

Agilent 6890 Gaschromatograph

Fehlerbehebung



Agilent Technologies

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Gemäß der Rechtssprechung der Vereinigten Staaten von Amerika und internationaler Gesetzgebung zum Urheberrecht darf dieses Handbuch, auch nicht auszugsweise, ohne vorherige Vereinbarung und schriftliche Genehmigung seitens Agilent Technologies, Inc. auf keine Weise mit welchen Mitteln auch immer vervielfältigt werden (einschließlich der Speicherung auf elektronischen Medien und der Übertragung oder Übersetzung in eine Fremdsprache).

Handbuch Teile-Nr.

G1530-92011

Ausgabe

Februar 2007

Gedruckt in USA

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 USA

Gewährleistung

Das in diesem Dokument enthaltene Material wird ohne Mängelgewähr bereitgestellt. Änderungen in nachfolgenden Ausgaben vorbehalten. Agilent übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in dieser Dokumentation enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Dokument enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieser Dokumentation. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen besteht, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

Sicherheitshinweise

VORSICHT

VORSICHT weist auf eine Gefahr hin. Dieser Hinweis macht auf einen Verarbeitungsprozess, eine Vorgehensweise oder Ähnliches aufmerksam, der, wenn nicht genau befolgt bzw. ausgeführt, möglicherweise einen Schaden am Produkt oder den Verlust wichtiger Daten verursachen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises **VORSICHT** erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

WARNUNG

WARNUNG weist auf eine Gefahr hin. Dieser Hinweis macht auf einen Verarbeitungsprozess, eine Vorgehensweise oder Ähnliches aufmerksam, der, wenn nicht genau befolgt bzw. ausgeführt, möglicherweise Personenschäden oder Todesfälle verursachen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises **WARNUNG** erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

Inhalt

1 Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte	8
Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs	8
Die [Status]-Taste	8
Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen	9
Säulenkonfiguration	9
Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers	9
Gaskonfiguration	9
Ermitteln von Gerätedetails	10
GC-Stromversorgungskonfiguration	10
Anzeigen von "Run Log", "Maintenance Log" und "Event Log"	11
Information zusammenstellen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent	12

2 Hardware-Symptome

Fehler am Kolben	14
Ampulle durch automatischen Flüssigprobengeber beschädigt	15
Spritzenadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass	16
FID zündet nicht	17
FID-Anzünder glüht nicht während der Zündungssequenz	18
FFD zündet nicht	19
SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl	20

3 Chromatographische Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar	22
Peak-Flächen nicht wiederholbar	23
Verunreinigung oder Verschleppung	24
Isolieren der Quelle	24
Prüfen der möglichen Ursachen - alle Kombinationen aus Einlass und Detektor	24
Größere Peaks als erwartet	26

Peaks werden nicht angezeigt - keine Peaks	27
Tabelle 1. Fehlerbehebung am Detektor	27
Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms	28
Schlechte Peak-Auflösung	29
Peak-Abfall	30
SPD	30
Probleme mit Peak-Siedepunkt oder molekularer Gewichtsdiskriminierung	31
Bei einem Einlass, der in der Split-Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird	31
Bei einem Einlass, der in splitloser Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird	31
Probenzersetzung im Einlass / Fehlende Peaks	32
Peak-Vorlagerung	33
Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes	34
Verrauschte Basislinie	34
Basislinien-Wander und -Drift	35
Basislinien-Spiking	36
Abb. 1. Zyklisches Spiking	36
Abb. 2. Willkürliches Spiking	36
Niedrige Peak-Fläche oder -Höhe	38
FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	40
FID-Basislinienausgabe über 20 pA	41
FFD-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	42
FFD-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig	43
Niedrige Peak-Flächen mit dem FFD	44
Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD	45
Hohe FFD-Basislinienausgabe, > 20 pA	46
Dämpfung des Lösungsmittels am SPD	47
Niedriger SPD-Response	48
Hohe Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen	49
SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht korrekt	50
Niedrige Selektivität am SPD	51
Negative Peaks am WLD	52

WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft
(Ringing-Basislinie) 53

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf 54

4 Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltung 56

Wasserstoff-Abschaltung 57

Thermische Abschaltungen 58

5 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

GC ist niemals betriebsbereit 60

Fluss ist niemals betriebsbereit 61

Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam
ab 62

Ofen heizt niemals auf 63

Temperatur ist niemals betriebsbereit 64

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden 65

Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder -fluss 66

Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss 67

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt 68

Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Split-Einlass
gehalten werden 69

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss 70

FID zündet nicht 71

FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz 72

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl 73

FFD zündet nicht 74

6 Symptome, wenn der GC nicht funktioniert

GC schaltet nicht ein 76

PC kann mit PC nicht kommunizieren 77

7 Prüfen auf Undichtigkeiten

Tipps zur Überprüfung von Undichtigkeiten 80

Überprüfen von externen Undichtigkeiten 81

Überprüfen von Undichtigkeiten am GC 83

8 Aufgaben für die Fehlerbehebung

Messen eines Säulenflusses	86
Messen des Säulenflusses bei einem FID, WLD, uEAD und FFD	86
Messen des SPD-Säulenflusses	87
Messen des Flusses an einem Split-Gasauslass oder eines Septumspülflusses	89
Messen eines Detektorflusses	91
Messen des Flusses bei einem FID, WLD, uEAD und FFD	91
Messen des SPD-Flusses	93
Durchführen des GC-Selbsttests	94
Anpassen des Lit-Offset am FID	95
Sicherstellen, dass die FID-Flamme brennt	96
Sicherstellen, dass der FID-Anzünder während der Zündungssequenz funktioniert	97
Messen des FID-Undichtigkeitsstroms	98
Messen der FID-Basislinienausgabe	99
Messen des SPD-Undichtigkeitsstroms	100
Sicherstellen, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist	101
Sicherstellen, dass die FFD-Flamme brennt	102
Anpassen des Lit-Offset am FFD	103

1

Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte 8

Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen 9

Ermitteln von Gerätedetails 10

Anzeigen von "Run Log", "Maintenance Log" und "Event Log" 11

Information zusammenstellen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent 12



Konzepte

Dieses Handbuch enthält Listen mit Symptomen und entsprechenden Maßnahmen, die durchzuführen sind, wenn in Verbindung mit der GC-Hardware oder chromatographischen Ausgaben, "GC Not Ready"-Meldungen und anderen allgemeinen Problemen Fehler auftreten.

Jeder Abschnitt befasst sich mit einem Problem und enthält eine untergliederte Auflistung möglicher Ursachen, damit Sie das Problem beheben können. Diese Listen stellen keine Grundlage für die Entwicklung neuer Methoden dar. Verfahren Sie bei der Fehlerbehebung so, als würden die Methoden korrekt funktionieren.

Dieses Handbuch enthält sowohl gängige Maßnahmen zur Fehlerbehebung als auch Informationen, die zusammenzustellen sind, bevor Sie sich an Agilent bezüglich Unterstützung wenden.

Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs

Wenden Sie die folgenden Schritte als allgemeine Vorgehensweise bei der Fehlerbehebung an:

- 1 Beobachten Sie die Symptome des Problems.
- 2 Suchen Sie die Symptome in diesem Handbuch mit Hilfe des Inhaltsverzeichnisses oder der **Suchfunktion**. Lesen Sie die Liste der möglichen Ursachen des Symptoms.
- 3 Prüfen Sie jede mögliche Ursache, oder führen Sie einen Test durch, mit dem die Liste der möglichen Ursachen eingegrenzt werden kann, bis das Symptom behoben ist.

Die [Status]-Taste

Verwenden Sie auch die **[Status]**- und **[Info]**-Tasten am GC-Tastenfeld, während Sie diese Fehlerbehebungs-informationen verwenden. Diese Tasten zeigen zusätzliche hilfreiche Informationen über den Status des GC und seine Komponenten an.

Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen

Bestimmte konfigurierbare Elemente im GC müssen immer auf dem aktuellsten Stand sein. Wenn dies nicht beachtet wird, führt dies zu einer verringerten Empfindlichkeit, zu chromatographischen Fehlern und zu möglichen Sicherheitsrisiken.

Säulenkonfiguration

Konfigurieren Sie den GC immer dann neu, wenn eine Säule getrimmt oder ersetzt wird. Überprüfen Sie außerdem, ob das Datensystem den korrekten Angaben zu Säulentyp, Länge, Kennung und Filmdicke entspricht. Der GC verwendet diese Informationen, um die Flüsse zu berechnen. Wenn der GC nach dem Austausch einer Säule nicht aktualisiert wird, führt dies zu fehlerhaften Flüssen, veränderten oder inkorrekteten Splitverhältnissen, Veränderungen bei der Retentionszeit und zu Peakverschiebungen.

Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers

Halten Sie die Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers auf dem aktuellsten Stand, um einen korrekten Betrieb sicherzustellen. Für den automatischen Flüssigprobengeber sind Injektorposition, Größe der installierten Spritze und die Verwendung von Lösungsmitteln und Abfallflaschen auf dem aktuellsten Stand zu halten.

Gaskonfiguration

WARNUNG

Konfigurieren Sie den GC entsprechend, wenn Sie mit Wasserstoff arbeiten. Wasserstoff entweicht schnell und stellt ein Sicherheitsrisiko dar, wenn zu viel davon in die Luft oder in den GC-Ofen entweicht.

Konfigurieren Sie den GC immer dann neu, wenn sich der Gastyp ändert. Wenn der GC für ein anderes Gas konfiguriert als, als das, was derzeit eingespeist wird, führt dies zu inkorrekteten Flussgeschwindigkeiten.

Ermitteln von Gerätedetails

Rufen Sie Informationsdetails vom GC-Tastenfeld wie folgt ab:

- 1 Drücken Sie [**Service Mode**].
- 2 Blättern Sie zu **Troubleshooting > Instrument details**.
- 3 Drücken Sie den nach unten zeigenden Pfeil (↓), um durch die Informationen zu blättern, die am Bildschirm erscheinen.

Drücken Sie die [**Status**]-Taste, um zuvor angezeigte Meldungen wie **Error**, **Not Ready** und **Shutdown** anzuzeigen.

Die folgenden Informationen können am GC-Tastenfeld aufgerufen werden:

- Datum und Version der Firmware am GC und an allen Komponenten
- GC-Ofenkonfiguration
- GC-Seriennummer

HINWEIS

Die GC-Seriennummer ist auch auf einem Aufkleber unterhalb des Tastenfeldes in der unteren rechten Ecke des GC angegeben.

-
- GC-Betriebsdauer (kumuliert)
 - Gesamte Anzahl an Analysen
 - Netzwerkadressinformationen
 - Einlass, Detektor, AUX und PCM-Typ und Seriennummern
 - "Error", "Shutdown" und "Not Ready" Meldungen.

GC-Stromversorgungskonfiguration

Auf einem Etikett auf der Rückseite des GC (links neben dem GC-Netzkabel) wird die GC-Stromversorgungskonfiguration aufgelistet.

Anzeigen von "Run Log", "Maintenance Log" und "Event Log"

Der GC führt drei interne Ereignisprotokolle, wobei jedes bis zu 250 Einträge enthalten kann. Verwenden Sie diese Protokolle für die Behebung von Problemen - besonders dann, wenn in der Anzeige keine Meldung mehr erscheint.

Um die Protokolle aufzurufen, drücken Sie **[Logs]**, um zum gewünschten Protokoll zu wechseln. Die Anzeige gibt die Anzahl der Einträge an, die das Protokoll enthält. Blättern Sie durch die Liste.

Run Log Für jede Analyse zeichnet das Run Log Abweichungen von der geplanten Methode auf. Dieses Protokoll wird zu Beginn einer jeden Analyse überschrieben. Die Informationen im Run Log können für GLP-Standards (Good Laboratory Practice) verwendet und auf ein Agilent Datensystem hochgeladen werden. Wenn das Run Log Einträge enthält, leuchtet die **Run Log** LED.

Maintenance Log In das Maintenance Log wird immer dann ein Eintrag aufgenommen, wenn ein "Early Maintenance Feedback Limit" erreicht, zurückgesetzt oder verändert wird. Das Log zeichnet Details auf, wie Zählerelement, Zählerwert, den neuen Zählerwert und ob der Zähler zurückgesetzt wurde oder nicht (weist auf den Austausch eines Teils hin). Wenn das Maintenance Log voll ist, überschreibt der GC die Einträge und beginnt dabei mit dem ältesten.

Event Log Das Event Log zeichnet Ereignisse auf, wie Abschaltungen, Warnungen, Fehler und Veränderungen am GC-Zustand (Analyse starten, Analyse stoppen usw.), die während des GC-Betriebs auftreten können. Das das Event Log voll ist, überschreibt der GC die Einträge und beginnt dabei mit dem ältesten.

