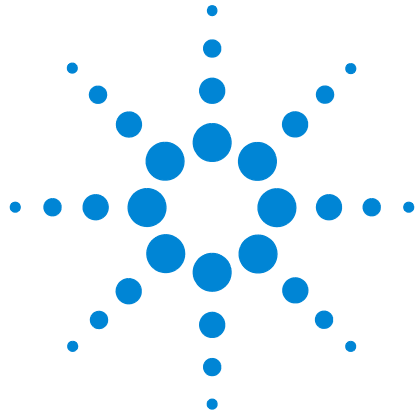




**Agilent 8355 S
Schwefel- und 8255 S
Stickstoff-Chemilumines-
zenz-Detektoren**

Benutzerhandbuch



Agilent Technologies

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2016

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.

G3492-92001

Ausgabe

Erste Ausgabe, Mai 2016

Gedruckt in den USA und 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.

Inhalt

1 Erste Schritte

Handbücher, Informationen und wo Sie sie finden	8
Sicherheitsinformationen	8
GC-Handbücher, Hilfsmittel und Online-Hilfe	8
Benutzeranwendungen	10
Möglichkeiten zur Fortbildung	13
Übersicht zum 8355 S SCD- und 8255 S NCD-Detektoren	14
Übersicht zu Installation und erstem Start	18

2 Systembeschreibung

Spezifikationen	20
8355 S SCD	20
8255 S NCD	20
MDL-Berechnungen	21
Betriebshinweis	22
SCD	22
NCD	23
Beschreibung der Hauptkomponenten	24
Brennerbaugruppe	24
Ozongenerator	26
Reaktionszelle und Fotovervielfacherrohr (PMT)	27
EPC-Module	27
Vakuumpumpe	27
OzonzerstörungsfILTER	27
Ölverbindungsfilter	27
FID-Adapter (optional)	28
NCD-Kühler	28

3 Bedienung des Tastenfelds

Die Detektor-Taste	30
Die Status-Taste	31
Die Info-Taste	32
Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe	33
Tasten zur Methodenspeicherung	34
Laden einer Methode	34

Speichern einer Methode	35
Die Taste „Service Mode“	36
Die Unterstützungstasten	37
Konfiguration	37
Wartungsprotokoll und Systemereignisprotokoll	38

4 Funktionsweise

Einführung	40
Eigenständige Version	40
Einstellen von Parametern	41
Parameter und Bereiche	41
Detektorstabilität und -reaktion	42
Typische Betriebsbedingungen	43
Anpassen der Betriebsbedingungen	44
Starten	45
Abschaltung	46
Fluss- und Drucksensoren	47
Flusssensoren	47
Drucksensoren	47
Auto flow zero konfigurieren	47
Bedingungen für die Nullstellung eines Sensors	48
So stellen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor auf Null	48
Automatische Konfiguration des Detektors	49
Signalausgang	50
Signaltypen	50
Wert	51
Analogsignale	51
Methoden	53
Laden einer Methode	53
Speichern einer Methode	53
Ressourcenschutz	54
Zeitplan	54
Sleep-Methoden	54
So stellen Sie den Detektor für den Ressourcenschutz ein	55

5 Wartung

Wartungsplan	60
Verfolgung der Detektorempfindlichkeit	61
Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile	62
Explosionsansicht von Teilen für den SCD	64
Explosionsansicht von Teilen für den NCD	65
Detektorwartungsmethode	66
Anbringen einer Säule am Detektor	67
Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)	70
Austauschen des Quarzrohrs (NCD)	73
Prüfen des Vakuumpumpenöls	77
Hinzufügen von Vakuumpumpenöl	78
Austauschen des Vakuumpumpenöls	80
Austauschen des Ozonfilters	82
Austauschen des Ölnebelfilters	83
Außenreinigung des Detektors	84
Kalibrieren der Fluss- und Drucksensoren	85

6 Fehlerbehebung

Lösen von Detektorproblemen	88
Fehlerbehebungstabelle	89
Statusanzeigen-LED	92
Detektormeldungen	93
Lecks	94
Ozonlecks	94
Wasserstofflecks	94
Oxidationsmittellecks	95
Überprüfen auf Wasserstoff- und Oxidationsmittellecks	95
Stromversorgungsprobleme	96
Kein Strom	96
Probleme bezüglich Ozonerzeugung	97
Verkoken	98
Wasserstoffvergiftung	99

Kontaminierte Gase 100

7 Leistungsprüfung

Informationen zur chromatografischen Überprüfung 102

Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung 103

Vorbereiten eines Probenfläschchens 104

Überprüfen der SCD-Leistung 105

Überprüfen der NCD-Leistung 111



1

Erste Schritte

Handbücher, Informationen und wo Sie sie finden	8
Übersicht zum 8355 S SCD- und 8255 S NCD-Detektoren	14
Übersicht zu Installation und erstem Start	18

Dieses Kapitel dient als Einführung zum Agilent 8355 Schwefel-Chemilumineszenz-Detektor (SCD) sowie Agilent 8255 S 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) beschrieben. Außerdem finden Sie in diesem Handbuch Betriebsempfehlungen, Wartungsverfahren und Fehlerbehebungsmaßnahmen. Installationsanweisungen finden Sie unter „Übersicht zu Installation und erstem Start“ auf Seite 18. Wie Sie den Installationsstandort für einen neuen SCD oder NCD vorbereiten, erfahren Sie im Agilent *Standortvorbereitungshandbuch*.

Außerdem bietet Agilent Ihnen weitere Handbücher, Anpassungsinformationen und Hilfesysteme zum Selbststudium zur aktuellen Version der GCs. 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.

Sicherheitsinformationen

Bevor Sie beginnen, lesen Sie bitte die wichtigen Sicherheits- und Ausführungsinformation im *Agilent-Handbuch zu Sicherheits- und Ausführungsinformationen für die Chemilumineszenz-Detektoren 8355, 8355 S, 8255 und 8255 S*.

GC-Handbücher, Hilfsmittel und Online-Hilfe

Agilent bietet für die aktuellen GC-Systeme mehrere Schulungsprodukte zu Installation, Betrieb, Wartung und Fehlerbehebung an. Diese Handbücher finden Sie auf den DVDs *Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools*, die im Lieferumfang Ihres GCs enthalten sind.

