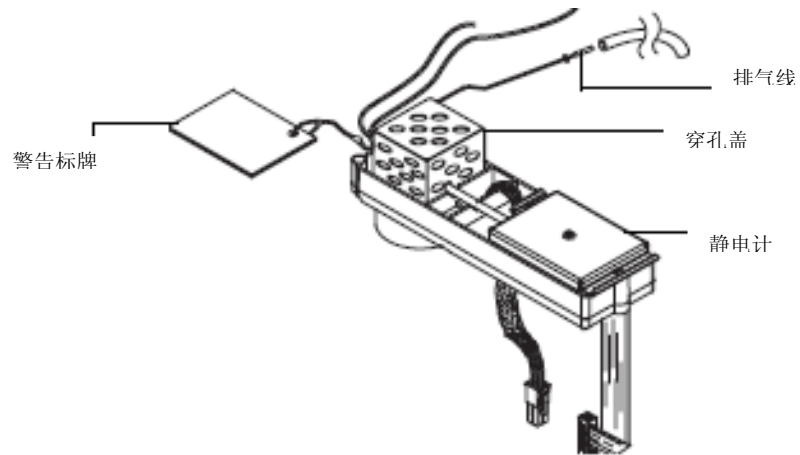
- 1 将设备的顶盖越过 ECD 区域取下。
 - a 如果设备安装有自动采样器，顶盖分为两部分。只有左边部分是必须取下的。如果采样器为 7671 型，从托盘中取出所有样品瓶。如果采样器为 7672 型，取下样品卡带。向右旋转采样器直至其停留在主机的右上边。采样器较重，因此请小心以防受伤或采样器受损。不要抓着门来拿取。取下顶盖左边后侧的螺丝，向后滑动脱离设备。
 - b instrument. 如果没有采样器，顶盖只有一片。取下后侧的两个螺丝，抬起盖子向后滑动脱离设备。
- 2 取下右侧设备盖顶部的两个螺丝。使设备倾斜，将其抬起脱离底部的小片。
- 3 找到检测器的印刷电路板，您将要取下它。您向主机右侧看，它们就是那些左上部的小板。它们的顺序一致，就像检测器位于加热炉顶部。ECD 板外边缘上贴有 NICKEL 63 ELECTRON CAPTURE 标签。
- 4 使用顶部和底部的塑料板拉片将板从连接器上拉下。不必取下板，只须拉出约 25 mm (1 英寸)。
- 5 取下固定 ECD 盖的两个螺丝并将盖子取下。

- 6 注意从 ECD 电池顶部伸出的裸线。它连接到用一个螺丝固定的 L 型支架上。取下螺丝并将电线弄直，使支架高过电池。小心避免弄断电线，尤其是与电池接触处。
- 7 现在取下固定绝缘盖的那个螺丝。向上抬起盖子越过 L 型支架直至脱离 ECD。您可能必须压下 L 型支架上的弹簧使其越过绝缘盖。
- 8 断开连接到 ECD 排气口的管子和扶手。这是从电池主体相左延伸的管子。
- 9 取下两个将电池固定到安装块上的 Pozidriv 螺丝。
- 10 从输入口填充物（如有的话）上取下带线插头并检查是否没有安装栏杆。握住电池上部并向上拔出。只有用中等力度才能使其松动。如果它固定不动，请联系您当地的安捷伦销售办公室。不要尝试用力使电池松动。
- 11 用不含研磨剂的柔性肥皂和水彻底洗手。