Information zusammenstellen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent

Stellen Sie die folgenden Informationen zusammen, bevor Sie sich an Agilent bezüglich Kundendienst wenden:

- Symptome
- Beschreibung des Problems
- Installierte Hardware und Parameter/Konfiguration, als der Fehler aufgetreten ist (Probe, Gasversorgungstyp, Gasflussgeschwindigkeiten, installierte Detektoren/Einlässe usw.)
- Meldungen, die auf der GC-Anzeige erscheinen
- Ergebnisse von durchgeführten Fehlerbehebungstests
- Gerätedetails
 - 1 Drücken Sie [**Service Mode**].
 - 2 Blättern Sie zu **Troubleshooting > Instrument details**.
 - 3 Zeichnen Sie die angezeigten Informationen auf:
 - GC-Seriennummer
 - GC-Firmwareversion
 - GC-Stromversorgungskonfiguration (auf der Rückseite des GC angegeben)
 - Ofenkonfiguration (schnell oder langsam heizend)
 - Drücken Sie die [**Status**]-Taste, um zuvor angezeigte Meldungen wie **Error**, **Not Ready** und **Shutdown** anzuzeigen.

Informationen zu den Telefonnummern für die Kontaktaufnahme bezüglich Kundendienst/Support finden Sie auf der Agilent Web-Site unter www.agilent.com/chem.

2

Hardware-Symptome

Fehler am Kolben 14

Ampulle durch automatischen Flüssigprobengeber beschädigt 15

Spritzenadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass 16

FID zündet nicht 17

FFD zündet nicht 19

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl 20



Fehler am Kolben

Wenn der automatische Flüssigprobengeber einen Fehler am vorderen oder hinteren Kolben ausgibt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Der Spritzenkolben steckt fest oder ist mit dem Kolbenträger nicht fest verbunden.

Ampulle durch automatischen Flüssigprobengeber beschädigt

Weitere Informationen finden Sie im Handbuch 7683B Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance.

Wenn eine beschädigte Probenampulle ersichtlich ist, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie, ob Verfaltungen oder Verknitterungen am Krausenverschluss vorliegen, besonders am Halsbereich der Probenampulle.
- Verwenden Sie die von Agilent empfohlenen Probenampullen.
- Prüfen Sie die Probenetiketten (sofern zutreffend).
 - Prüfen Sie, ob diese die korrekte Größe haben.
 - Stellen Sie sicher, dass die Etiketten nicht mit dem Greifarm kollidieren.
- Prüfen Sie, ob die Tellerquadranten sauber sind und im Probentellerboden eingerastet sind.

Spritzenadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass

WARNUNG

Bei der Behebung von Fehlern am Injektor halten Sie Ihre Hände fern von der Spritzenadel. Die Nadel ist scharf und kann gefährliche Chemikalien enthalten.

Weitere Informationen finden Sie im Handbuch 7683B Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance.

- Prüfen Sie, ob das GC-Septum nicht zu dicht ist.
- Prüfen Sie, ob die Spritze korrekt im Spritzenchlitten installiert ist.
- Prüfen Sie, ob die Nadelhalterung und -führung sauber sind. Entfernen Sie Rückstände oder Septumreste.
- Bei Verwendung eines Kaltaufgabesystems prüfen Sie, ob der korrekte Einsatz für die Spritze installiert ist.
- Prüfen Sie, ob Sie die korrekte Spritze verwenden. Die gesamte Länge von Spritzenbehälter und Nadel sollte ca. 126,5 mm betragen.

FID zündet nicht

- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündungssequenz glüht. (Siehe "Sicherstellen, dass der FID-Anzünder während der Zündungssequenz funktioniert".)
- Stellen Sie sicher, dass der "Lit Offset" dem Wert $\leq 2.0 \text{ pA}$ entspricht.
- Achten Sie auf eine eingesteckte oder teilweise eingesteckte Düse.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht-optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von den tatsächlichen Flussgeschwindigkeiten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule.
- Prüfen Sie, ob an der Säulendichtung am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug ist ($>150 \text{ }^{\circ}\text{C}$).

FID-Anzünder glüht nicht während der Zündungssequenz

WARNUNG

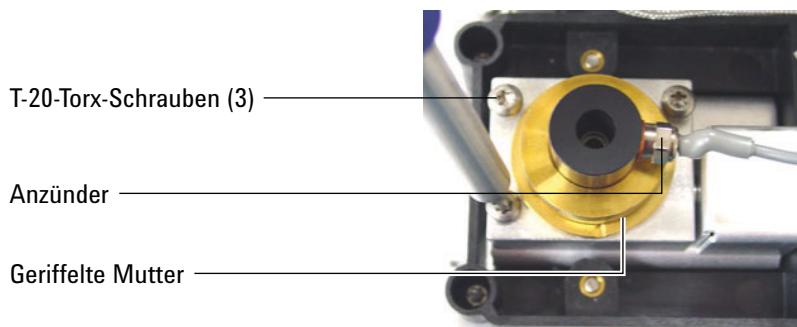
Achten Sie bei Durchführung dieser Aufgabe darauf, dass Sie Ihre Körperteile in einem sicheren Abstand zum FID-Kamin halten. Bei Verwendung von Wasserstoff ist die FID-Flamme nicht sichtbar.

- 1 Nehmen Sie die obere Abdeckung des Detektors ab.
- 2 Schalten Sie die FID-Flamme **ein**.
- 3 Beobachten Sie den Anzünderstecker durch den FID-Kamin. Die kleine Bohrung sollte während der Zündungssequenz glühen.

Wenn der Test fehlschlägt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Der Anzünder ist fehlerhaft; ersetzen Sie den Anzünder.
- Die Detektortemperatur ist auf $< 150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FIDs bei $\geq 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$
- Der Anzünder ist mit dem Boden nicht korrekt verbunden:
 - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit fest verschraubt sein.
 - Die drei T-20-Torx-Schrauben, mit denen die Kollektoreinrichtung befestigt ist, müssen fest sitzen.
 - Die geriffelte Messingmutter, mit der die FID-Blockeinheit befestigt ist, muss fest sitzen.

Führen Sie die FID-Wartung durch, wenn diese Teile korrodiert oder oxidiert sind.

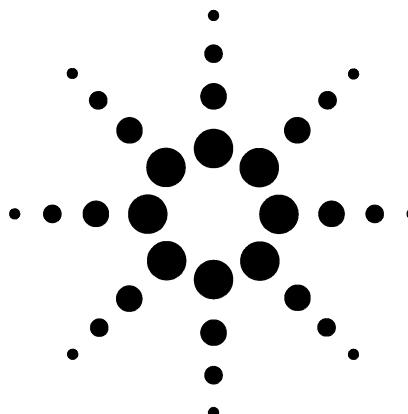


FFD zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass die FFD-Temperatur für die Zündung hoch genug ist (>150 °C).
- Prüfen Sie die FFD-FLussgeschwindigkeiten und ob diese dem im FFD installierten Filtertyp entsprechen.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)
- Die Säule ist im Detektor eventuell zu hoch installiert.
- Prüfen Sie, ob der FFD-Anzünder funktioniert. (Siehe "Sicherstellen, dass die FFD-Flamme brennt".)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule und für das Zusatzgas.
- Stellen Sie sicher, dass das Kondensat im Entlüftungsrohr nicht in den Detektor zurücktropft. Das flexible Entlüftungsrohr aus Kunststoff muss vom Detektor in einen Behälter verlaufen ohne dass es herabhängt, um so das korrekte Abtropfen des Wasserkondensats zu ermöglichen. Das offene Rohrende darf nicht in das Wasser im Behälter hineinragen.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2.0.
- Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Ersetzen Sie diese bei Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Stellen Sie die Equilibrierungszeit auf 0.0.



3

Chromatographische Symptome

- Retentionszeiten nicht wiederholbar 22
- Peak-Flächen nicht wiederholbar 23
- Verunreinigung oder Verschleppung 24
- Größere Peaks als erwartet 26
- Peaks werden nicht angezeigt - keine Peaks 27
- Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms 28
- Schlechte Peak-Auflösung 29
- Peak-Abfall 30
- Probleme mit Peak-Siedepunkt oder molekularer Gewichtsdiskriminierung 31
- Probenzersetzung im Einlass / Fehlende Peaks 32
- Peak-Vorlagerung 33
- Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes 34
- Niedrige Peak-Fläche oder -Höhe 38
- FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden 40
- FID-Basislinienausgabe über 20 pA 41
- FFD-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden 42
- FFD-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig 43
- Niedrige Peak-Flächen mit dem FFD 44
- Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD 45
- Hohe FFD-Basislinienausgabe, > 20 pA 46
- Dämpfung des Lösungsmittels am SPD 47
- Niedriger SPD-Response 48
- Hohe Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen 49
- SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht korrekt 50
- Niedrige Selektivität am SPD 51
- Negative Peaks am WLD 52
- WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie) 53
- WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf 54



Retentionszeiten nicht wiederholbar

- Ersetzen Sie das Septum.
- Prüfen Sie den Einlass, den Einsatz (sofern vorhanden) und die Säulenverbindung auf Undichtigkeiten. (Siehe “Prüfen auf Undichtigkeiten”.)
- Achten Sie auf ausreichenden Trägergasdruck. Der am GC anliegende Druck muss mindestens 40 kPa (10 psi) über dem maximalen Einlassdruck liegen, der für die finale Ofentemperatur erforderlich ist.
- Führen Sie Wiederholungen mit bekannten Standards durch, um das Problem zu überprüfen.
- Überprüfen Sie den Einlass auf Undichtigkeiten. Weitere Informationen finden Sie unter dem folgenden Link.
 - “Tipps zur Überprüfung von Undichtigkeiten”
- Stellen Sie sicher, dass Sie den korrekten Einsatztyp für die zu injizierende Probe verwenden.
- Berücksichtigen Sie, ob dies die erste Analyse ist. (Hat sich der GC stabilisiert?)
- Bei Verwendung eines FID oder SPD und verringerten Retentionszeiten (Drift) überprüfen Sie die Düse auf Verunreinigungen.

Peak-Flächen nicht wiederholbar

- Prüfen Sie den Betrieb der Spritze am automatischen Flüssigprobengeber. (Siehe der Abschnitt "Troubleshooting" im Handbuch 7683B Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance.)
- Ersetzen Sie die Spritze.
- Prüfen Sie den Einlass, den Einsatz (sofern vorhanden) und die Säulenverbindung auf Undichtigkeiten. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Prüfen Sie die Probenmenge in den Ampullen.
- Führen Sie Wiederholungen mit bekannten Standards durch, um das Problem zu überprüfen.
- Berücksichtigen Sie, ob dies die erste Analyse ist. (Hat sich der GC stabilisiert?)

Verunreinigung oder Verschleppung

Wenn Ihre Ausgabe Verunreinigungen oder unerwartete Peaks aufweist, gehen Sie wie folgt vor:

Isolieren der Quelle

- 1 Führen Sie eine reine Analyse mit einem Lösungsmittel durch, und verwenden Sie dabei eine neue, reine Quelle des Lösungsmittels. Wenn die Verunreinigung verschwindet, wird das Problem durch die Probe oder das Lösungsmittel verursacht.
- 2 Führen Sie eine Blindanalyse durch (entfernen Sie die Spritze aus dem Injektor, und starten Sie eine Analyse). Wenn die Verunreinigung verschwindet, wird das Problem durch die Spritze verursacht.
- 3 Entfernen Sie die Säule aus dem Detektor, und verschließen Sie die Detektorarmatur. Führen Sie eine Blindanalyse durch. Wenn die Verunreinigung verschwindet, wird das Problem durch den Einlass oder die Säule verursacht. Wenn die Verunreinigung bestehen bleibt, wird das Problem durch den Detektor verursacht.

Prüfen der möglichen Ursachen - alle Kombinationen aus Einlass und Detektor

- Prüfen Sie den Septumtyp und die Installation.
- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Ersetzen Sie alle Verbrauchsteile, und backen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Backen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass, und drehen Sie die Säule bei Bedarf um, und backen Sie diese aus.
- Prüfen Sie eine mögliche Probenverschleppung aus vorherigen Analysen. Führen Sie mehrere Blindanalysen ohne Injektion durch, wenn die Ghost-Peaks verschwinden oder kleiner werden.
- Prüfen Sie den Septumspülfluss. Wenn dieser zu gering ist, haben sich im Septum ggf. Verunreinigungen angesammelt oder ein Kondensat verstopft die Spülleitung.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Gasreinheit.

- Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie vermuten, dass im Einlass, in der Säule oder am Detektor eine Verunreinigung vorliegt, führen Sie die Ausback-Prozedur durch.
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenprogrammtemperatur und -zeit für die injizierten Proben ausreichend sind.
- Prüfen Sie den Lösungsmittelstand in den Reinigungsfläschchen des automatischen Flüssigprobengebers.
- Ersetzen Sie bei Bedarf die Spritze im automatischen Flüssigprobengeber.
- Prüfen Sie das Probeninjektionsvolumen.
- Installieren Sie ein Agilent Säulenrückspülssystem.