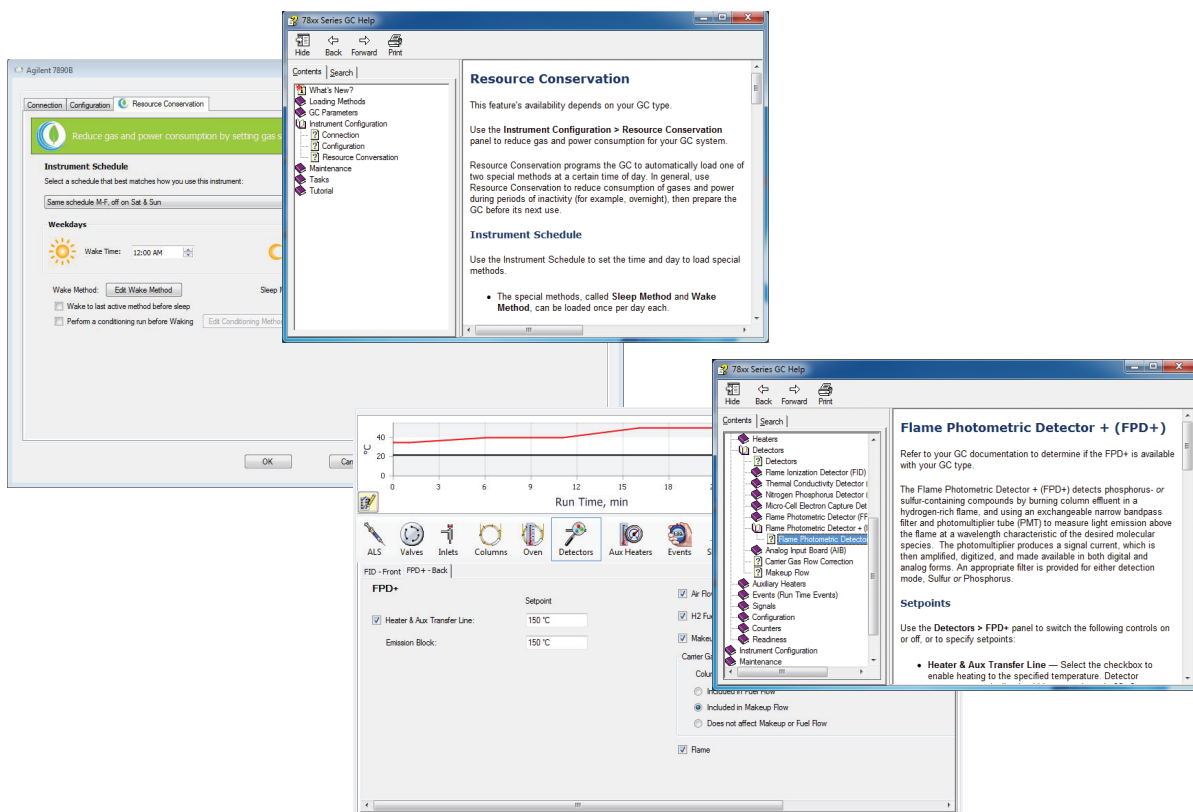
Für deutlich verbesserte Benutzerfreundlichkeit installieren Sie Ihre Handbücher, da Sie die gewünschten Handbücher in einer Sprache Ihrer Wahl installieren können. Installation von HTML- und PDF-Versionen möglich.



Online-Hilfe

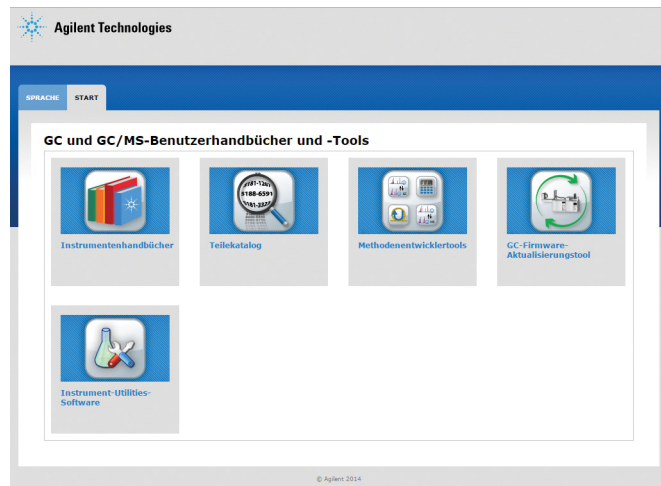
Zusätzlich zu Hardwarehandbüchern umfasst Ihr GC-Datensystem auch ein detailliertes Onlinehilfesystem mit ausführlichen Informationen, häufigen Aufgaben und Videoanleitungen zur Verwendung der Software.

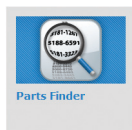
1 Erste Schritte



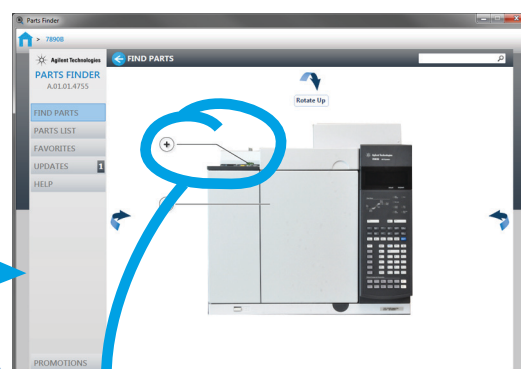
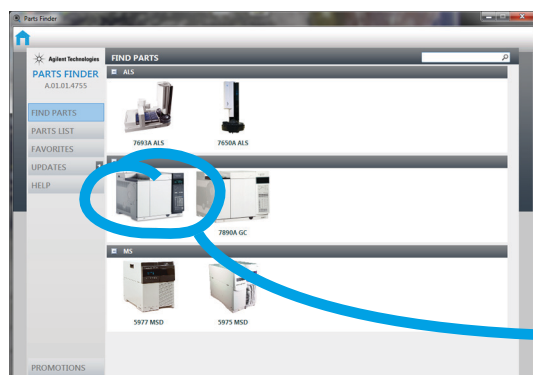
Benutzeranwendungen

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.

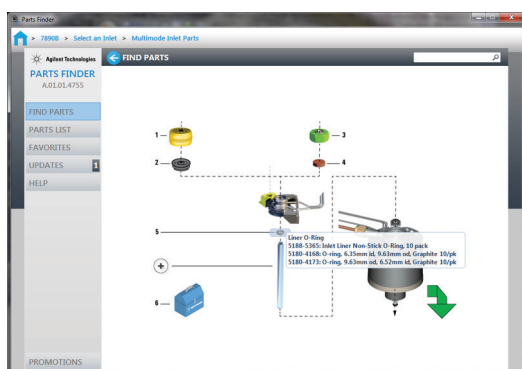
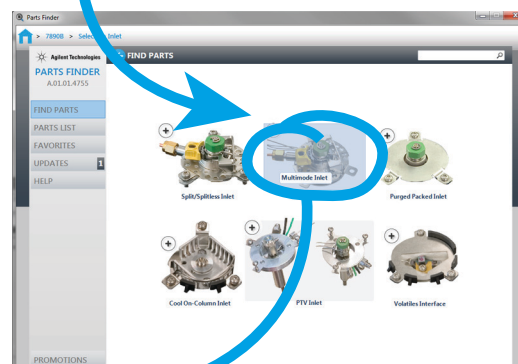




Installieren Sie den Parts Finder, um schnell durch Klicken auf Bilder des Geräts Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien zu finden.



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.



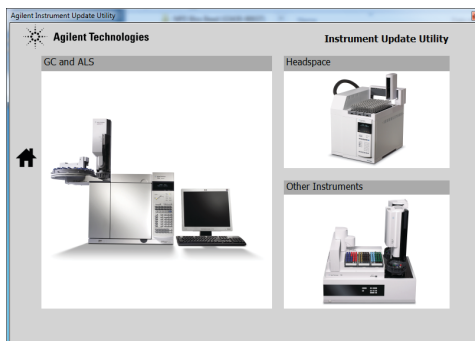
Der Parts Finder spart nicht nur Zeit beim Bestellen von Teilen, sondern aktualisiert sich auch selbst über das Internet, sodass Sie stets für sämtliche Geräte auf die aktuelle Teileliste zugreifen können.

1 Erste Schritte



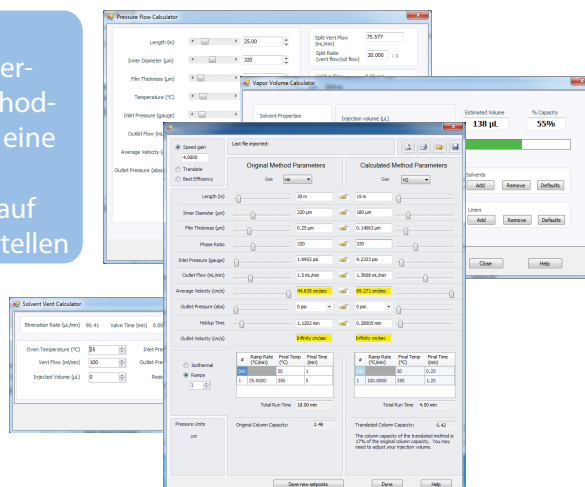
GC Firmware Update Tool

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



Method Developer Tools

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:

Hinweise zu Kursdetails und Fortbildungsmöglichkeiten erhalten Sie unter <http://www.agilent.com/chem/education> oder telefonisch von Ihrem Agilent Vertriebsbeauftragten vor Ort.

