

Elektronisches Dichtigkeitsprüfgerät für das Agilent CrossLab Cartridge System (CS)

Anwenderfreundliches, auswechselbares Kartuschensystem mit Dichtigkeitsprüf- und Durchflussmesser-Funktion für Gase

Einleitung

In Anlagen, in denen Gase produziert bzw. verwendet werden, spielen Dichtigkeitsprüfgeräte eine große Rolle. In Laboren, die kostspielige hochreine Gase oder gefährliche Gase für analytische Methoden wie die Chromatographie, Spektroskopie oder Massenspektrometrie verwenden, kommen routinemäßig Dichtigkeitsprüfgeräte zur Gasüberwachung zum Einsatz. Mit dem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems (CS) (Bestell-Nr. G6693A) (siehe Abbildung 1) können im Labor bzw. in Anlagen Lecks verschiedener Gasarten bzw. die leckagefreie Dichtheit von Leitungen und Fittings nachgewiesen werden. Das elektronische Dichtigkeitsprüfgerät ist empfindlicher als Seifenlösungen oder Methanol und Wasser. Darüber hinaus können diese Lösungen auch eine Kontaminationsquelle darstellen und für interne Gerätefittings ungeeignet sein. Dies macht das Dichtigkeitsprüfgerät zur besseren Wahl für Analysen.



Abbildung 1: Das elektronische Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems (CS) ist für die Suche nach Gas- und Gasmischungslecks vorgesehen, die keine Schadgase enthalten.

Einfache Stromversorgung der Dichtigkeitsprüfung

Für die Einsatzbereitschaft des elektronischen Dichtigkeitsprüfgeräts sorgen drei Alkali-Batterien des Typs AA oder eine Aufladung über einen USB-Anschluss. Durch Anschluss des Dichtigkeitsprüfgeräts über das USB-Kabel (im Lieferumfang enthalten) an einem Computer kann eine Kommunikation zwischen dem PC und dem USB-Treiber des Dichtigkeitsprüfgeräts hergestellt werden. Weiterführende Hinweise zum Treiber finden Sie in der Gebrauchsanweisung. Das System lädt die Batterien nicht wieder auf.

Aktualisierung der Firmware

Über den USB-Anschluss kann das Gerät mit dem Internet verbunden werden, was schnelle und einfache Aktualisierungen ermöglicht. Laden Sie neue Funktionen direkt in das Dichtigkeitsprüfgerät und führen Sie bei Bedarf ein Firmware-Update durch.

Größerer OLED-Bildschirm und CS-Modul

Der OLED-Bildschirm (Abbildung 2) des elektronischen Dichtigkeitsprüfgeräts ist größer als bei den Vorgängermodellen und daher einfacher ablesbar, auch in dunkleren Umgebungen. Bei Erkennung eines Gaslecks gibt das Gerät einen Warnton aus. Gleichzeitig werden auf dem Bildschirm Balken (die Anzahl der Balken repräsentiert die Größe des Lecks) und das Wort „Leak“ angezeigt (siehe Abbildung 3).



Abbildung 2: Anzeige des elektronischen Dichtigkeitsprüfgeräts des Agilent CrossLab Cartridge Systems.



Abbildung 3: Beispielhafte Anzeige auf dem OLED-Bildschirm bei Erkennung einer Undichtigkeit.

Das Design des Agilent CS-Moduls des elektronischen Dichtigkeitsprüfgeräts entspricht dem des ADM-Durchflussmessers (Bestell-Nr. G6691A). Es ist mit einem Ständer ausgestattet, der den Gerätebetrieb erlaubt, ohne das Gerät in den Händen halten zu müssen. Die Dichtigkeitsprüfgerät-Kartusche (G6694A), die im Lieferumfang des elektronischen Dichtigkeitsprüfgeräts enthalten ist, ist nach einem Firmware-Update rückwärts kompatibel mit dem ADM-Durchflussmesser-Modul. Außerdem passen auch die Durchflussmesser-Kartuschen in das Agilent CS-Modul. Dank dieser Design-Flexibilität können Sie das gleiche CS-Modul wahlweise als Durchflussmesser oder als Dichtigkeitsprüfgerät nutzen (siehe Abbildung 4).



Abbildung 4: Agilent CrossLab CS-Paket mit austauschbaren Dichtigkeitsprüfgerät- und Durchflussmesser-Kartuschen.

Kurzanleitung

Das Dichtigkeitsprüfgerät besitzt einen kurzen, 50 Sekunden langen Aufwärmzyklus, der durch Drücken der Taste **Mode** auch übersprungen werden kann (Abbildung 5).



Abbildung 5: Aufwärmbildschirm auf dem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems.