Größere Peaks als erwartet

- Vergleichen Sie alle Abmessungen der konfigurierten Säule mit den tatsächlichen Abmessungen der Säule. (Siehe “Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen”.)
- Prüfen Sie das Injektionsvolumen des automatischen Probengebers.
- Prüfen Sie die Fläschchenabdeckungen.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden in halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Behälter, nicht an oberster Stelle des Behälters, markiert ist, geben Sie den **zweifachen Wert** des angegebenen Wertes ein, wenn Sie die Spritzengröße konfigurieren.

Peaks werden nicht angezeigt - keine Peaks

- Wenn Sie einen automatischen Probengeber verwenden:
 - Stellen Sie sicher, dass das Fläschchen eine Probe enthält.
 - Stellen Sie sicher, dass der Kolbenträger am automatischen Flüssigprobengeber mit dem Spritzenkolben verbunden ist.
 - Prüfen Sie, ob die Spritze korrekt installiert ist und die Probe ansaugt.
 - Stellen Sie sicher, dass das Karussell bzw. der Probenteller korrekt bestückt ist, und keine Injektionen über Fläschchen erfolgen, die sich nicht innerhalb der gewünschten Sequenz befinden.
 - Achten Sie darauf, dass die Probe in die Spritze gezogen wird.
 - Stellen Sie sicher, dass der verwendete Detektor einem Signal zugewiesen ist.
 - Prüfen Sie, ob die Säule korrekt installiert ist.
 - Stellen Sie sicher, dass die Säule nicht eingesteckt ist. (Siehe "Messen eines Säulenflusses".) Führen Sie die Wartung für die Säule durch.
 - Achten Sie auf Lecks. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
 - Prüfen Sie die Flusseinstellungen, und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)

Wenn das Problem durch den Detektor verursacht wird, beachten Sie die Tabelle 1.

Tabelle 1 Fehlerbehebung am Detektor

Detektor	Lösung
FID, FFD	<ul style="list-style-type: none"> • Stellen Sie sicher, dass das Elektrometer eingeschaltet ist. • Stellen Sie sicher, dass die Flamme immer noch brennt.
WLD	<ul style="list-style-type: none"> • Stellen Sie sicher, dass der Heizfaden eingeschaltet ist. • Stellen Sie sicher, dass das Referenzgas nicht auf Null eingestellt ist.
SPD, uEAD	Stellen Sie sicher, dass das Elektrometer eingeschaltet ist.

Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms

- Überprüfen Sie die Säule auf eine Blutung.
- Achten Sie auf Undichtigkeiten/Sauerstoff in der Trägergasversorgung.
- Prüfen Sie die Anzeigen und Datumsangaben der Sauerstoffventile.
- Führen Sie Blindanalysen mit Lösungsmittel durch, um die Basislinie ohne Probe zu bewerten.
- Führen Sie Blindanalysen ohne Injektion durch (entfernen Sie die Spritze aus dem Injektor, und starten Sie eine Analyse), um die Basislinie ohne Lösungsmittel zu bewerten.
- Achten Sie auf Verunreinigungen. (Siehe "Verunreinigung oder Verschleppung".)
- Berücksichtigen Sie die Auswirkung der Filmdicke der Säule beim Bluten.
- Prüfen Sie die Säulenarmaturen auf Undichtigkeiten. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Bereiten Sie ein Säulencompensationsprofil vor, und verwenden Sie dies.

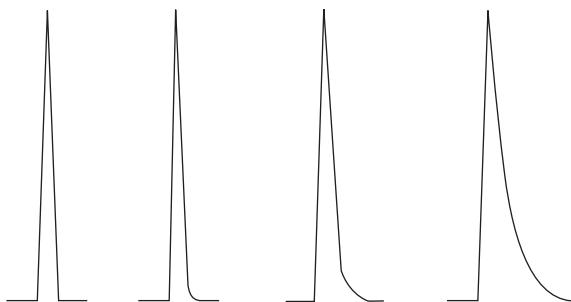
Schlechte Peak-Auflösung

- Stellen Sie den Säulenfluss auf eine optimale lineare Geschwindigkeit ein.
- Installieren und verwenden Sie deaktivierte Verbrauchsmaterialien im Einlass (z.B. einen Einsatz).
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Backen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass, und drehen Sie die Säule bei Bedarf um, und backen Sie diese aus.
- Prüfen Sie die Säuleninstallation an beiden Enden.
- Wählen Sie eine Säule mit höherer Auflösung.

Peak-Abfall

In der nachfolgenden Abbildung ist ein Beispiel für abfallende Peaks dargestellt. Bei der Korrektur von abfallenden Peaks ist Folgendes zu beachten:

- Welche Peaks fallen ab?
- Handelt es sich bei den abfallenden Peaks um aktive Verbindungen, alle Verbindungen oder liegen Trends vor (wie z.B. frühzeitige Spitzen oder spätere Spitzen)?



- Prüfen Sie die Säule auf starke Verunreinigungen.
- Betrachten Sie die stationäre Phase der Säule (aktive Säule).
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt abgeschnitten und installiert ist.
- Beachten Sie, welche Arten von Adapter, Einsatz und Einlassdichtung verwendet werden. Eines dieser Teile oder all diese Teile sind ggf. verunreinigt oder aktiv.
- Prüfen Sie die Adapter (sofern installiert) und den Einsatz auf feste Partikel.
- Bei der splitlosen Kapillarinjektion berücksichtigen Sie die Kompatibilität zwischen dem Lösungsmittel und der Säule.
- Stellen Sie sicher, dass die Injektionstechnik adequat ist.
- Prüfen Sie die Einlasstemperatur.
- Prüfen Sie das Totvolumen im System. Prüfen Sie die korrekte Säuleninstallation an beiden Enden.
- Untersuchen und übertragen Sie Leitungen für kalte Stellen.

SPD

Bei einem SPD führen Sie folgende Schritte durch:

- Stellen Sie sicher, dass Sie die korrekte Perleneinheit für die zu analysierende Probe verwenden. Wenn Sie Phosphor analysieren, installieren Sie eine schwarze Perleneinheit. Weiße Perleneinheiten können bei der Analyse von Phosphor zu Peak-Abfällen führen.

- Stellen Sie sicher, dass die korrekte Düse installiert ist. Verwenden Sie eine erweiterte Düse.
- Ersetzen Sie die keramischen Isolierungen.

Probleme mit Peak-Siedepunkt oder molekularer Gewichtsdiskriminierung

Wenn Sie Probleme mit Peak-Siedepunkt oder molekularer Gewichtsdiskriminierung (Einlassdiskriminierung) haben, gehen Sie wie folgt vor:

- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. Reinigen oder ersetzen Sie den Einsatz bei Bedarf. Ersetzen Sie alle Verbrauchsmaterialien am Einlass. Siehe Wartungshandbuch.
- Passen Sie die Einlasstemperatur an.
- Führen Sie Standards anhand einer bekannten Methode durch, um die erwartete Leistung zu ermitteln.

Bei einem Einlass, der in der Split-Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird

- Prüfen Sie den Einsatztyp.
- Erhöhen Sie die Einlasstemperatur, und stellen Sie sicher, dass die Isolierungskappe installiert ist und eine Isolierung enthält.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Beachten Sie hierzu das Thema für SS, PTV und VI.

Bei einem Einlass, der in splitloser Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird

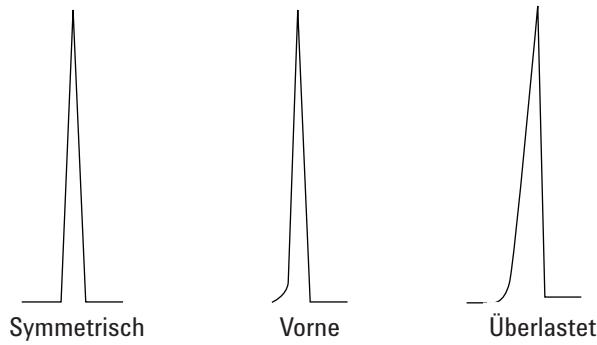
- Überprüfen Sie den Einlass auf Undichtigkeiten. (Siehe “Prüfen auf Undichtigkeiten”.)
- Prüfen Sie den Einsatztyp.
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenanfangstemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Beachten Sie hierzu das Thema für SS, PTV und VI.
- Prüfen Sie, dass das Dampfvolumen des Lösungsmittels die Kapazität des Einsatzes nicht übersteigt.
- Achten Sie auf eine geeignete Spülverzögerungszeit.

Probenzersetzung im Einlass / Fehlende Peaks

- Senken Sie die Einlasstemperatur.
- Achten Sie auf Luft oder Wasser im Trägergas; überprüfen Sie die Gasreinheit und die Funktionalität der Ventile.
- Stellen Sie sicher, dass der Einsatz für die zu analysierende Probe geeignet ist.
- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Ersetzen Sie alle Verbrauchsteile, und backen Sie den Einlass aus.
- Installieren Sie einen deaktivierten Einsatz (SS-, PP- und PTV-Einlässe).
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Installieren Sie einen Agilent Direktverbindungseinsatz.
- Verwenden Sie eine Druckmethode mit Druckstoß für eine schnellere Probenübertragung zur Säule.
- Backen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:
 - Ausbacken von Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass
 - Ausbacken von Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass
 - Ausbacken von Verunreinigungen aus dem Kaltaufgabesystem
 - Ausbacken von Verunreinigungen am PTV-Einlass
 - Ausbacken von Verunreinigungen am Einlass des Einlasssystems für flüchtige Analyte

Peak-Vorlagerung

In der nachfolgenden Abbildung sind Beispiele für drei Arten von Peaks dargestellt: symmetrisch, vorgelagert und überlastet.



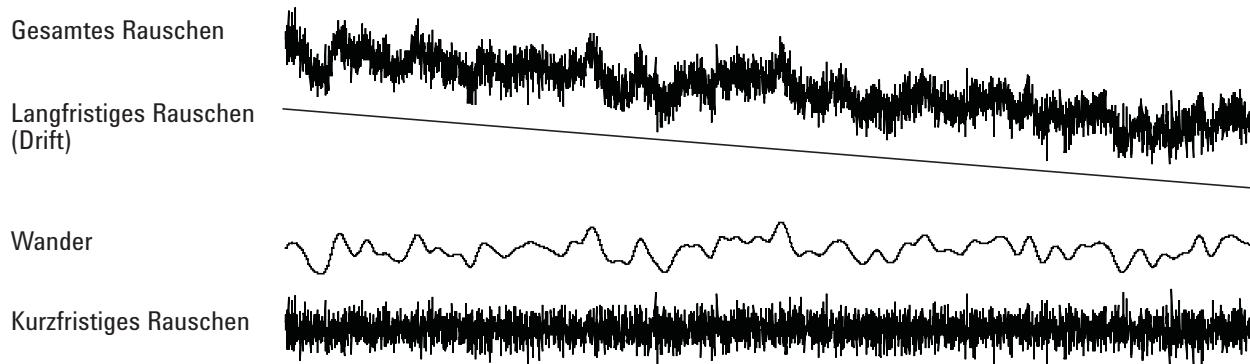
Wenn eine Peak-Vorlagerung oder Überlastung auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass das Injektionsvolumen geeignet ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt installiert ist.
- Stellen Sie sicher, dass eine geeignete Injektionstechnik verwendet wird.
- Wenn Sie eine splitlosen Kapillarinjektion anwenden, beachten Sie die Löslichkeit der Verbindung im Injektionslösungsmittel.
 - Wechseln Sie das Lösungsmittel.
 - Verwenden Sie eine Vorsäule.
- Prüfen Sie die Reinheit des Probenlösungsmittels.

Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes

Rauschen sollte unter "normalen" Betriebsbedingungen gemessen werden, wenn eine Säule angeschlossen und das Trägergas eingeschaltet ist. Rauschen hat normalerweise einen hohen Frequenzanteil (ursprünglich elektronisch) und niedrigere Frequenzanteile, die als Wander und Drift bezeichnet werden.

Wander weist eine willkürliche Richtung auf, jedoch bei einer niedrigeren Frequenz als das kurzzeitige elektronische Rauschen. Langfristiges Rauschen (Drift) ist eine monotonische Änderung im Signal über einen Zeitraum, der im Vergleich zum Wander und elektronischen Rauschen lang ist (siehe unten). Begriffe wie "kurz" und "lang" sind relativ zur Breite der chromatographischen Peaks zu betrachten.



Verrauschte Basislinie

Eine verrauschte Basislinie oder eine hohe Detektorausgabe kann auf Undichtigkeiten, Verunreinigungen oder elektrische Probleme hindeuten. Ein gewisses Rauschen ist bei jedem Detektor unvermeidlich, wenngleich auch hohe Abschwächungen dies verdecken können. Da ein Rauschen die Empfindlichkeit eines Detektors einschränkt, sollte dies minimiert werden.

- Prüfen Sie an allen Detektoren die Säulenarmaturen auf Undichtigkeiten. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Beim WLD stellen Sie sicher, dass die Datenerfassung bei ≤ 5 Hz erfolgt.