警告

切勿打乱四个插座头螺钉。它们共同固定电池。拆除或打乱它们可能造成安全危机。

在 6850 GC 上维护微电池 ECD 的指示



更换 μ ECD 毛细柱适配器集线器

更换 μ ECD 毛状栏杆适配器集线器：

- 1 取下适配器盖
- 2 检查集线器。如果损坏则须更换并重新装上盖子。刻痕必须在适配器盖子边缘（见图 2）。

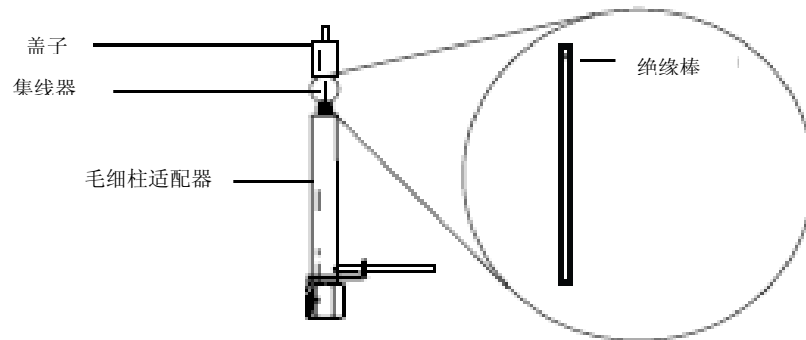


Figure 2 The μ ECD adapter

图 2 μ ECD 适配器

正确性能问题

性能问题，例如输出读数过高或过低或为不满意的色谱结果（例如基线有噪声），可能是由检测器或色谱系统中的其它零件泄漏或堆积所引起的。为了确定问题所在，您需要进行一系列测试。

对检测器进行测试之前，先考虑问题的性质。如果您近期更改过 GC 系统，现在看到的是提高的输出水平，那么很有可能所作的更改带来了杂质或造成了系统泄漏。例如，如果您近期改变过气源，新的气体可能含有杂质。或者您近期安装过新的色谱柱，检测器填充物可能泄漏。

如果输出值或噪声水平渐渐升高，可能是由于形成了堆积物。检测器可能含有从色谱柱流出的杂质或者渗透形成了携带物。如果变化是缓慢的并且您近期没有更改过 GC 系统，您可以从检查杂质开始。

注意

这一步骤中的杂质指的是非放射性堆积物，来自色谱柱所流出或样品脏污。

- 1 确保检测器在正常条件下运行，并且离上次运行已有至少 2 小时。查看输出值。如果与正常水平有较大出入——无论过高或是过低——您应继续本步骤以找出异常读数的原因。
- 2 使用电子泄漏检测器在输入口、检测器和色谱柱填充物处检查泄漏。纠正泄漏后查看输出水平。如果仍旧异常，继续进行第 3 步。
- 3 检测器自身不太可能成为泄漏源，因此如果输出读数仍旧异常，您应对输入口进行泄漏测试。参阅 GC 文档中您所用输入口的维护资料：
 - 维护分流/不分流进样口
 - 维护填充柱进样口
 - 维护程序升温进样口
 - 维护冷柱头进样口

如果输入口不泄漏，跳到第 4 步检查检测器有否泄漏。如果输入口有泄漏，纠正泄漏并查看输出。如果仍旧异常，检测器也可能泄漏。跳到第 4 步。

- 4 按照本文档稍后的检测器泄漏测试来进行操作。
如果检测器不泄漏，问题的原因可能是杂质。跳到第 5 步。
如果检测器泄漏，纠正泄漏并重新检查输出。如果仍旧异常，跳到第 5 步。
- 5 检查杂质：
 - a 取下色谱柱并用密封螺帽（零件号 19234-20650）和密封螺母（零件号 19234-20570）盖上检测器连接部。
 - b 在您的正常运行条件下运行检测器，但只让合成气通过。监控输出。如果您的检测器正常，那么杂质来自于 GC 系统的其它部分。跳到第 6 步。
 - c 如果输出异常，那么检测器有杂质。进行热烘烤来去除杂质。步骤在第 20 页上的“热清洗”中有述。
- 6 通过进行下述更改并监控输出，每次一个零件地检查 GC 系统剩余部分是否有杂质：
 - 用空色谱柱更换原色谱柱并比较输出读数。
 - 切换到另一输入口（如果可以的话），并比较输出。
 - 切换到另一气源并比较输出。
 - 更换阱并比较输出。

更换 μ ECD 流动模块

工具和材料

- 7/16 英寸扳钳
- T-20 Torx 螺丝刀

取下流动模块：

警告

小心加热炉和/或检测器可能具有足以燃烧的热量。

- 1 采用 SERVICE 方法或将检测器和 GC 炉温重置为 OFF 或关闭主电源。
使受热区温度冷却到室温。
- 2 在源头处将检测器压力关闭。
- 3 关闭设备并取下电源线。
- 4 在气源处关闭所有供气。
- 5 从设备背后的分隔壁连接器处断开所有通气。
- 6 取下顶盖露出流动模块。
- 7 从流动模块上取下流路块压板（见图 3）。
- 8 从流动模块上取下副块填充物。
- 9 拧松连接器盖的两个螺丝，将连接器盖滑下。
- 10 推动两个小片以释放带状电缆连接器并将其断开。

