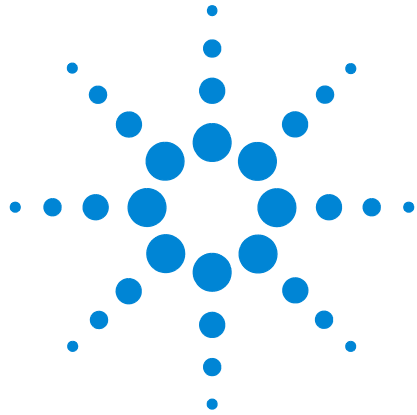




Agilent 8355 Schwefel- und 8255 Stickstoff- Chemilumineszenz- Detektoren

Benutzerhandbuch



Agilent Technologies

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2015

Gemäß der Urheberrechtsgesetzgebung in den USA und internationaler Urheberrechtsgesetzgebung darf dieses Handbuch, auch auszugsweise, nicht ohne vorherige Vereinbarung und schriftliche Genehmigung seitens Agilent Technologies, Inc. vervielfältigt werden (darunter fällt auch die Speicherung auf elektronischen Medien sowie die Übersetzung in eine Fremdsprache).

Handbuch Teile-Nr.

G3488-92010

Ausgabe

Dritte Ausgabe, Dezember 2015

Zweite Ausgabe, Oktober 2015

Erste Ausgabe, September 2015

Gedruckt in USA oder China

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司

上海市浦东新区外高桥保税区

英伦路 412 号

联系电话：（800）820 3278

Gewährleistung

Das in diesem Dokument enthaltene Material wird ohne Mängelgewähr bereitgestellt. Änderungen in nachfolgenden Ausgaben vorbehalten. Darüber hinaus übernimmt Agilent im gesetzlich maximal zulässigen Rahmen keine Garantien, weder ausdrücklich noch stillschweigend, bezüglich dieses Handbuchs und beliebiger hierin enthaltener Informationen, inklusive aber nicht beschränkt auf stillschweigende Garantien hinsichtlich Marktgängigkeit und Eignung für einen bestimmten Zweck. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler oder beiläufig entstandene Schäden oder Folgeschäden in Verbindung mit Einrichtung, Nutzung oder Leistung dieses Dokuments oder beliebiger hierin enthaltener Informationen. 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

Der Hinweis **VORSICHT** weist auf eine Gefahr hin. Er macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen 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. Sie macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zu Verletzungen oder zum Tod führen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises **WARNUNG** erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

Inhaltsverzeichnis

1 Erste Schritte

Handbücher, Informationen und wo Sie sie finden	8
GC-Handbücher, Hilfsmittel und Online-Hilfe	8
Benutzeranwendungen	15
Möglichkeiten zur Fortbildung	18
Übersicht zu 8355 SCD und 8255 NCD	19
Übersicht zu Installation und erstem Start	23

2 Sicherheits- und Ausführungsinformationen

Einführung	26
Wichtige Sicherheitshinweise	27
An vielen internen Bauteilen des Detektors liegen gefährliche Spannungen an.	27
Elektrostatische Entladungen sind eine Gefahr für die Elektronik des GCs	28
Viele Bauteile werden gefährlich warm	28
Wasserstoff-Sicherheit	28
Ozon	31
Sauerstoffreiche Umgebungen	31
Symbole	32
Sicherungen	33
Sicherheits- und Ausführungsinformationen	34
Erklärung zur Geräuschemission für die Bundesrepublik Deutschland	35
Schalldruckpegel	35
Elektromagnetische Kompatibilität	35
Vorgesehene Verwendung	37
Reinigung	37
Produktwiederverwertung	37
Technische Unterstützung	37

3 Systembeschreibung

Spezifikationen	40
8355 SCD	40
8255 NCD	40
Betriebshinweis	41
SCD	41
NCD	42
Beschreibung der Hauptkomponenten	43
Brennerbaugruppe	43
Ozongenerator	45
Reaktionszelle und Fotovervielfacherrohr (PMT)	46
EPC-Module	46
Vakuumpumpe	46
OzonzerstörungsfILTER	46
Ölverbindungsfilter	46
FID-Adapter (optional)	47
NCD-Kühler	47

4 Funktionsweise

Einführung	50
Integrierte Version	50
Einstellen von Parametern	51
Parameter und Bereiche	51
Softwaresteuerung	52
GC-Tastatursteuerung	54
Identifizieren des Detektors	54
Detektorstabilität und -reaktion	55
Typische Betriebsbedingungen	56
Anpassen der Betriebsbedingungen	57
Starten	58
Ressourcenschutz	59
Abschaltung	60
Konfigurieren der automatischen Nullstellung des Flusses am GC	61
Konfigurieren des Detektors	62

5 Wartung

Wartungsprotokoll und frühzeitige Warnung für Wartungsaufgaben (EMF)	66
Wartungsplan	67
Verfolgung der Detektorempfindlichkeit	68
Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile	69
Explosionsansicht von Teilen für den SCD	71
Explosionsansicht von Teilen für den NCD	72
Detektorwartungsmethode	73
Anbringen einer Säule am Detektor	74
Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)	77
Austauschen des Quarzrohrs (NCD)	80
Prüfen des Vakuumpumpenöls	84
Hinzufügen von Vakuumpumpenöl	85
Austauschen des Vakuumpumpenöls	87
Austauschen des Ozonfilters	89
Austauschen des Ölnebelfilters	91
Außenreinigung des Detektors	92
Kalibrieren der Fluss- und Drucksensoren	93
Aktualisieren der Firmware	94

6 Fehlerbehebung

Lösen von Detektorproblemen	96
Fehlerbehebungstabelle	97
Statusanzeigen-LED	100
Detektormeldungen	101
Lecks	102
Ozonlecks	102
Wasserstofflecks	102
Oxidationsmittellecks	103
Überprüfen auf Wasserstoff- und Oxidationsmittellecks	103
Stromversorgungsprobleme	104
Kein Strom	104

Probleme bezüglich Ozonerzeugung 105

Verkoken 106

Wasserstoffvergiftung 107

Kontaminierte Gase 108

7 Leistungsprüfung

Informationen zur chromatografischen Überprüfung 110

Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung 111

Vorbereiten eines Probenfläschchens 112

Überprüfen der SCD-Leistung 113

Überprüfen der NCD-Leistung 118



1

Erste Schritte

Handbücher, Informationen und wo Sie sie finden 8

Übersicht zu 8355 SCD und 8255 NCD 19

Übersicht zu Installation und erstem Start 23

Dieses Kapitel dient als Einführung zum Agilent 8355 Schwefel-Chemilumineszenz-Detektor (SCD) sowie Agilent 8255 Stickstoff-Chemilumineszenz-Detektor (NCD) und informiert Sie ausführlich darüber, wo Sie nützliche Informationen und Hilfsmittel finden, z. B. GC-Handbücher, Flussrechner usw.



Handbücher, Informationen und wo Sie sie finden

In diesem Handbuch wird der Betrieb des Agilent 8355 Schwefel-Chemilumineszenz-Detektors (SCD) und Agilent 8255 Stickstoff-Chemilumineszenz-Detektors (NCD) bei Installation an einem Agilent 7890B Gaschromatografen (GC) beschrieben. Außerdem finden Sie in diesem Handbuch Betriebsempfehlungen, Wartungsverfahren und Fehlerbehebungsmaßnahmen. Installationsanweisungen siehe Agilent 8355 SCD und 8255 NCD *Handbuch zu Installation und erstem Start*. Wie Sie den Installationsstandort für einen neuen SCD oder NCD vorbereiten, erfahren Sie im Agilent 8355 SCD und 8255 NCD *Standortvorbereitungshandbuch*.

Außerdem bietet Agilent Ihnen weitere Handbücher, Anpassungsinformationen und Hilfesysteme zum Selbststudium zum 7890B GC. Diese allgemeinen GC-Informationen werden Sie zu Installation und Betrieb des Detektors benötigen. In den folgenden Abschnitten werden diese Informationen beschrieben, und Sie erfahren, wo Sie sie finden.

GC-Handbücher, Hilfsmittel und Online-Hilfe

Agilent bietet für das System 7890B GC mehrere Schulungsprodukte zu Installation, Betrieb, Wartung und Fehlerbehebung an. Diese Handbücher finden Sie auf den *Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools* DVDs im Lieferumfang Ihres GCs.

Für deutlich verbesserte Benutzerfreundlichkeit installieren Sie Ihre Handbücher, da Sie die gewünschten Handbücher in einer Sprache Ihrer Wahl installieren können. Installation von HTML- und PDF-Versionen möglich.



Verfügbare Handbücher

Tabelle 1 7890B GC Schulungsprodukte

Schulungsprodukt	Inhalt	Wann Sie diese Dokumentation verwenden sollten
Erste Schritte	Überblick über die Handbücher. Wo Sie die Informationen finden. Installation der Handbücher. Übersicht zum GC.	
Sicherheitshandbuch	Bietet Informationen zu Sicherheit und Vorschriften. Vorsichtsmaßnahmen bei der Verwendung von Wasserstoff (oder Kraftstoff) als Trägergas. Vorsichtsmaßnahmen für die Durchführung von Wartungsaufgaben.	• Vor der Installation, zur Vorbereitung eines sicheren Installationsvorgangs. • Vor der Wartung.
Standortvorbereitungshandbuch für GGC, GC/MS, und ALS	Anforderungen: Platzbedarf und Gewicht für den Labortisch, Stromversorgung, Wärmeabgabe, Abgasentlüftung, Laborbedingungen (erwartete örtliche Umgebung), Reinheit von Gas und Reaktanzgas, Gasversorgung, Gasleitungen (einschließlich Filter, Reglertypen und Anforderungen an die Leitungen) sowie (ggf.) Materialien für kryogene Kühlung. Empfohlene Materialien für den Kauf vor der Installation.	• Vorbereitung des Standorts im Labor vor der Installation. • Klärung vor der Installation, welche Materialien für eine erfolgreiche Installation erforderlich sind (wie z. B. Gase, Installationskits, Gasreiniger, Regler, Leitungen, Armaturen, Verbrauchsmaterialien, usw.) • Information zu einem beliebigen Zeitpunkt über die erwarteten Anforderungen für Gasversorgung, Regler, Materialien für die kryogene Kühlung, Betriebsdruck, usw.
Installation und erster Start	Installation des GCs auf dem Labortisch. Kabel-Stiftbelegung.	• Während der Installation.

Tabelle 1 7890B GC Schulungsprodukte

Schulungsprodukt	Inhalt	Wann Sie diese Dokumentation verwenden sollten
Benutzerhandbuch	Allgemeine Tastaturfunktionen. Verwendung der Tastatur für den Start von Analysen und Sequenzen. Verwendung der Tastatur, während ein Anschluss mit einem Agilent Datensystem besteht. Überblick zu Methoden und Sequenzen. Start und Abschalten. Prüfung der GC-Leistung nach der Installation. Energiesparen (Sleep/Wake). Frühzeitige Warnung für Wartungsaufgaben. Konfiguration.	• Zum Erlernen allgemeiner Aufgaben im Betrieb (Durchführung einer Analyse, Laden einer Methode, Analyse eine Serie von Proben). • Zum Erlernen der Tastaturverwendung des GCs, wobei die Steuerung durch das Datensystem erfolgt. • Vor einem kurzfristigen oder langfristigen Abschalten. • Beim Start des GCs nach längerer Inaktivität. • Wann immer Sie die Leistung des Instruments im Vergleich mit werkseitigen Standards prüfen müssen, beispielsweise nach bestimmten Wartungsverfahren. • Erfahren, wie GC-Komponenten ordnungsgemäß konfiguriert werden, besonders bei einer Neuinstallation.
Erweitertes Benutzerhandbuch	Verfahren und Betriebshinweise, die normalerweise für die tägliche Nutzung nicht erforderlich sind: Programmierung; ausführliche Informationen zu Methoden und Sequenzen; Betriebsarten für Einlass- (Säulen-) Fluss und Druck; Einlass, Detektor, Ventil, Ofen sowie andere Sollwerte und Einstellungen für das Ausgangssignal.	• Bei der Entwicklung von Methoden. • Beim Betrieb des GCs als Standalone-Anlage (ohne Datensystem). • Kennenlernen von Details zu den Einstellungen.
Wartung des GC	Verfahren zur Wartung des GCs, einschließlich Verfahren für alle standardmäßigen Optionen für Einlass und Detektor. Informationen zu Ersatzteilen. Anweisungen für die Verwendung der frühzeitigen Warnung für Wartungsaufgaben (EMF).	• Zum Nachschlagen eines Ersatzteils oder austauschbarer Komponenten. • Vor der Durchführung von Wartungsaufgaben am GC.

Tabelle 1 7890B GC Schulungsprodukte

Schulungsprodukt	Inhalt	Wann Sie diese Dokumentation verwenden sollten
Fehlerbehebung	Verfahren für die Lösung von GC-Problemen. Symptome und Lösungsvorschläge für die Lösung von GC-, chromatografischen oder Hardware-Problemen. Verfahren zur Feststellung, ob ein Problem hardwarebezogen, softwarebezogen oder auf andere Faktoren bezogen ist (wie beispielsweise eine Probenzubereitung).	Beim Versuch, die Ursache unerwarteter Leistungsprobleme zu isolieren.
Vertraut werden mit der GC-Software	Einführung in die Benutzerschnittstelle der Datensystem-Steuerungssoftware für den GC. Stellt Konzepte für EMF und Konfiguration sowie andere neue Funktionen vor.	Zum Auffinden von Einstellungen in der Benutzerschnittstelle des Datensystems.
Hilfe zum Datensystem	Themen und Aufgaben für Methoden zur Erstellung und Bearbeitung für den GC.	Zur Beantwortung von Fragen zur Verwendung der Software für die GC-Steuerung.

Sprachversionen

Agilent bietet die 7890B Schulungsprodukte in mehreren Sprachen an. In [Tabelle 2](#) unten werden die Handbücher aufgeführt sowie die Sprachen, in denen die einzelnen Handbuchformate (Druck, Adobe PDF oder HTML) erhältlich sind.

Tabelle 2 Verfügbare Sprachen für GC-Handbücher

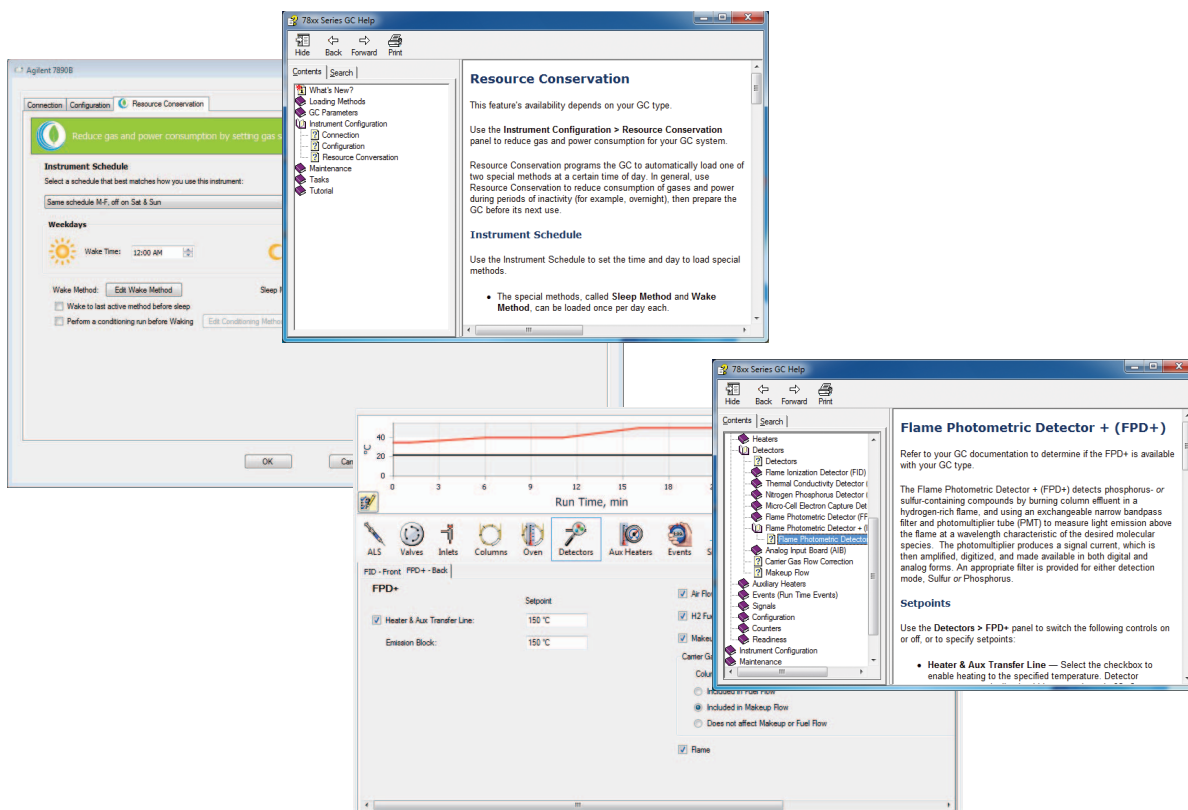
Handbuch	Format									
		Spanisch	Englisch	Chinesisch	Französisch	Deutsch	Italienisch	Japanisch	Brasilianisches Portugiesisch	Russisch
Erste Schritte	Druck	✓	✓				✓	✓		
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Sicherheitshandbuch	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Installation und erster Start	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Standortvorbereitungshandbuch für GGC, GC/MS, und ALS	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Wartung des GC	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Fehlerbehebung	HTML	✓	✓				✓			

Tabelle 2 Verfügbare Sprachen für GC-Handbücher

Handbuch	Format									
		Spanisch	Englisch	Chinesisch	Französisch	Deutsch	Italienisch	Japanisch	Brasilianisches Portugiesisch	Russisch
Benutzerhandbuch	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	HTML	✓	✓				✓			
Erweitertes Benutzerhandbuch	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	HTML	✓								
Vertraut werden mit der Software	PDF	✓								
	HTML	✓	✓				✓	✓	✓	

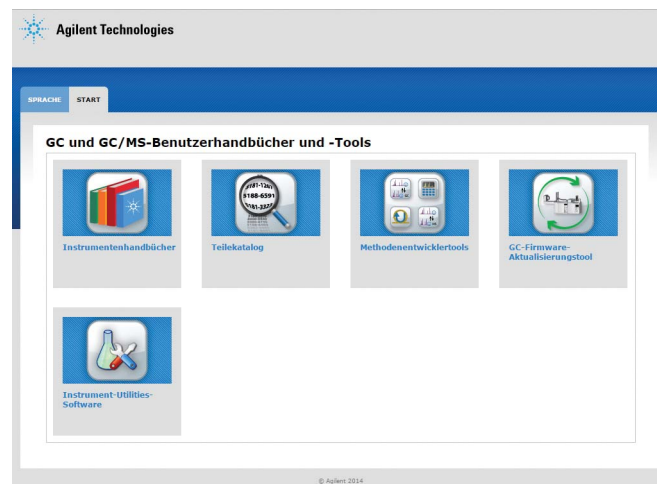
Online-Hilfe

Zusätzlich zu Hardwarehandbüchern umfasst Ihr GC-Datensystem auch ein detailliertes Onlinehilfesystem mit ausführlichen Informationen, häufigen Aufgaben und Videoanleitungen zur Verwendung der Software.

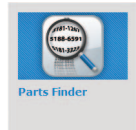


Benutzeranwendungen

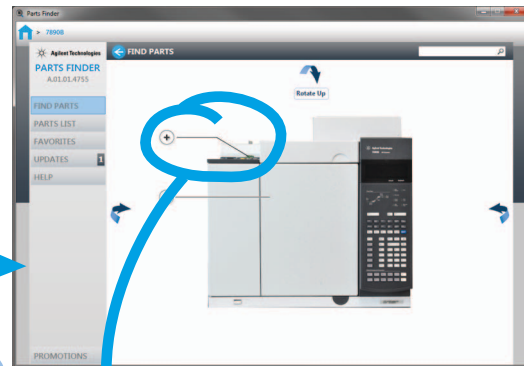
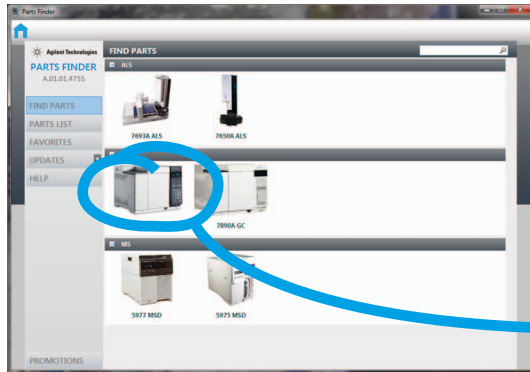
Neben den Hardware-Handbüchern finden Sie auf den „Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools“ DVDs auch mehrere Benutzeranwendungen. Nachstehend finden Sie eine Liste verfügbarer Anwendungen, wie z. B. den Parts Finder, das GC Firmware Update Tool und eine Vielzahl von Methodenentwickler-Tools.



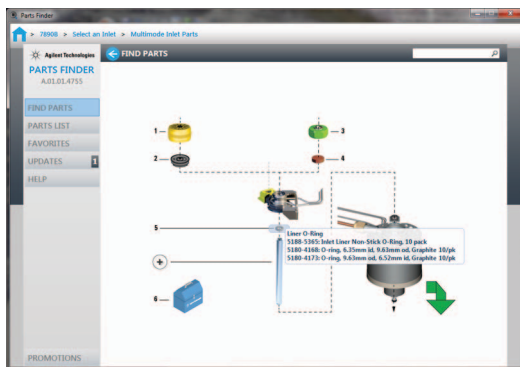
1 Erste Schritte



Installieren Sie den Parts Finder, um schnell durch Klicken auf Bilder des Geräts Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien zu finden.



Anstatt einen Katalog oder ein Handbuch durchzublättern, können Sie jetzt schnell auf Fotos und Grafiken klicken, um die betreffende Gerätekomponente (z. B. einen bestimmten Einlass- oder Detektortyp, eine Ionenquelle oder einen Probenhalter) zu isolieren und dann visuell zum benötigten Teil zu wechseln.



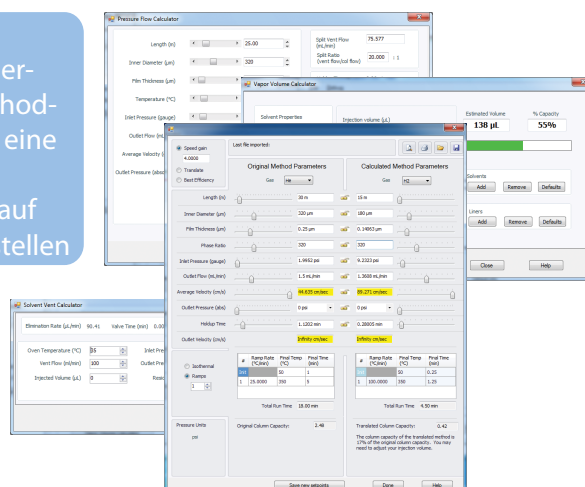
Der Parts Finder spart nicht nur Zeit beim Bestellen von Teilen, sondern aktualisiert sich auch selbst über das Internet, sodass Sie stets für sämtliche Geräte auf die aktuelle Teileliste zugreifen können.