Wenn ein Rauschen plötzlich an einer zuvor sauberen Basislinie auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf aktuelle Veränderungen, die am System erfolgten.

- Backen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:
 - Ausbacken von Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass
 - Ausbacken von Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass
 - Ausbacken von Verunreinigungen aus dem Kaltaufgabesystem
 - Ausbacken von Verunreinigungen am PTV-Einlass
 - Ausbacken von Verunreinigungen am Einlass des Einlasssystems für flüchtige Analyte
- Überprüfen Sie die Reinheit der Träger- und Detektorgase.
- Überprüfen Sie, ob nach der letzten Wartung alle Teile wieder korrekt zusammengebaut wurden.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.

Wenn das Rauschen allmählich auf einen zu hohen Pegel ansteigt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Säule und den Einlass auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Düsen am FID oder SPD auf Verunreinigungen.
- Stellen Sie sicher, dass das FFD Fotovervielfacherrohr (PMT) korrekt installiert ist. Falls dies nicht zutrifft, führt dies zu Lichtundichtigkeiten und schließlich zu einem Rauschen.

Andere Faktoren, die zu einem Rauschen führen können:

- Die Säule ist im Detektor zu hoch installiert.
- Die Ofentemperatur übersteigt die für die Säule maximal empfohlenen Temperaturen.

Basislinien-Wander und -Drift

Basislinien-Wander oder -Drift kann auftreten, wenn eine Fluss- oder Temperatureinstellung geändert wurde. Wenn sich das System vor Beginn einer Analyse nicht in den neuen Zuständen stabilisiert hat, sind einige Basislinienänderungen zu erwarten. Wenn ein Basislinien-Wander auftritt, prüfen Sie das System auf Undichtigkeiten, besonders beim Septum und bei der Säule. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".) Basislinien-Drift tritt meistens während der Temperaturprogrammierung auf. Versuchen Sie einen Basislinien-Drift wie folgt zu korrigieren:

- Stellen Sie sicher, dass die Säulenkompensation verwendet wird und das Profil aktuell ist. (Für die Kompensation der Blutung.)

- Stellen Sie sicher, dass die Säule konditioniert ist.
- Achten Sie bei der Betriebstemperatur auf die Säulenblutung.
- Achten Sie auf den Signalmodus, der der Säule im Datensystem zugewiesen ist.

Basislinien-Spiking

In der Basislinienausgabe gibt es zwei Arten von Spiking: zyklisch und willkürlich.

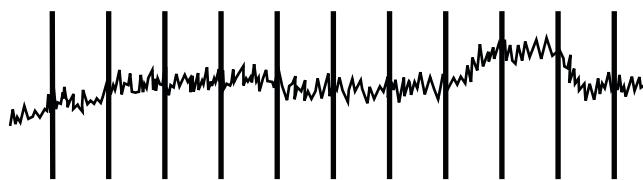


Abb. 1 Zyklisches Spiking

Zyklisches Spiking kann durch folgende Punkte verursacht werden:

- einen elektrischen Motor
- Klimatisierung von Gebäuden
- Andere elektronische Störstrahlungen im Labor

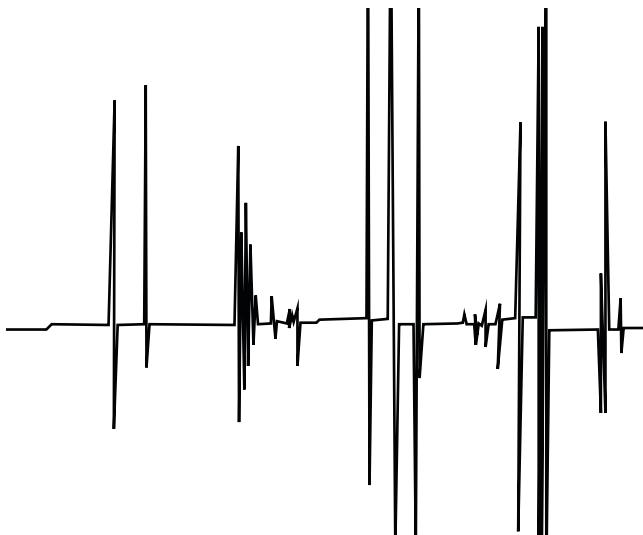


Abb. 2 Willkürliche Spiking

Spikes sind isolierte Basislinienstörungen, die normalerweise als plötzliche (und große) Ausschläge nach oben auftreten. In Verbindung mit Rauschen beheben Sie zuerst das Problem mit dem Rauschen, da das Spiking damit ggf. auch behoben werden kann.

- Überprüfen Sie, ob der Detektor kontaminiert ist.
- Bei einer gepackten Säule prüfen Sie, ob der Ausgang der gepackten Säule korrekt mit Glaswolle abgedichtet ist.
- Prüfen Sie die Installation der gepackten Säule.
- Prüfen Sie, ob die Düse korrekt funktioniert.
- Achten Sie darauf, dass die Detektortemperatur nicht zu gering ist.

Niedrige Peak-Fläche oder -Höhe

- Bei Verwendung eines Einlasses in der Split-Betriebsart prüfen Sie das Split-Verhältnis.
- Achten Sie auf Undichtigkeiten. (Siehe “Prüfen auf Undichtigkeiten”.)
- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. (Siehe “Verunreinigung oder Verschleppung”.)
- Prüfen Sie jede Säule, und stellen Sie sicher, dass diese am jeweiligen Ende korrekt abgeschnitten und installiert wurde.
- Stellen Sie sicher, dass der Säulentyp korrekt ist.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Backen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass, und drehen Sie die Säule bei Bedarf um, und backen Sie diese aus.
- Stellen Sie sicher, dass der Einsatztyp für die Probe geeignet ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen des Detektors korrekt sind.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Stellen Sie sicher, dass die Methodenparameter korrekt sind.
- Prüfen Sie die Probenstabilität.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden in halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Behälter, nicht an oberster Stelle des Behälters, markiert ist, geben Sie den **zweifachen Wert** des angegebenen Wertes ein, wenn Sie die Spritzengröße konfigurieren.

Bei Verwendung eines FID:

- Stellen Sie sicher, dass die korrekte Düse installiert ist.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verschmutzt ist.

Bei Verwendung eines uEAD:

- Tauschen Sie den gesicherten Siliziumdioxid-Kombinationseinsatz mit Vertiefung aus.
- Ersetzen Sie die Säule, und installieren Sie diese wieder.
- Reinigen Sie den Zusatzgasadapter.

Bei Verwendung eines SPD:

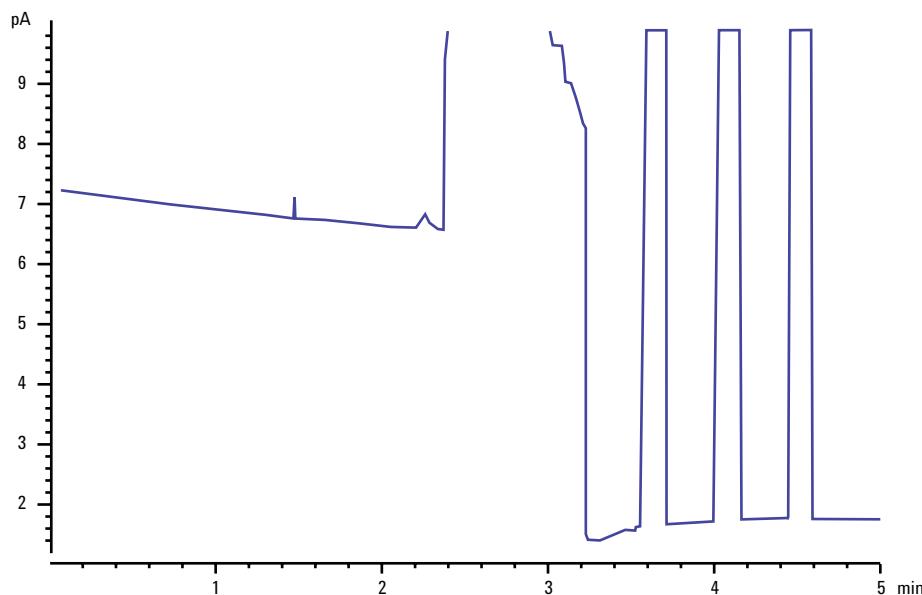
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Ersetzen Sie die keramischen Isolierungen.
- Ersetzen Sie die Perleneinheit.

Bei Verwendung eines FFD:

- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt installiert ist.
- Prüfen Sie, dass der korrekte Filter installiert ist und sauber ist.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten.
- Prüfen Sie den Zusatzgastyp.

FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden

Nachfolgend ist ein beispielhaftes Chromatogramm dargestellt, in dem das Erlöschen der Flamme von einem großen Lösungsmittel-Peak gezeigt wird.



Nach dem Erlöschen der Flamme versucht der GC, die Flamme drei Mal zu zünden.

Wenn die FID-Flamme während einer Analyse erlischt, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Gasflusseinstellungen korrekt sind. Stellen Sie sicher, dass der **Lit offset** entsprechend eingestellt ist.

Wenn die FID-Flamme versucht, selbst neu zu zünden, jedoch bereits brennt, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass für den FID der **Lit offset** für die Analyse passend eingestellt ist (normalerweise $\leq 2.0 \text{ pA}$).
- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. Messen Sie am Detektor die tatsächlichen Flüsse für Wasserstoff, Luft und Zusatzgas. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)
- Prüfen Sie, ob die Säulendichtung am Detektor undicht ist. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)

FID-Basislinienausgabe über 20 pA

- Überprüfen Sie die Reinheit der Träger- und Detektorgase.
- Überprüfen Sie die Säule auf eine Blutung.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile, und stellen Sie sicher, dass die Ventile nicht verbraucht sind.
- Stellen Sie sicher, dass der Detektor nach der letzten Wartung korrekt zusammengebaut wurde.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Stellen Sie sicher, dass der FID-Undichtigkeitsstrom bei < 2.0 pA liegt. (Siehe "Messen des FID-Undichtigkeitsstroms".)

FFD-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden

Wenn die Flamme während einer Analyse erlischt, gehen Sie wie folgt vor:

- Überprüfen Sie das GC-System auf Undichtigkeiten, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Stellen Sie sicher, dass die Detektortemperatur auf ≥ 200 °C eingestellt ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Kondensation im Entlüftungsrohr nicht in den Detektor zurücktropft. Das flexible Entlüftungsrohr aus Kunststoff muss vom Detektor in einen Behälter verlaufen ohne dass es herabhängt, um so das korrekte Abtropfen des Wasserkondensats zu ermöglichen. Das offene Rohrende darf nicht in das Wasser im Behälter hineinragen.

Wenn die FFD-Flamme erlischt und dann neu zündet, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass der eingestellte **Lit offset** unter der normalen Basislinie liegt.
- Achten Sie auf Undichtigkeiten. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen, und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)

FFD-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig

- Stellen Sie sicher, dass der korrekte Filter verwendet wird. Verwenden Sie keinen Phosphorfilter mit schwefeloptimierten Flüssen oder einen Schwefelfilter mit phosphoroptimierten Flüssen.
- Prüfen Sie die Position der Säule, wie diese im Detektor installiert ist.
- Überprüfen Sie die Gasreinheit.

Niedrige Peak-Flächen mit dem FFD

- Prüfen Sie die Flusseinstellungen, und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe “Messen eines Detektorflusses”.)
- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Ersetzen Sie alle Verbrauchsteile, und backen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Backen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass, und drehen Sie die Säule bei Bedarf um, und backen Sie diese aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt installiert ist.
- Berücksichtigen Sie den Filtertyp (Schwefel oder Phosphor).
- Überprüfen Sie das System auf Undichtigkeiten. (Siehe “Prüfen auf Undichtigkeiten”.)
- Stellen Sie sicher, dass die Methodeneinstellungen korrekt sind.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten.
- Prüfen Sie den Zusatzgastyp.

Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD

Wenn der FFD Peaks erzeugt, die auf halber Höhe des Peaks übermäßig breit sind, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie das tatsächliche Injektionsvolumen; verringern Sie dies bei Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass der Einsatz nicht auf die Probe reagiert.

Hohe FFD-Basislinienausgabe, > 20 pA

- Überprüfen Sie die Reinheit des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie das Fotovervielfacherrohr auf Lichtundichtigkeiten (PMT); ziehen Sie das Rohr fest, falls es nicht ganz fest sitzt.
- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Ersetzen Sie alle Verbrauchsteile, und backen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Backen Sie Verunreinigungen bei Bedarf aus.

Dämpfung des Lösungsmittels am SPD

Wenn die Basislinie nach einem Lösungsmittel-Peak nicht wiederhergestellt wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Schalten Sie im Bereich des Lösungsmittel-Peaks den Wasserstoff aus/ein.
- Verwenden Sie Stickstoff als Zusatzgas.
- Stellen Sie den gesamten Säulenfluss und das Zusatzgas auf unter 10 mL/Min ein.
- Erhöhen Sie den Luftfluss um 10 mL/Min.
- Erhöhen Sie die Detektortemperatur auf 325 °C.
- Implementieren Sie die Agilent Dean Lüftungslösung mit Umschaltung von Lösungsmitteln.