Detektor-Response des Dichtigkeitsprüfgeräts

Nach Abschluss der Aufwärmphase ist das elektronische Dichtigkeitsprüfgerät einsatzbereit. In einer sauberen Umgebungsluft blinkt auf dem Display ein einzelner Balken. Das Dichtigkeitsprüfgerät erkennt Lecks durch den Vergleich der Wärmeleitfähigkeit der Umgebungsluft mit der Wärmeleitfähigkeit von Gasen, einschließlich Stickstoff und Sauerstoff. Druckluft bzw. „Geräteluft“ kann nicht erkannt werden, da sich diese Gase wie das Referenzgas (Umgebungsluft) verhalten.

Die Empfindlichkeit des Dichtigkeitsprüfgeräts hängt von dem relativen Unterschied der Wärmeleitfähigkeit des Zielgases von der Wärmeleitfähigkeit der Umgebungsluft ab. Je mehr sich diese Wärmeleitfähigkeiten unterscheiden, desto empfindlicher können auch sehr kleine Lecks nachgewiesen werden.

Analytische Geräte

Dichtigkeitsprüfgeräte werden gewöhnlich in und um Laborgeräten zur Lecksuche verwendet. In den Tabellen der Wärmeleitfähigkeitsdaten (Tabelle 1) und detektierbaren Leckraten (Tabelle 2) kann geprüft werden, welche Geräte und Geräteverbindungen mit welcher Empfindlichkeit problemlos auf Dichtigkeit geprüft werden können. Zu den geeigneten Geräten gehören Geräte für die Gaschromatographie (GC), Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS), optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES), ICP/Massenspektrometrie (ICP-MS), Flüssigkeitschromatographie/Massenspektrometrie (LC/MS) und Mikrowellen-Plasma-Atomemissionsspektroskopie (MP-AES).

Tabelle 1: Wärmeleitfähigkeiten von häufig vorkommenden Gasen bei 0 °C, 1 atm.

Gas	Wärmeleitfähigkeit (mW/m·K)
Wasserstoff	168,2
Helium	142,2
Neon	46,5
Methan	30,2
Sauerstoff	26,7
Luft*	24,1
Stickstoff	24,0
Ethan	18,0
Ethylen	16,4
Argon	16,3
Kohlenstoffdioxid	14,5
Krypton	8,7
Xenon	5,2

* Referenzgas ist nicht nachweisbar

Tabelle 2: Berechnete untere Nachweisgrenze der Leckrate bestimmter Gase und Darstellungsweise der Balken, die als Gaskonzentrationsindikator dienen.

Gas	Untere Nachweisgrenze der Leckrate (ml/min)	Balkentyp für Gaskonzentrationsindikator
Wasserstoff	0,0025	Gefüllter Balken
Helium	0,003	Gefüllter Balken
Methan	0,014	Gefüllter Balken
Stickstoff	1,0	Ungefüllter Balken
Argon	0,03	Ungefüllter Balken
Kohlenstoffdioxid	0,03	Ungefüllter Balken

Das Dichtigkeitsprüfgerät besitzt eine hohe Empfindlichkeit für Gase, die bei der GC-Analyse oft als Trägergas zum Einsatz kommen, z. B. Wasserstoff und Helium, und die untere Nachweisgrenze der Leckrate liegt bei ungefähr 3 µl/min. Argon dient im Rahmen von ICP-MS und ICP-OES häufig zur Erzeugung von Plasma und als Trägergas für die Zerstäubung. Mit dem Dichtigkeitsprüfgerät kann Argon bis zur unteren Nachweisgrenze der Leckrate von 0,03 ml/min gemessen werden. Helium und Wasserstoff werden insbesondere bei ICP-MS-System von Agilent eingesetzt. Sie dienen als Kollisions- bzw. Reaktionsgas in Kollisions-/Reaktionszellen (CRC) im Oktopol-Reaktionszellensystem (ORS⁴). Beide Gase sind mit dem Dichtigkeitsprüfgerät einfach nachweisbar, wie bereits im Zusammenhang mit GC erwähnt. Bei ICP-OES- und ICP-MS-Analysen von organischen Substanzen wird häufig eine Mischung aus Sauerstoff und Argon (20:80) verwendet. Diese Gasmischung ist mit dem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät leicht nachweisbar. Methan, das bei GC/MS oft als Reagenzgas für die chemische Ionisierung (CI) dient und das als CRC-Gas bei ICP-MS in Frage kommt, kann mit dem Dichtigkeitsprüfgerät nachgewiesen werden. Das Dichtigkeitsprüfgerät eignet sich jedoch nicht zur Suche nach Lecks von Ammoniak, das auch als Reagenzgas für CI und als optionales CRC-Gas bei einigen ICP-MS-Analysen genutzt wird. Ammoniak ist ein Schadgas, und Schadgase können das Dichtigkeitsprüfgerät beschädigen. Sicherheitshinweise dazu finden Sie in der Gebrauchsanweisung.

Warnung: Verwenden Sie das Dichtigkeitsprüfgerät nicht für Schadgase.