Installieren Sie das GC Firmware Update Tool, um die aktuelle Firmware auf Ihren GC- und Probengebersystemen zu installieren.



Installieren Sie die Methodenentwickler-Tools, z. B. den Methodenübersetzer, um eine Heliumträgergasmethode leichter auf Wasserstoff umzustellen



Möglichkeiten zur Fortbildung



Agilent hat Kurse für seine Kunden entwickelt, die Ihnen helfen können, Ihre Produktivität durch die Verwendung Ihres GCs zu maximieren, und Sie gleichzeitig über alle hervorragenden Funktionen Ihres neuen Systems informieren:

R1778A – Agilent 7890 A/B GC and OpenLAB ChemStation Operation

R1914A – Agilent 7890 A/B GC Troubleshooting and Maintenance

R2255A – Agilent 7890 Series GC and OpenLAB EZChrom Operation

Hinweise zu Kursdetails und Fortbildungsmöglichkeiten erhalten Sie unter <http://www.agilent.com/chem/education>, oder rufen Sie Ihren Agilent Vertriebsbeauftragten vor Ort an.

Übersicht zu 8355 SCD und 8255 NCD

Abb. 1 bis Abb. 5 zeigen Bedienelemente, Teile und Komponenten von 8355 SCD und 8255 NCD, die zu Installation, Betrieb und Wartung verwendet werden und auf die zugegriffen werden muss.



Abbildung 1 Vorderansicht, Detektor (SCD und NCD)

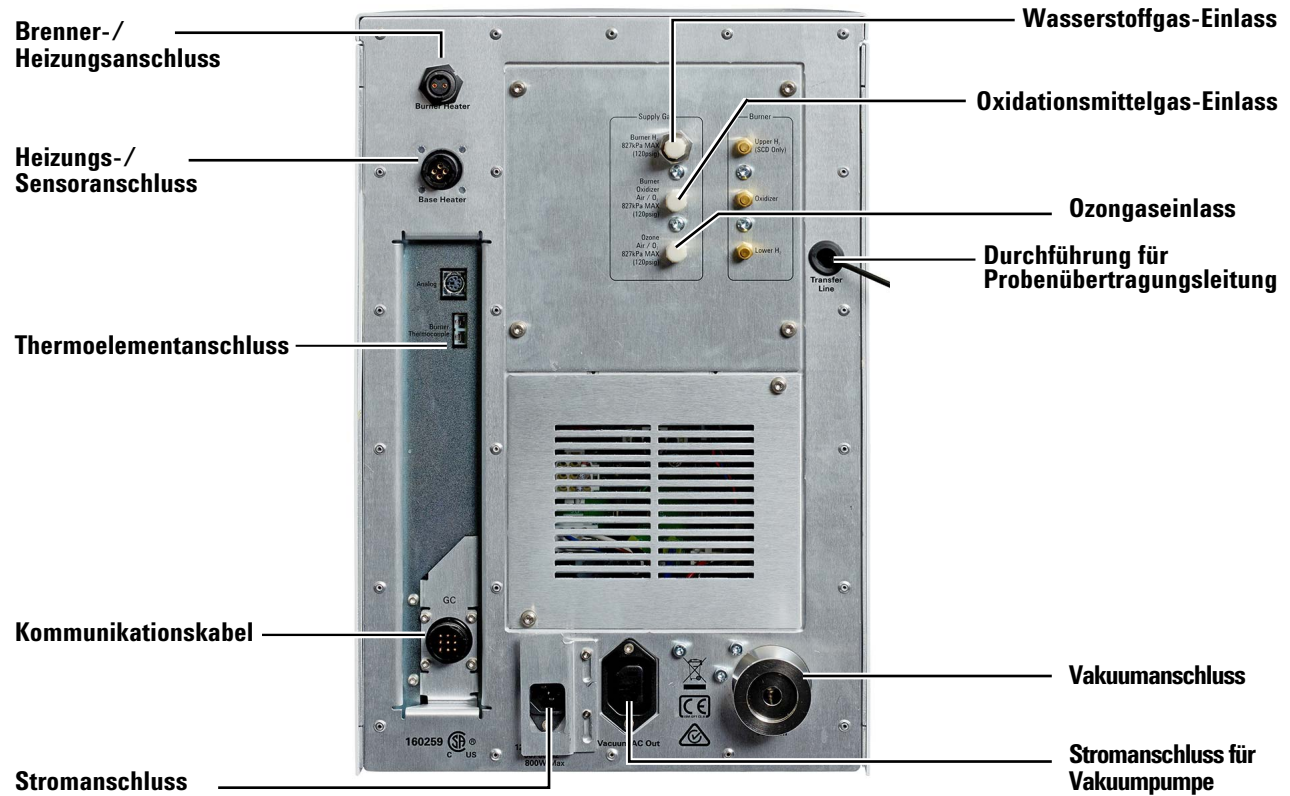


Abbildung 2 Rückansicht des Detektors

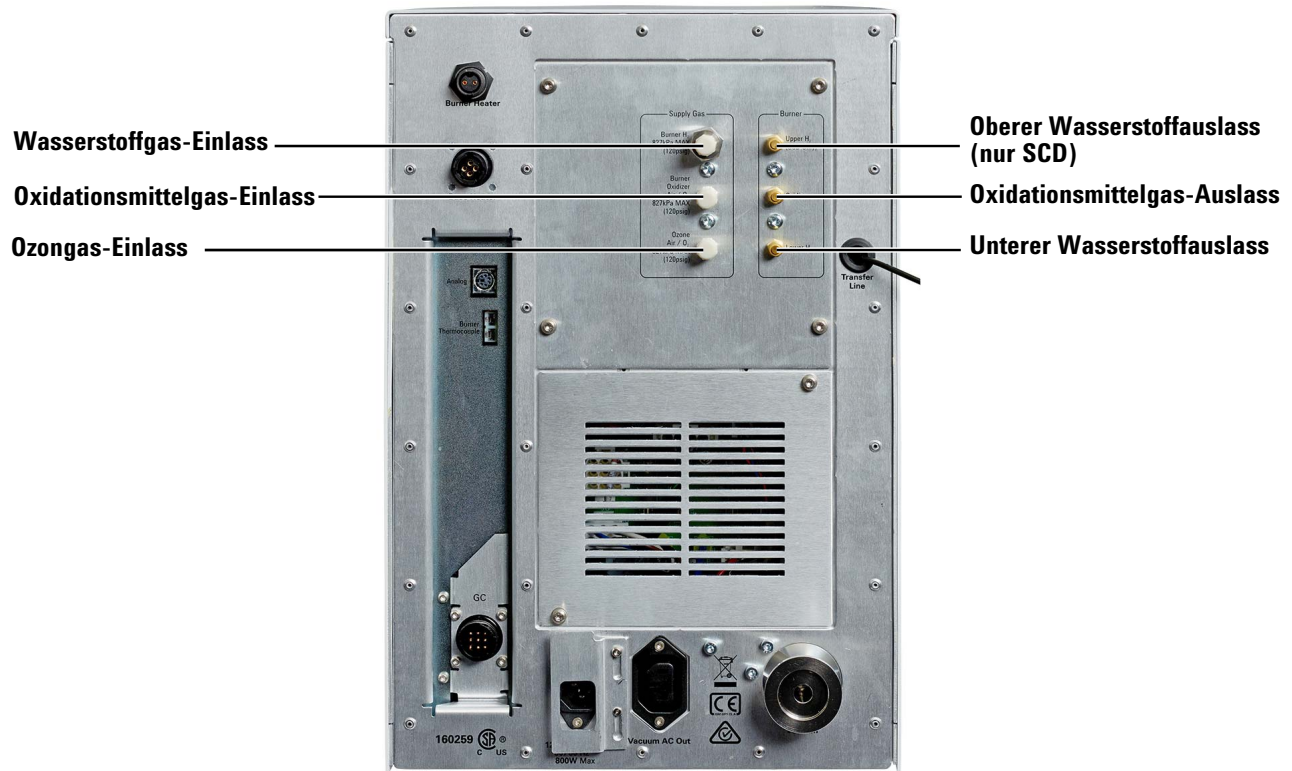


Abbildung 3 Gasanschlüsse des Detektors



Abbildung 4 RV5-Vakuumpumpe

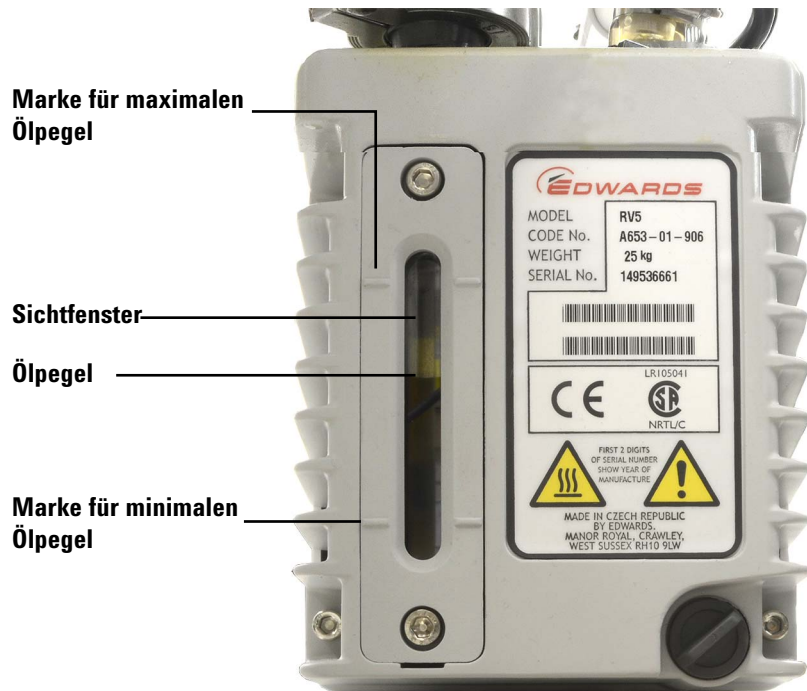
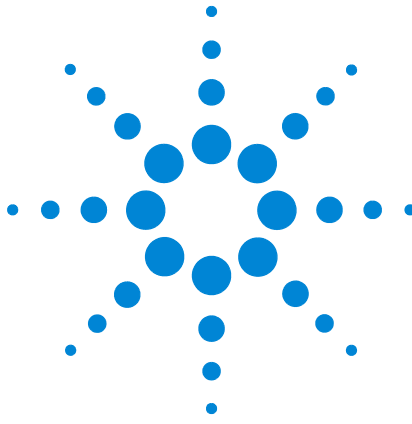


Abbildung 5 Ölsichtfenster der RV5-Vakuumpumpe

Übersicht zu Installation und erstem Start

Unten finden Sie eine Übersicht des Installationsprozesses. Ausführliche Informationen zur Installation finden Sie im Handbuch *Installation und erster Start*.

- 1 Installieren Sie GC und Agilent Datensystem, sofern sie nicht bereits installiert sind. (Wenn ein anderer Detektor vorhanden ist, prüfen Sie seine Leistung.)
- 2 Positionieren Sie den Detektor auf dem Labortisch. Entfernen Sie die Schutzkappen.
- 3 GC vorbereiten. Lassen Sie den GC abkühlen, schalten Sie ihn dann ab und ziehen Sie das Netzkabel ab. Nehmen Sie die Abdeckungen ab.
- 4 Bereiten Sie die Detektormontageposition vor.
- 5 Packen Sie die Vakuumpumpe aus. Entfernen Sie die Stopfen. Installieren Sie Ölverbindungsfilter und Ballast.
- 6 Installieren Sie die Vakuumpumpe.
- 7 Überprüfen Sie die Leistungskonfiguration.
- 8 Installieren Sie die Brennerbaugruppe.
- 9 Schließen Sie die Zufuhrgase an.
- 10 Schließen Sie die Detektorgase an.
- 11 Schließen Sie die Detektorkabel und -leitungen an.
- 12 Schließen Sie Kabel am GC und am Detektor an.
- 13 Schließen Sie die Stromversorgung an.
- 14 Installieren Sie die Säule.
- 15 Bringen Sie die GC-Abdeckungen an.
- 16 Schalten Sie GC und Detektor ein.
- 17 Konfigurieren Sie den Detektor.
- 18 Erstellen Sie eine Überprüfungs-methode und prüfen Sie die Leistung.



2 Sicherheits- und Ausführungsinformationen

Einführung	26
Wichtige Sicherheitshinweise	27
Symbole	32
Sicherungen	33
Sicherheits- und Ausführungsinformationen	34
Vorgesehene Verwendung	37
Reinigung	37
Produktwiederverwertung	37
Technische Unterstützung	37

Dieses Kapitel enthält wichtige Informationen zu Sicherheits- und Ausführungszertifizierungen, die für Installation und Verwendung von Agilent 8355 SCD und Agilent 8255 NCD erforderlich sind. Lesen Sie diese Informationen, bevor Sie den Detektor in Betrieb nehmen.



Einführung

Dieses Handbuch für Agilent 8355 SCD und Agilent 8255 NCD begleitet Sie bei Betrieb, Wartung und Fehlerbehebung. SCD und NCD werden in der Regel durch von Agilent geschultes Personal am Gaschromatografen (GC) installiert. Beachten Sie bei der Installation von SCD oder NCD die Anweisungen im *Installationshandbuch*.

Beachten Sie außer den Informationen hier die GC-Sicherheitsinformationen im Lieferumfang des GCs. Agilent GC-Handbücher finden Sie auf den Agilent Technologies *GC and GC/MS User Manuals & Tools* DVDs.

Wichtige Sicherheitshinweise

Mehrere wichtige Sicherheitshinweise sollten Sie beim Einsatz von 8355 SCD oder 8255 NCD jederzeit beachten.

An vielen internen Bauteilen des Detektors liegen gefährliche Spannungen an.

Wenn GC und Detektor am Stromnetz angeschlossen sind, liegen an folgenden Bereichen potenziell gefährliche Spannungen an – auch wenn das Gerät ausgeschaltet ist:

- Verkabelung zwischen Detektornetzkabel und AC-Netzteil
- AC-Netzteil
- Verkabelung vom AC-Netzteil zum Netzschalter.

Wenn der Netzschalter eingeschaltet ist, liegen auch an folgenden Bereichen potenziell gefährliche Spannungen an:

- Alle Elektronikplatinen.
- Die internen Drähte und Kabel, die mit diesen Platinen verbunden sind.

Beachten Sie, dass der GC die Elektronikplatinen des Detektors und EPC-Module mit Strom versorgt.

Elektrostatische Entladungen sind eine Gefahr für die Elektronik des GCs

Die Leiterplatten im Detektor können durch elektrostatische Entladungen beschädigt werden. Berühren Sie die Platinen nur dann, wenn dies absolut notwendig ist. Wenn Sie diese anfassen müssen, tragen Sie eine Erdungsmanschette, und halten Sie antistatische Vorsichtsmaßnahmen ein. Tragen Sie immer eine Erdungsmanschette, wenn Sie die rechte Seitenabdeckung des GCs bzw. die rechte oder linke Seitenabdeckung des Detektors entfernen müssen.

Viele Bauteile werden gefährlich warm

Viele Bauteile des Detektors erreichen im Betrieb Temperaturen, die so hoch sind, dass sie schwere Verbrennungen verursachen können. Zu diesen Teilen gehören unter anderem:

- Der Dual-Plasmabrenner
- Die Detektorschnittstelle zum GC inklusive der Säulenverbindung

Lassen Sie diese Bereiche des Detektors stets auf Raumtemperatur abkühlen, bevor Sie Arbeiten daran vornehmen. Wenn Sie an heißen Teilen Wartungsarbeiten durchführen müssen, verwenden Sie einen Schraubenschlüssel und tragen Sie hitzefeste Handschuhe. Kühlen Sie das Bauteil des Geräts, an dem Sie Wartungsarbeiten durchführen möchten, nach Möglichkeit immer ab, bevor Sie mit den Arbeiten daran beginnen.

Wasserstoff-Sicherheit

Wasserstoffgas wird als Brenngas benutzt, um eine Flamme im Detektor zu produzieren.

WARNUNG

Wenn Sie Wasserstoff (H₂) als Brenngas verwenden, muss Ihnen bewusst sein, dass Wasserstoffgas in den Ofen des GC strömen und dort eine Explosion auslösen kann. Stellen Sie deshalb sicher, dass die Gasversorgung solange geschlossen bleibt, bis Sie alle Verbindungen hergestellt haben. Stellen Sie weiterhin sicher, dass immer, wenn dem Detektor Wasserstoffgas zugeführt wird, die Detektorsäulenarmaturen entweder an eine Säule angeschlossen oder verschlossen sind. Wasserstoff ist entzündbar. In geschlossenen Räumen können undichte Stellen eine Feuer- oder Explosionsgefahr verursachen. Bei jeder Anwendung, in der Sie Wasserstoff verwenden, müssen Sie erst alle Anschlüsse, Leitungen und Ventile auf undichte Stellen untersuchen, bevor Sie mit dem Gerät arbeiten. Schalten Sie die Wasserstoffversorgung stets an ihrer Quelle aus, bevor Sie Arbeiten am Gerät vornehmen.

Wasserstoff ist ein häufig verwendetes GC-Trärgas. Wasserstoff ist potentiell explosiv und hat auch andere gefährliche Eigenschaften.

- Wasserstoff ist in vielen Konzentrationen brennbar. Bei Atmosphärendruck ist Wasserstoff in Konzentrationen von 4 % bis 74,2 % nach Volumen brennbar.
- Wasserstoff hat von allen Gasen die höchste Brenngeschwindigkeit.
- Wasserstoff hat eine sehr niedrige Zündenergie.
- Wasserstoff, der sich mit hohem Druck schnell in der Atmosphäre ausdehnen kann, kann sich durch einen elektrostatischen Funken selbst entzünden.
- Wasserstoff brennt mit einer nicht leuchtenden Flamme, die in hellem Licht unter Umständen unsichtbar ist.

Wasserstoff-Abschaltung

Wasserstoffgas wird für die Detektoren SCD und NCD als Brenngas verwendet.

Bei Einsatz des Detektors mit einem Agilent 7890B oder 7890A+ GC überwacht der GC jegliche Wasserstoffgasströme. Wenn ein Strom abgeschaltet wird, da er nicht seinen Fluss- oder Drucksollwert erreichen kann, und dieser Strom für die Verwendung von Wasserstoff konfiguriert ist, setzt der GC

voraus, dass ein Leck aufgetreten ist, und veranlasst eine Wasserstoff-Sicherheitsabschaltung.

Wenn der GC eine Wasserstoff-Sicherheitsabschaltung durchführt, wirkt sich dies auf den Detektor wie folgt aus:

- Die beheizten Detektorzonen werden abgeschaltet.
- Die Wasserstoffflüsse des Detektors werden abgeschaltet.
- Der Ozongenerator wird abgeschaltet.
- Die Vakuumpumpe bleibt eingeschaltet.

Um diesen Zustand aufzuheben, beheben Sie die Ursache der Abschaltung (Tankventil geschlossen, schwerwiegendes Leck usw.). Schalten Sie das Gerät und den Detektor aus und dann wieder ein.

WARNUNG

Der GC kann nicht immer Lecks in Detektorgasströmen feststellen. Aus diesem Grund ist es äußerst wichtig, dass die Säulenarmaturen entweder stets an einer Säule angeschlossen oder mit einer Kappe oder einem Stopfen verschlossen sind. Die H₂-Ströme müssen so für Wasserstoff konfiguriert werden, dass der GC über die Verwendung von Wasserstoff informiert ist.

Messen des Wasserstoffgasflusses

WARNUNG

Messen Sie nicht den Wasserstoff zusammen mit Luft oder Sauerstoff. Dies kann explosive Gemische erzeugen, die durch einen automatischen Anzünder entzündet werden können. So vermeiden Sie diese Gefahr: 1. Schalten Sie den automatischen Anzünder aus, bevor Sie beginnen. 2. Messen Sie Gase immer getrennt.

Wenn Sie Gasflüsse an einem Detektor messen, bei dem Wasserstoff für die Detektorflamme oder als GC-Trärgas verwendet wird, messen Sie den Wasserstofffluss separat. Achten Sie darauf, dass niemals ein Luftstrom eindringt, wenn sich Wasserstoff im Flussmeter befindet.

Ozon

WARNUNG

Ozon ist ein gefährliches Gas und ein starkes Oxidationsmittel. Um den Kontakt mit Ozon zu minimieren, sollte das Gerät in einem gut belüfteten Bereich eingesetzt und die Abluft der Vakuumpumpe zu einer Abzugshaube geleitet werden. Der Ozongenerator sollte ausgeschaltet werden, wenn das Gerät nicht in Betrieb ist.

Sauerstoffreiche Umgebungen

WARNUNG

Sauerstoffreiche Umgebungen können die Verbrennung fördern und sogar bei hohem Druck und Kontakt mit Kontamination spontane Verbrennungen auslösen. Verwenden Sie nur sauerstofftaugliche Komponenten und stellen Sie sicher, dass Komponenten sauerstofffrei sind, bevor Sie sie in Verbindung mit reinem Sauerstoff verwenden.

Symbole

Während aller Betriebs-, Wartungs- und Reparaturphasen dieses Geräts müssen die in diesem Handbuch aufgeführten oder am Gerät angebrachten Warnhinweise eingehalten werden. Wenn diese Vorsichtsmaßnahmen nicht eingehalten werden, führt dies zu einer Verletzung der Sicherheitsstandards der Konstruktion und der vorgesehenen Verwendung des Geräts. Agilent Technologies haftet nicht, wenn der Kunde diese Anforderungen nicht einhält.

Weitere Informationen finden Sie in den begleitenden Anweisungen.



Weist auf eine heiße Oberfläche hin.



Weist auf gefährliche Spannungen hin.



Weist auf einen Schutzleiteranschluss hin.



Weist auf eine mögliche Explosionsgefahr hin.



Weist auf eine Gefahr durch elektrostatische Entladung hin.



Weist auf eine Gefahr hin. Die nähere Bezeichnung entnehmen Sie bitte der Agilent Benutzerdokumentation zum gekennzeichneten Produkt.



Weist darauf hin, dass Sie dieses elektrische/elektronische Produkt nicht über den Hausmüll entsorgen dürfen.



Sicherungen

Zum sicheren Betrieb von 8355 SCD und 8255 NCD sind Sicherungen erforderlich. **Der Zugriff auf diese darf nur von geschultem Agilent Wartungspersonal erfolgen.**

WARNUNG

Zur Vermeidung von Brandgefahr ersetzen Sie die Sicherungen nur durch Sicherungen desselben Typs für dieselbe Spannung und Stromstärke.