Übersicht zum 8355 S SCD- und 8255 S NCD-Detektoren

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

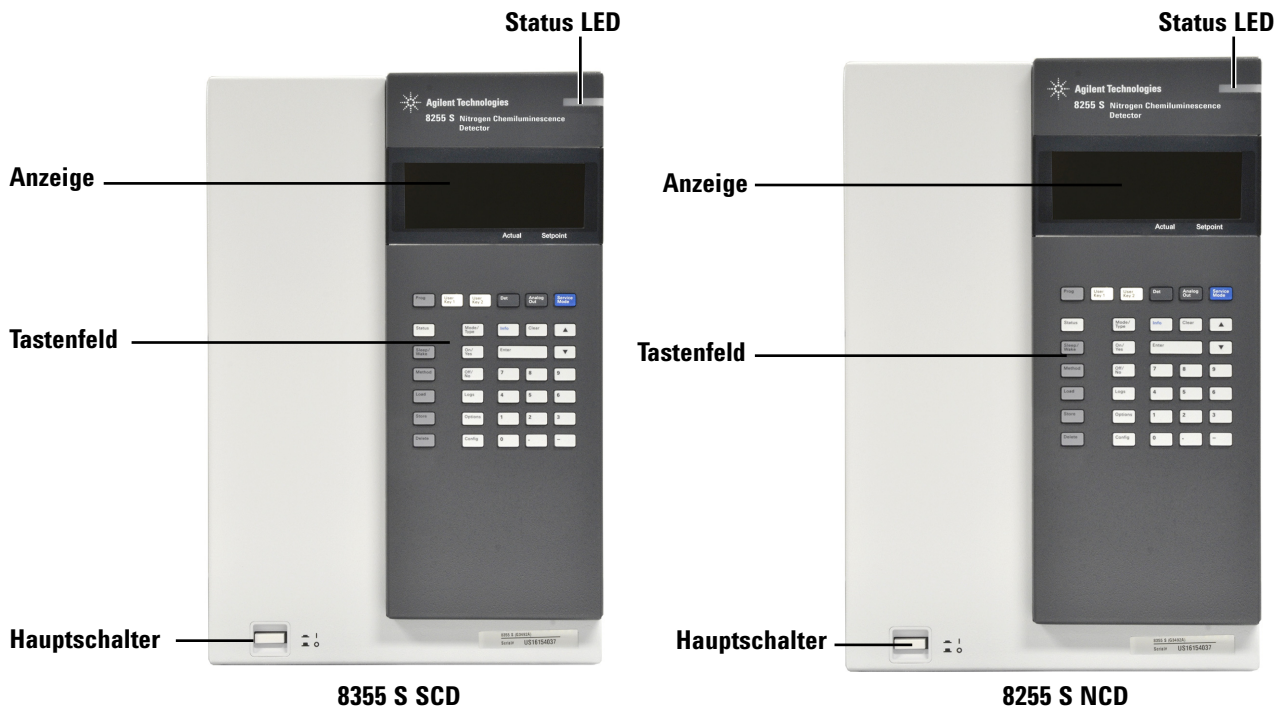


Abb. 1 Vorderansicht, Standalone-Detektoren (SCD und NCD)