Verwendung des Dichtigkeitsprüfgeräts

Bevor Sie einen Bereich untersuchen, bei dem Verdacht auf ein Leck besteht, drücken Sie kurz die Taste „Enter“ (Clear/Toggle), sobald die Sonde von Umgebungsluft umgeben ist. Auf diese Weise sorgen Sie für genaue Messwerte und eine gute Basislinie. Um zu ermitteln, ob eine Verbindungsstelle undicht ist, halten Sie die Spitze der Probensonde in die Nähe (siehe Abbildung 6). Achten Sie darauf, dass die Probensonde während der Leckdetektion offen und nicht verstopft ist. Um den Detektor vor Hitze und Vibrationen zu schützen, vermeiden Sie es, die Sondenspitze auf die Verbindungsstelle aufzusetzen. Bewegen Sie die Probensonde außerdem nur vorsichtig, da schnelle Luftbewegungen falsche Messwerte verursachen.



Abbildung 6: Beispiel für die Dichtigkeitsprüfung eines Ventilsystems mit dem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems.

Das Dichtigkeitsprüfgerät darf nur bei trockenen Gasfittings verwendet werden, da es auf Wasserdampf positiv reagiert. Zu den möglichen Quellen von Wasserdampf gehören auch Schweiß und Fittings, die kurz vorher mit Seife oder Methanol/Wasserlösungen geprüft worden sind.

Wird ein Gasleck gemessen, werden die Konzentrationen mithilfe der Balken und dem Wort „Leak“ auf dem Bildschirm angezeigt. Die Anzahl der Balken ist proportional zur Größe der Undichtigkeit. Es können maximal acht Balken angezeigt werden, die auf ein großvolumiges Gasleck hinweisen. Ab einer Balkenanzahl von drei beginnt die Leckwarnung auf dem Bildschirm zu blinken und es wird ein Warnton ausgegeben.

Die Darstellung der Balken verweist auf die Art des Gases, das in den Detektor gelangt (siehe Abbildung 7).

- **Gefüllter Balken:** Es tritt ein Gas aus, das eine höhere Wärmeleitfähigkeit besitzt als Luft.
- **Leerer Balken:** Es tritt ein Gas aus, das eine niedrigere Wärmeleitfähigkeit besitzt als Luft.



Abbildung 7: Beispiele für Lecks von Gasen, die eine höhere Wärmeleitfähigkeit besitzen als Luft (A) und die eine niedrigere Wärmeleitfähigkeit besitzen als Luft (B).

Bei der Messung von Umgebungsluft können falsche Messwerte auf dem Bildschirm angezeigt werden. Dies ist eventuell auf Spitzendrift zurückzuführen. Um die Sonde zurückzusetzen und die Basislinie zu korrigieren, halten Sie die Sonde in die Umgebungsluft und drücken Sie kurz auf die Taste „Enter“ (Clear/Toggle). Durch die Korrektur wird die Anzahl der Balken auf Null gesetzt und das Wort „Recalibrated“ wird auf dem Bildschirm angezeigt. Dies verweist darauf, dass der Detektor neu kalibriert wurde.

Warum ist die Leckdetektion wichtig?

Lecks sind ein ernstes Problem bei allen Arbeiten mit Gasleitungen und Fittings. Schon kleine Gaslecks können die Sicherheit gefährden, die Produktivität senken und die Kosten erhöhen. Je nach Gas kann ein Leck eine Explosions- oder Brandgefahr darstellen oder zu einer Senkung des Sauerstoffgehalts der Umgebungsluft führen. Durch Undichtigkeiten kann Wasser bzw. Luft in den Gasfluss und in die Leitungen gelangen. Universalfilter oder Gas Clean Filter (oder beides) können beim Auffangen von Kontaminanten helfen. Bei nicht erkannten, andauernden Lecks werden die Gasfilter jedoch schneller gesättigt als erwartet, was eine Senkung der Empfindlichkeit und/oder erhöhte Basislinien in den GC-, GC/MS-, ICP-MS- oder ICP-OES-Detektoren zur Folge hat. Undichtigkeiten verkürzen unter Umständen die Lebensdauer einiger Verbrauchsmaterialien, insbesondere in GC-Systemen. Zweitens kann Gas aus undichten Fittings treten und damit mit Produktions- und Umsatzverlusten verbunden sein, wenn das Gas produziert oder gesammelt/zugeführt werden soll. Wenn aufgrund von Undichtigkeiten mehr Gas verbraucht wird als erwartet, steigen die Kosten für die Gasversorgung.

Durch die Dichtigkeitsprüfung einer Gasleitung von der Gasquelle bis zum Ende und der Behebung der festgestellten Undichtigkeiten können Sicherheitsbedenken reduziert und Kosten gesenkt werden, da weniger Gasflaschen gebraucht werden bzw. das Gasversorgungsunternehmen weniger oft nachfüllen muss. Durch regelmäßige Dichtigkeitsprüfungen der Fittings und Regler von Gasleitungen können Undichtigkeiten weitestgehend vermieden und optimale Bedingungen im Labor bzw. in der Anlage geschaffen werden.