WARNUNG

Gefahr eines elektrischen Schlags. Trennen Sie das Gerät vom Stromnetz, bevor Sie Sicherungen austauschen.

Tabelle 3 Sicherungen auf der Stromversorgungsplatine

Bezeichnung der Sicherung	Leitungsspannung	Sicherungslast und -typ
F1/F2	Alle	15 A, 250 VAC, IEC Typ F (ohne Verzögerung), keramischer Körper
F6/F5	Alle	0,75 A, 250 VAC, IEC-Typ F (ohne Verzögerung), Glaskörper
F4/F3	Alle	10 A, 250 VAC, IEC-Typ F (ohne Verzögerung), Glaskörper

Sicherheits- und Ausführungsinformationen

Dieses Gerät wurde in Übereinstimmung mit der IEC-Publikation 61010-1, „Safety Requirements for Electrical Equipment for Measurement, Control and Laboratory Use“, konstruiert und getestet und wurde in sicherem Zustand bereitgestellt. Die Bedienungsdokumentation enthält Informationen und Warnhinweise, die vom Benutzer befolgt werden müssen, um einen sicheren Betrieb zu gewährleisten und das Gerät in sicherem Zustand zu warten.

Allgemeine Sicherheits- und Ausführungsinformationen für den 7890B GC siehe Sicherheitshandbuch für den 7890B GC auf der GC and GC/MS User Manuals & Tools DVD. Die folgenden Abschnitte enthalten spezielle Informationen für 8355 SCD und 8255 NCD.

Agilent 8355 SCD und 8255 NCD entsprechen den folgenden Sicherheitsstandards:

- Canadian Standards Association (CSA): C22.2 Nr. 61010-1
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): ANSI/UL 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010-1, 61010-2-010
- EuroNorm (EN): 61010-1

Dies ist ein Produkt entspricht Schutzklasse I, Emissionsgrad 2, Installationskategorie II. Es muss mit einem Netzkabel an das Stromnetz angeschlossen werden, das einen Schutzleiter enthält. Bei Unterbrechung des Schutzleiters innerhalb oder außerhalb des Geräts kann das Gerät unter gefährlicher Berührungsspannung stehen. Die vorsätzliche Unterbrechung des Schutzleiters ist verboten.

Wenn dieses Gerät auf eine vom Hersteller nicht vorgesehene Weise verwendet wird, kann dies den vom Gerät gebotenen Schutz beeinträchtigen.

Agilent 8355 SCD und 8255 NCD entsprechen den folgenden Vorschriften zur elektromagnetischen Verträglichkeit (Electromagnetic Compatibility = EMC) und der Störung durch hochfrequente Strahlungen (Radio Frequency Interference RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Gruppe 1, Klasse A
- IEC/EN 61326



Dieses ISM-Gerät entspricht der kanadischen Norm ICES-001.
Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB-001 du Canada.



Agilent 8355 SCD und 8255 NCD unterliegen bei Konstruktion und Herstellung einem nach ISO 9001 registrierten Qualitätssystem. Konformitätserklärung verfügbar.



Anweisungen für die Entsorgung von Schrottgeräten durch Benutzer in der Europäischen Union: Dieses Symbol am Produkt oder auf seiner Verpackung gibt an, dass dieses Produkt nicht über den Hausmüll entsorgt werden darf. Stattdessen liegt es in Ihrer Verantwortung, das Altgerät zu entsorgen, indem Sie es über eine speziell hierfür eingerichtete Sammelstelle für die Wiederverwertung von Elektro-Altgeräten entsorgen. Die getrennte Sammlung und die Wiederverwertung von Altgeräten zum Zeitpunkt der Entsorgung schont die Naturressourcen und gewährleistet, dass die Geräte auf eine für Mensch und Umwelt schonende Art und Weise entsorgt werden. Weitere Informationen dazu, wie Sie Ihre Altgeräte der Wiederverwertung zuführen können, erhalten Sie bei Ihrem örtlichen Büro für Wiederverwertung oder bei dem Händler, bei dem Sie das Produkt ursprünglich erworben haben.

Erklärung zur Geräuschemission für die Bundesrepublik Deutschland

Schalldruckpegel $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ für den Bediener und
 $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ für Umstehende gemäß DIN-EN 27779
(Typenprüfung).

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ für den Bediener und
 $L_p < 72 \text{ dB(A)}$ für Umstehende gemäß DIN-EN 27779
(Typenprüfung).

Elektromagnetische Kompatibilität

Dieses Gerät entspricht den Anforderungen von CISPR 11. Der Betrieb unterliegt zwei Bedingungen:

- Dieses Gerät kann keine schädlichen Störstrahlungen verursachen.

- Dieses Gerät muss sämtliche Störstrahlungen aufnehmen, einschließlich Störstrahlungen, die durch einen unerwünschten Betrieb verursacht werden.

Wenn dieses Gerät schädliche Störstrahlungen bei Radio- oder Fernsehempfang verursacht, was durch Aus- und Einschalten des Geräts ermittelt werden kann, sollte der Benutzer eine oder mehrere der folgenden Maßnahmen ergreifen:

- 1 Radio oder Antenne an einen anderen Ort stellen.
- 2 Den Abstand zwischen dem Gerät und dem Radio- oder Fernsehgerät vergrößern.
- 3 Das Gerät an einer anderen Steckdose anschließen, sodass dieses Gerät und das Radio- oder Fernsehgerät an unterschiedlichen Stromkreisen angeschlossen sind.
- 4 Sicherstellen, dass alle Peripheriegeräte ebenfalls zertifiziert sind.
- 5 Sicherstellen, dass die geeigneten Kabel verwendet werden, um das Gerät mit den Peripherievorrichtungen zu verbinden.
- 6 Kontakt mit dem Händler der Vorrichtungen, mit Agilent Technologies oder einem erfahrenen Techniker bezüglich Unterstützung aufnehmen.
- 7 Änderungen oder Modifikationen, die von Agilent Technologies nicht ausdrücklich als zulässig genehmigt sind, können zu einer Aufhebung der Befugnis für den Betrieb des Geräts führen.

Vorgesehene Verwendung

Agilent Produkte dürfen nur in der in den Agilent Benutzerhandbüchern zum Produkt vorgeschriebenen Weise benutzt werden. Jede andere Nutzung kann zu Schäden am Produkt oder Personenschäden führen. Agilent ist weder voll noch teilweise verantwortlich für jegliche Schäden, die durch unsachgemäße Nutzung, unbefugte Änderungen, Einstellungen oder Modifikationen der Produkte, Nichteinhaltung von Verfahren, die im Agilent Benutzerhandbuch zum Produkt beschrieben werden, oder einer gegen geltendes Recht verstoßenden Nutzung des Produkts entstehen.

Reinigung

Um die Einheit zu reinigen, ziehen Sie das Netzkabel ab, und wischen Sie das Gerät mit einem feuchten, fusselfreien Lappen ab.

Produktwiederverwertung

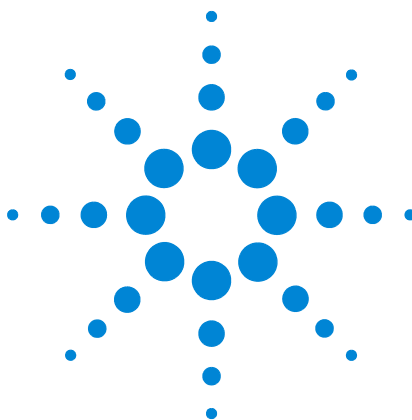


Bezüglich Recycling wenden Sie sich bitte an Ihren lokalen Agilent Vertriebsbeauftragten.

Technische Unterstützung

Dieses Gerät wird mit der nötigen Dokumentation für Betrieb, Routinewartung und Fehlerbehebung geliefert. Wenn Sie technische Unterstützung wünschen, rufen Sie die Seiten des technischen Supports auf der Agilent Website unter <http://www.agilent.com> auf, oder wenden Sie sich an Ihre lokale Agilent Niederlassung. Aktuelle Kontaktinformationen finden Sie auf der Agilent Website unter: <http://www.chem.agilent.com/en-US/Contact-US/Pages/ContactUs.aspx>.

2 Sicherheits- und Ausführungsinformationen



3 Systembeschreibung

Spezifikationen	40
Betriebshinweis	41
Beschreibung der Hauptkomponenten	43

Dieses Kapitel informiert Sie über die typischen Leistungsspezifikationen und bietet Hinweise zum Betrieb von 8355 SCD und 8255 NCD.



Spezifikationen

In diesem Abschnitt werden die veröffentlichten Spezifikationen für einen neuen Detektor, der an einem neuen Agilent 7890B GC installiert ist, für den Einsatz in einer typischen Laborumgebung aufgelistet.

8355 SCD

Spezifikation	
Minimale Erkennungsgrenze (Minimum Detection Limit – MDL), typisch	< 0,5 pg (S)/s (2x Agilent Datensystem ASTM-Rauschen)
Linearität	> 10^4
Selektivität	> 2×10^7 Antwort S/Antwort C ²
Präzision* und Stabilität	< 2 % RSD über 2 Stunden < 5 % RSD über 24 Stunden
Typische Zeit zum Erreichen von 800 °C ab Umgebungstemperatur	10 Min.

* Beruht gewöhnlich auf einer Analyse pro 30 Minuten in einem Erfassungszeitraum von 24 Stunden. Ein Zeitraum von 24 Stunden umfasst gewöhnlich 48 wiederholte Analysen.

8255 NCD

Spezifikation	
Minimale Erkennungsgrenze, typisch	< 3 pg (N)/s (2x Agilent Datensystem ASTM-Rauschen)
Linearität	> 10^4
Selektivität	> 2×10^7 Antwort N/Antwort C
Bereichswiederholbarkeit	< 1,5 % RSD über 8 Stunden < 2 % RSD über 18 Stunden
Typische Zeit zum Erreichen von 800 °C ab Umgebungstemperatur	10 Min.

Betriebshinweis

Die Agilent 8255 und 8355 Chemilumineszenz-Detektoren erkennen Zielmoleküle, indem sie sie in mehreren Schritten chemisch in eine angeregte Spezies umwandeln, die Licht abgibt. Dieses abgegebene Licht wird mittels eines Fotovervielfacherrohrs (PMT) in ein elektrisches Signal umgewandelt. Bei jedem Detektor werden Proben (einer) vorläufigen Reaktion(en) mit einem Oxidationsmittel (Luft für SCD, Sauerstoff für NCD) und Wasserstoff in einer sehr heißen Reaktionszone (dem Brenner) bei reduziertem Druck unterzogen, um entweder SO oder NO ergänzend zu anderen Produkten wie z. B. H₂O und CO₂ zu bilden. Die Reaktion ruft dann einen Fluss zu einer Reaktionszelle in einem separaten Detektormodul hervor. In dieser Zelle werden die Produkte dann mit Ozon (O₃) vermischt, das von einem Ozongenerator aus Sauerstoff hergestellt wird. Das O₃ reagiert mit SO oder NO, sodass SO₂* bzw. NO₂* entsteht. Diese Reaktionszelle arbeitet mit Drücken von 4-7 Torr. Diese Hochenergiespezies kehren mittels Chemilumineszenz zum Ausgangsstatus zurück. Das abgegebene Licht wird gefiltert und dann von einem PMT erfasst. Das produzierte elektrische Signal ist proportional zur Menge des in der Reaktionszelle gebildeten SO₂* bzw. NO₂*. Die Probe verlässt die Reaktionszelle, passiert einen Ozonzerstörungsfilter, dann eine Vakuumpumpe und wird über die Entlüftung abgeführt.

SCD

Der SCD nutzt die Chemilumineszenz (lichtproduzierende Reaktion), die bei der Verbrennung des Analyts durch die Reaktion von Ozon mit Schwefelmonoxid (SO) hervorgerufen wird:

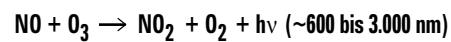
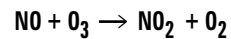
Schwefelverbindung (Analyt) → SO + H₂O + andere Produkte

SO + O₃ → SO₂ + O₂ + hν (< 300-400 nm)

Der von der Vakuumpumpe erzeugte Druckunterschied überträgt die Verbrennungsprodukte in eine Reaktionszelle, wo weiteres Ozon hinzugefügt wird. In der darauf folgenden Reaktion erzeugtes Licht (hν) wird optisch gefiltert, mit einem blauempfindlichen Fotovervielfacherrohr erfasst, und das Signal wird zur Anzeige oder Ausgabe an ein Datensystem verstärkt.

NCD

Der NCD nutzt die Chemilumineszenz von Ozon mit Stickstoffmonoxid, das bei der Verbrennung entsteht. Die Reaktion von Stickstoffmonoxid mit Ozon führt zur Bildung von elektronisch angeregtem Stickstoffdioxid. Das angeregte Stickstoffdioxid gibt – eine Chemilumineszenzreaktion – im roten und infraroten Spektralbereich Licht ab. Das abgegebene Licht ist direkt proportional zum Stickstoffanteil der Probe:



Das bei der chemischen Reaktion abgegebene Licht ($h\nu$) wird optisch gefiltert und von einem PMT erfasst. Ein Kühler kühlt das PMT, um das thermische Rauschen zu reduzieren und das Messen des Infrarotlichts zu erleichtern. Das Signal vom PMT wird zur Anzeige oder Ausgabe an ein Datensystem verstärkt.

Beschreibung der Hauptkomponenten

Brennerbaugruppe

Die Brennerbaugruppe wird oben am GC in einer Detektorposition montiert und enthält die Säulenverbindung.

Beim SCD besteht der Brenner aus zwei beheizten Zonen, eine an der Basis und eine weiter oben in der Baugruppe. In der Basisregion des Brenners wird der Säulenabfluss bei hoher Temperatur mit dem unteren Wasserstofffluss und Luft gemischt. Die entstehende Wasserstoffflamme verbrennt den Abfluss. Bei der Verbrennung von Komponenten mit niedriger Konzentration entstehen die üblichen Verbrennungsprodukte, inklusive SO_2 für Verbindungen, die Schwefel enthalten. Die Produkte werden durch ein Keramikrohr nach oben gesaugt, wo bei noch höherer Temperatur der obere Wasserstofffluss mit den Verbrennungsprodukten gemischt wird, wobei SO_2 zu SO reduziert wird.

Abb. 6 zeigt die Flusspfade für die SCD-Brennerbaugruppe.

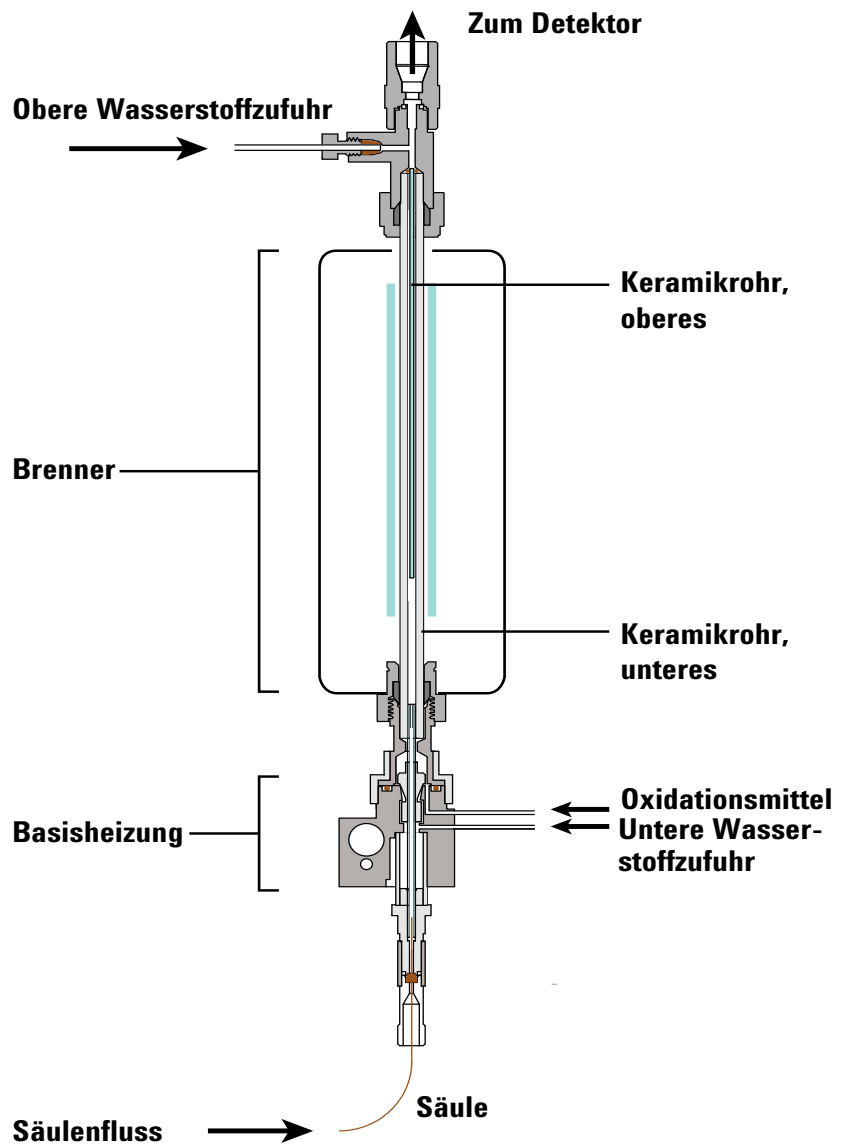


Abbildung 6 SCD-Flüsse

Beim NCD besteht der Brenner aus zwei beheizten Zonen, eine an der Basis und eine weiter oben in der Baugruppe. In der Basisregion des Brenners wird der Säulenabfluss bei hoher Temperatur mit Wasserstoff und Luft gemischt. Die entstehende Wasserstoffflamme verbrennt den Abfluss. Bei der Verbrennung von Komponenten mit niedriger Konzentration entstehen die üblichen Verbrennungsprodukte, inklusive NO_2 für Verbindungen, die Stickstoff enthalten. Die Produkte werden durch ein Quarzrohr und einen Katalysator nach oben gesaugt, wo bei hoher Temperatur NO_2 in NO umgewandelt wird.

Abb. 7 zeigt die Flusspfade für die NCD-Brennerbaugruppe.

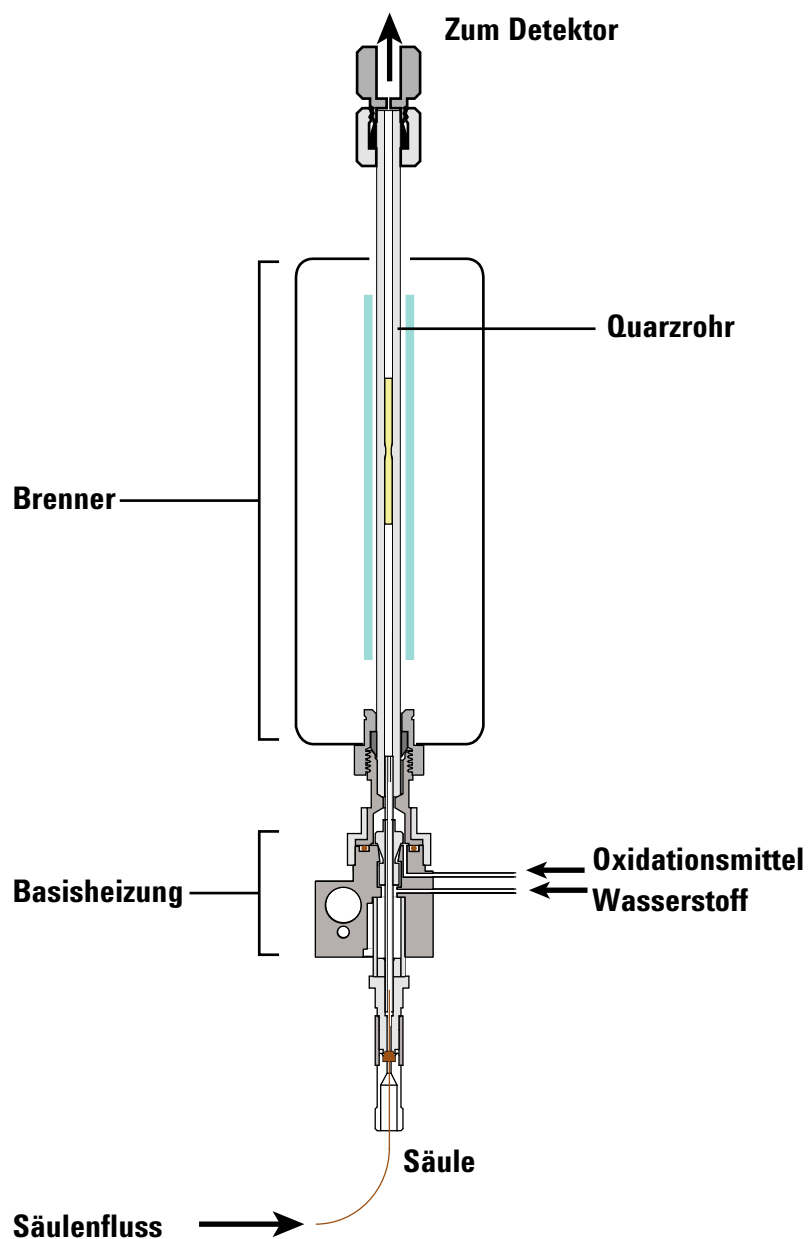


Abbildung 7 NCD-Flüsse

Ozongenerator

Der Ozongenerator liefert Ozon, dass mit SO oder NO in der Reaktionszelle reagiert, sodass SO_2^* bzw. NO_2^* entsteht. Diese Hochenergiespezies kehren mittels Chemilumineszenz zum Ausgangsstatus zurück.

Reaktionszelle und Fotovervielfacherrohr (PMT)

Der Ozongenerator gibt Ozon in die Reaktionszelle ab. Dieses Ozon reagiert mit SO oder NO, sodass SO_2^* bzw. NO_2^* entsteht. Während die Spezies mittels Chemilumineszenz zum Ausgangsstatus zurückkehren, produziert das Fotovervielfacherrohr einen zur Intensität des abgegebenen Lichts proportionalen Strom. Mit einem Bandpassfilter wird der Detektor entweder für die Schwefel- oder Stickstofferfassung optimiert.

EPC-Module

Der Detektor steuert die Wasserstoff-, Oxidationsmittel (Luft oder Sauerstoff)- und Ozon (Sauerstoff)-Gasflüsse mit zwei elektronischen Drucksteuerungsmodulen.

Vakuumpumpe

Eine zweistufige, ölgedichtete Rotationsvakuumpumpe erzeugt einen Betriebsdruck zwischen 3 und 10 Torr in der Reaktionszelle. Dieses Vakuum unterstützt sowohl die Übertragung von Verbrennungsgasen vom Verbrenner in die Reaktionszelle als auch die Übertragung von Ozon vom Ozongenerator in die Reaktionszelle. Die Vakuumpumpe reduziert auch nichtstrahlendes Kollisions-Quenching der emittierenden Spezies in der Reaktionszelle.