Niedriger SPD-Response

- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Ersetzen Sie alle Verbrauchsteile, und backen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Backen Sie Verunreinigungen bei Bedarf aus.
- Eine hohe Konzentration an Lösungsmittel hat das Wasserstoff-/Luft-Plasma ausgelöscht. Erhöhen Sie die Perlenspannung.
- Messen Sie den tatsächlichen Gasfluss am Detektor. (Siehe „Messen eines Detektorflusses“.)
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Perleneinheit aktiviert ist. Schauen Sie durch die Lüftungsöffnung am Detektorlid, um zu sehen, ob die Perleneinheit orange glüht.
- Ersetzen Sie Isolierungen/Kollektor.

Hohe Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen

- Der Kollektor ist mit dem Detektorgehäuse kurzgeschlossen. Zerlegen Sie den Kollektor und die Isolierungen, und installieren Sie alles wieder neu.

SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht korrekt

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe “Messen eines Detektorflusses”.)
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Ersetzen Sie diese bei Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe “Prüfen auf Undichtigkeiten”.)
- Stellen Sie die Equilibrierungszeit auf 0.0.

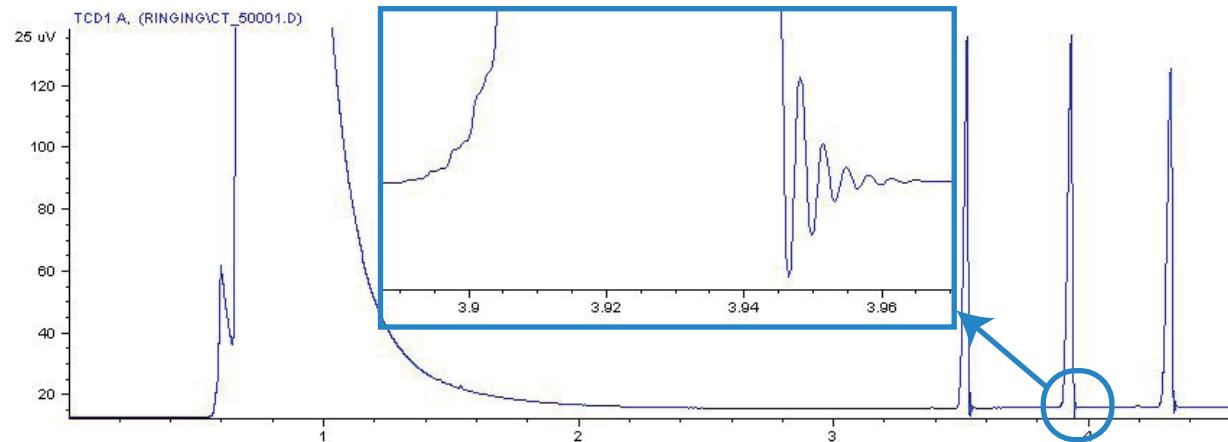
Niedrige Selektivität am SPD

- Stellen Sie sicher, dass der Wasserstofffluss korrekt ist ($\leq 3 \text{ mL/Min}$).
- Überprüfen Sie die Perleneinheit; diese kann defekt oder verbraucht sein.
- Ersetzen Sie Kollektor und Isolierungen.

Negative Peaks am WLD

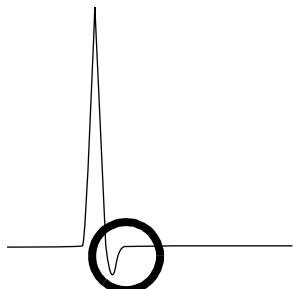
- Stellen Sie sicher, dass der korrekte Gastyp verwendet wird.
- Überprüfen Sie das System auf Undichtigkeiten, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe “Prüfen auf Undichtigkeiten”.)
- Berücksichtigen Sie die Empfindlichkeit von Substanzen.
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen, und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe “Messen eines Detektorflusses”.)

WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie)



Im Datensystem wurde die falsche Datenrate ausgewählt. Für den WLD muss die Datenrate auf ≤ 5 Hz eingestellt sein.

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf



- Prüfen Sie, ob die Säulenadapterdichtung am Detektor undicht ist. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Erweitern Sie den Detektor durch einen passivierten Glühdraht.

4

Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltung 56

Wasserstoff-Abschaltung 57

Thermische Abschaltungen 58



Säulenabschaltung

Wenn ein Trägergas (was ein Zusatzflussmodul oder ein Pneumatiksteuerungsmodul enthalten kann) abschaltet, passiert Folgendes:

- Der Ofen schaltet sich aus, um Beschädigungen an der Säule zu vermeiden.
- Die Ofenklappen auf der Rückseite des Ofens werden halb geöffnet.
- Der Ofentemperatur-Sollwert blinkt **Off**.
- Alle Flüsse für die Säule schalten sich ab. Bei Anzeige blinken deren Parameter mit **Off**. Die Septumspül- und Säulenflüsse für einen Split/Splitless-Einlass würden beispielsweise ausgeschaltet werden.
- Alle anderen Heizungen schalten sich aus. Bei Anzeige blinken deren Temperaturparameter mit **Off**.
- Versuche, eine abgeschaltete Zone einzuschalten schlagen fehl und es erscheint eine Fehlermeldung.
- Das Gerät gibt akustische Signaltöne aus.

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt.

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung.
 - Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.
 - Ersetzen Sie das Einlassseptum.
 - Ersetzen Sie den Einlass-O-Ring.
 - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
 - Achten Sie auf Undichtigkeiten.
- 2 Drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Abschaltung bewirkt hat. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt, und drücken Sie dann [**On**] oder [**Off**].

Wenn beispielsweise am vorderen Einlass kein Trägergas mehr anliegt, drücken Sie [**Front Inlet**], blättern Sie zum Druck- oder Flussparameter, und drücken Sie dann [**On**].

Wasserstoff-Abschaltung

Wasserstoff kann als Trägergas oder als Brenngas für einige Detektoren verwendet werden. In Verbindung mit Luft kann Wasserstoff eine explosive Mischung bilden.

Der GC überwacht Einlässe und Zusatzgasströme. Wenn ein Strom abgeschaltet wird, da er nicht seinen Fluss- oder Drucksollwert erreichen kann und wenn dieser Strom für die Verwendung von Wasserstoff konfiguriert ist, geht der GC davon aus, dass ein Leck aufgetreten ist und schaltet die Komponenten ab, um einen sicheren Zustand herzustellen. Der GC:

- Zeigt die Meldung **Hydrogen Safety Shutdown** an.
- Schließt das Trägerversorgungsventil zum Einlass und schließt sowohl Druck- als auch Flusssteuerung und schaltet diese aus. Bei Anzeige blinken deren Parameter mit **Off**.
- Öffnet die Splitauslassventile in der Split-/Splitless-Betriebsart und die PTV-Einlässe.
- Schaltet die Ofenheizung und den Ventilator aus und öffnet die Ofenklappen.
- Schaltet alle Heizungen aus (einschließlich aller Geräte, die an den zusätzlichen Heizsteuerungen angeschlossen sind, wie Ventilboxheizungen und Übertragungsleitungsheizungen). Bei Anzeige blinken deren Parameter mit **Off**.
- Gibt einen Alarmton aus.

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt:

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
 - Ersetzen Sie das Einlassseptum.
 - Ersetzen Sie den Einlass-O-Ring.
 - Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.
 - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
 - Überprüfen Sie das System auf Undichtigkeiten.
- 2 Drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Abschaltung bewirkt hat. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt, und drücken Sie dann **[On]** oder **[Off]**. Wenn beispielsweise am vorderen Einlass kein Trägergas mehr anliegt, drücken Sie **[Front Inlet]**, blättern Sie zum Druck- oder Flussparameter, und drücken Sie dann **[On]**.

WARNUNG

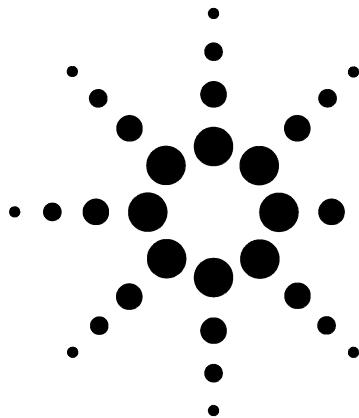
Der GC kann keine Undichtigkeiten in den Detektorgasströmen feststellen. Aus diesem Grund ist es äußerst wichtig, dass die Säulenarmaturen des FID, SPD oder anderer Detektoren, die mit Wasserstoff arbeiten, stets an eine Säule angeschlossen oder mit einer Kappe verschlossen sind und dass Wasserstoffströme so konfiguriert sind, dass der GC diese bemerkt.

Thermische Abschaltungen

Ein thermischer Fehler bedeutet, dass sich der Ofen oder eine andere Heizzone nicht innerhalb des dafür zulässigen Temperaturbereichs befindet (unter der minimalen Temperatur oder über der maximalen Temperatur).

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt:

- 1** Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
 - Prüfen Sie, ob Isolierungen fehlen.
- 2** Die meisten Abschaltungen können durch Ausschalten der Heizzone behoben werden.



5

Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

- GC ist niemals betriebsbereit 60
- Fluss ist niemals betriebsbereit 61
- Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab 62
- Ofen heizt niemals auf 63
- Temperatur ist niemals betriebsbereit 64
- Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden 65
- Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder -fluss 66
- Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss 67
- Der Einlassdruck oder -fluss schwankt 68
- Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Split-Einlass gehalten werden 69
- Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss 70
- FID zündet nicht 71
- FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz 72
- SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl 73
- FFD zündet nicht 74

Dieser Abschnitt enthält Fehler und Symptome, die auftreten, wenn der GC eingeschaltet ist, jedoch keine Analysen durchführen kann. Dies wird durch die Meldung "Not Ready", durch Fehlermeldungen oder durch andere Symptome angezeigt.



5 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

GC ist niemals betriebsbereit

Normalerweise wird der GC betriebsbereit, nachdem Flüsse und Temperaturen ihre Sollwerte erreicht haben. Wenn der GC nach einer längeren Zeit nicht betriebsbereit ist, gehen Sie wie folgt vor:

- Drücken Sie [**Status**] oder eine Komponententaste (z.B. [**Front inlet**]), um zu sehen, welche Sollwerte oder Zustände nicht bereit sind.
- Überprüfen Sie, ob ein Problem mit dem Probengeber vorliegt.
- Überprüfen Sie, ob ein Problem mit dem Datensystem vorliegt.
- Bei manuellen Injektionen in der splitlosen Betriebsart oder mit der Gassparschaltung müssen Sie ggf. [**Prep Run**] drücken, um den Einlass für die Injektion vorzubereiten. Führen Sie dies beispielsweise aus folgenden Gründen durch:
 - Um das Einlassspülventil vor einer splitlosen Injektion umzuschalten
 - Um eine gepulste Injektion vorzubereiten
 - Um die Gassparschaltung auszuschalten

Weitere Informationen zu [**Prep Run**] finden Sie im Erweiterten Agilent 7890A GC Benutzerhandbuch.

Fluss ist niemals betriebsbereit

Wenn der Gasfluss niemals betriebsbereit ist, prüfen Sie folgende Punkte:

- Überprüfen Sie am Versorgungsgas, ob ein ausreichender Versorgungsdruck anliegt.
- Prüfen Sie den konfigurierten Gastyp. Der konfigurierte Gastyp muss dem tatsächlichen Gas entsprechen, das am GC eingespeist wird.
- Achten Sie auf Undichtigkeiten in der Gasversorgung und am GC. (Siehe “Prüfen auf Undichtigkeiten”.)

5 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab

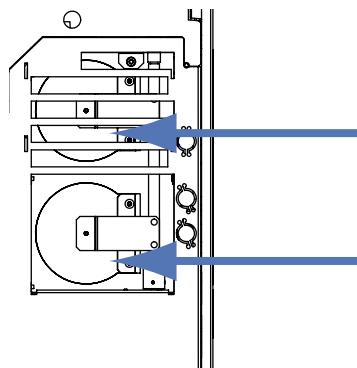
Wenn der Ofen nicht abkühlt oder extrem langsam abkühlt:

WARNUNG

Die aus der Rückseite des GC austretende Abluft ist extrem heiß. Achten Sie darauf, dass Hände und Gesicht weit genug von der Auslassöffnung entfernt sind.

- Prüfen Sie die Klappfunktion des Ofens.
 - 1 Verringern Sie die Ofentemperatur um mindestens 20 Grad.
 - 2 Stellen Sie sicher, dass die auf der Rückseite des GC vorhandenen Ofenklappen **geöffnet** sind. Hören Sie, ob der Ventilator läuft. In der nachfolgenden Abbildung ist die Position der beiden Ofenklappen dargestellt.