So prüfen Sie die Fittings von Gasleitungen auf Undichtigkeit

Sowohl in Laboren als auch in Anlagen gibt es viele Stellen, wo Gaslecks vorkommen können. Es ist gute Praxis, die Gasflaschenregler und die Gasleitungs-fittings zwischen der Gasflasche (oder Gasquelle) und dem letzten Auslass der Gasleitung mit einem Dichtigkeitsprüfgerät zu prüfen. Gasflaschenregler sind wiederverwendbar, können aber im Zeitverlauf abnutzen und für Undichtigkeiten anfällig werden. Oder aber das Gewinde wird verkratzt oder anderweitig beschädigt, was auch Undichtigkeit verursacht. Nach der Einrichtung einer neuen Gasleitung und neuen Verbindungen sollten die Leitungen am besten mit dem Gas der Wahl gespült und die Fittings auf Undichtigkeit geprüft werden. Handelt es sich bei dem Gas um Luft oder ein Schadgas, müssen für diese Leitungen andere Prüfmethode (wie eine Methanol-/Wassermischung oder eine Seifenmischung) verwendet werden. Diese Prüfmethode sind zwar nicht ideal, aber für diese bestimmten Gase geeignet.

In vielen Gasapplikationen sind zwischen der Gasquelle und dem Auslass Filter installiert, mit denen mögliche Kontaminanten entfernt werden, wie z. B. Wasser, Kohlenwasserstoffe oder Sauerstoff, je nach Bedarf des Anwenders. Gas Clean Filter werden beispielsweise für Helium- und Wasserstoffleitungen verwendet, um Kohlenwasserstoffe, Sauerstoff und Wasser zu entfernen. Diese Verbindungen müssen aus der Gasversorgung entfernt werden, da sie die Analyseleistungen eines Geräts beeinträchtigen und die Lebensdauer der Verbrauchsmaterialien für Geräte und Detektoren senken.

Die Anschlussstellen an den Gasfiltern und dem Gas Clean Filter System kann mit dem Dichtigkeitsprüfgerät geprüft werden. Vor der Dichtigkeitsprüfung müssen Sie die Gasleitungen mit dem gewünschten Gas (z. B. Helium) durchspülen und sicherstellen, dass Gas fließt. Mit dem Dichtigkeitsprüfgerät kann sichergestellt werden, dass der Ring einer Gas Clean Filter-Einheit ausreichend fest angezogen wurde. Ansonsten sitzt der Filter unter Umständen nicht ordnungsgemäß auf der Basis, und die Verbindung ist undicht (Abbildung 8).



Abbildung 8: Beispiel für die Dichtigkeitsprüfung einer Gas Clean Filter-Einheit mit dem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems.

Das Ende der Gasleitungsfitings, entweder auf der Geräteückseite (Abbildung 9) oder in einer anderen Anordnung (Abbildung 10), sollte auch regelmäßig auf Dichtigkeit geprüft werden. Eine Überwachung auf Undichtigkeiten ist besonders nach der ersten Installation und Spülung der Gasleitungen wichtig.



Abbildung 9: Beispiel für eine Dichtigkeitsprüfung von Gasfittings auf der Rückseite eines Agilent 8890 GC-Systems.



Abbildung 10: Beispiel für eine Prüfung von Argon-Gasfittings mit einem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems

GC-spezifische Dichtigkeitsprobleme

Da bei der Gaschromatographie Trägergas zum Einsatz kommt, sind Undichtigkeiten mit mehreren spezifischen Problemen rund um GC-Leistungen verbunden, was über die Gasfittings auf der Geräterückseite hinausgeht. Gas Clean Filter können wie bereits erwähnt Kontaminanten einfangen, nicht identifizierte und andauernde Undichtigkeiten führen jedoch zu einer Verkürzung der Filterlebensdauer und häufigerem Filterwechsel.

Beim Verlauf des Probenwegs vom Probenfläschchen bis zum Einlass ist die Septummutter am Einlass die erste mögliche Problemstelle. Die Septummutter am Einlass übt Druck auf das Septum und den Drehverschluss aus, um eine gute leakagefreie Abdichtung zu erzielen. Bei einer erheblichen Undichtigkeit des Septums und der Septummutter kann der fallende Einlassdruck einen Systemausfall bewirken, wenn das System den vorgesehenen Druck nicht herstellen kann. Auch die Trägergasfittings auf der GC-Rückseite, die Säulenanschlüsse am Einlass, der Detektor und Kapillarflusstechnologie-Komponenten sind Teil des Flusswegs im GC-System. Jegliche Undichtigkeiten im Flussweg können die Lebensdauer reduzieren und das Hintergrundsignal erhöhen, da Sauerstoff die stationäre Phase einer Säule auf Dauer zerstört. Zur Bewertung der Säulengesundheit kann der Signalhintergrund eines Leerdurchlaufs (z. B. einer Lösemittelblindprobe) geprüft werden. Dieser Hintergrund wird dann mit dem maximal zulässigen Wert laut Analysenzertifikat der GC-Säule oder mit vorherigen Werten für Lösemittelblindproben auf der gleichen Säule verglichen.