Ozonzerstörungsfilter

Ein chemischer Filter zwischen Detektorauslass und Vakuumpumpe zerstört Ozon, indem er es in zweiatomigen Sauerstoff umwandelt. Nicht umgewandeltes Ozon reduziert die Lebensdauer der Pumpe.

Ölverbindungsfilter

Die ölgedichtete Rotationsvakuumpumpe nutzt eine teilweise offene Gasballast-Einrichtung, um die Beseitigung des im Brenner produzierten und an die Pumpe übertragenen Wassers zu erleichtern. Offene Gasballast-Einrichtung und relativ hohe Gasflussraten bewirken, dass in der Pumpe verdampftes Öl durch den Pumpenauslass entweichen kann. Um den Ölverlust zu minimieren, ist der Pumpenauslass mit einem Ölverbindungsfilter ausgestattet, um verdampftes Öl zu filtern und dieses Öl an das Ölreservoir der Vakuumpumpe zurückzuleiten.

FID-Adapter (optional)

Der SCD-Brenner wird normalerweise direkt am GC-Ofen als eigenständiger Detektor montiert. Manche Anwendungen erfordern jedoch auch die simultane Erkennung von Kohlenwasserstoffkomponenten mit einer einzigen Säule ohne Splitting. Darum bietet Agilent einen optionalen FID-Adapter zur Montage der Brennerbaugruppe am FID für die simultane Erfassung von FID- und SCD-Chromatogrammen an. Bei dediziertem SCD-Betrieb werden 100 % des Säulenabflusses durch den Brenner zum Detektor geleitet. Bei simultaner Erfassung werden etwa 10 % der FID-Abgase über einen Begrenzer in den Brenner gesaugt, was die SCD-Empfindlichkeit auf etwa 1/10 des bei einem dedizierten SCD-Brenner gemessenen Signals reduziert.

NCD-Kühler

Beim NCD verwendet der Detektor einen Peltier-Kühler, um die PMT-Temperatur zu senken, was wiederum das Rauschen reduziert. Dieser Kühler kühlt das PMT relativ zur aktuellen Umgebungstemperatur. Höhere Laborumgebungstemperaturen können zu höheren PMT-Temperaturen führen. Schwankungen der Umgebungstemperatur können zu Schwankungen der PMT-Temperatur führen.

Da Rauschen und Reaktion die MDL bestimmen, kann die Effizienz des Kühlers die MDL beeinflussen. Je nach Umgebungstemperatur kann der Kühler vielleicht keine ausreichend niedrige Temperatur im PMT halten, und das XCD-Rauschen wird zunehmen und so die MDL heraufsetzen.

Da die Kühlereffizienz von der Umgebungstemperatur in Detektor und Labor abhängt, sollte der Kühlersollwert die Detektorbereitschaft nicht beeinträchtigen. Eine GC-Analyse kann unabhängig davon gestartet werden, ob der Kühler den GC auf den Sollwert gekühlt hat.



4 Funktionsweise

Einführung	50
Einstellen von Parametern	51
Detektorstabilität und -reaktion	55
Typische Betriebsbedingungen	56
Anpassen der Betriebsbedingungen	57
Starten	58
Ressourcenschutz	59
Abschaltung	60
Konfigurieren der automatischen Nullstellung des Flusses am GC	62
Konfigurieren des Detektors	63

In diesem Kapitel wird die Verwendung von 8355 SCD und 8255 NCD beschrieben. Dieses Kapitel setzt voraus, dass Sie mit dem Datensystem – sofern es verwendet wird – sowie Tastatur und Anzeige des GC-Bedienfelds vertraut sind. Weitere Information finden Sie in der Onlinehilfe des Datensystems sowie in der auf den Agilent *GC and GC/MS User Manuals and Tools* DVDs verfügbaren Gerätedokumentation.



Einführung

Integrierte Version

Programmieren und betreiben Sie SCD und NCD bei Installation an einem Agilent 7890B oder 7890A+ GC wie jeden anderen Detektor am GC. Benutzer des Agilent Datensystems sollten zum Zugriff auf die Betriebsparameter den integrierten GC-Treiber verwenden. Ausschließliche GC-Benutzer greifen über Bedienfeld und Tastatur des GC auf diese Parameter zu. Auf folgende Einstellungen und Informationen kann mittels Treiber und GC-Tastatur zugegriffen werden:

- Einstellungen für Temperaturen, Flüsse und Gastypen
- Sequenzintegration
- Methodenspeicherung
- Einstellungen für die frühzeitige Warnung für Wartungsaufgaben (EMF), Datenrateneinstellungen, Fehlerprotokollierung, Wartungsprotokollierung und Statusinformationen

Einstellen von Parametern

In diesem Abschnitt werden die Parameterbereiche für SCD und NCD angeführt. Die verfügbaren umfassenden Sollwertbereiche sind sowohl für eine Vielzahl verschiedener Anwendungen als auch für die Methodenentwicklung geeignet. Wichtige Einzelheiten zu den Beziehungen zwischen den Sollwerten finden Sie unter [“Anpassen der Betriebsbedingungen”](#) auf Seite 57.

Parameter und Bereiche

In der folgenden Tabelle werden die verfügbaren Parameter für den Detektor aufgelistet.

Tabelle 4 Parameter und Bereiche für 8355 SCD und 8255 NCD

Parameter	Bereich, SCD	Bereich, FIC-SCD	Bereich, NCD
Methode			
Basistemperatur	125 bis 400 °C	125 bis 400 °C	125 bis 400 °C
Brennertemperatur	100 bis 1000 °C	100 bis 1000 °C	100 bis 1000 °C
Kühlertemperatur (nur NCD) *	Ein/Aus	Ein/Aus	Ein/Aus
Unterer Wasserstofffluss	5 bis 25 (mL/min)	–	1 bis 25 (mL/min)
Oberer Wasserstofffluss (nur SCD)	25 bis 100 (mL/min)	25 bis 100 (mL/min)	–
Oxidationsmittelfluss	25 bis 150 (mL/min)	5 bis 100 (mL/min)	4 bis 80 (mL/min)
O3-Generatorfluss	Ein/Aus	Ein/Aus	Ein/Aus
O3-Generatorhochspannung	Ein/Aus	Ein/Aus	Ein/Aus
Vakuumpumpe	Ein/Aus	Ein/Aus	Ein/Aus
Konfiguration			
Oxidationsmittelgastyp	Luft	Luft	Sauerstoff
O3-Generatorgastyp	Sauerstoff	Sauerstoff	Sauerstoff
Bereitschaft ignorieren	Siehe GC <i>Benutzerhandbuch</i> .		
Signal	XCD. Siehe GC <i>Erweitertes Benutzerhandbuch</i> .		

* Kühlerbetrieb (PMT-Kühler) hängt von aktueller Umgebungstemperatur des Detektors ab. Die eigentliche Kühlertemperatur hat keinen Einfluss auf die Bereitschaft des Detektors. Siehe [“NCD-Kühler”](#) auf Seite 47.

Beachten Sie, dass die PMT-Spannung auf 800 V festgelegt ist.

Softwaresteuerung

Öffnen Sie bei Verwendung eines Agilent Datensystems eine Online-Sitzung und bearbeiten Sie die Erfassungsparameter des Geräts, um Methodeneinstellungen zu ändern. Wählen Sie den Detektor im Methodeneditor aus, in der Regel **Detektoren (Detectors) > Vorderer Detektor (Front Detector)** (oder **Hinterer Detektor (Back Detector)** bzw. **Zusatzdetektor (Aux Detector)**), je nach Einrichtung). Siehe [Abb. 8](#), [Abb. 9](#) und [Tabelle 5](#).

SCD		
	Setpoint	Actual
☒ Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒ Burner Temperature:	800 °C	800 °C
☒ Upper H2 Flow:	38 mL/min	38 mL/min
☒ Lower H2 Flow:	8 mL/min	8 mL/min
☒ Oxidizer Flow (Air):	50 mL/min	50 mL/min
☒ O3 Generator Flow		46.4 mL/min
☒ O3 Generator Power		
☒ Vacuum Pump		
Burner Pressure:		363.2 Torr
Reaction Cell Pressure:		4.2 Torr
Signal Output:		681.9 pA
SCD Subtract from Signal: ☐ (Nothing) ☐ Column Compensation Curve #1 ☒ Column Compensation Curve #2		

Abbildung 8 Beispiel-SCD-Parameter in einem Datensystem

NCD		Setpoint	Actual
☒	Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒	Burner Temperature:	450 °C	450 °C
☒	Chiller Temperature		-10 °C
☒	H2 Flow:	3 mL/min	3 mL/min
☒	Oxidizer Flow (O2):	10 mL/min	10 mL/min
☒	O3 Generator Flow		35.9 mL/min
☒	O3 Generator Power		
☒	Vacuum Pump		
	Burner Pressure:		110.1 Torr
	Reaction Cell Pressure:		1.7 Torr
	Signal Output:		52.8 pA

NCD
 Subtract from Signal:
☐ (Nothing)
☐ Column Compensation Curve #1
☒ Column Compensation Curve #2

Abbildung 9 Beispiel-SCD-Parameter in einem Datensystem

Bei Tandemkonfigurationen, z. B. vorderer FID-SCD, ist der FID der vordere Detektor und der XCD ein Zusatzdetektor.

Um mit der Datensystemsteuerung auf Konfigurationsparameter zuzugreifen, wählen Sie **Konfiguration (Configuration) > Module (Modules)**. In Abb. 10 sehen Sie ein Beispiel.

Front Detector	
SCD	
Oxidizer Gas	Air
O3 Generator Gas	O2
Back Detector	
NCD	
Oxidizer Gas	O2
O3 Generator Gas	O2

Abbildung 10 Beispiele der SCD- und NCD-Konfigurationsparameter

Weitere Informationen siehe “Konfigurieren des Detektors” auf Seite 63.

GC-Tastatursteuerung

Um auf die Methodenparameter für einen SCD oder NCD zuzugreifen, drücken Sie die Taste [**Front Det (Vorderer Detektor)**], [**Hinterer Detektor (Back Det)**] oder [**Zusatzdetektor # (Aux Det #)**] (nur Tandem-FID-XCD-Konfiguration). Siehe [Tabelle 5](#).

Um die PMT-Spannung einzuschalten, drücken Sie [**Konfiguration (Config)**] und dann die Taste für den Detektor ([**Vorderer Detektor (Front Det)**], [**Hinterer Detektor (Back Det)**] oder [**Zusatzdetektor # (Aux Det #)**]). Die PMT-Spannung kann ein- oder ausgeschaltet werden. Das PMT wird mit konstanter Spannung betrieben (800 V).

Identifizieren des Detektors

In [Tabelle 5](#) werden die erwarteten Konfigurationen für einen XCD aufgelistet.

Tabelle 5 Verbindungen zum GC-Kabelbaum

XCD-Installation	Welcher Detektor ist der XCD?
Vorderer XCD	Vorn
Hinterer XCD	Hinten
Einzelner vorderer FID-XCD (vorderer Tandem-FID-XCD)	Vorn: Vorderer FID Zusatzdetektor 2: XCD
Einzelner hinterer FID-XCD (hinterer Tandem-FID-XCD)	Hinten: Hinterer FID Zusatzdetektor 2: XCD
Dualer vorderer FID-XCD und hinterer FID-XCD (Dualer Tandem-FID-XCD)	Vorn: Vorderer FID Zusatzdetektor 1: vorderer XCD Hinten: Hinterer FID Zusatzdetektor 2: hinterer XCD

Detektorstabilität und -reaktion

Die zur Systemstabilisierung erforderliche Zeit hängt von Anwendung, Sauberkeit des Systems, Vorhandensein aktiver Zentren und sonstigen Faktoren ab.

- Warten Sie beim Start eines eingerichteten Systems in der Regel mindestens 10 Minuten, bevor Sie das System zur Datenerfassung verwenden.
- Die Konditionierung eines neuen Brenners oder eines neuen Satzes Keramikrohre kann bis zu 24 Stunden dauern. Stellen Sie den Detektor auf die Betriebsbedingungen ein und überwachen Sie die Basislinie, bis die Basislinie für Ihre Anwendung stabil genug ist.

Typische Betriebsbedingungen

In **Tabelle 6** sind die empfohlenen Startbedingungen für SCD- und NCD-Methoden aufgelistet. Diese Bedingungen sollten für zahlreiche unterschiedliche Anwendungen akzeptable Ergebnisse liefern. Optimieren Sie diese Bedingungen jedoch nach Bedarf, um die Leistung der jeweiligen Anwendung zu verbessern.

Tabelle 6 Typische Betriebsbedingungen, SCD und NCD

Parameter	SCD	NCD
Basistemperatur (°C)	250	250
Brennertemperatur (°C)	800	900
Kühlertemperatur	K. A.	Ein
Oberer H ₂ -Fluss, mL/min	40	K. A.
Unterer H ₂ -Fluss, mL/min	10	3
Oxidationsmittelfluss (mL/Min)	50, Luft	8, Sauerstoff
O ₃ -Generatorfluss, ml/min	Ein	Ein
O ₃ -Generatorhochspannung	Ein	Ein
Vakuumpumpe	Ein	Ein
Brennerdruck, Torr, typischer Messwert	< 425 Torr	< 120 Torr
Reaktordruck, Torr (schreibgeschützt)	Sollte unter 7 Torr liegen	Sollte unter 5 Torr liegen

Die Überprüfungsverfahren für SCD und NCD bieten Beispielparameter für den Kompromiss zwischen guter Erkennungsgrenze, guter Selektivität und sinnvoller Keramikrohrlebensdauer. Für jede XCD-Methode gilt:

- Halten Sie stets den Oxidationsmittelgasfluss durch den Brenner aufrecht.
- Die Firmware lässt keinen Wasserstofffluss im Brenner zu, wenn kein Oxidationsmittel das System schützt.

Schalten Sie bei Start und Abschaltung die Pumpe immer zuerst ein und zuletzt wieder aus, um Kontaminierung oder Beschädigung zu verhindern.

Anpassen der Betriebsbedingungen

In [Tabelle 4](#) auf Seite 51 werden die von der GC-Firmware begrenzten Wertebereiche für die einzelnen Parameter aufgelistet. Der Bereich ist größer als für die meisten Anwendungen erforderlich. Dadurch ist für bestimmte Anwendungen eine flexible Methodenentwicklung möglich.

Bei Wasserstoffflüssen im SCD ist jedoch besondere Vorsicht geboten. Wenn im Verhältnis zum Oxidationsmittelfluss sehr hohe Wasserstoffflüsse sehr verwendet werden (oben und unten), können die Keramikrohre dauerhaft beschädigt werden. Dieser Zustand ist unter Umständen nicht behebbar. Siehe ["Wasserstoffvergiftung"](#) auf Seite 106.

Unterer SCD-Wasserstofffluss: Sehr hoher Fluss kann die Keramikrohre beschädigen.

Unterer NCD-Wasserstofffluss: Der NCD kann ohne Wasserstofffluss betrieben werden, obwohl dies nicht empfohlen wird. Die Wasserstoffflamme bzw. das Wasserstoffplasma kann die Verbrennung von Lösungsmittel und schweren Molekülen unterstützen. Beim Betrieb eines NDC ohne Wasserstofffluss schließen Sie die 1/16-Zoll-Leitung für den unteren Wasserstofffluss an die Sauerstoffversorgung an. Anderenfalls diffundiert der Restwasserstoff in den Brenner und beeinträchtigt die Stabilität.

- 1 Trennen Sie die **untere H₂-Leitung** von der Rückseite des Detektors und verschließen Sie die Detektorarmatur.
- 2 Setzen Sie ein 1/16-Zoll-Swagelok-T-Stück in den **Oxidationsmittelausgang** vom Detektorgehäuse ein.
- 3 Schließen die **Oxidationsmittelleitung** und die **untere H₂-Leitung** am T-Stück an.

Sie müssen die empfohlenen Startbedingungen in der Regel einstellen, um eine optimierte Methode für Ihre Anwendung zu erstellen. Beachten Sie beim Optimieren von SCD- oder NCD-Methodenparametern Folgendes:

- Ein höheres Verhältnis von Wasserstoff und Oxidationsmittel kann zu Anfang eine stärkere Reaktion zeigen, doch später aufgrund der Ablagerung von Kontaminationen, die die Detektorreaktion reduzieren, z. B. Ruß oder eine andere aktive Spezies, eine geringere Reaktion hervorbringen.
- Der Betrieb des Brenners bei höheren Temperaturen kann die Nutzungsdauer von Heizung, Thermoelement und Dichtungsmaterialien reduzieren.

Lassen Sie dem System bei einer Parameteränderung generell genügend Zeit, um das Gleichgewicht zu erreichen. Überwachen Sie die Basislinie, bis es mit dem neuen Wert stabilisiert ist.

Starten

Wie der Detektor gestartet wird, hängt davon ab, ob Sie eine Methode für den Detektor erstellt haben.

Wenn eine gültige Methode vorhanden ist: Starten Sie den Detektor nach Verwendung des SCDs/NCDs (mindestens eine gültige Methode ist vorhanden), indem Sie die Methode laden. Sobald die Methode geladen wird, schaltet der GC die Vakuumpumpe ein, sodass Oxidationsmittel fließt, und aktiviert auch alle anderen Parameter mit Ausnahme des Wasserstoffflusses. Der GC überwacht die Temperaturen und verhindert den Wasserstofffluss, bis die Basistemperatur 150 °C und die Brennertemperatur 200 °C erreicht. Sobald die Detektortemperaturen diese Minimalwerte erreichen, schaltet der GC den Wasserstofffluss ein.

Starten Sie den Detektor **beim ersten Start** bzw. immer dann, wenn keine Methodenparameter für SCD oder NCD eingestellt sind, folgendermaßen:

- 1 Greifen Sie auf die Methodenparameter zu.
 - Drücken Sie am GC-Bedienfeld [**Vorderer Detektor (Front Det)**], [**Hinterer Detektor (Back Det)**] oder [**Zusatzdetektor # (Aux Det #)**].
 - Wählen Sie im Datensystem den Detektor im Methodeneditor.
- 2 Schalten Sie die Vakuumpumpe ein.
- 3 Stellen Sie die Oxidationsmittelflussrate ein und schalten Sie den Oxidationsmittelfluss ein.
- 4 Warten Sie 1–2 Minuten, bis die Vakuumpumpe das System mit dem Oxidationsmittelfluss gespült hat.
- 5 Stellen Sie die Basistemperatur ein und schalten Sie sie ein.
- 6 Stellen Sie die Basistemperatur ein und schalten Sie sie ein.
- 7 Nur für NCD: Stellen Sie die Kühlertemperatur ein und schalten Sie sie ein.
- 8 Stellen Sie den Wasserstofffluss ein und schalten Sie ihn ein.
- 9 Stellen Sie den Ozonzufuhrgas-Fluss ein und schalten Sie ihn ein.
- 10 Schalten Sie die Ozonzufuhrgas-Hochspannung ein.

Der GC überwacht die Temperaturen und verhindert den Wasserstofffluss, bis die Basistemperatur 150 °C und die Brennertemperatur 200 °C erreicht. Sobald die Detektortemperaturen diese Minimalwerte erreichen, schaltet der GC den Wasserstofffluss ein.

Schalten Sie ggf. auch die PMT-Spannung ein. Weitere Informationen siehe ["Konfigurieren des Detektors"](#) auf Seite 63.

Ressourcenschutz

Um Ressourcen während Inaktivitätsperioden zu schützen, z. B. über Nacht oder über ein Wochenende, nutzen Sie die Ressourcenschutzfunktionen des 7890B GC, um eine Sleep-Methode zu laden. (Näheres zur Verwendung der Sleep- und Wake-Methoden finden Sie im *GC-Benutzerhandbuch*.)

Eine Sleep-Methode für einen SCD oder NCD sollte folgende Aktionen ausführen:

- Alle Wasserstoffflüsse abschalten
- Basistemperatur von 125 °C halten, um Kondensation zu verhindern
- Brenntemperatur von mindestens 200 °C halten, um Kondensation zu verhindern
- Ofentemperatur auf 30 °C einstellen, um Säulenbluten zu minimieren

Außerdem kann eine Sleep-Methode auch:

- Automatisches Abschalten einschalten, um Säulenfluss zu reduzieren
- Ozongenerator und Ozonzufuhrgas-Fluss ausschalten
- Den Kühler ausschalten (nur NCD)
- Vakuumpumpe abschalten, wenn Trägergas und der Ofen ausgeschaltet sind (Wenn der Trägergasfluss eingeschaltet ist, schalten Sie die Vakuumpumpe nicht aus. Bei ausgeschalteter Vakuumpumpe führt ein Trägergasfluss irgendwann zu einer Abschaltung des Flusses.)

Es hat sich bewährt, den Oxidationsmittelfluss eingeschaltet zu lassen, wenn die Vakuumpumpe eingeschaltet ist.

Abschaltung

Wenn der Detektor für längere Zeit abgeschaltet wird, oder um Wartungsarbeiten an GC oder Detektor durchzuführen, schalten Sie den Detektor wie folgt ab:

- 1 Greifen Sie auf die Methodenparameter zu.
 - Drücken Sie am GC-Bedienfeld [**Vorderer Detektor (Front Det)**] oder [**Hinterer Detektor (Back Det)**] oder [**Aux Det # (Zusatzdetektor #)**].
 - Wählen Sie im Datensystem den Detektor im Methodeneditor.
- 2 Schalten Sie die Ozonzufuhrgas-Hochspannung ab.
- 3 Schalten Sie den Ozonzufuhrgas-Fluss ab.
- 4 Schalten Sie den Wasserstofffluss ab.
- 5 Nur für NCD: Schalten Sie den Kühler ab.
- 6 Schalten Sie die Brennerheizung ab.
- 7 Schalten Sie die Basisheizung ab.

HINWEIS

Beim Abschalten behält der GC den Betrieb der Vakuumpumpe und den Oxidationsmittelfluss bei, bis nach Abschalten des Wasserstoffflusses etwa 100 mL des Oxidationsmitteldampfes das System gespült haben. Diese Aktion verhindert Kontamination durch Restfeuchtigkeit.

- 8 Schalten Sie den Oxidationsmittelfluss ab.
- 9 Schalten Sie die Vakuumpumpe ab.
- 10 Schalten Sie die Detektorspannung ab.
- 11 Falls Sie den GC abschalten, schalten Sie den GTC aus.

WARNUNG

Es besteht Verbrennungsgefahr. Viele Teile des GCs können gefährlich heiß sein. Schalten Sie zur Wartung von GC oder Detektor alle beheizten Zonen aus und warten Sie, bis sie eine berührungssichere Temperatur erreicht haben, bevor Sie den GC ausschalten.

Alternativ können Sie eine Methode erstellen, die alle Detektorkomponenten ausschaltet, und diese Methode zum Abschalten des Detektors laden.

Konfigurieren der automatischen Nullstellung des Flusses am GC

Agilent empfiehlt die automatische Nullstellung des Flusses am GC zur Driftreduzierung. Näheres siehe *GC-Benutzerhandbuch*.