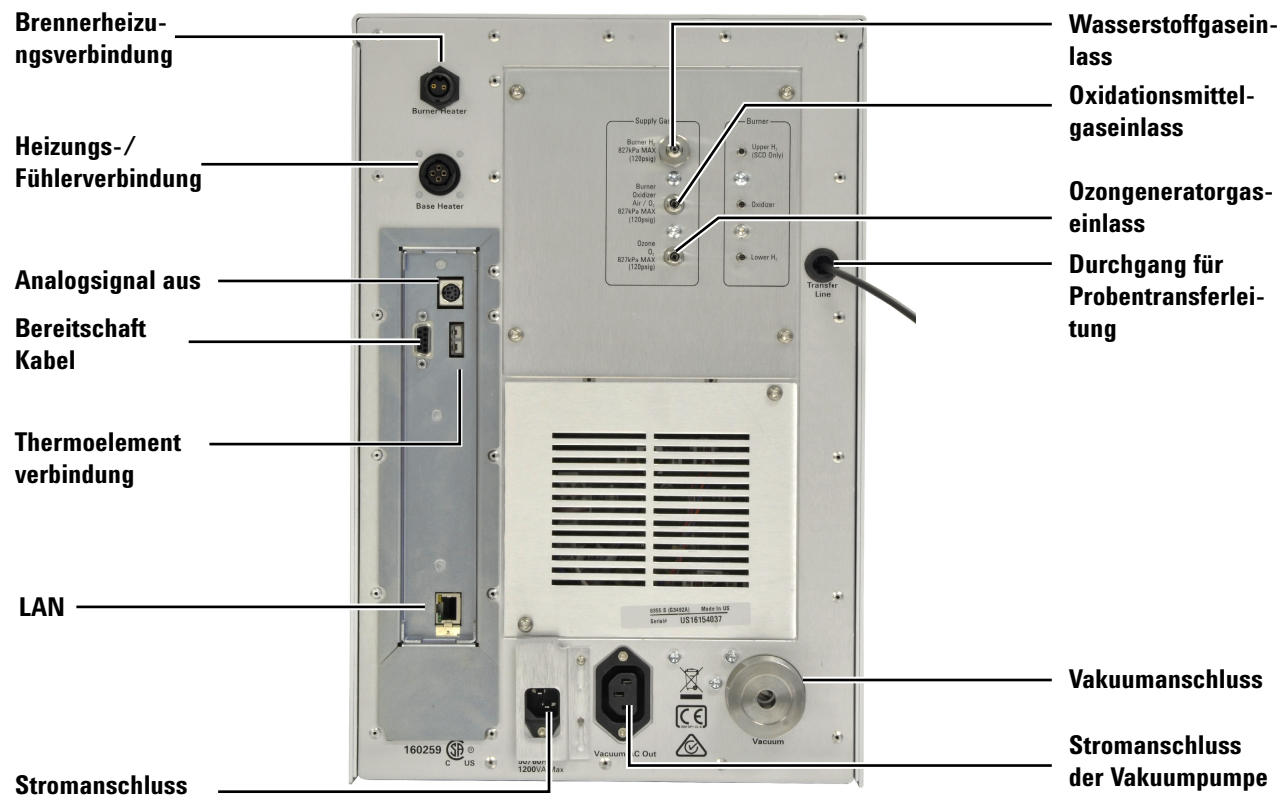


Abb. 2 Rückansicht des Standalone-Detektors

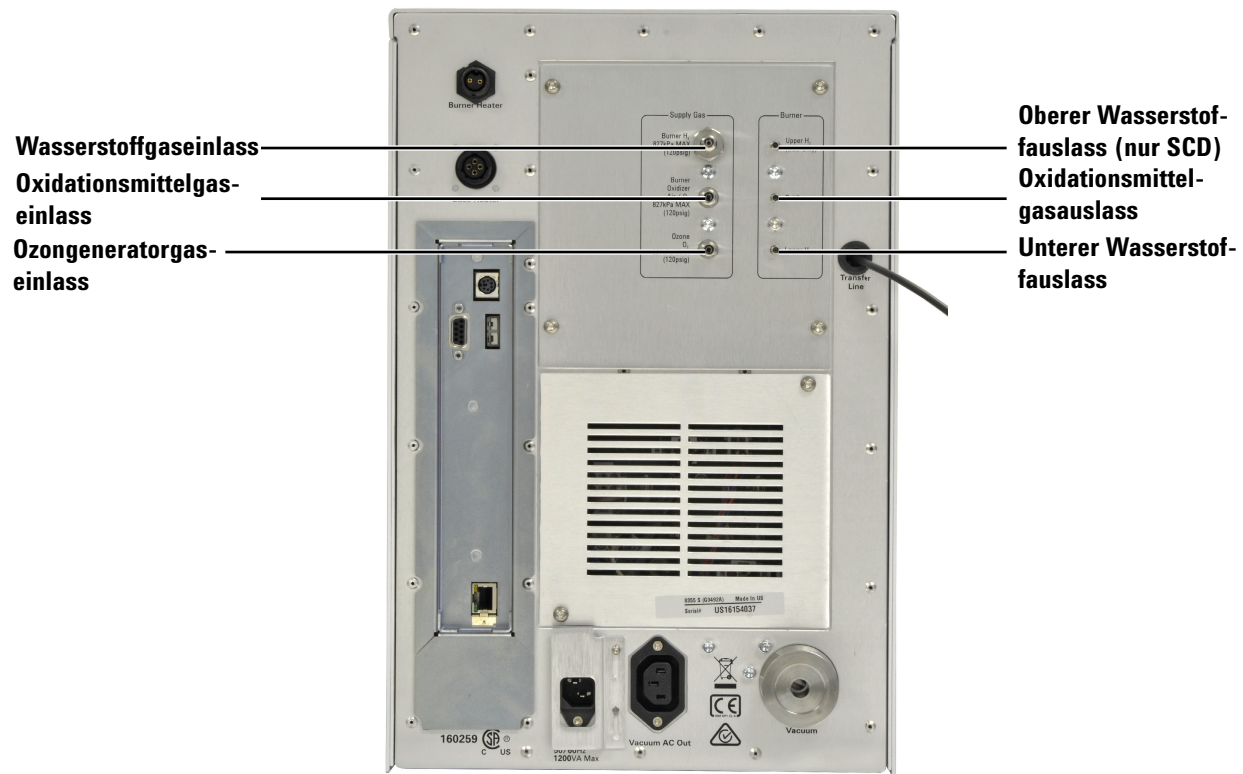


Abb. 3 Gasanschlüsse des Standalone-Detektors

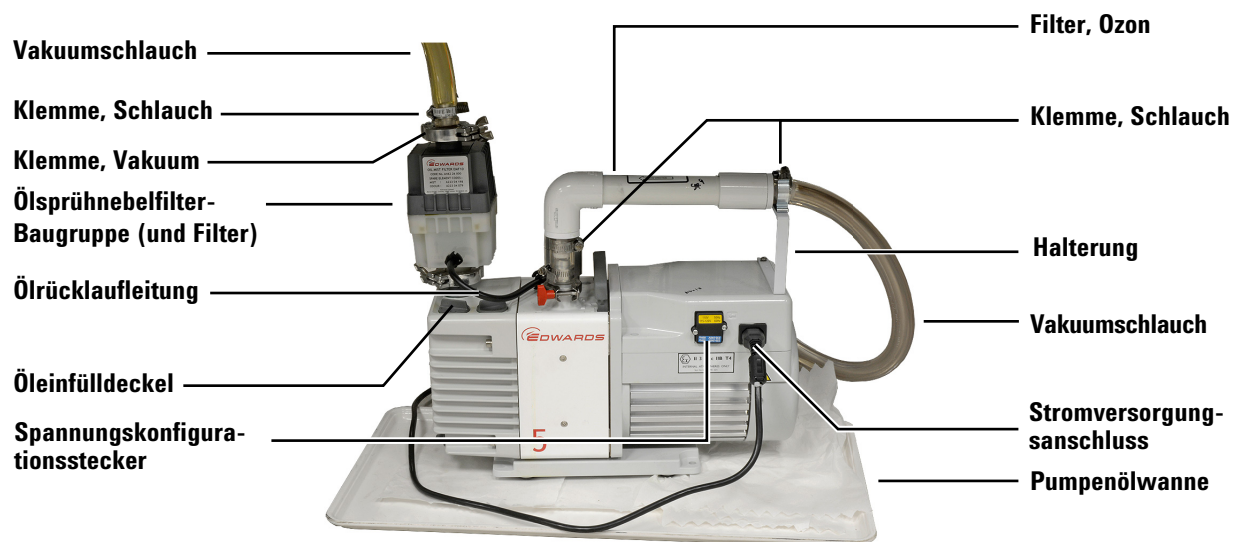


Abb. 4 RV5-Vakuumpumpe

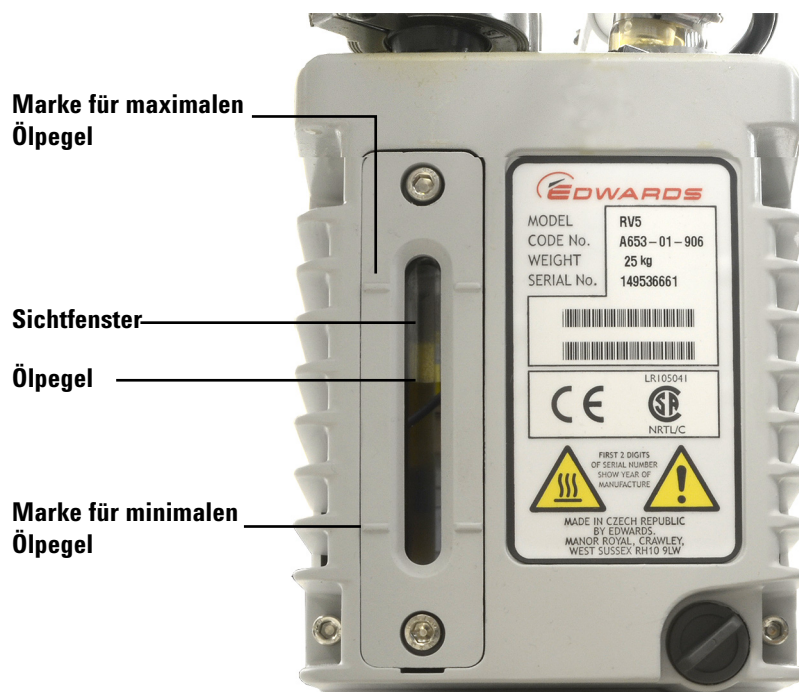
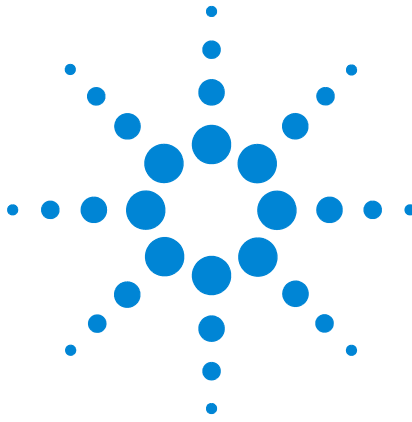


Abb. 5 Ölsichtfenster der RV5-Vakuumpumpe

Übersicht zu Installation und erstem Start

Unten finden Sie eine Übersicht des Installationsprozesses. Die Installation und Wartung des Detektors darf nur durch ausgebildetes Wartungspersonal von Agilent durchgeführt werden.