11 拧松后螺丝，取下两个前螺丝，从盖子上拔出流动模块。

注意

操作该步骤时遵守静电释放注意事项。

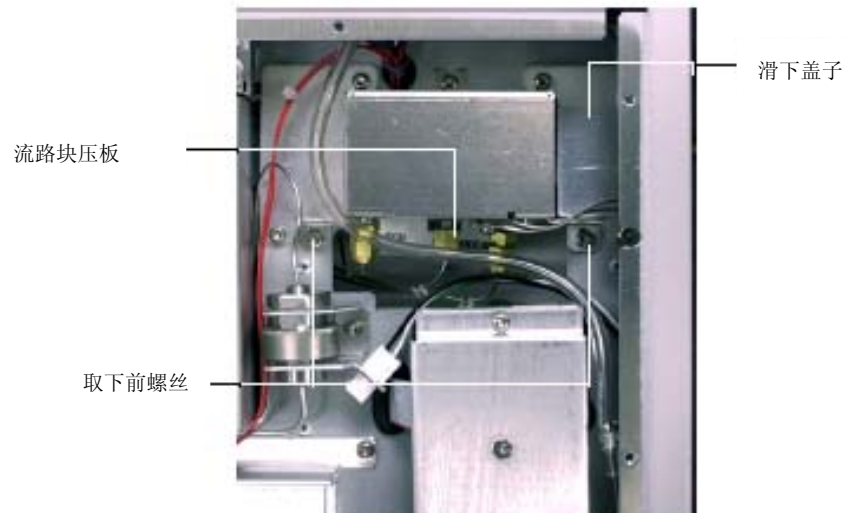


图 3 取下流动模块

安装 μ ECD 流动模块

- 1 更换盖子上的模块。
- 2 连接带状电缆连接器。
- 3 用 T-20 Torx 螺丝将流动模块拧紧在盖子上。
- 4 将连接器盖滑入位置并拧紧安装螺丝。
- 5 安装气路控制接头，重新连接气路管件。
- 6 重新连接气源并将其打开。重新连接电源线。

- 7 打开 GC。
- 8 采取使用 μ ECD 的方法。
- 9 首先，所显示的信号将非常高，约 840,000。由于清洁气体排出了来自系统的杂质，应可以看到信号在更换副件之前降到基线水平。下为总的概述：
 - 新的 μ ECD 基线偏移应 < 200 Hz
 - 任何 μ ECD 基线偏移都应 < 400 Hz
 - μ ECD 可能需要 24 小时来稳定。

如果检测器显示基线在稳定后 > 400 Hz，可能存在杂质（在输入口、栏杆和连接线路中，也可能在检测器中）或系统中任何地方存在泄漏，或检测器可能需要热清洗、维护或更换。故障排除详情请见维修手册。



检查漏气

检测器不太可能成为泄漏源。如果您怀疑 GC 系统中存在泄漏并已检查完 GC 气体管道、进样口、色谱柱进样口以及检测器的连接线路后都未发现，那么按照该步骤来测试检测器。

加热炉和输入口应处于其正常运行稳定下。

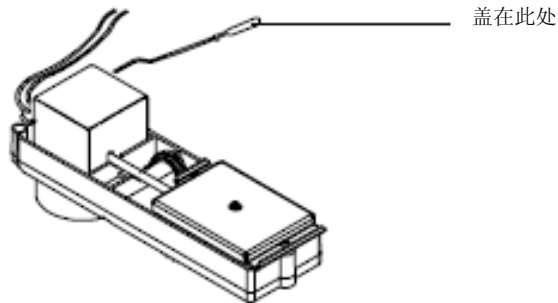
所需材料

- 通风管插头（零件号 5060-9055）
- 可通过检测您的载气体来进行漏电检测

为了进行这一步骤，您需要一个控制模块或数据系统。

- 1 关闭输入口压力。留出一些时间清除气体系统。
- 2 关闭合成气流。
没有气流时，输出将为其最大值，对于氩/甲烷和氮均为约 840,000。

- 3 用排气管插头盖上检测器排气口。



- 4 将输入口的压力设为 15 psi (103 kPa)。从输入口监控系统压力。留出时间让系统完全增压 (至少 1 分钟)。系统完全增压后关闭压力或气体。

监控压力 10~15 分钟。如果压力保持稳定或仅以 0.3 psi/min 的速度下降, 您可以认为检测器不泄漏。如果压力下降, 则存在泄漏。继续进行第 5 步。