- 1 Drücken Sie auf der GC-Tastatur [**Optionen (Options)**].
- 2 Blättern Sie zu **Kalibrierung (Calibration)** und drücken Sie [**Eingabe (Enter)**].
- 3 Blättern Sie, um den entsprechenden Detektor auszuwählen (vorn, hinten, Aux 2 oder Aux 1) und drücken Sie [**Eingabe (Enter)**].
- 4 Blättern Sie zu **Automatische Nullstellung des Flusses (H2 unten) (Autoflow zero (H2 Lower))** und drücken Sie [**Ein/Ja (On/Yes)**]. (Um die automatische Nullstellung auszuschalten, drücken Sie stattdessen [**Aus/Nein (Off/No)**].
- 5 Wiederholen Sie beim SCD den Vorgang mit **Automatische Nullstellung des Flusses (H2 oben) (Autoflow zero (H2 Upper))**.

Konfigurieren des Detektors

Für einen SCD oder NCD werden Gastypen in der Regel einmalig eingestellt. Der SCD verwendet Sauerstoff als Ozonzufuhrgas und Luft als Oxidationsmittelgas. Der NCD hingegen verwendet für beides Sauerstoff.

So konfigurieren Sie die Gastypen für einen SCD oder NCD mit der GC-Tastatur:

- 1 Drücken Sie auf der GC-Tastatur die Tasten für den Zugriff auf den Detektor, z. B. [**Konfigurieren (Config)**] [**Vorderer Detektor (Front Det)**].
- 2 Blättern Sie zu **Oxidationsmittelgas (Oxidizer Gas)** und drücken Sie [**Modus/Typ (Mode/Type)**].
- 3 Blättern Sie zu dem richtigen Gastyp, **Luft (Air)** oder **Sauerstoff (Oxygen)**, und drücken Sie [**Eingabe (Enter)**].

Bei Verwendung der Datensystemsteuerung können Sie die Gastypen über das Datensystem eingeben.,

- 1 Rufen Sie im Datensystem die Benutzeroberfläche für die GC-Parameter auf. Wählen Sie z. B. in Agilent OpenLAB **Startseite > Methode > Einrichtung des Geräts > Konfiguration > Module (Home > Method > Instrument Setup > Configuration > Modules)**.
- 2 Wählen Sie die Gastypen für die Methode.

Front Detector SCD	
Oxidizer Gas	Air
O3 Generator Gas	O2

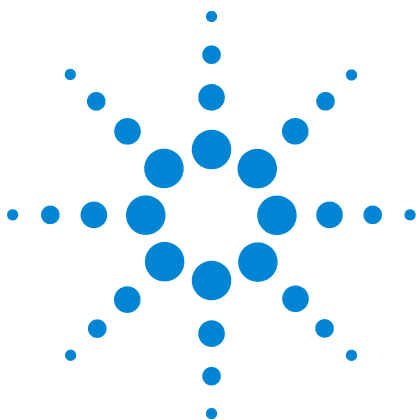
Back Detector NCD	
Oxidizer Gas	O2
O3 Generator Gas	O2

Abbildung 11 Beispiele der SCD- und NCD-Konfigurationsparameter

- 3 Klicken Sie auf **OK** und speichern Sie die Methodenänderungen.

Die PMT-Spannung kann am GC-Bedienfeld ein- oder ausgeschaltet werden. So aktivieren bzw. deaktivieren Sie die PMT-Spannung:

- 1 Drücken Sie auf der GC-Tastatur die Tasten für den Zugriff auf den Detektor, z. B. [**Konfigurieren (Config)**][**Vorderer Detektor (Front Det)**] für einen in vorderer Position montierten XCD, oder [**Konfigurieren (Config)**][**Hinterer Detektor (Back Det)**] für einen in hinterer Position montierten XCD.
- 2 Blättern Sie zu **PMT-Spannung (PMT voltage)**.
- 3 Drücken Sie **Ein/Ja (On/Yes)**, um die Spannung einzuschalten, oder **Aus/Nein**, um sie auszuschalten. Drücken Sie [**Eingabe (Enter)**].



5 Wartung

Wartungsprotokoll und frühzeitige Warnung für Wartungsaufgaben (EMF) 66

Wartungsplan 67

Verfolgung der Detektorempfindlichkeit 68

Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile 69

Explosionsansicht von Teilen für den SCD 71

Explosionsansicht von Teilen für den NCD 72

Detektorwartungsmethode 73

Anbringen einer Säule am Detektor 74

Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD) 77

Austauschen des Quarzrohrs (NCD) 80

Prüfen des Vakuumpumpenöls 84

Hinzufügen von Vakuumpumpenöl 85

Austauschen des Vakuumpumpenöls 87

Austauschen des Ozonfilters 89

Austauschen des Ölnebelfilters 90

Außenreinigung des Detektors 91

Kalibrieren der Fluss- und Drucksensoren 92

Aktualisieren der Firmware 93

In diesem Kapitel werden die bei normaler Nutzung von SCD und NCD notwendigen, routinemäßigen Wartungsmaßnahmen beschrieben.



Wartungsprotokoll und frühzeitige Warnung für Wartungsaufgaben (EMF)

Verfolgen Sie bei Einsatz des Detektors mit einem Agilent 7890B GC mit der Funktion „Frühzeitige Warnung für Wartungsaufgaben (EMF)“ die Routinewartung. Sie können die EMF-Funktion am GC-Bedienfeld sowie an jedem Agilent Datensystem aufrufen, und Sie macht Sie auf den notwendigen Austausch von Filtern und Öl aufmerksam, bevor Kontamination zu einem Problem wird.

Der Agilent 7890B GC verfügt über folgende Zähler für SCD, NCD und Vakuumpumpe:

Komponente	Teil mit einem Zähler	Zählertyp	Standardwert
Detektor	Detektor	Anzahl Injektionen	
	Außenrohr (nur SCD)	Anzahl Injektionen	
	Innenrohr (nur SCD)	Anzahl Injektionen	
	Quarzrohr (nur NCD)	Anzahl Injektionen	
	Gasfilter	Zeit (Tage)	
Vakuumpumpe	Pumpenöl	Zeit (Tage)	3 Monate
	Ölnebefilter	Zeit (Tage)	

Wenn Sie die GC-EMF-Funktion nicht nutzen, führen Sie ein manuelles Wartungsprotokoll, in dem Sie Folgendes festhalten:

- Daten der Wartung und Typ der durchgeführten Wartung
- Betriebsänderungen, die die Leistung beeinflussen könnten, z. B. Änderungen der Temperatureinstellungen und Wasserstoffflüsse
- Drücke während der Anwendung normaler Methoden
- Hintergrundsignal (Unterschied zwischen Ozon „ein“ und Ozon „aus“)

Wartungsplan

Um die optimale Leistung von Agilent 8355 SCD und 8255 NCD aufrechtzuerhalten, tauschen Sie routinemäßig Ozonfilter, Ölverbindungsfilter und Vakuumpumpenöl aus. Die erwartete Lebensdauer jeder Komponente ist in [Tabelle 7](#) aufgeführt.

Tabelle 7 Empfohlener Wartungsplan für die Edwards RV5-Vakuumpumpe

Komponente	Lebensdauer [*]
Chemischer Filter (konvertiert O ₃ in O ₂)	~ 6 Monate
Ölverbindungsfilter	~ 3 Monate
Ölnebelfilter	~ 3 Monate, falls erforderlich
Pumpenöl [†]	~ 3 Monate
Ölpegel	Wöchentlich prüfen

^{*} Die Lebensdauer basiert auf der während des Detektorbetriebs mit eingeschaltetem Brenner und Ozongenerator protokollierten Gesamtzeit.

[†] Pumpenöl kann von einem Lieferanten oder direkt von Agilent erworben werden: SAE 10W-30, Multiviskositäts-Synthetikmotoröl wie MOBIL 1 oder AMSOIL.

Verfolgung der Detektorempfindlichkeit

Verfolgen Sie ergänzend zur Nutzung der EMF-Funktionen von GC und Detektor auch die Detektorempfindlichkeit. Die Empfindlichkeit spiegelt die Leistungseigenschaften eines Systems wider, und reduzierte Empfindlichkeit kann ein Zeichen dafür sein, dass die routinemäßige Detektorwartung erforderlich ist. Empfindlichkeit wird in der Regel definiert als:

$$\text{Empfindlichkeit} = \frac{\text{Peak-Bereich}}{\text{Menge}}$$

Berechnung einer minimalen Erkennungsgrenze (MDL) mittels folgender Formel:

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{Rauschen}}{\text{Empfindlichkeit}}$$

wobei das Rauschen das vom Agilent Datensystem gemeldete ASTM-Rauschen ist.

Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile

Im Agilent Katalog für Verbrauchsmaterialien und Teile finden Sie eine umfangreichere Auflistung, oder besuchen Sie die Agilent Website, um aktuelle Informationen zu erhalten (<http://www.chem.agilent.com/store>).

Tabelle 8 Verbrauchsmaterialien und Teile für SCD und NCD

Beschreibung/Anzahl	Teilenummer
Detektorteile	
Keramikrohr, innen, klein (SCD)	G6602-45005
Quarzrohr (NCD)	G6600-80063
Ferrule, 1/4-Zoll, Graphit, gerade, 10 Stück/Packung für äußeres SCD-Keramikrohr und NCD-Quarzrohr	0100-1324
Säuleninstallationswerkzeug	G3488-81302
Schwefel-Chemilumineszenz-Testprobe	
Stickstoff-Chemilumineszenz-Testprobe	
Vakuumpumpenteile	
RV5-Pumpe – 230 V – Inland	G6600-64042
Pumpenwanne, RV5-Pumpe	G1946-00034
PM-Kit, RV5-Ölpumpe	G6600-67007
Ölnebelfilter für RV5-Pumpe (für SCD/NCD)	G6600-80043
Ersatz-Ölverbindungsfilter, RV5-Pumpe	G6600-80044
Ersatz-Geruchsfilterelement	G6600-80045
Ozonzerstörungsfilter	G6600-85000
Ölrücklaufleitung, RV5-Pumpe	3162-1057
Öl, synthetisch, Mobil 1	G6600-85001
NW 20/25 Klemmring (für Ölnebelfilter)	0100-0549
NW 20/25 Klemmring (für Abluftschlauch)	0100-1398
Werkzeuge	
Trichter	9301-6461
Inbusschlüssel, 5 mm	8710-1838
Längsschlitzschraubendreher	8710-1020
Handschuhe, chemikalienbeständig, fusselfrei	9300-1751

Tabelle 9 Filter für SCD und NCD

Beschreibung/Anzahl	Teilenummer
GasreinigungsfILTER, Schwefel (zur Filterung von Schwefel und Feuchtigkeit)	CP17989
GasreinigungsfILTER SCD-Kit für Schwefel-Chemilumineszenz-Detektoren	CP17990

Tabelle 10 Muttern, Ferrulen und Hardware für Kapillarsäulen

Säulen-ID (mm)	Beschreibung	Typische Verwendung	Teilenummer/Anzahl
0,53	Ferrule, Graphit, ID 1,0 mm	Kapillarsäulen mit 0,53 mm	5080-8773 (10 Stück pro Packung)
	Ferrule, Graphit, ID 0,8 mm	Kapillarsäulen mit 0,53 mm	500-2118 (10 Stück pro Packung)
	Säulenmutter, handfest (für Säulen mit 0,53 mm)	Säule mit Einlass oder Detektor verbinden	5020-8293
0,45	Ferrule, Graphit, ID 0,8 mm	Kapillarsäulen mit 0,45 mm	500-2118 (10 Stück pro Packung)
0,32	Ferrule, Graphit, ID 0,5 mm	Kapillarsäulen mit 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm und 0,32 mm	5080-8853 (10 Stück pro Packung)
	Säulenmutter, handfest (für Säulen mit 0,100 bis 0,320 mm)	Säule mit Einlass oder Detektor verbinden	5020-8292
0,1 - 0,25	Ferrule, Graphit, ID 0,4 mm	Kapillarsäulen mit 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm und 0,32 mm	500-2114 (10 Stück pro Packung)
	Säulenmutter, handfest (für Säulen mit 0,100 bis 0,320 mm)	Säule mit Einlass oder Detektor verbinden	5020-8292
Alle	Ferrule, ohne Bohrung	Testzwecke	5181-3308 (10 Stück pro Packung)
	Kapillarsäulenblindmutter	Testzwecke mit beliebiger Ferrule	5020-8294
	Säulenmutter, universal	Säule mit Einlass oder Detektor verbinden	5181-8830 (2 Stück pro Packung)
	Säulenschneider, Keramik-Wafer	Kapillarsäulen abschneiden	5181-8836 (4 Stück pro Packung)
	Ferrule-Toolkit	Ferrule-Installation	440-1000

Explosionsansicht von Teilen für den SCD

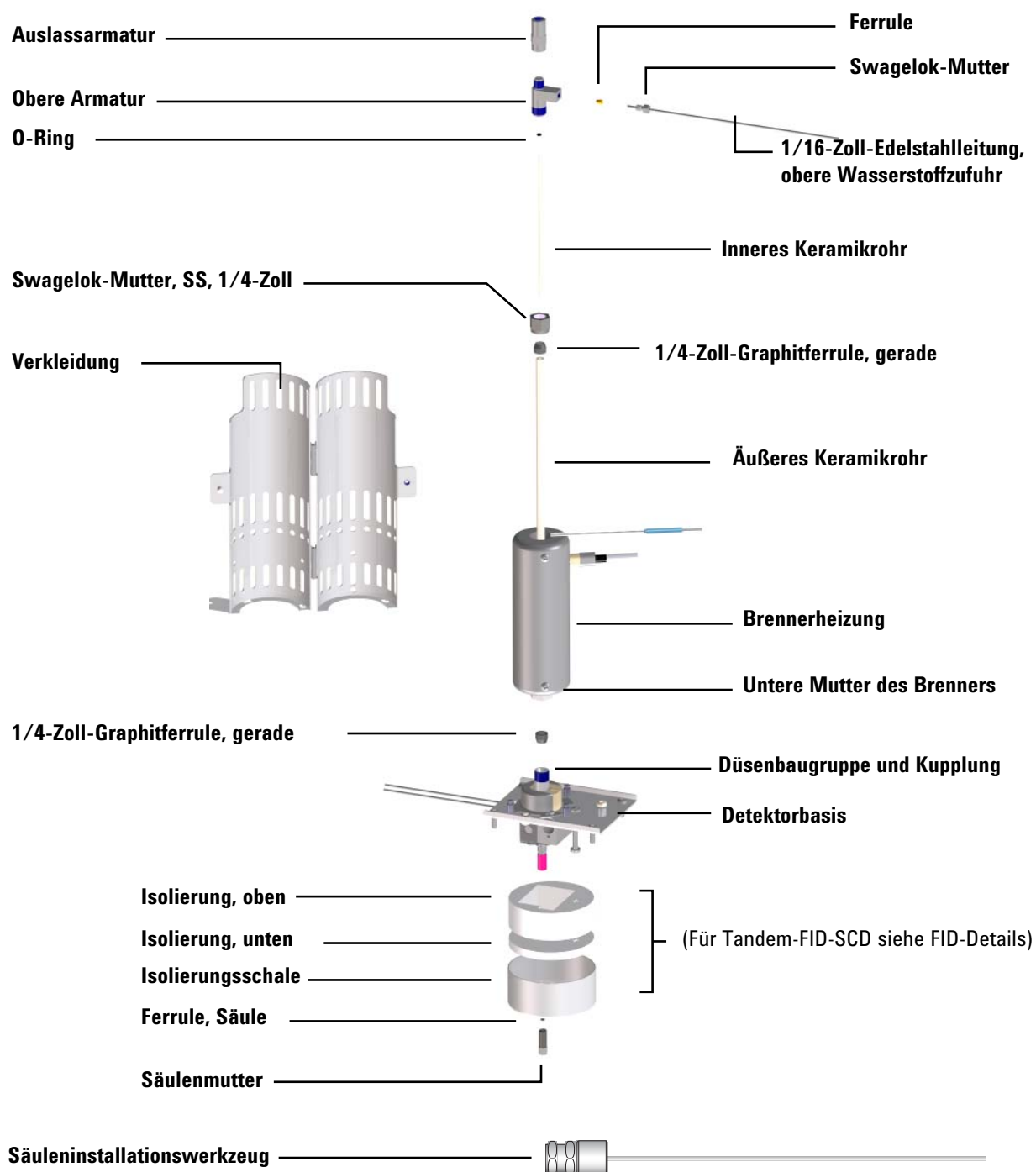


Abbildung 12 Explosionsansicht von SCD-Teilen

Explosionsansicht von Teilen für den NCD

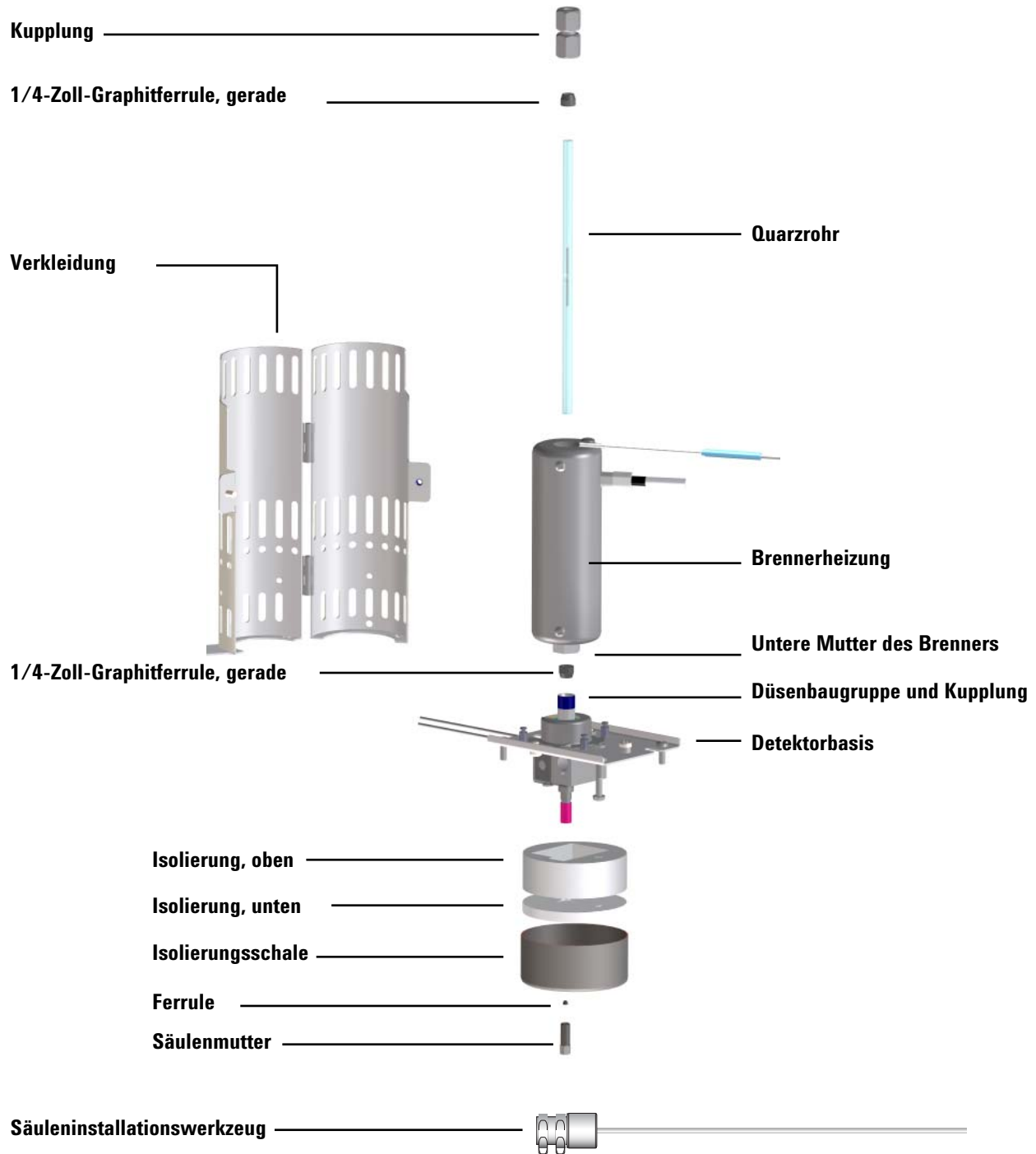


Abbildung 13 Explosionsansicht von NCD-Teilen

Detektorwartungsmethode

Es hat sich bewährt, für den GC eine Methode zu erstellen, die GC und Detektor auf die Wartung vorbereitet. Laden Sie diese Methode, bevor Sie die Wartung durchführen.

Eine Wartungsmethode für den SCD sollte folgende Aktionen ausführen:

- 1 Die Heizung abschalten und den Brenner abkühlen lassen.
- 2 Beide Wasserstoffflüsse abschalten.
- 3 Oxidationsmittel- und Ozonzufuhr gas eingeschaltet lassen.
- 4 Den Ozongenerator abschalten.
- 5 Die Vakuumpumpe eingeschaltet lassen.
- 6 Den (Helium)-Trärgasfluss aufrechterhalten.
- 7 Ofen auf 30 °C einstellen, um Säulenbluten zu minimieren.
- 8 Sonstige Teile des GCs (Ofen, Einlass usw.) nach Bedarf abkühlen.

Eine Wartungsmethode für den NCD sollte folgende Aktionen ausführen:

- 1 Die Heizung abschalten und den Brenner abkühlen lassen.
- 2 Den Wasserstofffluss abschalten.
- 3 Oxidationsmittel- und Ozonzufuhr gas eingeschaltet lassen.
- 4 Den Ozongenerator abschalten.
- 5 Die Vakuumpumpe eingeschaltet lassen.
- 6 Den (Helium)-Trärgasfluss aufrechterhalten.
- 7 Ofen auf 30 °C einstellen, um Säulenbluten zu minimieren.
- 8 Sonstige Teile des GCs (Ofen, Einlass usw.) nach Bedarf abkühlen.

Heizzonen auf < 40 °C abkühlen lassen, um eine berührungssichere Temperatur zu erreichen.

Anbringen einer Säule am Detektor

HINWEIS

Hier wird das Verfahren zum direkten Anbringen einer Säule am XCD beschrieben. Bringen Sie in einer Tandem-FID-XCD-Installation die Säule wie in den FID-Anleitungen beschrieben am FID an. Siehe Dokumentation zum GC.

- 1 Stellen Sie folgende Materialien zusammen (siehe [“Verbrauchsmaterialien und Teile für SCD und NCD”](#) auf Seite 69):
 - Säuleninstallationswerkzeug für SCD/NCD (G3488-81302)
 - Säule
 - Ferrule (für Säule)
 - Säulenmutter
 - Säulenschneider
 - 1/4-Zoll-Gabelschlüssel
 - Septum
 - Isopropanol
 - Labortücher
 - Fusselfreie Handschuhe
 - Vergrößerungsglas

WARNUNG

Ofen, Einlass oder Detektor können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn Ofen, Einlass oder Detektor heiß sind, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.