In Abbildung 11 ist dargestellt, was passieren kann, wenn eine Undichtigkeit vorhanden ist. Im Rahmen einer Flammenionisationsdetektor(FID)-Analyse bei hohen Temperaturen war eine Kürzung der Säule notwendig. Bei der erneuten Installation der Säule entstand eine Undichtigkeit. In Abbildung 11 sind vier Leerdurchläufe (einer Sequenz von 16 Läufen) bei 400 °C überlagert dargestellt. Die Ergebnisse belegen, dass das Bluten der stationären Phase mit zunehmender Sauerstoffkonzentration in der Säule und längerem Halten der Säule bei über 400 °C signifikant ansteigt. Schließlich liegt das Säulenbluten über 150 pA, was eine Detektion jeglicher Verbindungen mit dieser Säule sehr schwierig macht.

Bei GC/MS-Systemen gelangen durch Undichtigkeiten Wasser und Sauerstoff in die Analysechamber. Dieses Eindringen von Wasser und Sauerstoff kann zu fehlerhaftem Tuning, kürzeren Lebensdauern von Filament und Elektronenvervielfacher und zu nicht reparierbaren Schäden des Pumpensystems führen.

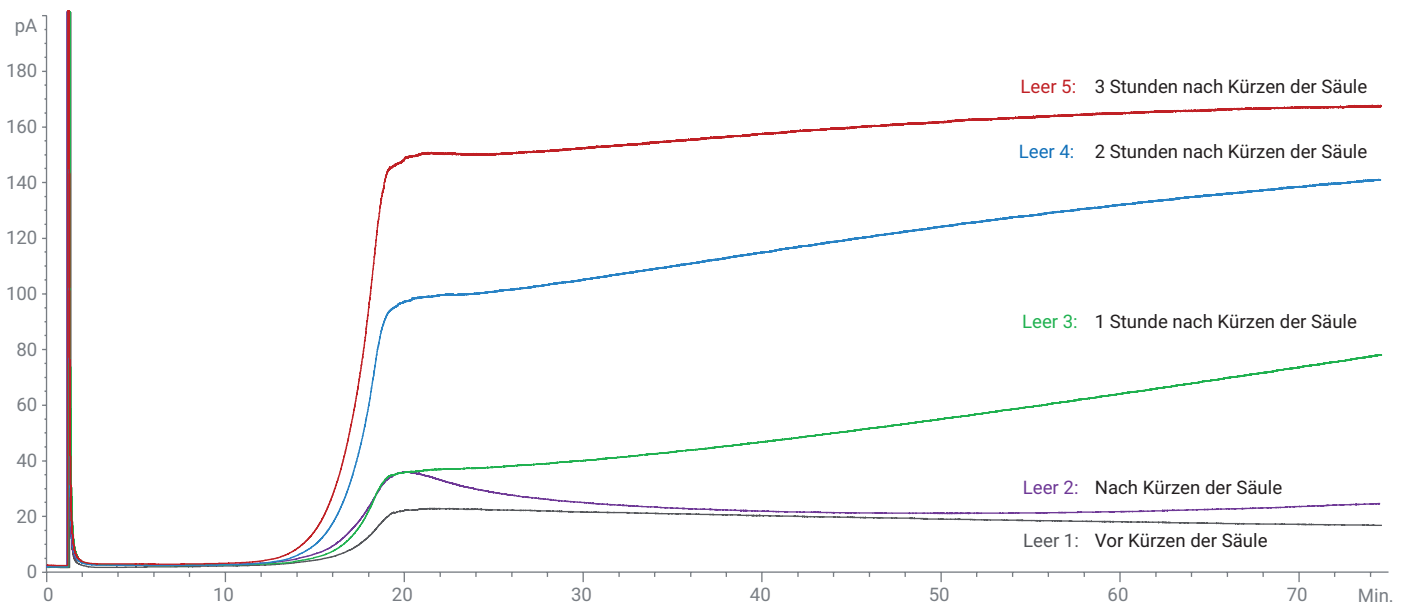


Abbildung 11. Vergleich von GC-FID-Hochtemperatur-Chromatogrammen von Lösemittelblindproben.

Dichtigkeitsprüfung von GC oder GC/MS

Mit dem Dichtigkeitsprüfgerät prüfen Sie zunächst die Fittings der Gasleitungen auf der Rückseite des GC-Systems, an denen die verschiedenen Druckmodule angeschlossen sind. Es sei daran erinnert, dass sich Druck- bzw. Geräteleucht wie Umgebungsluft verhält und mit dem Dichtigkeitsprüfgerät nicht geprüft werden kann. Die Luftanschlüsse im Gerät können mit der Wasser/Methanol-Methode auf Undichtigkeiten geprüft werden. Dann prüfen Sie die Mutter des Einlass-Septums. Dazu halten Sie die Spitze der Probensonde in den Edelstahlkonus (siehe Abbildung 12).