Wenn die Klappen nicht einwandfrei funktionieren, wenden Sie sich an Agilent.



Bei Verwendung einer Kryo-Kühlung:

- Achten Sie auf ausreichend Kryo-Kühlmittel.
- Prüfen Sie, ob die Betriebsgrenzwerte überschritten wurden.

Ofen heizt niemals auf

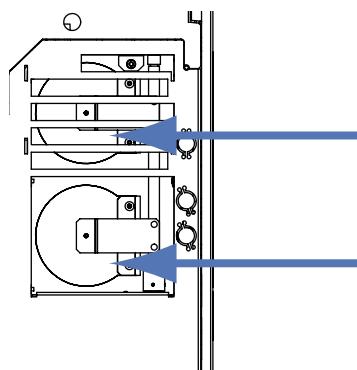
- Drücken Sie [**Status**], um Fehler anzuzeigen, die Agilent mitzuteilen sind.

WARNUNG

Die aus der Rückseite des GC austretende Abluft ist extrem heiß. Achten Sie darauf, dass Hände und Gesicht weit genug von der Auslassöffnung entfernt sind.

- Schalten Sie den GC aus und wieder ein.
- Prüfen Sie die Klappfunktion des Ofens.
 - 1 Erhöhen Sie die Ofentemperatur um mindestens 20 Grad.
 - 2 Stellen Sie sicher, dass die auf der Rückseite des GC vorhandenen Ofenklappen **geschlossen** sind. In der nachfolgenden Abbildung ist die Position der beiden Ofenklappen dargestellt.

Wenn die Klappe im geöffneten Zustand arretiert oder wenn die Klappen geschlossen sind und der Ofen dennoch nicht aufheizt, wenden Sie sich an Agilent.



5 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

Temperatur ist niemals betriebsbereit

Um als betriebsbereit betrachtet zu werden, muss eine Temperatur den Sollwert mit einer Toleranz von ± 1 °C für 30 s halten. Wenn eine Temperatur niemals betriebsbereit wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf fehlende Isolierungskappen an einem Einlass oder am Detektor.
- Prüfen Sie, ob zwischen dem Ofen und dem Einlass oder Detektor ein extrem großer Temperaturunterschied vorliegt.
- Achten Sie auf fehlende Isolierungen beim Einlass oder am Detektor.
- Wenn Sie ein Kaltaufgabesystem mit CryoBlast oder einen PTV-Einlass verwenden:
 - Prüfen Sie den Pegel des Kryo-Kühlmittels.
 - Prüfen Sie, ob die Betriebsgrenzwerte überschritten wurden.

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden

Wenn Sie einen Fluss oder Druck mit Hilfe der Split/Splitless-, PTV-, VI- oder Kaltaufgabesystem-Einlässe nicht einstellen können, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie die Säulenbetriebsart.
- Prüfen Sie, ob eine Kapillarsäule für den korrekten Einlass konfiguriert ist.
- Prüfen Sie die konfigurierten Säulenabmessungen.
- Prüfen Sie, ob der Fluss eingeschaltet ist.

Wenn Sie keinen Fluss oder Druck mit Hilfe des Purged-Packed-Einlasses einstellen können, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie die Säulenbetriebsart. Der gepackte Einlass verwendet bei undefinierten Säulen die *Fluss*-Steuerung.
- Prüfen Sie, ob der Fluss eingeschaltet ist.

5 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder -fluss

Wenn ein Einlass nicht seinen Drucksollwert erreicht, wird dieser in einer für den Einlasstyp entsprechenden Zeit abgeschaltet. Gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf ausreichenden Versorgungsgasdruck. Der Druck bei der Versorgung sollte mindestens 10 psi über dem gewünschten Sollwert liegen.
- Achten Sie auf Undichtigkeiten. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Bei Verwendung der Gassparschaltung stellen Sie sicher, dass die Flussgeschwindigkeit der Gassparschaltung ausreichend hoch ist, um den höchsten Säulenvordruck beizubehalten, der während einer Analyse verwendet wird.
- Prüfen Sie, ob eine Säule fehlerhaft installiert ist.

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass, einen PTV-Einlass oder ein Einlassssystem für flüchtige Analyte verwenden:

- Prüfen Sie das Split-Verhältnis. Erhöhen Sie die Menge für den Split-Fluss.

Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss

Wenn ein Gas seinen Druck- oder Flusssollwert überschreitet, gehen Sie wie folgt vor:

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass, einen PTV-Einlass oder ein Einlassssystem für flüchtige Analyte verwenden:

- Verringern Sie das Split-Verhältnis.
- Ersetzen Sie den Split-Entlüftungsfilter.
- Stellen Sie sicher, dass der korrekte Einsatz ausgewählt ist (für Split/Splitless- und PTV-Einlässe).
- Prüfen Sie die Golddichtung auf Verunreinigungen (bei einem Split/Splitless-Einlass).

Bei Verwendung eines FID oder SPD:

- Überprüfen Sie, ob die Düse verschmutzt ist.

Ventile:

- Überprüfen Sie, ob ein Rotor falsch ausgerichtet ist.

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

Eine Schwankung am Einlassdruck kann zu Abweichungen in der Flussgeschwindigkeit und Retentionszeiten während einer Analyse führen. Gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie, ob der Gasreiniger oder der Gasgenerator bei oder nahe der Kapazität arbeitet.
- Überprüfen Sie am Versorgungsgas, ob ein ausreichender Versorgungsdruck anliegt.
- Stellen Sie sicher, dass der Druckregler korrekt funktioniert.
- Achten Sie auf Undichtigkeiten. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Achten Sie auf große Einschränkungen im Einlasseinsatz oder im Splitventilfilter.
- Stellen Sie sicher, dass der korrekte Einsatz installiert ist.
- Achten Sie auf Einschränkungen im Headspace, Spülung und Filterung und alle anderen externen Probengeräte.

Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Split-Einlass gehalten werden

Wenn der GC einen Druck nicht so niedrig wie den Sollwert halten kann, prüfen Sie Folgendes:

- Ziehen Sie die Verwendung eines Einsatzes in Betracht, der für die Split-Analyse geeignet ist.
- Überprüfen Sie, ob der Einsatz verschmutzt ist.
- Prüfen Sie die Splitventilleitung auf Verunreinigungen. Wenden Sie sich ggf. für den Austausch an den Agilent Kundendienst.
- Ersetzen Sie die Golddichtung

5 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss

Wenn der tatsächliche Säulenfluss nicht dem berechneten Fluss entspricht, der am GC angezeigt wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass die gemessenen Flüsse auf 25 °C und 1 Atmosphäre eingestellt ist.
- Stellen Sie sicher, dass die korrekten Säulenabmessungen exakt konfiguriert sind, einschließlich der tatsächlichen (getrimmten) Säulenlänge.
- Die Splitventilleitung oder das Ventil sind ggf. teilweise verstopft, was dazu führt, dass der tatsächliche Einlassdruck über dem Drucksollwert liegt.

FID zündet nicht

- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündungssequenz glüht. (Siehe "Sicherstellen, dass der FID-Anzünder während der Zündungssequenz funktioniert".)
- Stellen Sie sicher, dass der "Lit Offset" dem Wert $\leq 2.0 \text{ pA}$ entspricht.
- Achten Sie auf eine eingesteckte oder teilweise eingesteckte Düse.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht-optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von den tatsächlichen Flussgeschwindigkeiten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule.
- Prüfen Sie, ob an der Säulendichtung am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug ist ($>150 \text{ }^{\circ}\text{C}$).

5 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz

WARNUNG

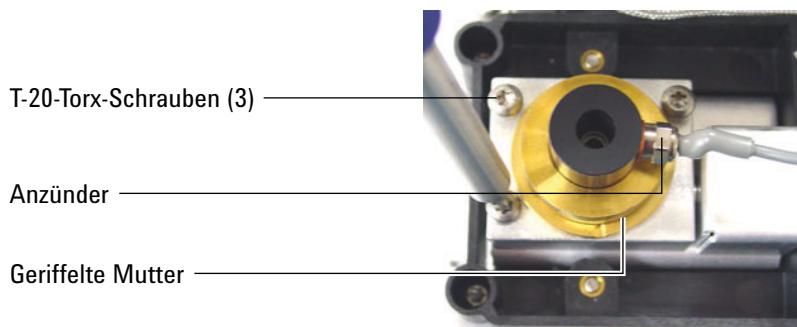
Achten Sie bei Durchführung dieser Aufgabe darauf, dass Sie Ihre Körperteile in einem sicheren Abstand zum FID-Kamin halten. Bei Verwendung von Wasserstoff ist die FID-Flamme nicht sichtbar.

- 1 Nehmen Sie die obere Abdeckung des Detektors ab.
- 2 Schalten Sie die FID-Flamme **ein**.
- 3 Beobachten Sie den Anzünderstecker durch den FID-Kamin. Die kleine Bohrung sollte während der Zündungssequenz glühen.

Wenn der Test fehlschlägt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Der Anzünder ist fehlerhaft; ersetzen Sie den Anzünder.
- Die Detektortemperatur ist auf $< 150^{\circ}\text{C}$ eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FIDs bei $\geq 300^{\circ}\text{C}$
- Der Anzünder hat keine gute Erdverbindung:
 - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit fest verschraubt sein.
 - Die drei T-20-Torx-Schrauben, mit denen die Kollektoreinrichtung befestigt ist, müssen fest sitzen.
 - Die geriffelte Messingmutter, mit der die FID-Blockeinheit befestigt ist, muss fest sitzen.

Führen Sie die FID-Wartung durch, wenn diese Teile korrodiert oder oxidiert sind.

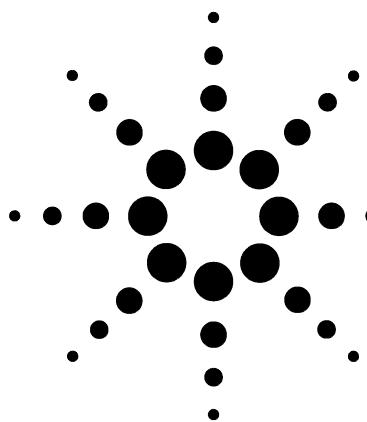


SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Ersetzen Sie diese bei Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)
- Stellen Sie die Equilibrierungszeit auf 0.0.

FFD zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass die FFD-Temperatur für die Zündung hoch genug ist ($>150^{\circ}\text{C}$).
- Prüfen Sie die FFD-FLussgeschwindigkeiten und ob diese dem im FFD installierten Filtertyp entsprechen.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe "Messen eines Detektorflusses".)
- Die Säule ist im Detektor eventuell zu hoch installiert.
- Prüfen Sie, ob der FFD-Anzünder funktioniert. (Siehe "Sicherstellen, dass die FFD-Flamme brennt".)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule und für das Zusatzgas.
- Stellen Sie sicher, dass die Kondensation im Entlüftungsrohr nicht in den Detektor zurücktropft. Das flexible Entlüftungsrohr aus Kunststoff muss vom Detektor in einen Behälter verlaufen ohne dass es herabhängt, um so das korrekte Abtropfen des Wasserkondensats zu ermöglichen. Das offene Rohrende darf nicht in das Wasser im Behälter hineinragen.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2.0.
- Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe "Prüfen auf Undichtigkeiten".)



6

Symptome, wenn der GC nicht funktioniert

GC schaltet nicht ein 76

PC kann mit PC nicht kommunizieren 77



GC schaltet nicht ein

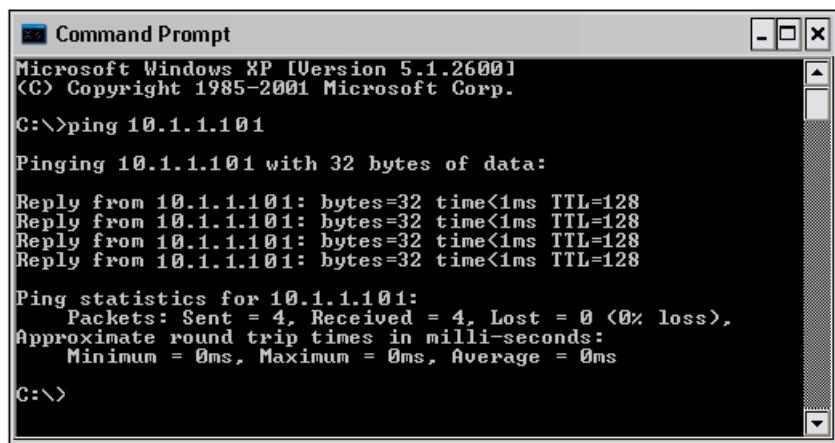
Wenn der GC nicht einschaltet:

- Überprüfen Sie das Netzkabel.
- Überprüfen Sie die Stromversorgung in Ihrem Gebäude.
- Wenn das Problem am GC verursacht wird, schalten Sie den GC aus. Warten Sie 30 Sekunden, und schalten Sie dann den GC wieder ein.