WARNUNG

Tragen Sie eine Schutzbrille, um Ihre Augen vor umherfliegenden Partikeln zu schützen, während Sie Kapillarsäulen aus Glas oder geschmolzenem Siliziumdioxid bearbeiten, schneiden oder installieren. Gehen Sie beim Bearbeiten dieser Säulen vorsichtig vor, um Stichwunden zu vermeiden.

VORSICHT

Tragen Sie saubere, fusselfreie Handschuhe, um eine Verunreinigung der Teile durch Schmutz oder Hautfette zu vermeiden.

- 2 Bereiten Sie den Detektor auf die Wartung vor.
 - a Laden Sie die GC-Wartungsmethode, und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist. (Siehe [“Detektorwartungsmethode”](#) auf Seite 73.) Warten, bis die Einlässe, Ofen, Detektoren, Ventilgehäuse, Brennerbaugruppe und Detektorbasis auf eine berührungssichere Temperatur ($< 40\text{ °C}$) abgekühlt sind.
 - b Beide Wasserstoffflüsse abschalten. (Oxidationsmittel- und Ozonzufuhr gas eingeschaltet lassen.)
 - c Den Ozongenerator abschalten.

WARNUNG

Wasserstoffgas ist entzündbar. Schalten Sie alle Detektor- (und Säulen-) wasserstoffgasflüsse ab, bevor Sie die Wartung auf dem Detektor durchführen.

- 3 Platzieren Sie ein Septum, eine Kapillarsäulenmutter und eine Ferrule an der Säule.

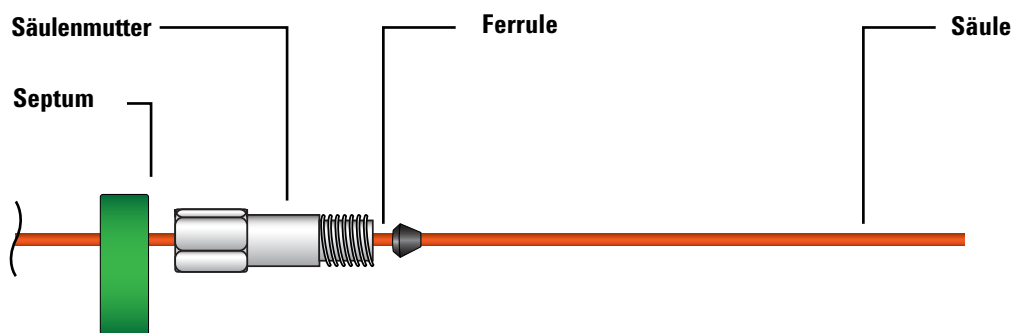


Abbildung 14 Platzieren Sie von Septum, Säulenmutter und Ferrule an der Säule

- 4 Führen Sie das Ende der Säule so durch das Säulenmesswerkzeug, dass das Ende über das Werkzeug herausragt.

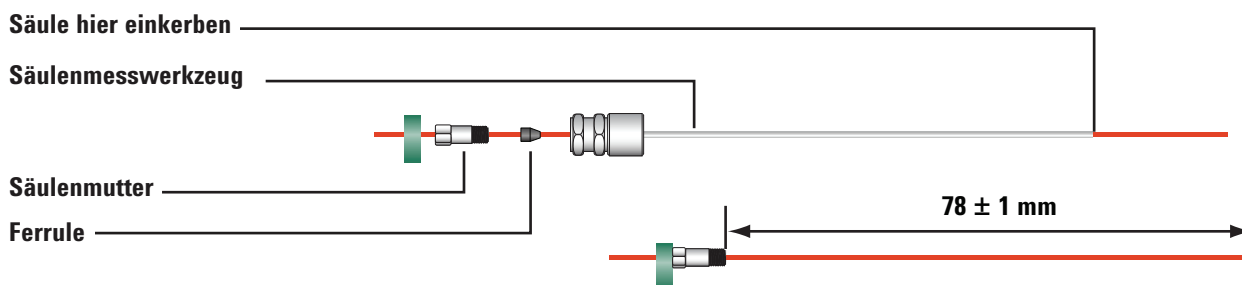
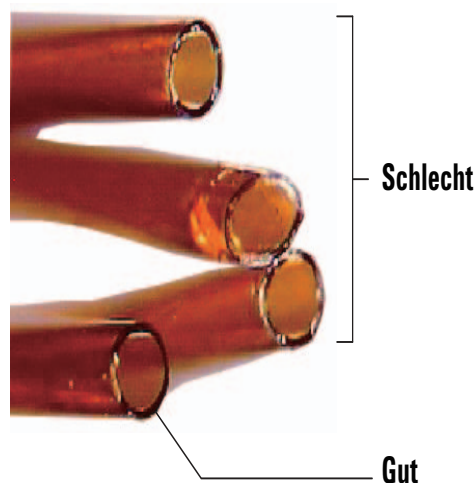


Abbildung 15 Einstellen von Säulenlänge und Stauchen der Ferrule mit dem Säulenmesswerkzeug

- 5 Drehen Sie die Säulenmutter in das Säulenmesswerkzeug, bis die Säulenmutter die Säule greift. Ziehen Sie die Mutter mit einer weiteren 1/8- bis 1/4-Drehung mit zwei Gabelschlüsseln fest. Legen Sie das Septum an der Unterkante der Säulenmutter an.
- 6 Verwenden Sie einen Säulen-Wafer-Schneider mit 45°, um die Säule einzukerben.
- 7 Brechen Sie das Säulenende ab. Die Säule kann um ca. 1 mm über das Ende des Werkzeugs herausragen. Überprüfen Sie das Ende mit einem Vergrößerungsglas, um sicherzustellen, dass keine Grate oder unsauberen Kanten entstanden sind.



- 8 Entfernen Sie Säule, Mutter und Swaging-Ferrule aus dem Werkzeug.
- 9 Wischen Sie die Säulenwände mit einem mit Isopropanol befeuchteten Tuch ab, um Fingerabdrücke und Staub zu entfernen.
- 10 Drehen Sie vorsichtig die gestauchte Säule in die Detektorarmatur. Ziehen Sie die Säulenmutter handfest an und dann um eine weitere 1/8-Drehung mit einem Gabelschlüssel fest.

Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)

So tauschen Sie das innere Keramikrohr aus:

WARNUNG

Ofen, Einlässe und Detektoren können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Kühlen Sie diese Bereiche auf eine berührungssichere Temperatur, bevor Sie beginnen.

VORSICHT

Tragen Sie saubere, fusselfreie Handschuhe, um eine Verunreinigung der Teile durch Schmutz oder Hautfette zu vermeiden.

VORSICHT

Zu den meisten Schritten dieses Verfahrens werden zwei Gabelschlüssel benötigt, einer zum Halten des Brenners und der andere zum Lösen eines Teils. Verwenden Sie stets zwei Gabelschlüssel, um ein Überdrehen oder Verbiegen der Brennerbaugruppe zu vermeiden.

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:

- Zwei 7/16-Zoll-Gabelschlüssel
- 3/8-Zoll-Gabelschlüssel
- Neuer O-Ring
- Neues Keramikrohr
- Pinzette
- 1/8-Zoll-Kappe für die Übertragungsleitung
- T20-Torx-Schraubendreher

2 Bereiten Sie den Detektor auf die Wartung vor.

- a Laden Sie die GC-Wartungsmethode, und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist. (Siehe [“Detektorwartungsmethode”](#) auf Seite 73.) Warten, bis die Einlässe, Ofen, Detektoren, Ventilgehäuse, Brennerbaugruppe und Detektorbasis auf eine berührungssichere Temperatur (< 40 °C) abgekühlt sind.
- b Beide Wasserstoffflüsse abschalten. (Oxidationsmittel- und Ozonzufuhr gas eingeschaltet lassen.)
- c Den Ozongenerator abschalten.

WARNUNG

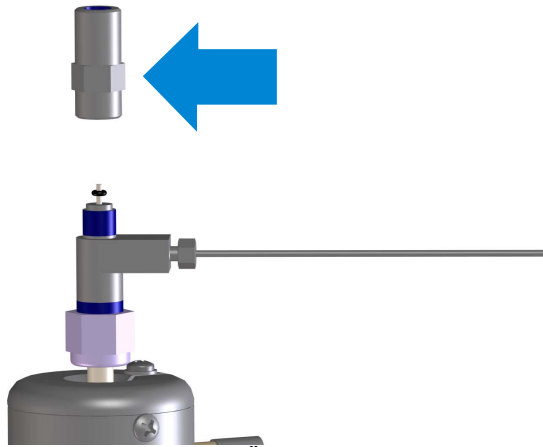
Wasserstoffgas ist entzündbar. Schalten Sie alle Detektor- (und Säulen-) wasserstoffgasflüsse ab, bevor Sie die Wartung auf dem Detektor durchführen.

- 3 Trennen Sie die Übertragungsleitung und decken Sie schnell das offene Ende mit der 1/8-Zoll-Kappe ab. Verwenden Sie einen 3/8-Zoll-Schlüssel an der Übertragungsleitung und einen 7/16-Zoll-Schlüssel an der oberen Armatur, um die Brennerbaugruppe zu halten.
- 4 Entfernen Sie mit zwei 7/16-Zoll-Schlüsseln die Auslassarmatur von der oberen Armatur.
- 5 Wenn der alte O-Ring am Boden der Auslassarmatur stecken geblieben ist, lösen Sie ihn mit zwei Pinzetten oder Ähnlichem behutsam von der Armatur.
- 6 Entfernen Sie das alte innere Keramikrohr.
- 7 Platzieren Sie einen neuen O-Ring über dem Ende des neuen inneren Keramikrohrs, und schieben Sie den O-Ring etwa 7 mm das Rohr hinunter. (Dieses Maß muss nicht genau eingehalten werden.)



- 8 Schieben Sie die Baugruppe aus Rohr und O-Ring behutsam in den Brenner, bis sie auf dem O-Ring aufliegt.
- 9 Richten Sie die Auslassarmatur so aus, dass die Sechskantabflachungen wie gezeigt näher zur oberen Armatur liegen, und installieren Sie sie über dem Keramikrohr. Beim Anziehen der Auslassarmatur werden automatisch die Positionen von O-Ring und Keramikrohr

angepasst. Ziehen Sie sie an, bis sie fest sitzt (handfest). Ziehen Sie diese nicht zu fest an.



- 10** Bringen Sie die Übertragungsleitung wieder an der Auslassarmatur an. Ziehen Sie sie an, bis sie fest sitzt (handfest). Ziehen Sie diese nicht zu fest an.
- 11** Stellen Sie die Detektorgasflüsse wieder her.
- 12** Prüfen Sie, ob an der oberen Wasserstoffarmatur Lecks auftreten. Korrigieren Sie etwaige Lecks.
- 13** Stellen Sie die verbleibenden Betriebsbedingungen des Detektors wieder her.
- 14** Setzen Sie den EMF-Zähler zurück.

Austauschen des Quarzrohrs (NCD)

So tauschen Sie das NCD-Quarzrohr aus:

WARNUNG

Ofen, Einlässe und Detektoren können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Kühlen Sie diese Bereiche auf eine berührungssichere Temperatur, bevor Sie beginnen.

VORSICHT

Tragen Sie saubere, fusselfreie Handschuhe, um eine Verunreinigung der Teile durch Schmutz oder Hautfette zu vermeiden.

VORSICHT

Zu den meisten Schritten dieses Verfahrens werden zwei Gabelschlüssel benötigt, einer zum Halten des Brenners und der andere zum Lösen eines Teils. Verwenden Sie stets zwei Gabelschlüssel, um ein Überdrehen oder Verbiegen der Brennerbaugruppe zu vermeiden.

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:

- Zwei 7/16-Zoll-Gabelschlüssel
- 3/8-Zoll-Gabelschlüssel
- 5/8-Zoll-Gabelschlüssel
- Neues Quarzrohr
- Pinzette
- 1/8-Zoll-Kappe für die Übertragungsleitung
- T20-Torx-Schraubendreher
- Zahnarztwerkzeug oder Ähnliches zum Entfernen der Graphitferrule
- 2 neue Graphitferrulen

2 Bereiten Sie den Detektor auf die Wartung vor.

- a** Laden Sie die GC-Wartungsmethode, und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist. (Siehe [“Detektorwartungsmethode”](#) auf Seite 73.) Warten, bis die Einlässe, Ofen, Detektoren, Ventilgehäuse, Brennerbaugruppe und Detektorbasis auf eine berührungssichere Temperatur (< 40 °C) abgekühlt sind.

- b Beide Wasserstoffflüsse abschalten. (Oxidationsmittel- und Ozonzufuhr gas eingeschaltet lassen.)
- c Den Ozongenerator abschalten.

WARNUNG

Wasserstoffgas ist entzündbar. Schalten Sie alle Detektor- (und Säulen-) wasserstoffgasflüsse ab, bevor Sie die Wartung auf dem Detektor durchführen.

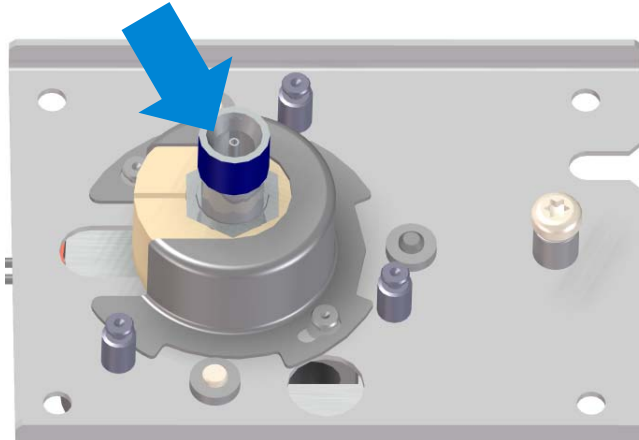
- 3 Entfernen Sie die Schutzverkleidung. Entfernen Sie die beiden T20-Torx-Schrauben, drehen Sie die Verkleidung gegen den Uhrzeigersinn, um sie von den Halterungen zu entfernen, und heben Sie sie an. Legen Sie die Verkleidung und die Schrauben zur späteren Nutzung zur Seite.
- 4 Trennen Sie die Übertragungsleitung und decken Sie schnell das offene Ende mit der 1/8-Zoll-Kappe ab. Verwenden Sie einen 3/8-Zoll-Schlüssel an der Übertragungsleitung und einen 7/16-Zoll-Schlüssel an der oberen Armatur, um die Brennerbaugruppe zu halten.
- 5 Entfernen Sie mit zwei 7/16-Zoll-Schlüsseln die Auslassarmatur von der Mutter oben am Quarzrohr.
- 6 Schieben Sie die Mutter und ihre Ferrule nach oben und vom Quarzrohr ab.

VORSICHT

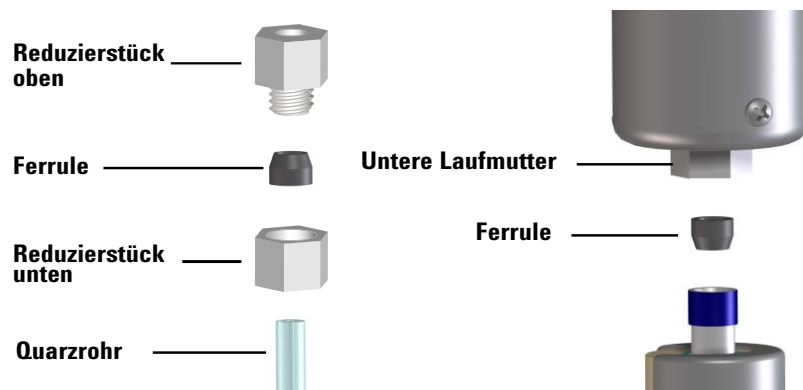
Das Quarzrohr ist zerbrechlich und kann abgebrochen werden. Vermeiden Sie die Beschädigung des Quarzrohrs durch vorsichtiges Vorgehen.

- 7 Entfernen Sie mit 5/8-Zoll- und 9/16-Zoll-Schlüssel Brennerbaugruppe und Rohr von der Kupplung in der Detektorbasisbaugruppe.

- 8 Prüfen Sie in der Kupplung den Bereich um die Düse. Wenn sich dort abgebrochene Rohrstücke befinden, entfernen Sie sie mit Pinzetten oder Ähnlichem.



- 9 Ziehen Sie das Quarzrohr zum Entfernen vorsichtig aus der Brennerbaugruppe. Die Graphitferrule sollte in der Brennerbasis in der rotierenden Armatur verbleiben.
- 10 Entfernen Sie die Graphitferrule mit einem Zahnarztwerkzeug oder Ähnlichem aus der Laufmutter.
- 11 Lösen Sie das Reduzierstück mit zwei Schraubenschlüsseln und nehmen Sie die alte Ferrule heraus.
- 12 Setzen Sie die neue Graphitferrule ein. In beiden Fällen zeigt das verjüngte Ende der Ferrule nach außen, weg vom Brenner.



- 13 Bringen Sie das Reduzierstück wieder an. Ziehen Sie es mit zwei Schraubenschlüsseln fest.
- 14 Schieben Sie das neue Quarzrohr durch die Brennerbaugruppe, bis es etwa 1 cm aus der Basis herausragt. (Dieses Maß muss nicht genau eingehalten werden. Die Rohrposition wird angepasst, wenn Sie die untere Mutter auf der Kupplung anziehen.)

VORSICHT

Ziehen Sie die Graphitferrulen auf einem Quarzrohr nur handfest an. Zu festes Anziehen kann Ferrulen oder Quarzrohre beschädigen.

- 15 Senken Sie die Brennerbaugruppe behutsam auf die Detektorbasis ab und drehen Sie die Mutter von Hand auf die Detektorbasisbaugruppe. Ziehen Sie sie zuerst handfest an und dann mit dem Schlüssel. Ziehen Sie diese nicht zu fest an.
- 16 Platzieren Sie Mutter und Ferrule über dem offenen Ende des Quarzrohrs, sodass das offene Ende der Mutter nach oben zeigt.
- 17 Bringen Sie die Mutter in der Auslassarmatur an und ziehen Sie sie mit zwei Schlüsseln fest.
- 18 Bringen Sie die Übertragungsleitung wieder an der Auslassarmatur an. Ziehen Sie sie an, bis sie fest sitzt (handfest). Ziehen Sie diese nicht zu fest an.
- 19 Bringen Sie die Schutzverkleidung wieder an.
- 20 Stellen Sie die Betriebsbedingungen des Detektors wieder her.
- 21 Setzen Sie den EMF-Zähler zurück.

Prüfen des Vakuumpumpenöls

VORSICHT

Während des Pumpenbetriebs dürfen Sie niemals Vorpumpenöl hinzufügen oder austauschen.

Prüfen Sie wöchentlich Pegel und Farbe des Pumpenöls.

- 1 Prüfen Sie den Ölpegel im Fenster der Vorpumpe. Der Ölpegel sollte zwischen den Marken für Maximum und Minimum stehen.

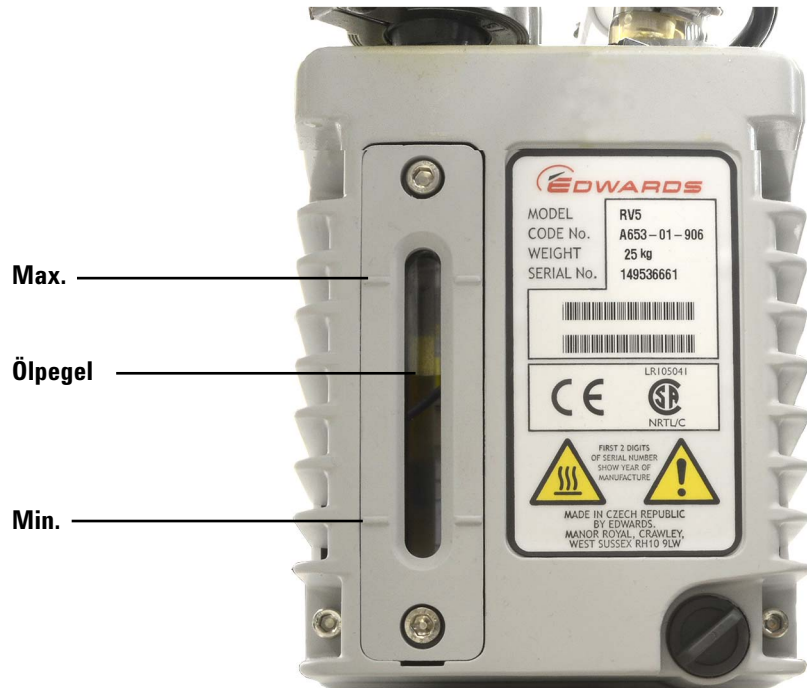


Abbildung 16 Prüfen des Ölpegels

- 2 Prüfen Sie, ob die Farbe des Pumpenöls klar oder fast klar mit wenigen schwebenden Partikeln ist. Ist das Pumpenöl dunkel oder voller schwebender Partikel, tauschen Sie es aus.
- 3 Halten Sie die Wartung im Wartungshandbuch fest. Setzen Sie ggf. den EMF-Zähler zurück.

Hinzufügen von Vakuumpumpenöl

Fügen Sie Pumpenöl hinzu, wenn der Pumpenölpegel niedrig ist.

Benötigte Materialien

- Trichter (9301-6461)
- 5-mm-Inbusschlüssel (8710-1838)
- Handschuhe, chemikalienbeständig, fusselfrei (9300-1751)
- Öl, synthetisch, Mobil 1 (G6600-85001)
- Schutzbrille

WARNUNG

Während des Pumpenbetriebs dürfen Sie niemals Pumpenöl hinzufügen.

WARNUNG

Füllkappe und Pumpe können gefährlich heiß sein. Bevor Sie Füllkappe und Pumpe berühren, prüfen Sie, ob sie kühl sind.

VORSICHT

Verwenden Sie nur synthetisches 10W30-Öl wie Mobil 1. Jedes andere Öl kann die Lebensdauer der Pumpe deutlich reduzieren und macht die Pumpengarantie ungültig.

Vorgehensweise

- 1 Schalten Sie den Detektor ab und warten Sie, bis die Pumpe abgeschaltet wird. Siehe "[Abschaltung](#)" auf Seite 60.
- 2 Schalten Sie den Detektor aus und ziehen Sie das Pumpennetzkabel von der Pumpe ab.

- 3** Entfernen Sie die Füllkappe von der Vakuumpumpe.



- 4** Fügen Sie neues Pumpenöl ein, doch überschreiten Sie nicht die Maximummarke neben dem Ölpegelfenster. Siehe [Abbildung 16](#) auf Seite 84.
- 5** Bringen Sie die Füllkappe wieder an.
- 6** Wischen Sie alles übergelaufene Öl um die Pumpe herum und darunter ab.
- 7** Schließen Sie das Pumpennetzkabel wieder an.
- 8** Schalten Sie den Detektor ein und stellen Sie die Betriebsbedingungen wieder her. Siehe ["Starten"](#) auf Seite 58.
- 9** Halten Sie die Wartung im Wartungshandbuch fest. Setzen Sie ggf. den EMF-Zähler zurück.