- 1** Positionieren Sie den Detektor auf dem Labortisch. Entfernen Sie die Schutzkappen.
- 2** Bereiten Sie die Detektormontageposition vor.
- 3** Packen Sie die Vakuumpumpe aus. Entfernen Sie die Stopfen. Installieren Sie Ölverbindungsfilter und Ballast.
- 4** Installieren Sie die Vakuumpumpe.
- 5** Bereiten Sie den Detektor vor.
- 6** Stellen Sie den GC-Ofen, den Einlass und andere beheizte Zonen auf eine Temperatur ein, die eine gefahrlose Berührung ermöglicht (< 40 °C). Schalten Sie den GC aus.
- 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** Schalten Sie den Detektor ein.
- 16** Konfigurieren Sie den Detektor.
- 17** Erstellen Sie eine Überprüfungs-methode und prüfen Sie die Leistung.



2 Systembeschreibung

Spezifikationen	20
Betriebshinweis	22
Beschreibung der Hauptkomponenten	24

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



Spezifikationen

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

8355 S 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 S 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 900 °C ab Umgebungstemperatur	10 min

MDL-Berechnungen

Die MDL-Spezifikationen werden mithilfe des Agilent-Überprüfungsstandards für SCD oder NCD definiert.

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.

Betriebshinweis

Die SCD und NCD 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 bei einem Druck von etwa 4-7 Torr. Diese Hochenergiespezies kehren mittels Chemilumineszenz zum Ausgangsstatus zurück. Das abgegebene Licht wird gefiltert und dann von einem PMT erfasst. Das erzeugte 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:

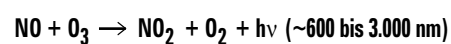
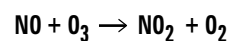
Schwefelverbindung (Analyt) → SO + H₂O + andere Produkte

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.

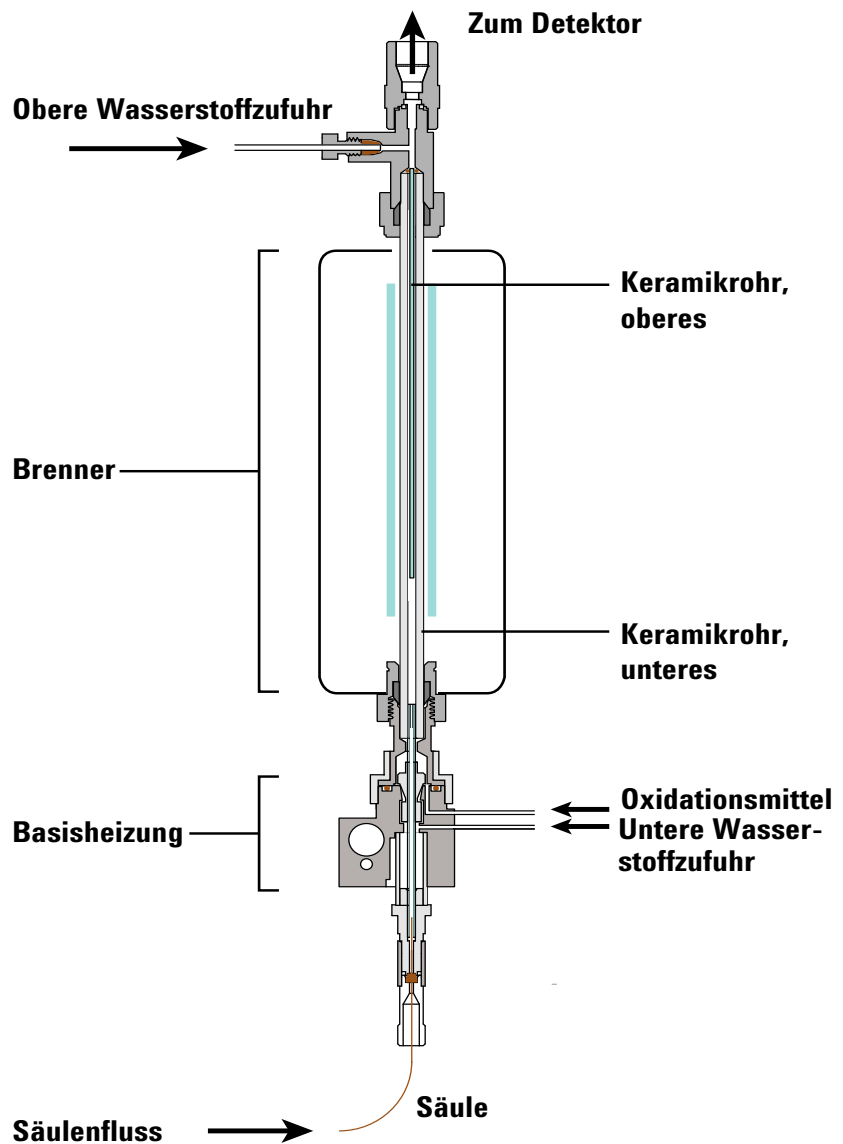


Abb. 6 SCD-Flüsse

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.

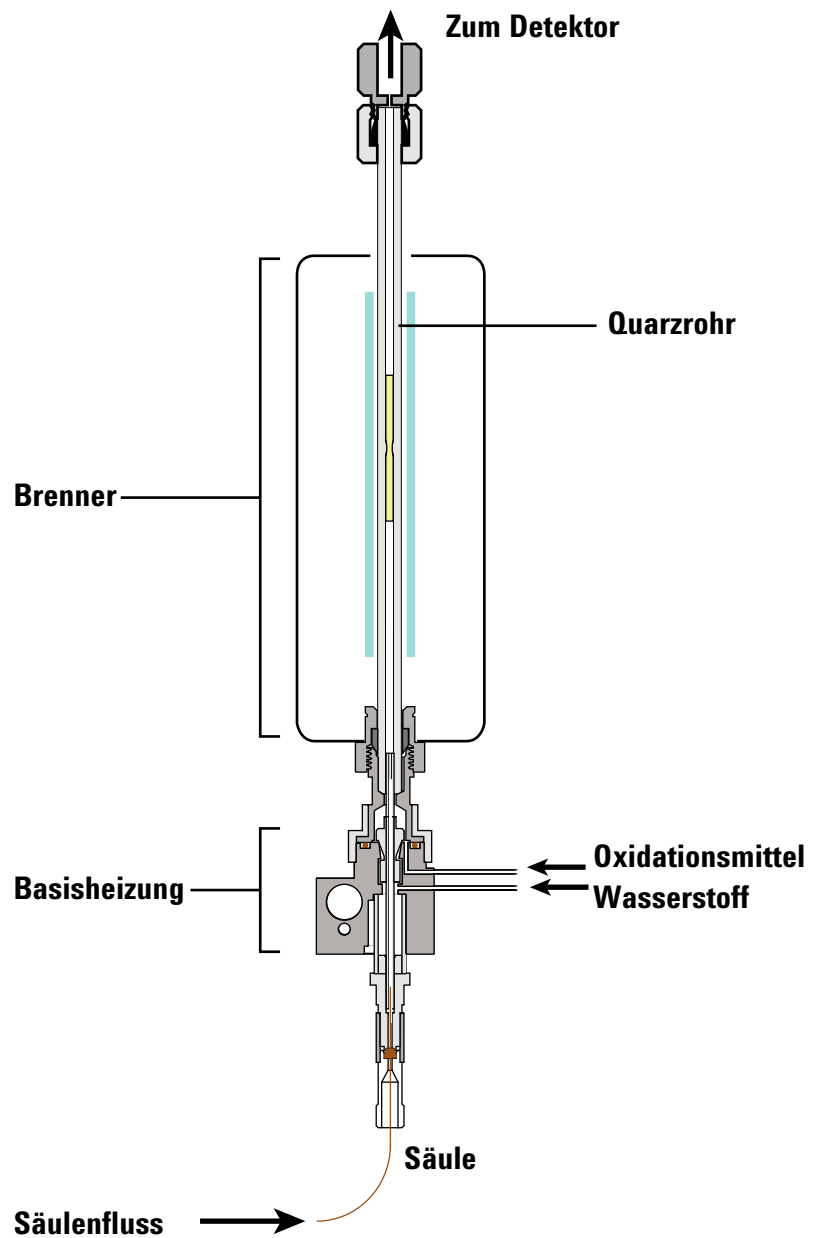


Abb. 7 NCD-Flüsse

Ozongenerator

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

Der Detektor reguliert den Druck der Ozongaszufuhr, um einen gleichbleibenden Fluss vom Ozongenerator zu sichern.