- 5 用漏电检测器在色谱柱适配器和插上的排气口处检查泄漏。如果发现泄漏, 将适配器塞紧, 再次进行泄漏测试。如果其它系统组件不泄漏, 那么检测器可能存在泄漏。没有核管理委员会或协议州许可机构 (仅美国) 发放的特殊许可, 不得分解检测器。更多信息请向您的安捷伦客服代表进行咨询。

放射性擦拭检测

在一些欧洲国家，必须每 6 个月对 ECD 进行定期的放射性材料泄漏测试。欧洲客户应联系当地核机构来确定所需的擦拭检测频率。所有测试及其结果的记录必须保留以便您当地“机构”进行检查。在严峻的使用条件下，每次更换色谱柱期间的放射性泄漏测试将最大程度地保证安全。

虽然安捷伦科技在出货前已对所有 ECD 进行擦拭检测，但是用户有责任进行以后所有的擦拭检测。另外，客户的擦拭检测不由安捷伦维修工程师来进行，不包括在任何服务合约中，也并非任何由安捷伦科技所进行的预防性维护。

事件

事件是指可能发生的任何与放射性材料有关的事件，或可能造成：

- 1 暴露出危险放射水平
- 2 放射性材料释放量危险

警告

没有放射物测量设备的情况下，应对所有事件或重要故障进行报告，并且 ECD 应被立即停止使用。

提供了以下标准以对可能事件的识别及其它故障有所帮助：

- 1 高擦除 - 如果您 ECD 的泄漏擦拭检测结果超过 0.005 微居里 (185 Bq) 的限度，必须报告故障通知。
- 2 温度失控 - 由过热保护电路故障所带来的设备温度控制电路中的故障，可能导致检测器加热超过其限度。如果引起故障或 ECD 受损则必须报告。
- 3 物理损伤 - 如果 ECD 被卷入火中、水中或其它任何可能对 ECD 有害的事件中，则必须报告。
- 4 ECD 的改动 - ECD 的改动、包括钻孔、焊接、软焊、锯割或其它未经安捷伦科技授权的操作，都是禁止的。
- 5 ECD 的断裂 - 如果输入口填充物或 ECD 的排气管折断，立即停止使用 ECD 并将该故障报告给适当机构。
- 6 ECD 丢失 - 如果您丢失、错放、不慎丢弃了 ECD 或在出货时丢失，必须进行报告。

本列表并不包括所有情况。它用于给出需要进行报告的事件或故障的范围。处理放射性同位素时，应极度小心，尤其是当您没有可对情况进行精确评估的设备时。事件及故障应报告给当地安捷伦科技销售处或维修代表，或当地安捷伦经销商。

操作原理

本 ECD 中的放射源产生高能电子，称为 β 粒子。这些 β 粒子相互碰撞并与载气体分子相互作用，导致电子数成倍增长以及其能量的下降。每个 β 粒子产生约 100 个低能量电子，亦被称作自由电子。

当样品分子接触到自由电子，自由电子可能被样品分子所俘获，产生负离子。穿过电池的电压受到脉冲以收集残存的自由电子，与此同时较重的离子相对不受影响，随载气流排出。

测得的电池电流同参考电流进行对比。脉冲率经过调节，保持两个电流相等。自由电子越多，匹配参考电流所需的脉冲频率就越低。当有俘获电子的组件穿过电池时，将造成电子浓度下降以及脉冲率上升。这一脉冲率被转换为电压并记录。

ECD 检测何种类型的样品？

ECD 用于检测低水平的电子捕获性物质。包括单质的和乙烯卤化的化合物、硝基衍生物和酸酐。ECD 对碳氢化合物、乙醚和酉旨或脂族醇、酮和胺类物质有少量或没有反应，在该顺序下，为较好的 ECD 分析用溶剂。

由于 ECD 提供了很高的灵敏度和选择性，它被广泛用于卤化，尤其是氯化物的追踪水平分析。一项主要应用是测量杀虫剂残存量，它们很多是氯化的。

灵敏度

ECD 的反应取决于分析物的分子成份及其浓度、您的 ECD、电池清洁度、色谱柱、输入口和设备设定点（温度、流动速度和参考电流）。对所有化合物创建校准曲线并对 ECD 反应作出定期评估很重要。即使频繁进行校准，运行条件变化时您可以期待 ECD 反应改变，例如分析已经污染的 ECD 样品时。