Austauschen des Vakuumpumpenöls

Tauschen Sie das Pumpenöl alle drei Monate aus bzw. eher, wenn das Öl dunkel oder trübe aussieht.

Benötigte Materialien

- Behälter zum Auffangen des verbrauchten Pumpenöls
- Trichter (9301-6461), 5-mm-Inbusschlüssel (8710-1838)
- Handschuhe, chemikalienbeständig, fusselfrei (9300-1751)
- Öl, synthetisch, Mobil 1 (G6600-85001)
- Schutzbrille
- Längsschlitzschraubendreher, groß (8710-1029)

WARNUNG

Während des Pumpenbetriebs dürfen Sie niemals Pumpenöl hinzufügen.

WARNUNG

Füllkappe und Pumpe können gefährlich heiß sein. Bevor Sie Füllkappe und Pumpe berühren, prüfen Sie, ob sie kühl sind.

WARNUNG

Berühren Sie das Öl nicht. Die Rückstände mancher Proben sind toxisch. Entsorgen Sie das Öl ordnungsgemäß.

VORSICHT

Verwenden Sie nur synthetisches 10W30-Öl wie Mobil 1. Jedes andere Öl kann die Lebensdauer der Pumpe deutlich reduzieren und macht die Pumpengarantie ungültig.

Vorgehensweise

- 1 Schalten Sie den Detektor ab und warten Sie, bis die Pumpe abgeschaltet wird. Siehe [“Abschaltung”](#) auf Seite 60.
- 2 Schalten Sie den Detektor aus und ziehen Sie das Pumpennetzkabel von der Pumpe ab.

- 3** Stellen Sie einen Behälter unter den Ablaufstopfen der Vakuumpumpe.

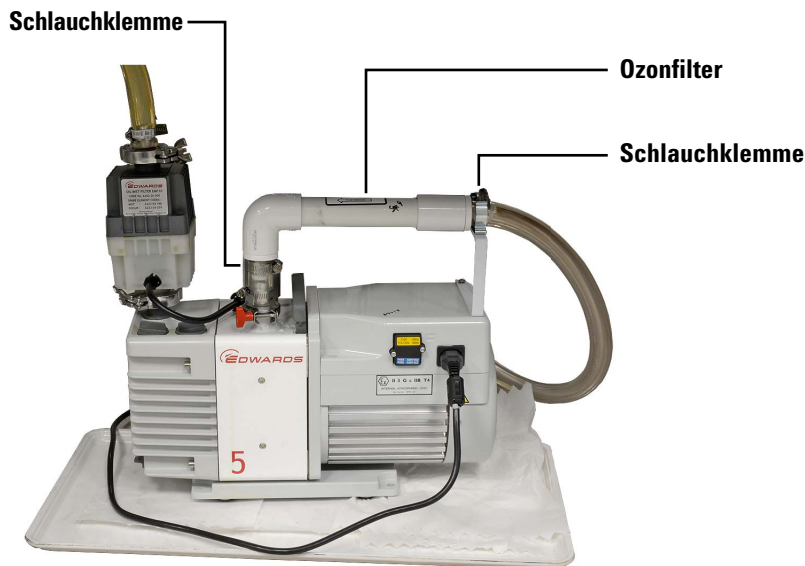


- 4** Entfernen Sie die Füllkappe und öffnen Sie den Ablaufstopfen. Lassen Sie das Öl vollständig ab, indem Sie das Motorende der Pumpe anheben.
- 5** Bringen Sie den Ablaufstopfen wieder an.
- 6** Fügen Sie neues Pumpenöl ein, doch überschreiten Sie nicht die Maximummarke neben dem Ölpegelfenster. Siehe [Abbildung 16](#) auf Seite 84.
- 7** Bringen Sie die Füllkappe wieder an.
- 8** Wischen Sie alles übergelaufene Öl um die Pumpe herum und darunter ab.
- 9** Schließen Sie das Pumpennetzkabel wieder an.
- 10** Schalten Sie den Detektor ein und stellen Sie die Betriebsbedingungen wieder her. Siehe ["Starten"](#) auf Seite 58.
- 11** Halten Sie die Wartung im Wartungshandbuch fest. Setzen Sie ggf. den EMF-Zähler zurück.
- 12** Prüfen Sie die Pumpe nach etwa 30 Minuten und erneut nach 24 Stunden auf Lecks.

Austauschen des Ozonfilters

So tauschen Sie den Ozonfilter aus:

- 1 Laden Sie eine Methode, um den Detektor zu kühlen, die Heizungen und den Wasserstofffluss abzuschalten.
 - Die Heizungen abschalten und den Brenner abkühlen lassen.
 - Den Oxidationsmittelfluss eingeschaltet lassen.
 - Den Wasserstofffluss abschalten.
 - Die Vakuumpumpe abschalten.
 - GC-Ofen auf 30 °C einstellen (oder ausschalten), um Säulenbluten zu minimieren.
 - Den (Helium)-Trärgasfluss eingeschaltet lassen.
- 2 Lassen Sie die Vakuumpumpe auf eine berührungssichere Temperatur abkühlen.
- 3 Entfernen Sie Filterbaugruppe und Vakuumschlauch von der Halterung.
- 4 Lösen Sie die beiden Schlauchklemmen, die den alten Ozonfilter in Position halten.



- 5 Entfernen Sie den Filter vom Pumpenzufuhrschlauch. (Lösen Sie ggf. die Klemme am Pumpeneinlass.)
- 6 Heben Sie den alten Filter von der Halterung, entfernen Sie den Detektorvakuumschlauch von der mit Widerhaken versehenen Armatur am alten Filter.

- 7 Installieren Sie den neuen Filter. Achten Sie darauf, dass der Flussrichtungspfeil auf dem neuen Filter gegen die Einlassarmatur weist. (Das Bogenstück des Filters muss zum Pumpeneinlass hin liegen.) Wenn Sie den kurzen Verbindungsschlauch vom Pumpeneinlass entfernt haben, bringen Sie ihn wieder an.

Austauschen des Ölnebelfilters

Der Ölnebelfilter der RV5-Pumpe hat zwei Komponenten: den Ölnebel-Holzkohlefilter und das Ölverbindungsfilterelement. Demontieren Sie zum Austausch der Filter die Ölnebelfilterbaugruppe mit dem 4-mm-Inbusschlüssel mit langem Griff (mitgeliefert). Der kleinere Ölnebel-Holzkohlefilter sitzt auf dem größeren Ölverbindungsfilterelement. Während der Austausch des Ölverbindungsfilterelements nach 90 Tagen kontinuierlicher Nutzung empfohlen wird, ist der Austausch des Ölnebel-Holzkohlefilters optional. Bringen Sie nach Austausch des Filters die Filterbaugruppe wieder an und befestigen Sie sie am Pumpenflansch. Setzen Sie den EMF-Zähler zurück.

Außenreinigung des Detektors

WARNUNG

Es besteht Verbrennungsgefahr. Die Brennerbaugruppe kann so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Kühlen Sie sie vor dem Berühren auf eine sichere Temperatur ab ($< 40\text{ °C}$).

WARNUNG

Stromschlaggefahr. Schalten Sie den Detektor vor der Reinigung aus und ziehen Sie das Netzkabel ab.

Fahren Sie den Detektor vor der Reinigung herunter, schalten Sie in aus und ziehen Sie das Netzkabel ab. Reinigen Sie den Detektor mit einem mit Wasser **angefeuchteten** Tuch. Sprühen Sie keine Flüssigkeiten direkt auf den Detektor. Wischen Sie ihn mit einem sauberen, weichen Tuch ab. Lassen Sie keine Flüssigkeiten in Detektor oder GC tropfen, weil Flüssigkeiten die Elektronik von Detektor oder GC beschädigen können.

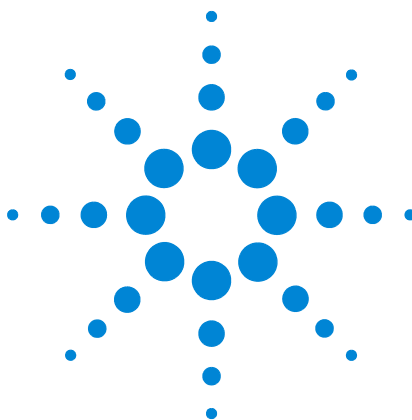
Verwenden Sie keine Reinigungsmittel für die Brennerbaugruppe, die in Verbindung mit dem Brenner eine Gefahr darstellen könnten.

Kalibrieren der Fluss- und Drucksensoren

Bei 8355 SCD und 8255 NCD werden elektronische Drucksteuerungsmodule eingesetzt. Sie sollten den 7890B GC in der Regel auf die automatische Nullstellung des Flusses einstellen. Kalibrierung ist im Allgemeinen nicht erforderlich. Ggf. können die Fluss- und Drucksensoren jedoch manuell auf null gestellt werden. Näheres siehe *GC-Benutzerhandbuch*.

Aktualisieren der Firmware

Die GC-Firmware steuert den Detektor. Jegliche Aktualisierung des Detektors erfolgt über die GC-Firmware. Siehe GC Firmware Update Tool auf den Agilent *GC and GC/MS User Manuals & Tools* DVDs, oder laden Sie das Tool von den GC-Supportseiten der Agilent Website herunter.



6 Fehlerbehebung

Lösen von Detektorproblemen	96
Fehlerbehebungstabelle	97
Statusanzeigen-LED	100
Detektormeldungen	101
Überprüfen auf Lecks	102
Stromversorgungsprobleme	103
Probleme bezüglich Ozonerzeugung	104
Verkoken	105
Wasserstoffvergiftung	106
Kontaminierte Gase	107

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie Fehler behoben und typische Probleme gelöst werden, die bei der Nutzung eines Agilent SCD oder NCD auftreten können.



Lösen von Detektorproblemen

Grundkenntnisse des Detektors erleichtern das Diagnostizieren und Lösen von Detektorproblemen. Lesen Sie die grundlegenden theoretischen Ausführungen zum Detektor in [“Betriebshinweis”](#) auf Seite 41. Beachten Sie bitte auch, dass dieser Abschnitt zur Fehlerbehebung bei Problemen in Verbindung mit einem Detektor bestimmt ist, der vorher einwandfrei funktionierte. Wenn Sie versuchen, eine neue Detektoranwendung zu optimieren, finden Sie in [“Anpassen der Betriebsbedingungen”](#) auf Seite 57 Empfehlungen zur Einstellung von Methodensollwerten, um bessere Ergebnisse zu erzielen.

Viele Symptome können durch mehrere Probleme oder unzureichende chromatografische Technik verursacht werden. Die Analyse von Schwefel- oder Stickstoffverbindungen ist aufgrund der inhärenten Reaktionsfähigkeit und Instabilität der Verbindungen immer sehr schwierig sein. Oft waren Probleme, für die anfangs der Detektor verantwortlich gemacht wurde, entweder auf unzureichende chromatografische Technik oder andere Systemfehler zurückzuführen (z. B. ein Leck an der Säuleneinlassarmatur). Darum besteht der erste Fehlerbehebungsschritt darin, das Problem an GC (Einlass, Injektor oder Säule), Brennerbaugruppe oder Detektor (Ozongenerator, Vakuumpumpe, Fotovervielfacherrohr oder Elektronik) zu isolieren. Bei der Diagnose eines Problems in einem zuvor funktionierenden System sollten zunächst die typischen standardmäßigen Betriebsbedingungen wiederhergestellt werden. Die Reaktion unter diesen Bedingungen kann die Feststellung erleichtern, ob die Methodeneinstellungen das Problem verursachen.

Es hat sich bewährt, das GS-Wartungsprotokoll und die frühzeitige Warnung für Wartungsaufgaben (EMF) für den Detektor zu nutzen. Diese Funktion erleichtert Ihnen, den Detektor in gutem Betriebszustand zu halten, sodass keine Probleme auftreten. Weitere Informationen finden Sie im *GC-Benutzerhandbuch*.

Führen Sie auch ein Wartungsprotokoll, um Detektordruckmessungen und Hintergrundsignal (Unterschied zwischen Ozon „ein“ und Ozon „aus“) zu verfolgen. Wenn sich diese Werte im Laufe der Zeit ändern, kann dies ein Zeichen für notwendige Wartungsmaßnahmen sein.

Im nächsten Abschnitt werden in [Tabelle 11](#) viele bekannte Probleme, ihre wahrscheinlichsten Ursachen und empfehlenswerte Korrekturmaßnahmen aufgelistet.

Fehlerbehebungstabelle

Tabelle 11 Fehlerbehebung bei Detektorproblemen

Problem	Mögliche Ursache	Diagnose	Korrekturmaßnahme
Detektorprobleme			
Keine Reaktion	Kein Ozon	Geringer oder kein Unterschied im Ausgangssignal zwischen Ozon „ein“ und Ozon „aus“.	Siehe "Kein Ozon" .
Kein Ozon	Hochspannungstransformator und/oder Ozongenerator nicht in Betrieb	Auch bei normalem Fluss durch den Ozongenerator kein Unterschied im Ausgangssignal zwischen Ozon „ein“ und Ozon „aus“.	Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
	Ozonzufuhr der Reaktorzelle wird behindert.		Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
Keine Reaktion	Keramik- oder Quarzrohr ist gebrochen.		Keramikrohr austauschen. Siehe "Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)" auf Seite 77 oder "Austauschen des Quarzrohrs (NCD)" auf Seite 80.
Geringe Reaktion	Unzureichende Wasserstoff- und Oxidationsmittelflussraten.	Flussraten prüfen.	Flussraten einstellen.
	Leck im Detektor.		Detektor auf Lecks prüfen und Lecks reparieren. Siehe "Lecks" auf Seite 102.
	Kontaminierte Keramik- oder Quarzrohre.	Falls dort offenbar kein Leck ist, Keramikrohr untersuchen. Kontamination kann aus Säulenbluten, Proben mit flüchtigen Metallkomplexen und großen Injektionen koksbildender Kohlenwasserstoffe resultieren.	Keramikrohr austauschen. Siehe "Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)" auf Seite 77 oder "Austauschen des Quarzrohrs (NCD)" auf Seite 80.
Wandernde Basislinie	Kontamination in einem der Detektorgase.	Unterschied im Ausgangssignal zwischen Ozon „ein“ und Ozon „aus“ prüfen.	Inline-Zufuhrfilter prüfen und ersetzen. Detektorgase wechseln.
	Leck in Oxidationsmittelleitungen.		Detektor auf Lecks prüfen und Lecks reparieren. Siehe "Lecks" auf Seite 102.

Tabelle 11 Fehlerbehebung bei Detektorproblemen

Problem	Mögliche Ursache	Diagnose	Korrekturmaßnahme
	Leck in Wasserstoffzufuhrleitungen.		Detektor auf Lecks prüfen und Lecks reparieren. Siehe "Lecks" auf Seite 102.
Abfallende Peaks mit nicht äquimolarer Reaktion	Schwerwiegende Kontamination von Detektorgasen.	Hohes Hintergrundsignal im Vergleich zu „aus“.	Inline-Zufuhrfilter prüfen und ersetzen. Detektorgase wechseln.
Abfallende Peaks	Schlechte Säulenverbindung.	Säulenposition bei Ein- und Auslass prüfen. An Detektorarmatur auf Farbveränderung der Säule achten, die darauf hinweist, dass sich die Säule in der Verbrennungszone befindet.	Säule neu installieren. Siehe "Anbringen einer Säule am Detektor" auf Seite 74.
	Risse in Rohren.	Druck- und Vakuumbereiche bestätigen. Säulen und Ferrulen untersuchen.	Keramikkrohr austauschen. Siehe "Austauschen des inneren Keramikkrohrs (SCD)" auf Seite 77 oder "Austauschen des Quarzrohrs (NCD)" auf Seite 80.
Thermische Abschaltung des Detektors	Thermoelement offen.		Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
Außergewöhnlich hohe Brenntemperatur.	Risse in Quarz- oder äußerem Keramikkrohr. 1/16-Zoll-Wasserstoff- oder Oxidationsmittelleitung leckt oder ist getrennt.		Keramikkrohr austauschen. Siehe "Austauschen des inneren Keramikkrohrs (SCD)" auf Seite 77 oder "Austauschen des Quarzrohrs (NCD)" auf Seite 80 Verbindung prüfen. Leitung auf Lecks prüfen. Falls die Leitung Risse aufweist, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
	Leck in Brenner.		Detektor auf Lecks prüfen und Lecks reparieren. Siehe "Lecks" auf Seite 102.
Brennerdruck niedriger als erwartet und unzureichende Reaktion.	Risse in innerem Keramikkrohr.		Siehe "Austauschen des inneren Keramikkrohrs (SCD)" auf Seite 77.

Tabelle 12 Fehlerbehebung bei Pumpenproblemen

Problem	Mögliche Ursache	Diagnose	Korrekturmaßnahme
Vakuumpumpenprobleme			
Pumpe startet nicht	Pumpe ausgeschaltet oder Netzkabel nicht angeschlossen.		Pumpenschalter einschalten. Netzkabel der Pumpe prüfen.
Sicherungen brennen beim Start durch.	Emulgiertes Öl.	Öl auf Reinheit prüfen.	Pumpenöl wechseln und Einheit für 10–15-minütigen Betrieb an Wandsteckdose anschließen. Wenden Sie sich für den Austausch durchgebrannter Sicherungen an den Agilent Kundendienst.
Wasser in Pumpe	Risse in Verbindungsfilter.	Milchig-gelbes Öl im Pumpenfenster.	Verbindungsfilter und Pumpenöl wechseln.
Hoher Druck in Reaktionszelle	Ozonzerstörungsfilter verstopft.	Ozonzerstörungsfilter von Vakuumleitung trennen und erneut prüfen, ob erwartete Druckwerte auftreten.	Chemischen Filter wechseln.
	Brenner von Reaktionszelle getrennt.	Verbindungen prüfen.	
	Vakuumpumpe defekt.		
Pumpe verliert Öl mit gurgelndem Geräusch	Ballast offen.	Ölpegel fällt.	Ballast zurücksetzen. Siehe pumpenspezifische Abschnitte.
Hoher Ölpegel in Verbindungsfilter	Verstopfter Ölrücklaufregler.	Keine Bewegung in Rücklaufleitung erkennbar.	Filter wechseln und Regler reinigen.

Statusanzeigen-LED

Mit der Detektorstatusanzeigen-LED bestimmen Sie schnell Status und Bereitschaft des Detektors. Die LED wechselt abhängig vom aktuellen Status des Detektors die Farbe.

- **Grün:** Zeigt an, dass Heizungen, Kühler (NCD), Vakuumpumpe und Ozongenerator mit Strom versorgt werden. Beachten Sie, dass der GC die Detektorelektronik unabhängig von der über den Schalter an der Vorderseite eingestellten Stromversorgung mit Strom versorgt.
- **Gelb:** Zeigt an, dass der Detektor nicht betriebsbereit ist. Die Stromversorgung ist eingeschaltet und verfügbar, doch haben nicht alle Parameter ihre Betriebssollwerte erreicht. Eine Warnung oder sonstige Meldung kann ausgegeben werden. Beachten Sie die GC-Anzeige.
- **Rot:** Weist auf einen Fehler oder einen sonstigen kritischen Zustand hin. Eine Fehlermeldung oder sonstige Meldung kann ausgegeben werden. Beachten Sie die GC-Anzeige. Der Detektor kann erst dann benutzt werden, wenn der Fehlerzustand behoben ist.

Detektormeldungen

Prüfen Sie, ob die GC-Statusanzeige Detektormeldungen anzeigt. Der GC zeigt betriebsabhängige Status- und Fehlermeldungen an und zeichnet Wartungs- und Fehlermeldungen zum Detektor in den GC-Protokolldateien auf. Näheres siehe GC-Benutzerhandbuch.

Lecks

Ozonlecks

WARNUNG

Ozon ist ein gefährliches Gas und ein starkes Oxidationsmittel. Um den Kontakt mit Ozon zu minimieren, sollte das Gerät in einem gut belüfteten Bereich eingesetzt und die Abluft der Vakuumpumpe zu einer Abzugshaube geleitet werden. Der Ozongenerator sollte ausgeschaltet werden, wenn das Gerät nicht in Betrieb ist.

Wenn Sie ein Ozonleck vermuten, schalten Sie den Detektor aus. Das Detektorgehäuse darf nicht geöffnet werden. Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Wasserstofflecks

WARNUNG

Messen Sie nicht den Wasserstoff zusammen mit Luft oder Sauerstoff. Dies kann explosive Gemische erzeugen, die durch die hohe Brenntemperatur entzündet werden können. So vermeiden Sie diese Gefahr: 1. Lassen Sie den Brenner abkühlen, bevor Sie beginnen. 2. Messen Sie Gase immer getrennt.

Überprüfen Sie alle externen Verbindungen auf Lecks. Siehe [“Überprüfen auf Wasserstoff- und Oxidationsmittellecks”](#) auf Seite 103. Überprüfen Sie alle Versorgungsverbindungen zum Detektorgehäuse und zwischen dem Detektorgehäuse und der Brennerbaugruppe. Wenn Sie ein Leck innerhalb des Detektorgehäuses vermuten, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst. Das Detektorgehäuse darf nicht geöffnet werden.

Oxidationsmittellecks

WARNUNG

Sauerstoffreiche Umgebungen können die Verbrennung fördern und sogar bei hohem Druck und Kontakt mit Kontaminierung spontane Verbrennungen auslösen. Verwenden Sie nur sauerstofftaugliche Komponenten und stellen Sie sicher, dass Komponenten sauerstofffrei sind, bevor Sie sie in Verbindung mit reinem Sauerstoff verwenden.

Überprüfen Sie alle Oxidationsmittel-Versorgungsverbindungen zum Detektorgehäuse und zwischen dem Detektorgehäuse und der Brennerbaugruppe. Siehe [“Überprüfen auf Wasserstoff- und Oxidationsmittellecks”](#) auf Seite 103. Wenn Sie ein Leck innerhalb des Detektorgehäuses vermuten, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst. Das Detektorgehäuse darf nicht geöffnet werden.