Abbildung 12: Dichtigkeitsprüfung des GC-Einlass-Septums mit dem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems.

Ein Leck am Einlass-Septum kann in den folgenden Situationen vorkommen:

- Die Septummutter ist nicht fest genug angezogen.
- Die Septummutter steht nicht mehr unter Spannung. Die Septummutter ist alt bzw. kann das Septum nicht mehr genug zusammendrücken, um gut abzudichten. Es sei daran erinnert, dass die Einlass-Septumschraube jährlich ausgewechselt werden muss.
- Das Septum hat ein Loch bzw. ist geteilt.

Wenn beide Einlässe verwendet werden (z. B. bei einer Konfiguration mit zwei Säulen), müssen auch beide Einlässe geprüft werden.

Verwenden Sie das Dichtigkeitsprüfgerät außerdem zur Prüfung der Basis des Schraubverschlusses mit dem angeschweißten GC-Einlassteil, um einen guten Sitz des Schraubverschlusses sicherzustellen. Ein falsch installierter oder zu lockerer Schraubverschluss am Einlass kann für eine Undichtigkeit des Einlasses verantwortlich sein. Prüfen Sie alle verwendeten Säulenanschlüsse in einem Luftbad-GC-Ofen (Abbildung 13):

- Einlass
- Detektor
- Anschlüsse für Geräte mit Capillary Flow Technology (CFT)

A



B



Abbildung 13. Dichtigkeitsprüfung am GC-Einlass (A) und an den Agilent Capillary Flow Technology (CFT)-Anschlüssen (B).

Ein Agilent Intuvo 9000 GC-System sieht zwar anders aus als herkömmliche GC-Systeme mit Luftbad-Ofen, trotzdem müssen die Fittings an jedem Anschluss mit einem Dichtigkeitsprüfgerät geprüft werden (Abbildung 14). Beispiele für solche Anschlüsse sind:

- Anschluss des Guard Chip am Einlass
- Verbindung zwischen dem Guard Chip und des Flow Chips am Einlass
- Säulenanschluss
- Anschluss am Detektorausgang

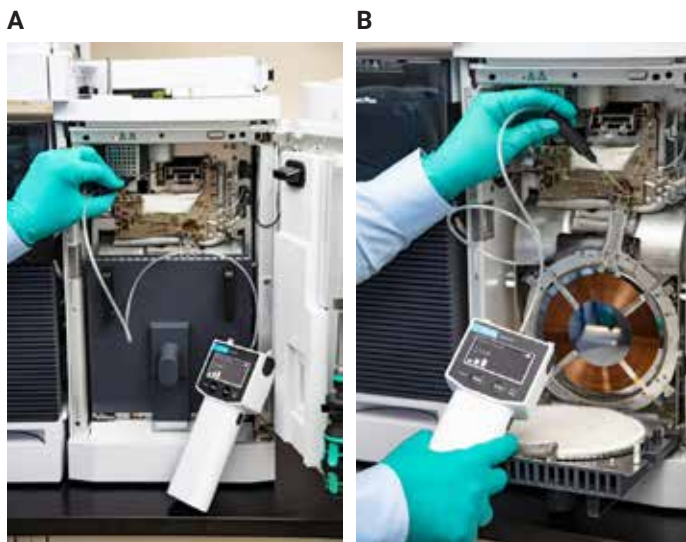


Abbildung 14: Dichtigkeitsprüfung des Agilent Intuvo 9000 GC-Systems am Anschluss des Guard Chip am Einlass (A) und am Anschluss der Säule (B).

Wenn Sie in Ihrem GC-System Ventile verwenden, ist es nützlich, die Fittings der Ventile zu prüfen (Abbildung 15), sogar wenn die Ventile werkseitig installiert worden sind. Wie bei allen Dichtigkeitsprüfungen am GC-System müssen Sie sicherstellen, dass die Gasleitung am passenden Fitting angeschlossen ist, dass die Leitung gespült wurde und dass aktuell Gas fließt.



Abbildung 15: Dichtigkeitsprüfung der Anschlüsse in einem GC-System mit Ventilen mit dem elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems.

In einem GC/MS-System prüfen Sie die Dichtigkeit der MS-Übertragungsleitung. Prüfen Sie außerdem die Tür des MS-Analysegeräts und das Belüftungsventil auf Lecks. Die MS-Übertragungsleitung, das Belüftungsventil und die Tür des MS-Analysegeräts sind die häufigsten Quellen für Undichtigkeiten in GC/MS-Systemen (Abbildung 16). Es sei darauf hingewiesen, dass es in Tandem-Quadrupol (MS/MS)-Systemen zwei Seitentüren gibt, die beide mit dem Dichtigkeitsprüfgerät geprüft werden müssen.