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 Stickstoffeffassung 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 seinen Sollwert gekühlt hat.



3 Bedienung des Tastenfelds

Die Detektor-Taste	30
Die Status-Taste	31
Die Info-Taste	32
Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe	33
Tasten zur Methodenspeicherung	34
Die Taste „Service Mode“	36
Die Unterstützungstasten	37

In diesem Abschnitt wird die grundlegende Bedienung des Tastenfeldes am Agilent 8355 S SCD- und 8255 S NCD-Detektoren beschrieben.



Die Detektor-Taste

Diese Tasten dienen der Einstellung von Parametern wie Temperatur, Druck und Durchfluss sowie von anderen Betriebsparametern für den Detektor.

Um die aktuellen Einstellen anzuzeigen, drücken Sie [**Det**] oder [**Analog Out**]. Es können mehr als drei Informationszeilen verfügbar sein. Verwenden Sie die Navigationstasten, um ggf. zusätzliche Zeilen sehen zu können.

Um Einstellungen zu verändern, gehen Sie in die entsprechende Zeile, geben die Änderung ein und drücken [**Enter**].

Eine kontextabhängige Hilfe wird angezeigt, wenn Sie [**Info**] drücken. Wenn Sie beispielsweise die Taste [**Info**] bei der Eingabe eines Sollwerts drücken, könnte die angezeigte Hilfsnachricht lauten: Geben Sie einen Wert zwischen 0 und 350 ein.

[**Det**] Steuert die Betriebsbedingungen der Detektoren.

[**Analog Out**] Steuert den Bereich Abschwächung und Nullpunktverschiebung.



Die Status-Taste

Zeigt Informationen wie „**Bereit**“, „**Nicht bereit**“ und „**Fehler**“.

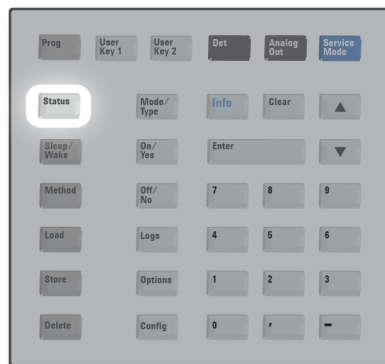
Die Reihenfolge, in der die Punkte im scrollbaren Anzeigefenster für [**Status**] angezeigt werden, kann verändert werden. Sie können z.B. die Punkte, die Sie am häufigsten überprüfen, in den obersten drei Zeilen anzeigen lassen, so dass Sie nicht herunterrollen müssen, um sie angezeigt zu bekommen. So verändern Sie die Reihenfolge der Anzeige **Status**:

Drücken Sie [**Config**]. Scrollen Sie zu **Status** und drücken Sie [**Enter**].

Scrollen Sie zu dem Sollwert, den Sie zuerst anzeigen lassen möchten, und drücken Sie [**Enter**]. Dieser Sollwert erscheint jetzt ganz oben in der Liste.

Scrollen Sie zu dem Sollwert, den Sie als zweiten anzeigen lassen möchten, und drücken Sie [**Enter**]. Dieser Sollwert erscheint jetzt als zweiter Eintrag in der Liste.

Fahren Sie so fort, bis sich die Liste in der für Sie erforderlichen Reihenfolge befindet.



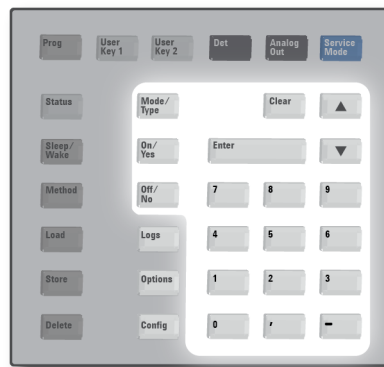
Die Info-Taste

Bietet Hilfestellung für den aktuell gezeigten Parameter. In anderen Fällen zeigt die Taste **[Info]** Definitionen oder auszuführende Tätigkeiten an.



Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe

[Mode/Type]	Gibt Zugang zu einer Liste möglicher Parameter, die zu den nicht-numerischen Einstellungen einer Komponente gehören.
[Clear]	Löscht einen falsch eingegebenen Sollwert, bevor die Taste [Enter] gedrückt wird. Mit dieser Funktion können Sie zur obersten Zeile einer mehrzeiligen Anzeige gelangen, zu einer vorherigen Anzeige zurückkehren, eine Funktion während einer Methode löschen sowie das Laden und Speichern von Methoden abbrechen.
[Enter]	Übernimmt eingegebene Änderungen oder wählt einen alternativen Modus.
 	Ermöglichen das zeilenweise Scrollen nach oben und unten in einer Anzeige. Das Zeichen < in der Anzeige kennzeichnet die aktive Zeile.
Numerische Tasten	Werden zur Eingabe der Einstellungen für die Methodenparameter verwendet. (Drücken Sie [Enter] , wenn Sie alle Änderungen akzeptiert haben.)
[On/Yes] [Off/No]	Diese Tasten werden verwendet, um Parameter wie Einschalten der Pumpe und Hochspannung ein einzustellen.



Tasten zur Methodenspeicherung

Mit diesen Tasten können Sie Methoden lokal auf Ihrem Detektor laden und speichern. Die Tasten können nicht dafür verwendet werden, auf Methoden zuzugreifen, die von Ihrem Agilent Datensystem gespeichert wurden.

[Load]	Werden zusammen verwendet, um Methoden auf Ihrem
[Method]	Detektor zu laden und zu speichern.
[Store]	Betätigen Sie beispielsweise zum Laden einer Methode die Tasten [Load] [Method] und wählen Sie eine Methode aus der auf Ihrem GC gespeicherten Liste aus.
[Delete]	Löscht Methoden.
[Sleep/Wake]	Der Detektor speichert einen Zeitplan basierend auf der integrierten Uhr sowie zwei spezielle Methoden namens SLEEP und WAKE. Weitere Informationen finden Sie unter „Ressourcenschutz“ auf Seite 54.



Laden einer Methode

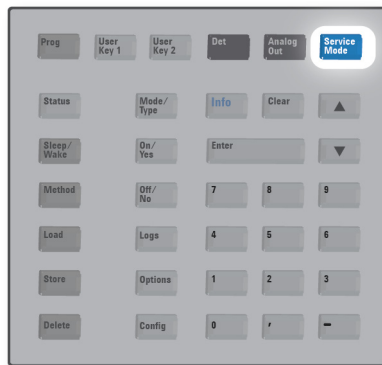
- 1 Drücken Sie **[Load]**.
- 2 Drücken Sie **[Method]**.
- 3 Geben Sie die Zahl der zu ladenden Methode ein.
- 4 Drücken Sie **[On/Yes]**, um die Methode zu laden und die aktive Methode zu ersetzen. Alternativ drücken Sie **[Off/No]**, um zur Liste der gespeicherten Methoden zurückzukehren, ohne die Methode zu laden.