PC kann mit PC nicht kommunizieren

- Führen Sie einen **ping**-Test durch.

Der MS-DOS-Befehl **ping** überprüft die Kommunikation über eine TCP/IP-Verbindung. Um diesen Befehl zu verwenden, öffnen Sie ein Fenster für die Eingabeaufforderung. Geben Sie **ping** gefolgt von der IP-Adresse ein. Wenn die IP-Adresse beispielsweise 10.1.1.101 lautet, geben Sie **ping 10.1.1.101** ein. Wenn die Netzwerkverbindung korrekt funktioniert, erscheint eine entsprechende Antwortmeldung. Beispiel:



```
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

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

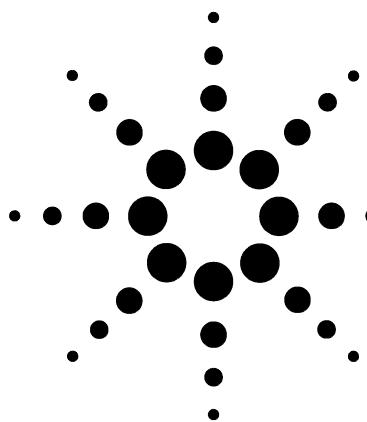
C:\>
```

Wenn der ping-Test erfolgreich war, prüfen Sie die Softwarekonfiguration.

Wenn der ping-Test nicht erfolgreich war, gehen Sie wie folgt vor:

- Überprüfen Sie die Verkabelung mit dem lokalen Netzwerk.
- Überprüfen Sie IP-Adresse, Subnetzmaske und Gateway-Adressen.
- Prüfen Sie, ob ein Cross-Over-Kabel für die direkte Verbindung eines einzelnen GC mit dem Computer installiert ist.

6 Symptome, wenn der GC nicht funktioniert



7

Prüfen auf Undichtigkeiten

- Tipps zur Überprüfung von Undichtigkeiten 80
- Überprüfen von externen Undichtigkeiten 81
- Überprüfen von Undichtigkeiten am GC 83
- Undichtigkeiten in Kapillarflussarmaturen (Microfluidic) 84



Tipps zur Überprüfung von Undichtigkeiten

Beim Überprüfen von Undichtigkeiten betrachten Sie das System in zwei Teilen: externe Undichtigkeitsstellen und Undichtigkeitsstellen am GC.

- **Externe Undichtigkeitsstellen** umfassen den Gaszylinder (oder Gasreiniger), Regler und seine Armaturen, Abstellventile der Versorgung und Verbindungen zu den GC-Versorgungsarmaturen.
- **GC-Undichtigkeitspunkte** umfassen Einlässe, Detektoren, Säulenverbindungen, Ventilverbindungen und Verbindungen zwischen Flussmodulen und Einlässen/Detektoren.

WARNUNG

Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn es in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Es werden Spülflussmeter mit Edelgas benötigt. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

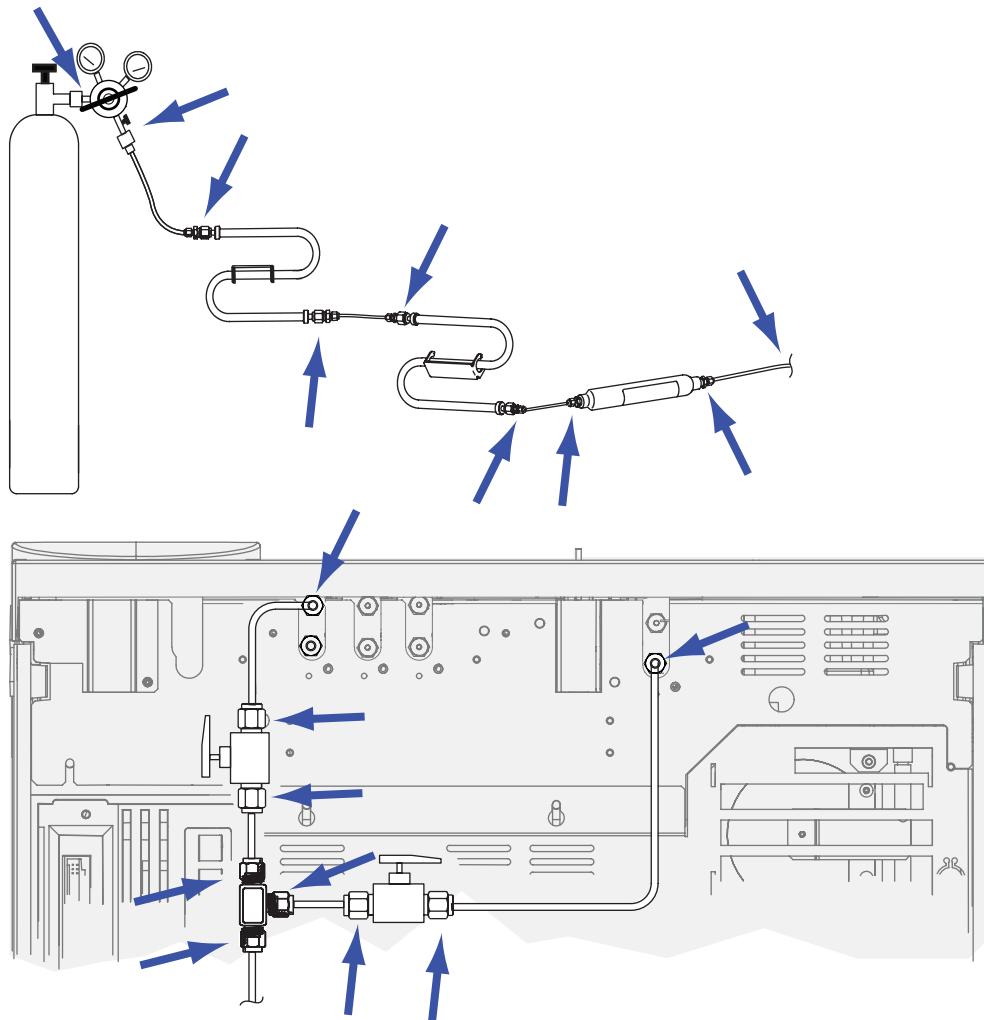
WARNUNG

Es können schädliche Probengase vorhanden sein.

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Elektronischer Leckdetektor, der den Gastyp erkennen kann
 - 7/16-Zoll, 9/16-Zoll und 1/4-Zoll Gabelschlüssel für das Festziehen von Swagelok- und Säulenarmaturen.
- 2 Überprüfen Sie alle möglichen Undichtigkeitsstellen, die mit der zuletzt durchgeföhrten Wartung in Verbindung stehen.
- 3 Überprüfen Sie die GC-Armaturen und -Verbindungen, die thermischen Zyklen ausgesetzt sind, da sich bei thermischen Zyklen bestimmte Armaturtypen lösen können. Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor, um zu ermitteln, ob eine Armatur undicht ist.
 - Beginnen Sie, indem Sie zuerst die zuletzt hergestellten Verbindungen überprüfen.
 - Denken Sie daran, Verbindungen in den Gasversorgungsleitungen zu überprüfen, nachdem Filter oder Versorgungszyylinder ausgetauscht wurden.

Überprüfen von externen Undichtigkeiten

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Undichtigkeiten:



- Gasversorgungsarmaturen
- Gaszylinderarmatur
- Reglerarmaturen
- Filter
- Abschaltventile
- T-Armaturen

Führen Sie einen Druckabfalltest durch.

- 1 Schalten Sie den GC aus.
- 2 Stellen Sie den Reglerdruck auf 415 kPa (60 psi) ein.

7 Prüfen auf Undichtigkeiten

- 3** Drehen Sie den Reglerknopf entgegen den Uhrzeigersinn, um das Ventil zu schließen.
- 4** Warten Sie 5 Minuten. Wenn ein messbarer Druckabfall erkennbar ist, liegt bei den externen Verbindungen eine Undichtigkeit vor. Kein Druckabfall bedeutet, dass die externen Verbindungen dicht sind.

Überprüfen von Undichtigkeiten am GC

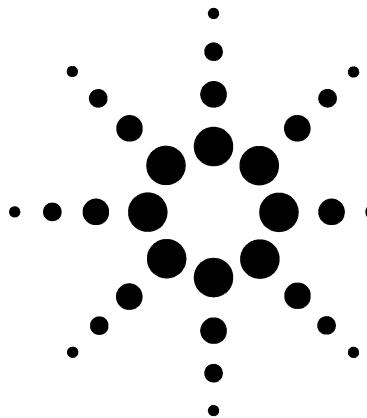
Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Undichtigkeiten:

- Einlassseptum, Septumkopf, Einsatz, Splitventilfilter, Splitventilfilterleitung und Spülaußlassarmaturen
- Säulenverbindungen zu Einlässen, Detektoren, Ventilen, Splittern und anderen Verbindungen
- Armaturen aus den Flussmodulen zu den Einlässen, Detektoren und Ventilen
- Säulenadapter
- Agilent Kapillarflussarmaturen

Undichtigkeiten in Kapillarflussarmaturen (Microfluidic)

Bei Kapillarflussarmaturen weist eine Undichtigkeit normalerweise darauf hin, dass die Armatur überdreht wurde. Sofern die Armatur nicht offensichtlich locker sitzt, ziehen Sie diese nicht noch mehr fest. Entfernen Sie stattdessen die Verbindung, trimmen Sie das Säulenende, und installieren Sie es wieder. (Siehe Anbringen einer Kapillarsäule mit SilTite-Metallarmaturen.)

Untersuchen Sie außerdem die Platte und Verbindung an einer abgebrochenen Säulenspitze.



8

Aufgaben für die Fehlerbehebung

- Messen eines Säulenflusses 86
- Messen des Flusses an einem Split-Gasauslass oder eines Septumspülflusses 89
- Messen eines Detektorflusses 91
- Durchführen des GC-Selbsttests 94
- Anpassen des Lit-Offset am FID 95
- Sicherstellen, dass die FID-Flamme brennt 96
- Sicherstellen, dass der FID-Anzünder während der Zündungssequenz funktioniert 97
- Messen des FID-Undichtigkeitsstroms 98
- Messen der FID-Basislinienausgabe 99
- Messen des SPD-Undichtigkeitsstroms 100
- Sicherstellen, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist 101
- Sicherstellen, dass die FFD-Flamme brennt 102
- Anpassen des Lit-Offset am FFD 103



Messen eines Säulenflusses

Messen des Säulenflusses bei einem FID, WLD, uEAD und FFD

Die folgende Prozedur kann verwendet werden, um den Säulenfluss mit einem FID, WLD, uEAD und FFD zu messen.

WARNUNG

Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn es in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Es werden Spülflussmeter mit Edelgas benötigt. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

WARNUNG

Vorsicht! Der Detektor kann so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn der Detektor heiß ist, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Geeignetes Flussmeteradapterrohr (befindet sich im Lieferumfang des GC)
 - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert
- 2 Schalten Sie den Detektor aus.
- 3 Schalten Sie die Detektorflüsse aus.
- 4 Schließen Sie den geeigneten Adapter am Detektorauslass an.

Ein 1/8 Zoll großes Gummiafterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines uEAD oder WLD angeschlossen.



Ein separater Adapter (19301-60660) wird für den FID geliefert. Setzen Sie den Adapter soweit wie möglich in der Auslassöffnung des Detektors ein. Sie spüren einen Widerstand, wenn der Adapter-O-Ring in die Auslassöffnung des Detektors hineingedrückt wird. Verdrehen und drücken Sie den Adapter beim Einsetzen, um eine solide Abdichtung zu gewährleisten.



Beim FFD entfernen Sie die Entlüftungsrohreinheit, und verwenden Sie einen 1/4-Zoll-Rohradapter zwischen dem Detektorauslass und der Flussmeterverrohrung.



- 5 Schließen Sie das Flussmeter am Flussmeteradapter an, um die Flussgeschwindigkeiten zu messen.

Messen des SPD-Säulenflusses

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - SPD-Flussmeteradapterwerkzeug (G1534-60640)

8 Aufgaben für die Fehlerbehebung



- Flussmeseinsatz (19301-60660)
 - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert
- 2 Stellen Sie die Perlenspannung auf 0.0 V ein.
- 3 Kühlen Sie den SPD auf 100 °C herunter.
- 4 Entfernen Sie die Perleneinheit, und bewahren Sie diese sorgfältig für die erneute Installation auf.
- 5 Setzen Sie das SPD-Flussmeteradapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.
- 6 Bringen Sie den Flussmeseinsatz am SPD-Flussmeteradapterwerkzeug an.