A



B



Abbildung 16. Dichtigkeitsprüfung der Massenspektrometer-Übertragungsleitung im GC-Ofen (A) und des Belüftungsventils (B) im Massenspektrometer eines GC/MS-Systems.

In MS/MS-Systemen befindet sich das Gasfiting der Kollisionszelle auf der Rückseite des Massenspektrometers. Gewöhnlich ist ein Helium/Stickstoff-Gemisch oder Argongas von dem Electronic Pressure Control (EPC)-Modul der Kollisionszelle angeschlossen. Es ist gute Praxis, das Gasfiting der Kollisionszelle auf Dichtigkeit zu prüfen.

Spezifische Probleme bei ICP-OES und ICP-MS

Abgesehen von den Sicherheitsrisiken eines Lecks hat Undichtigkeit in ICP-OES- und ICP-MS-Geräten weitere Folgen:

- Hintergrundrauschen
- Niedrige Reaktionsraten oder unerwünschte Reaktionen in den CRC des ICP-MS ORS⁴
- Eindringen von Luft in das System

Bei ICP-OES und ICP-MS können Argonlecks an der Fackel oder am Zerstäuber die Gasflüsse stören. Dies kann mit einer Beschädigung der Fackel oder niedrigen Drücken im Zerstäuber und einem Signalverlust verbunden sein. Wasserstoff und Helium werden gewöhnlich durch einen Gas Clean Filter geführt (siehe auch GC und GC/MS).

Stellen für die Dichtigkeitsprüfung eines ICP-MS-Systems

Die Argon-, Helium- und Wasserstoff-Gaseinlässe auf der Rückseite des ICP-MS-Systems sollten bei der Installation auf Dichtigkeit geprüft werden (Abbildung 17). Auch wenn der Option-Gaseinlass oder 3. oder 4. Zellgaseinlässe verwendet werden, sollte eine Dichtigkeitsprüfung an diesen Fittings stattfinden, außer es handelt sich um Schadgase wie Ammoniak.



Abbildung 17: Rückansicht eines Agilent ICP-MS-System. Zu erkennen sind die Gaseinlässe, die mit dem elektronisches Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems geprüft werden sollten.

Beispiele für Option-Gase, die für die 3. oder 4. Zelle eines ICP-MS-Systems eingesetzt werden, sind in Tabelle 3 aufgeführt. Die meisten dieser Gase sind mit einem Dichtigkeitsprüfgerät kompatibel. Die beiden Schadgase stehen unten in der Tabelle und sind kursiv gesetzt.

Tabelle 3: Häufig in ICP-MS-Systemen verwendete Option-Gase

Sauerstoff	Methan
Ethan	Propan
Fluormethan	Tetrafluormethan
Stickstoffmonoxid	Kohlenstoffmonoxid
Kohlenstoffdioxid	Acetylen
Propylen	Stickstoff
Neon	Xenon
Krypton	
<i>Ammoniak in Heliummischung (Gasgemisch: 10 % Ammoniak: 90 % Helium)</i>	<i>Stickoxid</i>

Warnung: Verwenden Sie das Dichtigkeitsprüfgerät nicht für Schadgase.

Prüfen Sie die Option-Gas-, Makeup-Gas- und Zerstäubergas-Anschlüsse links am ICP-MS-System, um sicherzustellen, dass die Fittings dicht sind (Abbildung 18). Um die Dichtigkeit des Systems sicherzustellen, prüfen Sie auch die Fittings in der Nähe des Zerstäubers für Makeup-Gas und Zerstäubergas (Abbildung 19).



Abbildung 18: Verwendung des Agilent CrossLab CrossLab CS elektronischen Dichtigkeitsprüfgeräts zur Prüfung auf Leckagen am Option-Gas-Anschluss des Agilent 7900 ICP-MS-Systems.



Abbildung 19: Dichtigkeitsprüfung der Zerstäubertittings eines Agilent 7900 ICP-MS-Systems

Fehlersuche beim Dichtigkeitsprüfgerät

Falsche Dichtigkeitsmesswerte in Umgebungsluft oder Fehler „Need Zero“

Bei der Messung von Umgebungsluft können falsche Messwerte auf dem Bildschirm angezeigt werden und ein Warnton ertönen. Diese falschen Signale sind unter Umständen auf Spitzendrift zurückzuführen. Um die Sonde zurückzusetzen und die Basislinie zu korrigieren, halten Sie die Sonde in die Umgebungsluft und drücken Sie kurz auf die Taste „Enter“ (Clear/Toggle). Durch die Korrektur wird die Anzahl der Balken auf Null gesetzt und das Wort „Recalibrated“ wird auf dem Bildschirm angezeigt. Dies verweist darauf, dass der Detektor neu kalibriert wird.