Speichern einer Methode

- 1 Stellen Sie sicher, dass die korrekten Parameter eingestellt sind.
- 2 Drücken Sie [**Method**].
- 3 Scrollen Sie bis zur abzuspeichernden Methode, dann drücken Sie [**Enter**].
- 4 Drücken Sie [**On/Yes**], um die Methode zu speichern und die aktive Methode zu ersetzen. Alternativ drücken Sie [**Off/No**], um zur Liste der gespeicherten Methoden zurückzukehren, ohne die Methode zu speichern.

Die Taste „Service Mode“

Wird für die Einstellung einer frühen Wartungsrückmeldung und zum Zugriff auf Einlasslecktests für ausgewählte Einlasstypen verwendet. Über diese Taste kann auf Einstellungen zugegriffen werden, die für Wartungspersonal gedacht sind. Da diese erweiterten Einstellungen bei falscher Verwendung Probleme verursachen können, sollten Sie die Service-Einstellungen nicht aufrufen, wenn Sie nicht explizite Anweisungen zu deren Verwendung erhalten. Wird verwendet, um auf Wartungsfunktionen und Einstellungen, auf Servicezähler und Diagnosefunktionen für den GC zuzugreifen.



Um die Ozon-Flussrate anzuzeigen, drücken Sie [**Service Mode**]. Scrollen Sie zu **Diagnostics**, drücken Sie [**Enter**] und wählen Sie dann **Diag 03 Generator**.

Die Unterstützungstasten

Sie können über die Tastatur auf drei Protokolle zugreifen: Analyselaufprotokoll, Wartungsprotokoll und Systemereignisprotokoll.

[Logs] Greifen Sie auf das Wartungsprotokoll und das Systemereignisprotokoll zu. Die in diesen Protokollen enthaltenen Informationen können zur Unterstützung der GLP-Standards (Good Laboratory Practices) eingesetzt werden.

[Options] Ruft die Setup-Optionen für die Geräteparameter zur Kalibrierung und Kommunikation sowie das Display auf. Scrollen Sie zur gewünschten Zeile und drücken Sie auf **[Enter]**, um auf die zugehörigen Einträge zuzugreifen.

[Config] Greift für Konfigurationseinstellungen und Zeiteinstellungen auf den Detektor zu.

[Prog] Zur Programmierung einer Tastenfolge, die oft für bestimmte Abläufe genutzt wird. Drücken Sie **[Prog]** **[User Key 1]** oder **[Prog]** **[User Key 2]**, um eine Abfolge von bis zu 21 Tasten als Makro aufzuzeichnen.



Konfiguration

Bereitschaft ignorieren=

Um die Bereitschaft eines Elements zu ignorieren, drücken Sie **[Config]** und scrollen Sie zu **Detector** und drücken Sie dann **[Enter]**. Scrollen Sie zu **Ignore Ready** und drücken Sie **[On/Yes]**, um den Wert **True** festzulegen.

Einstellen von Datum und Uhrzeit

- 1 Drücken Sie [**Config**], scrollen Sie zu [**Time**] und drücken Sie [**Enter**].
- 2 Wählen Sie **Time zone (hhmm)** und geben Sie die Differenz der Ortszeit von der GMT im 24-Stunden-Format ein.
- 3 Wählen Sie **Time (hhmm)** und geben Sie die Ortszeit ein.
- 4 Wählen Sie **Date (ddmmyy)** und geben Sie das Datum ein.

Wartungsprotokoll und Systemereignisprotokoll

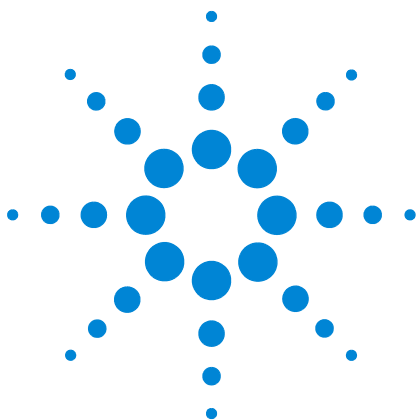
Sie können über die Tastatur auf zwei Protokolle zugreifen: Wartungsprotokoll und Systemereignisprotokoll. Zum Aufrufen der Protokolle drücken Sie [**Logs**], dann scrollen Sie auf das gewünschte Protokoll und drücken [**Enter**]. In der Anzeige sehen Sie die Anzahl an Einträgen, die im Protokoll vorhanden sind. Scrollen Sie durch die Liste.

Wartungsprotokolle

Das Wartungsprotokoll enthält die vom System erzeugten Einträge, wenn einer der benutzerdefinierten Komponentenzähler eine überwachte Grenze erreicht. Der Protokolleintrag enthält eine Beschreibung des Zählers, des aktuellen Werts, der überwachten Grenzen sowie Informationen darüber, welche Grenzen erreicht wurden. Darüber hinaus wird jede Benutzeraufgabe, die mit dem Zähler in Verbindung steht, im Protokoll aufgezeichnet. Dazu gehören das Zurücksetzen, das Aktivieren oder Deaktivieren der Überwachung sowie das Ändern von Grenzen oder Einheiten (Zyklen oder Dauer).

Systemereignisprotokoll

Das Systemereignisprotokoll zeichnet wichtige Ereignisse während des Detektor-Betriebs auf. Einige der Ereignisse sind zusätzlich im Analyselaufprotokoll vorhanden, wenn sie während eines Analyselaufs aktuell sind.



4 Funktionsweise

Einführung	40
Einstellen von Parametern	41
Detektorstabilität und -reaktion	42
Typische Betriebsbedingungen	43
Anpassen der Betriebsbedingungen	44
Starten	45
Abschaltung	46
Fluss- und Drucksensoren	47
Automatische Konfiguration des Detektors	49
Signalausgang	50
Methoden	53
Ressourcenschutz	54

In diesem Kapitel wird die Verwendung von 8355 S SCD und 8255 S NCD beschrieben. Dieses Kapitel setzt voraus, dass Sie mit der Tastatur und dem Display des Detektors vertraut sind. Weitere Informationen finden Sie in der Onlinehilfe des Datensystems sowie in der auf den Agilent DVDs *GC and GC/MS User Manuals and Tools* verfügbaren Gerätedokumentation.



Einführung

Eigenständige Version

Um auf die Betriebsparameter zuzugreifen, verwenden Sie die Fronttastatur auf dem 8355 S SCD- oder dem 8255 S NCD-Detektor. Die Einstellungen und Informationen auf der Tastatur des Detektors umfassen:

- Einstellungen für Temperaturen, Flüsse und Gastypen
- Sequenzintegration
- Methodenspeicherung

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 44

Parameter und Bereiche

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

Tabelle 1 Parameter und Bereiche für 8355 S SCD und 8255 S NCD

Parameter	Bereich, SCD	Bereich, FIC-SCD	Bereich, NCD
Methode			
Basistemperatur	125 – 400 °C	125 – 400 °C	125 – 400 °C
Brennertemperatur	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C
Kühlertemperatur (nur NCD)*			Ein/Aus
Unterer Wasserstofffluss	5 – 25 ml/min	–	1 – 25 ml/min
Oberer Wasserstofffluss (nur SCD)	25 – 100 ml/min	25 – 100 ml/min	–
Oxidationsmittelfluss	25 – 150 ml/min	5 – 100 ml/min	4 – 80 ml/min
O3-Generatorfluss	Ein/Aus	Ein/Aus	Ein/Aus
O3-Generatorstrom	Ein/Aus	Ein/Aus	Ein/Aus
Vakuumpumpe	Ein/Aus	Ein/Aus	Ein/Aus

* 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 28.