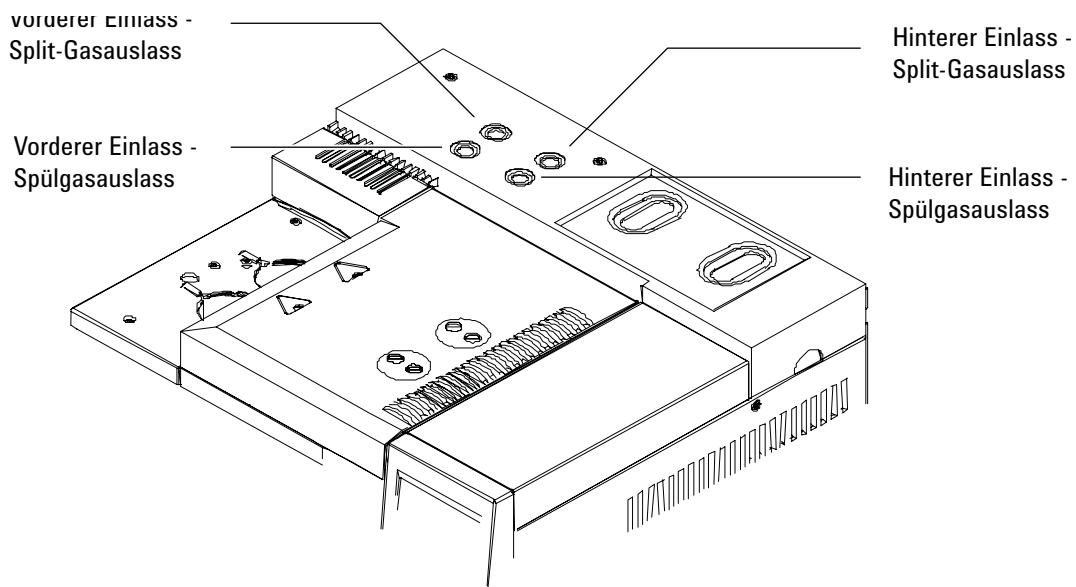
- 7 Platzieren Sie die Flussmeterverrohrung über dem Flussmeseinsatz, um mit dem Messen der Flüsse zu beginnen.

Messen des Flusses an einem Split-Gasauslass oder eines Septumspülflusses

WARNUNG

Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn es in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Es werden Spülflussmeter mit Edelgas benötigt. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

Septumspül- und Split-Gasauslassflüsse werden über das pneumatische Modul auf der oberen Rückseite des GC ausgegeben. Beachten Sie hierzu die nachfolgenden Abbildung.

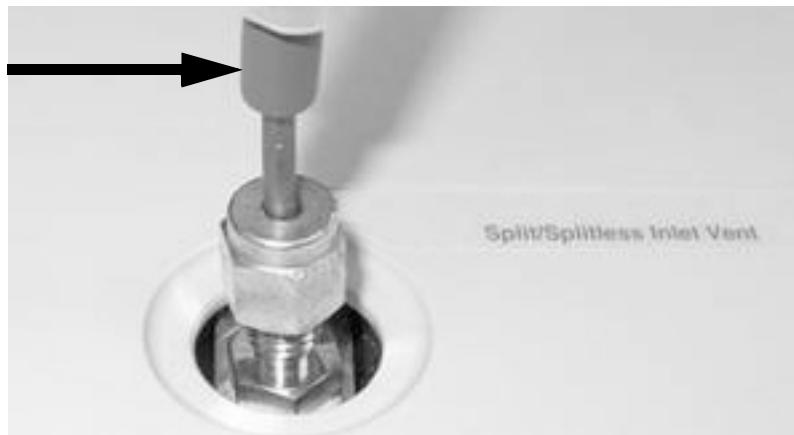


Um Split-Gasauslass- oder Septumspülflüsse zu messen, bringen Sie das Flussmeter am entsprechenden Rohr an. Entfernen Sie die GC-Pneumatikabdeckung, um an die hinteren Auslassöffnungen des Einlasses zu gelangen.

- Der vents use Split-Gasauslass besitzt eine 1/8-Zoll-Swagelok- Gewindearmatur. Erstellen Sie einen 1/8-Zoll-Rohradapter und verwenden Sie diesen (gemäß nachfolgender Abbildung), um die 1/8-Zoll-Gewindearmatur in ein 1/8-Zoll-Rohr umzuwandeln. Hierdurch kann die Gummiflussmeterverrohrung bei den Gewinden nicht undicht werden, was sonst zu fehlerhaften Flussmesswerten führen würde.

8 Aufgaben für die Fehlerbehebung

- Der Septumspülanschluss ist ein 1/8-Zoll-Rohr. Verwenden Sie den gezeigten Gummiadapter, um Flüsse zu messen.



Messen eines Detektorflusses

Messen des Flusses bei einem FID, WLD, uEAD und FFD

WARNUNG

Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn es in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Es werden Spülflussmeter mit Edelgas benötigt. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:

- Geeignetes Flussmeteradapterrohr (befindet sich im Lieferumfang des GC)
- Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert

VORSICHT

Um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden, kühlen Sie den Ofen herunter, bevor Sie den Säulenfluss ausschalten.

2 Stellen Sie die Ofentemperatur auf die Umgebungstemperatur ($35^\circ C$) ein.

3 Schalten Sie den Säulenfluss und -druck aus.

4 Schalten Sie Folgendes aus (sofern vorhanden): die FID-Flamme, FFD-Flamme und WLD-Heizdraht.

5 Kühlen Sie den Detektor herunter.

6 Schließen Sie den geeigneten Adapter am Detektorauslass an.

Ein Gummiaadapterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines uEAD oder WLD angeschlossen.



Ein separater Adapter wird für den FID geliefert. Setzen Sie den Adapter soweit wie möglich in der Auslassöffnung des Detektors ein. Sie spüren einen Widerstand, wenn der Adapter-O-Ring in die Auslassöffnung des Detektors hineingedrückt wird. Verdrehen und drücken Sie den Adapter beim Einsetzen, um eine solide Abdichtung zu gewährleisten.

8 Aufgaben für die Fehlerbehebung



Beim FFD entfernen Sie die Entlüftungsrohreinheit, und verwenden Sie einen 1/4-Zoll-Rohradapter zwischen dem Detektorauslass und der Flussmeterverrohrung.



- 7 Schließen Sie das Flussmeter am Flussmeteradapter an, um die Flüsse zu messen.

Messen des SPD-Flusses

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - SPD-Flussmeteradapterwerkzeug (G1534-60640)
 - Flussmeseinsatz (19301-60660)
 - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert
- 2 Stellen Sie die Perlenspannung auf 0.0 V ein.
- 3 Kühlen Sie den SPD auf 100 °C herunter.
- 4 Entfernen Sie die Perleneinheit, und bewahren Sie diese sorgfältig für die erneute Installation auf.
- 5 Setzen Sie das SPD-Flussmeteradapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.
- 6 Bringen Sie den Flussmeseinsatz am SPD-Flussmeteradapterwerkzeug an.



- 7 Platzieren Sie die Flussmeterverrohrung über dem Flussmeseinsatz, um mit dem Messen der Flüsse zu beginnen.

Durchführen des GC-Selbsttests

- 1 Schalten Sie den GC aus.
- 2 Warten Sie 1 Minute, und schalten Sie dann den GC wieder ein. Wenn am GC die Hauptstatusanzeige erscheint, hat der GC den Selbsttest bestanden.

Agilent 6890N GC
Version N.05.05

Power on successful

Anpassen des Lit-Offset am FID

Passen Sie den **Lit offset** am FID wie folgt an:

- 1 Drücken Sie [**Config**].
- 2 Blättern Sie zu **Front detector** oder **Back detector** (wo auch immer der Detektor installiert ist), und drücken Sie [**Enter**].
- 3 Blättern Sie zu **Lit offset**. Wenn die Zeile **Lit offset** hervorgehoben ist, geben Sie den neuen Parameter für den Detektor ein, und drücken Sie [**Enter**].
- 4 "Lit offset" sollte auf ≤ 2.0 pA oder niedriger als die normale FID-Ausgabe, wenn dieser brennt, eingestellt sein.

Sicherstellen, dass die FID-Flamme brennt

Um sicherzustellen, dass die FID-Flamme brennt, halten Sie einen Spiegel oder eine andere reflektierende Oberfläche über den Kollektorauslass. Eine stetige Kondensation weist darauf hin, dass die Flamme brennt.

Wenn die Flamme brennt, liegt die FID-Ausgabe normalerweise zwischen 5.0 und 20.0 pA, und wenn die Flamme nicht brennt, liegt der Wert bei < 2.0 pA.

Sicherstellen, dass der FID-Anzünder während der Zündungssequenz funktioniert

WARNUNG

Achten Sie bei Durchführung dieser Aufgabe darauf, dass Sie Ihre Körperteile in einem sicheren Abstand zum FID-Kamin halten. Bei Verwendung von Wasserstoff ist die FID-Flamme nicht sichtbar.

-
- 1 Nehmen Sie die obere Abdeckung des Detektors ab.
 - 2 Schalten Sie die FID-Flamme **ein**.
 - 3 Beobachten Sie den Anzünderstecker durch den FID-Kamin. Die kleine Bohrung sollte während der Zündungssequenz glühen.

Messen des FID-Undichtigkeitsstroms

- 1 Laden Sie die Analysemethode.
 - Stellen Sie sicher, dass die Flüsse für die Zündung akzeptabel sind.
 - Heizen Sie den Detektor auf Betriebstemperatur oder auf 300 °C hoch.
- 2 Schalten Sie die FID-Flamme aus.
- 3 Stellen Sie sicher, dass das FID-Elektrometer eingeschaltet ist.
- 4 Drücken Sie [**Front Detector**] oder [**Back Detector**], und blättern Sie dann zu **Output**.
- 5 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe stabil ist und < 1.0 pA beträgt.

Wenn die Ausgabe instabil ist oder > 1.0 pA beträgt, schalten Sie den GC aus, und überprüfen Sie, ob die oberen FID-Teile korrekt zusammengebaut sind und ob Verunreinigungen vorliegen. Wenn die Verunreinigung den Detektor beeinträchtigt, backen Sie den FID aus.
- 6 Schalten Sie die Flamme ein.

Messen der FID-Basislinienausgabe

- 1 Mit installierter Säule laden Sie Ihre Prüfmethode.
- 2 Stellen Sie die Ofentemperatur auf 35 °C ein.
- 3 Drücken Sie [**Front Detector**] oder [**Back Detector**], und blättern Sie dann zu **Output**.
- 4 Wenn die Flamme brennt und der GC betriebsbereit ist, überprüfen Sie, ob die Ausgabe stabil ist und < 20 pA beträgt (dies kann einige Zeit dauern).
- 5 Wenn die Ausgabe nicht stabil ist oder > 20 pA beträgt, ist das System oder Gas verunreinigt. Wenn diese Verunreinigung auf den Detektor zurückzuführen ist, backen Sie den FID aus.

Messen des SPD-Undichtigkeitsstroms

- 1** Laden Sie die Analysemethode.
- 2** Stellen Sie **NPD Adjust Offset** auf **Out** und **Bead Voltage** auf **0,00 V**.
 - Belassen Sie den SPD auf Betriebstemperatur.
 - Belassen Sie die Flüsse ein- oder ausgeschaltet.
- 3** Drücken Sie [**Front Detector**] oder [**Back Detector**], und blättern Sie dann zu **Output**.
- 4** Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe (Undichtigkeitsstrom) stabil ist und bei < 1,0 pA liegt.
- 5** Die Ausgabe sollte langsam auf 0,0 pA fallen und sich im *Zehntel* eines Pikoamps stabilisieren. Ein Strom von > 2,0 pA weist auf ein Problem hin.

Sicherstellen, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist

WARNUNG

Heiße Abgase! Die Detektorabgase sind heiß und können Verbrennungen verursachen.

Um sicherzustellen, dass die Perleneinheit gezündet ist, schauen Sie durch die Lüftungsöffnung am Detektorlid, um zu sehen, ob die Perleneinheit orange glüht.

Die SPD-Ausgabe wird vom Bediener während des Nullpunktabgleichs ausgewählt und liegt generell zwischen 5.0 und 50.0 pA.

Sicherstellen, dass die FFD-Flamme brennt

Stellen Sie wie folgt sicher, dass die FFD-Flamme brennt:

- 1** Entfernen Sie das Gummiabtropfrohr aus dem Detektorauslass.
- 2** Halten Sie einen Spiegel oder eine glänzende Oberfläche an das Aluminiumauslassrohr. Eine stetige Kondensation weist darauf hin, dass die Flamme brennt.

Anpassen des Lit-Offset am FFD

Passen Sie den **Lit offset** am FFD wie folgt an:

- 1 Drücken Sie [**Config**].
- 2 Blättern Sie zu **Front detector** oder **Back detector** (wo auch immer der Detektor installiert ist), und drücken Sie [**Enter**].
- 3 Blättern Sie zu **Lit offset**. Wenn die Zeile **Lit offset** hervorgehoben ist, geben Sie den neuen Parameter für den FFD ein (normaler Wert liegt bei 2.0 pA), und drücken Sie [**Enter**].

8 Aufgaben für die Fehlerbehebung