Fehler „Zero Fail“

Wenn das Dichtigkeitsprüfgerät nach dem Aufwärmen oder nach einer Messung nicht wieder auf Null gestellt werden kann, dann handelt es sich um einen Fehler der Basislinienkorrektur. Das Dichtigkeitsprüfgerät sollte neu gestartet werden. Drücken und halten Sie die Taste „Mode“ (Power) drei Sekunden lang, um den Detektor auszuschalten. Warten Sie 10 bis 30 Sekunden. Dann drücken Sie die Taste „Mode“ (Power) kurz, um das Dichtigkeitsprüfgerät wieder einzuschalten. Nach Abschluss des Aufwärmzyklus können Sie das Dichtigkeitsprüfgerät verwenden.

Verlust von Detektorempfindlichkeit

Die Sonde des Dichtigkeitsprüfgeräts ist mit einem Filter gegen Verunreinigung durch Fremdpartikel ausgestattet (Abbildung 20). Durch Verstopfung des Filters kann die Nachweisempfindlichkeit des Geräts abnehmen. Wird eine Kontamination vermutet, schalten Sie den Detektor aus und spülen den Gewebefilter mit Druckluft. Der Filter kann auch ausgewechselt werden (Bestell-Nr. G6694-60005). Bei Anzeige des Fehlers „No Fltr Date“ spülen Sie den Filter entweder per Backflush oder installieren Sie einen neuen Filter. Setzen Sie das Neu-Datum des Filters zurück. Weiterführende Hinweise finden Sie in der Gebrauchsanweisung.

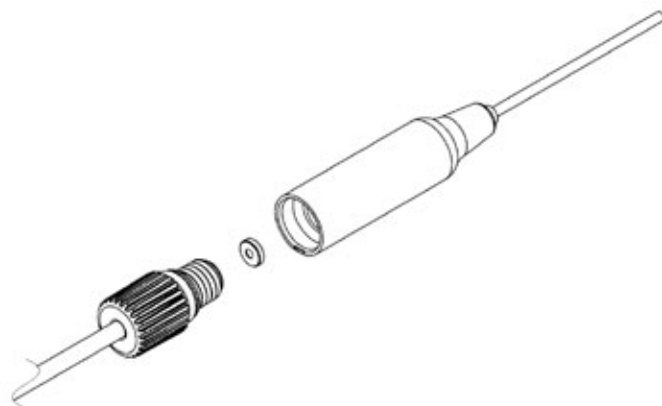


Abbildung 20: Explosionszeichnung der Probensonde, des Filters und des Schlauchs des elektronischen Dichtigkeitsprüfgeräts des Agilent CrossLab Cartridge Systems.

Fehler „I2C Fail“

Dieser Fehler verweist auf ein Kommunikationsproblem mit der Hardware, und das Dichtigkeitsprüfgerät muss neu gestartet werden, wie unter dem Beispiel „Zero Fail“ beschrieben wird. Kann das Problem so nicht gelöst werden, wenden Sie sich an den technischen Support von Agilent.

Fehler „No Cart“

Dieser Fehler bedeutet, dass keine Kartusche erkannt wurde. Prüfen Sie, dass die Kartusche ordnungsgemäß im CS-Modul sitzt und dass die Flügelschrauben fingerfest angezogen worden sind.

Fehler „Ver Mismatch“

Der Fehler „Ver Mismatch“ bedeutet, dass die Firmware-Version und die Kartuschenversion nicht übereinstimmen. Aktualisieren Sie die Firmware über die USB-Verbindung und den Computer auf die neueste Version.

Weitere Angaben zur Fehlersuche finden Sie in der Gebrauchsanweisung.

Bestellnummern

Die Bestellnummern für den ADM-Durchflussmesser, das elektronische Dichtigkeitsprüfgerät des CrossLab Cartridge Systems (CS), Kartuschen und das CrossLab CS-Paket werden in Tabelle 4 zusammengefasst. Das CrossLab CS-Paket umfasst ein Modul mit zwei Kartuschen, der Durchflussmesser- und der Dichtigkeitsprüfgerät-Kartusche.

Tabelle 4: Agilent Bestellnummern für Gasüberwachungsgeräte und Detektoren

Komponente	Agilent Bestellnummer
ADM-Durchflussmesser	G6691A
ADM-Durchflussmesser-Kartusche	G6692A
Elektronisches Dichtigkeitsprüfgerät des CrossLab Cartridge Systems (CS)	G6693A
Nur elektronische Dichtigkeitsprüfgerät-Kartusche	G6694A
CrossLab Cartridge System Paket: Ein tragbares Cartridge System (CS) Modul, eine ADM-Durchflussmesser-Kartusche und eine elektronische Dichtigkeitsprüfgerät-Kartusche.	G6699A

Weitere Informationen

Weiterführende Hinweise zum elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät des Agilent CrossLab Cartridge Systems finden Sie auf der Website www.agilent.com/en/product/gas-purification-gas-management/gas-management/gas-leak-detector

Sicherheitshinweise zum elektronischen Dichtigkeitsprüfgerät finden Sie in der Gebrauchsanweisung.

www.agilent.com

DE44474.5486458333

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2021, 2024
Gedruckt in den USA, 9. Mai 2024
5994-4262DEE