Überprüfen auf Wasserstoff- und Oxidationsmittellecks

So überprüfen Sie die Wasserstoff- bzw. Oxidationsmittelflusswege auf Lecks:

- 1 Überprüfen Sie alle externen Armaturen auf Lecks. Beheben Sie alle Lecks (Anschlüsse ggf. zuschrauben oder erneut herstellen).
- 2 Wenn Sie weiterhin ein Leck vermuten, stellen Sie die typischen Überprüfungsbedingungen für Durchflüsse her (siehe [Tabelle 14](#) auf Seite 114 für SCD oder [Tabelle 15](#) auf Seite 119 für NCD).
- 3 Behalten Sie diese Bedingungen für einige Minuten bei. Wenn der Detektor diese Flussraten nicht beibehalten kann, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
- 4 Wenn der Detektor diese Flussraten beibehalten konnte, schalten Sie über die GC-Tastatur oder die Steuerungssoftware alle Gasflüsse aus.
- 5 Überwachen Sie die Druckwerte auf dem GC-Display. Drücken Sie [**Front Det**] oder [**Back Det**] oder [**MS/Aux Det**]. Bei ausgeschalteter Vakuumpumpe fällt der Druck in Reaktionszelle auf etwa 0 (null). Der Brennerdruck fällt auf einen erheblich geringeren Wert als der typische Betriebsdruck. Dieser Vorgang nimmt aufgrund der internen Konfiguration der Brennerbaugruppe einige Zeit in Anspruch. Wenn der Brennerdruck weiterhin hoch bleibt oder auf Normaldruck zurückgeht, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Stromversorgungsprobleme

Beachten Sie bei der Behebung von Stromversorgungsproblemen bei SCD bzw. NCD, dass die Stromversorgung von Detektorelektronik und Flussmodulen über den GC erfolgt und mit dem GC-Netzschalter geschaltet wird. Die Stromversorgung von SCD/NCD-Heizungen, NCD-Kühler, Vakuumpumpe und Ozongenerator erfolgt über das Detektorgehäuse und wird mit dem Detektornetzschalter geschaltet.

Kein Strom

Wenn der Detektor offenbar nicht mit Strom versorgt wird – die Vakuumpumpe läuft nicht und die Heizungen schalten sich nicht ein – prüfen Sie Folgendes:

- Prüfen Sie, ob der Netzschalter eingeschaltet ist.
- Prüfen Sie, ob das Netzkabel richtig angeschlossen ist.
- Überprüfen Sie die Stromversorgung in Ihrem Gebäude.

Wenn das Netzkabel richtig angeschlossen ist und der Stromkreis für den Detektor im Gebäude normal funktioniert, wenden Sie sich an Agilent.

Probleme bezüglich Ozonerzeugung

Bevor Sie die Fehlerbehebung am Ozongenerator durchführen, prüfen Sie zuerst, ob die Komponenten des Systems normal funktionieren. Überprüfen Sie beispielsweise die externen Detektoranschlüsse auf Lecks oder in Einlass und Einlass-Säulenarmatur vorliegen, ob die Vakuumpumpe normal funktioniert, ob Einlass und ALS normal funktionieren usw.

Führen Sie die Fehlerbehebung bei der Ozonerzeugung folgendermaßen durch:

- 1 Beachten Sie das Detektorausgangssignal auf der GC-Anzeige.
- 2 Lassen Sie die Vakuumpumpe eingeschaltet und das Ozonzufuhrgas fließen.
- 3 Den Ozongenerator abschalten.
- 4 Beobachten Sie das Detektorausgangssignal.
- 5 Schalten Sie den Ozongenerator ein und prüfen Sie das Detektorausgangssignal erneut.

Ein funktionierender Detektor zeigt in der Regel einen Unterschied im Hintergrundsignal zwischen ein- und abgeschalteter Ozonzufuhrgas-Spannung an. Wenn Sie keine Änderung feststellen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Verkoken

Die Kontaminierung aus manchen Probenmatrizen kann die Empfindlichkeit reduzieren. So könnte z. B. Rohöl, das flüchtige Metallkomplexe enthält, die Keramikrohre kontaminieren. Außerdem lässt die unvollständige Verbrennung bestimmter kohlenwasserstoffhaltiger Verbindungen Koksablagerungen in den Keramikrohren zurück. Koksablagerungen können durch Reduzieren der Wasserstoffflussrate aus dem Brenner entfernt werden.

Wasserstoffvergiftung

Es kann zu einer Wasserstoffvergiftung der SCD-Keramikhöhre kommen, wenn der relative Oxidationsmittelfluss sehr viel niedriger als der Wasserstofffluss ist. Dieser Zustand führt zu einer äußerst schwachen oder gar keiner Reaktion, unabhängig davon, ob er durch ungeeignete Methodensollwerte oder ein Problem mit dem Oxidationsmittelfluss hervorgerufen wurde. Bei Verdacht von Wasserstoffvergiftung:

- Überprüfen Sie, ob ein Gasfluss abgeschaltet wurde, und schalten Sie ihn ggf. wieder ein.
- Überprüfen Sie die Oxidationsmittelzufuhr zur Brennerbaugruppe auf Verstopfungen oder Verengungen.
- Laden Sie eine Überprüfungs- oder sonstige Methode mit ausgewogeneren relativen Flussraten. Falls sich die Reaktion nicht wiederherstellen lässt, tauschen Sie die Keramikhöhre aus.

Falls sich die Reaktion nicht wiederherstellen lässt, tauschen Sie das innere Keramikhöhre aus. Falls sich die Reaktion nicht wiederherstellen lässt, tauschen Sie das äußere Keramikhöhre aus. Die Keramikhöhre können nicht wiederhergestellt werden.

Kontaminierte Gase

Agilent empfiehlt den Einsatz reiner Gase, die die im *Standortvorbereitungshandbuch* beschriebenen Anforderungen erfüllen. Außerdem empfiehlt Agilent dringend den Einsatz hochwertiger Filter, um Kontaminierungen weitestgehend zu vermeiden. Der Einsatz reiner Gase ist wesentlich für optimale Leistung. Andernfalls können sich Schwefel und andere Kontaminationsstoffe aus Gasen in der Säule sammeln, im Laufe der Zeit ausbluten, die Empfindlichkeit der Keramikrohre herabsetzen und zu erhöhten Basislinien führen.

Feuchtigkeit in der Ozongenerator-Zufuhrleitung kann zur Säurenbildung führen oder den Ozongenerator und andere Detektorkomponenten zerstören. Agilent empfiehlt dringend den Einsatz eines hochwertigen Feuchtigkeitsfilters, z. B. des Gasreinigungsfiltersystems, für das Ozonzufuhrgas. Siehe [“Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile”](#) auf Seite 69.



7 Leistungsprüfung

Informationen zur chromatografischen Überprüfung 110

Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung 111

Überprüfen der SCD-Leistung 113

Überprüfen der NCD-Leistung 118

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie Sie prüfen, ob der Detektorbetrieb normal verläuft.



Informationen zur chromatografischen Überprüfung

Die in diesem Abschnitt beschriebenen Tests liefern die grundsätzliche Bestätigung, dass GC und Detektor eine werkseitigen Bedingungen gemäße Leistung bringen. Da jedoch die Detektoren und sonstigen Teile des GC altern, kann sich die Detektorleistung ändern. Die hier vorgelegten Ergebnisse repräsentieren typische Ausgaben unter typischen Betriebsbedingungen und sind keine Spezifikationen.

Die Tests setzen Folgendes voraus:

- Einsatz eines automatischen Flüssigprobengebers. Falls nicht verfügbar, verwenden Sie statt der aufgelisteten Spritze eine geeignete manuelle Spritze.
- Verwenden Sie in den meisten Fällen eine 10- μ L-Spritze. Eine 5- μ L-Spritze ist jedoch ein akzeptabler Ersatz.
- Verwenden Sie Septen und sonstige Teile (Liner, Adapter usw.) wie beschrieben. Wenn Sie andere Teile ersetzen, kann die Leistung abweichen.

Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung

Aufgrund der mit unterschiedlichen Verbrauchsmaterialien verbundenen Abweichungen der chromatografischen Leistung empfiehlt Agilent dringend, die hier aufgelisteten Teile für alle Tests zu verwenden. Agilent empfiehlt außerdem, neue Verbrauchsmaterialien zu installieren, wenn die Qualität der installierten unbekannt ist. So gewährleistet z. B. die Installation eines neuen Liners und Septums, dass sie die Ergebnisse nicht durch Verschmutzungen verfälschen.

Bei Lieferung des GC ab Werk sind diese Verbrauchsmaterialien neu und müssen nicht ersetzt werden..

HINWEIS

Überprüfen Sie bei einem neuen GC den installierten Einlass-Liner. Der mit dem Einlass gelieferte Liner entspricht möglicherweise nicht dem für die Überprüfung empfohlenen Liner.

- 1 Überprüfen Sie die Anzeigen/Datumsangaben auf den Gasventilen. Tauschen Sie abgenutzte Filter aus.
- 2 Installieren Sie neue Verbrauchsmaterialien für den Einlass und bereiten Sie die richtige Injektorspritze (und ggf. Nadel) vor.

Tabelle 13 Empfohlene Teile für die Überprüfung nach Einlasstyp

Empfohlenes Teil für die Überprüfung	Teilenummer
Split/Splitless-Einlass	
Spritze, 10 µL	5181-1267
Einsatz O-Ring	5188-5365
Septum	5183-4757
Einsatz	5190-2295
Goldbeschichtete Einlassdichtung, mit Unterlegscheibe	5188-5367
Multimodus-Einlass	
Spritze, 10 µL	5181-1267
Einsatz O-Ring	5188-5365
Septum	5183-4757
Einsatz	5190-2295

Tabelle 13 Empfohlene Teile für die Überprüfung nach Einlasstyp

Empfohlenes Teil für die Überprüfung	Teilenummer
Kaltaufgabe-Einlass	
Septum	5183-4758
Septummutter	19245-80521
Spritze, 5-µL On-Column	5182-0836
0,32-mm-Nadel für 5-µL-Spritze	5182-0831
7693A ALS: Nadelführungseinsatz, COC	G4513-40529
7683B ALS: Nadelhalterung für 0,25-/0,32-mm-Injektionen	G2913-60977
Einlass, geschmolzenes Siliziumdioxid, 0,32 mm ID	19245-20525

Vorbereiten eines Probenfläschchens

Für die Leistungsprüfung ist eine Injektion von 1 µl erforderlich. Die Überprüfungsstandards für SCD und NCD werden mit 3 Ampullen geliefert.

WARNUNG

Befolgen Sie beim Umgang mit Überprüfungsstandards stets die Sicherheitshinweise auf der Verpackung.

- 1 Öffnen Sie die Probenschachtel.
- 2 Entfernen Sie die Spitze der Überprüfungsprobenampulle.
- 3 Geben Sie den Inhalt in ein 2-ml-ALS-Probenfläschchen und verschließen Sie dieses.

Überprüfen der SCD-Leistung

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Bewertungssäule, DB-1 30 m × 0,32 mm × 1,0 µm (Teilenummer 123-1033)
 - Probe zur SCD-Leistungsbewertung (Überprüfung) (5190-7003): $0,7 \pm 0,002$ mg/L Diethyldisulfid und $1,0 \pm 0,003$ mg/L Tert-Butyldisulfid in Isooktan.
 - Isooktan in Chromatografiequalität
 - 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor
 - 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe
 - Einlass- und Injektorteile (Siehe [“Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung”](#) auf Seite 111.)
- 2 Überprüfen Sie Folgendes:
 - Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas, Luft als Oxidationsmittel und Sauerstoff als Ozonzufuhrgas.
 - Das Haltbarkeitsdatum des Ozonzufuhrgas-Feuchtigkeitsfilters und anderer Filter ist nicht abgelaufen.
 - Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
 - 4-ml-Lösungsmittelfläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.
 - 4-ml-Lösungsmittelfläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-B-Injektorposition eingesetzt.
- 3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe [“Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung”](#) auf Seite 111.
- 4 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Siehe Vorgehensweise im GC-Handbuch *Wartung des GC*.)
 - Heizen Sie die Bewertungssäule mindestens 30 Minuten bei 180 °C aus. (Siehe Vorgehensweise im GC-Handbuch *Wartung des GC*.)
 - Konfigurieren Sie die Säule.

- 5 Prüfen Sie die Basislinienausgabe des Detektors. Die Ausgabe sollte unter 150 pA betragen und relativ stabil sein. Es wird davon ausgegangen, dass sich das System bei einer Säulenofentemperatur von 50 °C ausreichend stabilisiert.

Ein neuer Brenner (oder ein Brenner mit einem neuen Keramikrohr) kann nach dem ersten Entzünden jedoch eine sehr hohe Basislinie ergeben. In diesem Fall sollte die Basislinie allmählich fallen, je nachdem, wie sauber der Brenner ist. Geräusche nehmen mit der Zeit ebenfalls ab. Bei einem ausreichend stabilen System sollte der vom Agilent OpenLAB CDS gemessene Geräuschpegel ungefähr 5 Anzeigeeinheiten oder weniger betragen.

Die Überprüfung kann fortgesetzt werden, bevor sich die Basislinie vollkommen stabilisiert.

- 6 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 14](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 14 SCD-Überprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1 µm (123-1033)
Probe	SCD-Überprüfung 5190-7003
Säulenfluss	3,5 mL/min, Helium
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	250 °C
Mode	Splitless
Spülfluss	80 mL/min
Spülzeit	0,7 Min.
Septumspülung	3 ml/min
Gassparschaltung	Aus
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	250 °C
Spülzeit	0,7 min
Spülfluss	80 mL/min
Septumspülung	3 ml/min

Tabelle 14 SCD-Überprüfungsbedingungen

Gassparschaltung	Aus
Kaltaufgabe-Einlass	
Temperatur	Ofenverfolgung
Septumspülung	15 ml/min
Detektor	
Basistemperatur	280 °C
Brennertemperatur	800 °C
Oberer H ₂ -Fluss	38 mL/min
Unterer H ₂ -Fluss	8 mL/min
Oxidationsmittelfluss	50 mL/min, Luft
O3-Generator	Ein
O3-Generatorfluss	Ein
Vakuumpumpe	Ein
FID-SCD-Tandemeinstellungen	
FID-Temp.	350 °C
FID-Wasserstofffluss	35 mL/min
FID-Luftfluss	500 mL/min
FID-N ₂ -Zusatzgasfluss	20 mL/min
SCD-Oxidationsmittelfluss	0
SCD: Oberer H ₂ -Fluss	40 mL/min
Unterer H ₂ -Fluss	Nicht anwendbar für FID-SCD
Ofen	
Anfangstemperatur	50 °C
Anfangszeit	3,0 min
Rate 1	25 °C/min
Ramp 1-Temp.	160 °C
Ramp 1-Haltezeit	2 min
Nach-Analyse-Temp.	50 °C
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6
Probenspülungsvolumen	8 µL (maximal)

Tabelle 14 SCD-Überprüfungsbedingungen

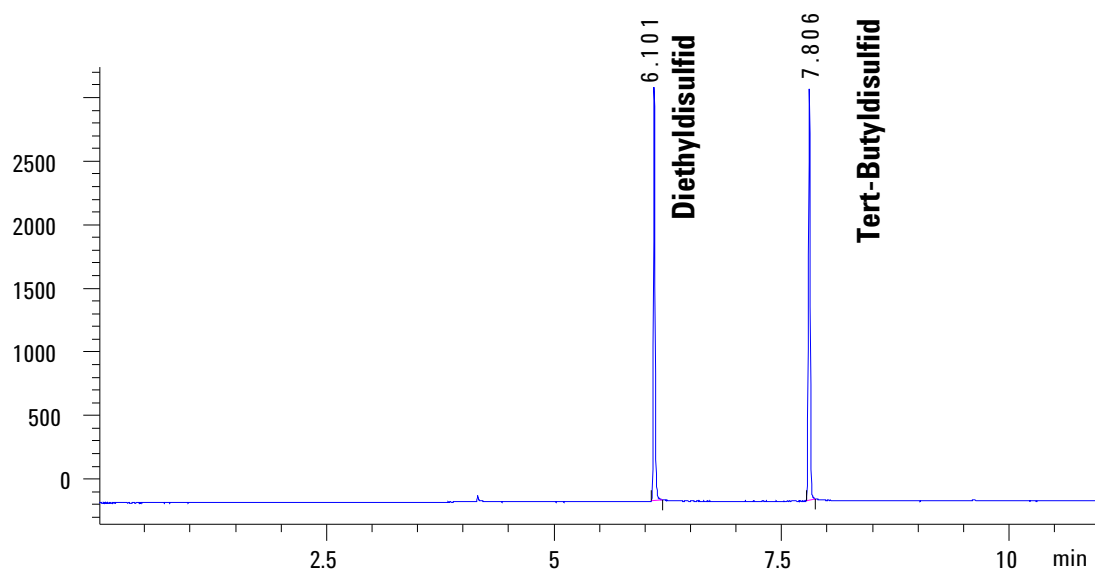
Injektionsvolumen	1 µL
Spritzengröße	10 µL
Lösungsmittel A Vorspülungen	0
Lösungsmittel A Nachspülungen	3
Lösungsmittel A Spülungsvolumen	8 µL (maximal)
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
Lösungsmittel B Nachspülungen	3
Lösungsmittel B Spülungsvolumen	8 µL (maximal)
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0
Viskositätsverzögerung	0
Geschwindigkeit des Aufzugs des Lösungsmittels zur Spülung (7693A)	150
Geschwindigkeit der Abgabe des Lösungsmittels zur Spülung (7693A)	1.500
Geschwindigkeit des Aufzugs der Probe zur Spülung (7693A)	150
Geschwindigkeit der Abgabe der Probe zur Spülung (7693A)	1.500
Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	3.000
Kolbengeschwindigkeit (7683)	Schnell, für alle Einlässe außer COC.
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 µl
Datensystem	
Datenrate	5 Hz (vorderer Detektor, SCD)

- 7 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungsmethode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt. Wenn Sie kein Datensystem verwenden, erstellen Sie eine Probensequenz mithilfe des GC-Tastenfelds.

- 8 Starten Sie die Analyse. Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder drücken Sie **[Start]** am GC. Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):
- Drücken Sie **[Analyse vorbereiten (Prep Run)]**, um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
 - Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** am GC.

Das folgende Chromatogramm zeigt typische Ergebnisse für einen neuen Detektor mit neu installierten Verbrauchsmaterialien. Beachten Sie, dass die Reaktion bei einer Tandem-FID-SCD-Installation aufgrund der reduzierten Probenmenge, die den SCD erreicht, etwa 1/10 der in diesem Beispiel gezeigten Reaktion entspricht.

SCD1 A, Front Signal (C:\CHEM32\2\DATA\XCD-DATA-FEB2015\SCD\EXAMPLE.D)



Überprüfen der NCD-Leistung

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Bewertungssäule, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (Teilenummer 19091J-413)
 - Probe zur NCD-Leistungsbewertung (Überprüfung) (5190-7002): 3-Methylindol 10,0 ± 0,1 mg/L, 9-Methylcarbazol 14,1 ± 0,1 mg/L und Nitrobenzol 9,51 ± 0,05 mg/L in Isooktan.
 - Isooktan in Chromatografiequalität
 - 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor
 - 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe
 - Einlass- und Injektorteile (Siehe [“Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung”](#) auf Seite 111.)
- 2 Überprüfen Sie Folgendes:
 - Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas, Sauerstoff als Oxidationsmittel und Ozonzufuhrgas.
 - Das Haltbarkeitsdatum des Ozonzufuhrgas-Feuchtigkeitsfilters und anderer Filter ist nicht abgelaufen.
 - Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
 - 4-ml-Lösungsmittelfläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.
 - 4-ml-Lösungsmittelfläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-B-Injektorposition eingesetzt.
- 3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe [“Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung”](#) auf Seite 111.
- 4 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Siehe Vorgehensweise im GC-Handbuch *Wartung des GC*.)
 - Heizen Sie die Bewertungssäule mindestens 30 Minuten bei 270 °C aus. (Siehe Vorgehensweise im GC-Handbuch *Wartung des GC*.)
 - Konfigurieren Sie die Säule.

- 5 Prüfen Sie die Basislinienausgabe des Detektors. Die Ausgabe sollte unter 150 pA betragen und relativ stabil sein. Es wird davon ausgegangen, dass sich das System bei einer Säulenofentemperatur von 50 °C ausreichend stabilisiert (eine negative Basislinie kann akzeptabel sein).

Ein neuer Brenner (oder ein Brenner mit einem neuen Quarzrohr) kann nach dem ersten Entzünden jedoch eine sehr hohe Basislinie ergeben. In diesem Fall sollte die Basislinie allmählich fallen, je nachdem, wie sauber der Brenner ist. Geräusche nehmen mit der Zeit ebenfalls ab. Bei einem ausreichend stabilen System sollte der vom Agilent OpenLAB CDS gemessene Geräuschpegel ungefähr 4 Anzeigeeinheiten oder weniger betragen.

Die Überprüfung kann fortgesetzt werden, bevor sich die Basislinie vollkommen stabilisiert.

- 6 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 15](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 15 NCD-Überprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Probe	NCD-Überprüfung 5190-7002
Säulenfluss	2,2 mL/min
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	250 °C
Mode	Splitless
Spülfluss	80 mL/min
Spülzeit	0,8 Min.
Septumspülung	3 ml/min
Gassparschaltung	Aus
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	250 °C
Anfangszeit	0 min
Spülzeit	0,8 min

Tabelle 15 NCD-Überprüfungsbedingungen

Spülfluss	80 mL/min
Septumspülung	3 ml/min
Gassparschaltung	Aus
Kaltaufgabe-Einlass	
Temperatur	Ofenverfolgung
Septumspülung	15 ml/min
Detektor	
Basistemperatur	280 °C
Brennertemperatur	900 °C
Kühlertemperatur	Ein
H ₂ -Fluss	3 mL/min
Oxidationsmittelfluss	8 mL/min, Sauerstoff
O3-Generator	Ein
O3-Generatorfluss	Ein
Vakuumpumpe	Ein
Ofen	
Anfangstemperatur	50 °C
Anfangszeit	3,0 min
Rate 1	25 °C/min
Ramp 1-Temp.	250 °C
Ramp 1-Haltezeit	2 min
Nach-Analyse-Temp.	50 °C
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6
Probenspülungsvolumen	8 µL (maximal)
Injektionsvolumen	1 µL
Spritzengröße	10 µL
Lösungsmittel A Vorspülungen	0
Lösungsmittel A Nachspülungen	3
Lösungsmittel A Spülungsvolumen	8 µL (maximal)
Lösungsmittel B Vorspülungen	0

Tabelle 15 NCD-Überprüfungsbedingungen

Lösungsmittel B Nachspülungen	3
Lösungsmittel B Spülvolumen	8 µL (maximal)
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0
Viskositätsverzögerung	0
Geschwindigkeit des Aufzugs des Lösungsmittels zur Spülung (7693A)	150
Geschwindigkeit der Abgabe des Lösungsmittels zur Spülung (7693A)	1.500
Geschwindigkeit des Aufzugs der Probe zur Spülung (7693A)	150
Geschwindigkeit der Abgabe der Probe zur Spülung (7693A)	1.500
Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	3.000
Kolbengeschwindigkeit (7683)	Schnell, für alle Einlässe außer COC.
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 µl
Datensystem	
Datenrate	5 Hz (vorderer Detektor, NCD)

- 7 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungs-methode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt. Wenn Sie kein Datensystem verwenden, erstellen Sie eine Probensequenz mithilfe des GC-Tastenfelds.
- 8 Starten Sie die Analyse. Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder drücken Sie **[Start]** am GC. Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):
 - a Drücken Sie **[Analyse vorbereiten (Prep Run)]**, um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
 - b Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** am GC.



Agilent Technologies

Das folgende Chromatogramm zeigt typische Ergebnisse für einen neuen Detektor mit neu installierten Verbrauchsmaterialien.