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 2](#) 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 2 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 -Generatorstrom	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 Überprüfungsmethoden 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 1](#) auf Seite 41 werden die von der Detektor-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 99.

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 Detektor die Vakuumpumpe ein, sodass Oxidationsmittel fließt, und aktiviert auch alle anderen Parameter mit Ausnahme des Wasserstoffflusses. Der Detektor 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 Detektor 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 Detektor-Bedienfeld **[Det]**.
- 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 Ozongeneratorzufuhrgas-Fluss ein und schalten Sie ihn ein.
- 10 Schalten Sie den Ozongenerator ein.

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

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 auf der Detektor-Tastatur [**Det**].
- 2 Schalten Sie den Ozongenerator ab.
- 3 Schalten Sie den Ozongeneratorzufuhrgas-Fluss ab.
- 4 Beide Wasserstoffflüsse abschalten.
- 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 Detektor den Betrieb der Vakuumpumpe und den Oxidationsmittelfluss bei, bis nach Abschalten des Wasserstoffflusses etwa 100 ml des Oxidationsmittelgases 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 Detektors können gefährlich heiß sein. Schalten Sie zur Wartung des Detektors alle beheizten Zonen aus und warten Sie, bis sie eine berührungssichere Temperatur erreicht haben, bevor Sie den GC und den Detektor ausschalten.

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

Fluss- und Drucksensoren

Die EPC-Gassteuerungsmodule enthalten Fluss- und/oder Drucksensoren, die im Werk kalibriert werden. Die Empfindlichkeit (Steigung der Kurve) ist relativ stabil, die Nullpunktverschiebung erfordert jedoch eine regelmäßige Aktualisierung.

Flusssensoren

Zur Überwachung des Wasserstoffflusses verwendet der Detektor Flusssensoren. Wenn die Funktion **Autoflow zero** aktiviert ist, werden die Sensoren automatisch auf Null gestellt. Dies ist das empfohlene Verfahren. Sie können auch manuell auf Null gestellt werden (siehe x).

Drucksensoren

Alle EPC-Steuerungsmodule verwenden Drucksensoren. Sie müssen einzeln auf Null gestellt werden. Für Drucksensoren gibt es keine automatische Nullstellung. Drucksensoren sollten alle 12 Monate auf Null gestellt werden.

Auto flow zero konfigurieren

Eine nützliche Kalibrierungsoption ist **Autoflow zero**. Wenn die Option auf **On** gesetzt ist, schaltet der GC den Gasfluss zu einem Einlass ab, wartet bis der Fluss auf null abfällt, misst und speichert die Ausgabe des Flusssensors und schaltet den Gasfluss wieder ein. Dies dauert etwa zwei Sekunden. Die Nullpunktverschiebung wird verwendet, um künftige Flussmessungen zu korrigieren. Agilent empfiehlt zum Zwecke der Driftreduzierung die automatische Nullstellung der Flusssensoren am Detektor.

Zum Aktivieren:

- 1 Drücken Sie auf der Detektor-Tastatur [**Options**].
- 2 Scrollen Sie zu **Calibration** und drücken Sie [**Enter**].
- 3 Scrollen Sie zu **Autoflow zero (H2 Lower)** und drücken Sie [**On/Yes**]. (Um die automatische Nullstellung auszuschalten, drücken Sie stattdessen [**Off/No**].
- 4 Wiederholen Sie beim SCD den Vorgang mit **Autoflow zero (H2 Upper)**.

Bedingungen für die Nullstellung eines Sensors

Bei der Nullstellung von Flusssensoren muss das Trägergas angeschlossen sein und fließen.

Bei der Nullstellung von Drucksensoren muss die Zufuhrgasleitung vom Gassteuerungsmodul getrennt werden.

So stellen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor auf Null

- 1 Drücken Sie [**Options**], scrollen Sie zu **Calibration** und drücken Sie [**Enter**].
- 2 Scrollen Sie zu dem Sensor, der auf Null gestellt werden soll, und drücken Sie [**Enter**].
- 3 Stellen Sie den Fluss oder Druck ein:
 - **Flusssensoren.** Überprüfen Sie, ob das Gas angeschlossen ist und fließt (eingeschaltet ist).
 - **Drucksensoren.** Trennen Sie die Gaszufuhrleitung an der Rückseite des GC ab. Ausschalten allein reicht nicht; das Ventil könnte lecken.
- 4 Wählen Sie die gewünschte Nulllinie aus.
- 5 Drücken Sie [**On/Yes**] zur Nullstellung oder [**Clear**] zum Abbrechen.
- 6 Schließen Sie jegliche Gasleitungen wieder an, die Sie in [Schritt 3](#) getrennt haben, und stellen Sie die Betriebsflüsse wieder her.

Automatische Konfiguration des Detektors

Der Detektor muss nicht konfiguriert werden. Der SCD-Detektor wird automatisch konfiguriert und verwendet:

- Luft als Oxidationsmittelgas
- Sauerstoff als O₃-Generatorgas

Beim NCD ist der Detektor so eingestellt, dass er Sauerstoff sowohl als Oxidationsmittelgas als auch als O₃-Generatorgas verwendet.

Signalausgang

Die 8355 S- und 8255 S-Detektoren stellen Ausgangsdaten als analoges Signal bereit. Der analoge Ausgang liegt im Bereich von 0 bis 1 V, 0 bis 10 V und 0 bis 1 mV. Um den Detektor mit Agilent GCs (6850, 6890, 7820 und 7890) zu verwenden, ist ein Analog/Digital-Konverter wie der Agilent 35900E A/D Konverter oder ein Analog Input Board (AIB) erforderlich.

GCs der Serie 6850

- Ein Einzelkanaldetektor kann mit einem AIB (Zubehör G3375A oder Option 206) oder einem externen A/D-Konverter verbunden werden.
- Bei einem Tandem FID/XCD verwenden Sie einen externen A/D-Konverter (wie etwa den 35900E).

GCs der Serie 6890

- Ein Einzelkanaldetektor kann mit einem AIB (Teilenummer G1556A oder Option 206) oder externen A/D-Konverter verbunden werden.
- Eine Tandem-Konfiguration kann ein AIB verwenden, um das XCD-Signal zu erfassen, aber der 6890 unterstützt insgesamt nur zwei Detektoren. Eine Konfiguration wie Dual FID-XCD oder FID-XCD, gepaart mit jeglichem anderen Detektor, erfordert einen externen A/D-Konverter für XCD.

GCs der Serie 7820

- Da ein AIB von der Serie 7820 nicht unterstützt wird, müssen Sie einen A/D-Konverter verwenden, um das XCD-Signal zu erfassen.

GCs der Serie 7890

- Ein Einzelkanaldetektor kann mit einem AIB (Zubehör G3456A oder Option 206) oder einem externen A/D-Konverter verbunden werden.

Signaltypen

Verwenden Sie zur Zuteilung von Detektorsignalen [**Mode/Type**] und wählen Sie aus der Parameterliste für Signaltypen aus oder drücken Sie eine Taste oder eine Tastenkombination.

Das Nicht-Detektor-Signal ist ein Testfeld. Um auf das Testfeld zuzugreifen, drücken Sie [**Mode/Type**]. Diagnosesignale sind zur Verwendung durch Ihren Wartungstechniker vorgesehen und werden hier nicht genauer beschrieben.

Wert

Wert auf der Liste der Signalparameter entspricht **Detektor** auf der Liste der Detektorparameter.

Analogsignale

Wenn Sie einen analogen Recorder verwenden, müssen Sie gegebenenfalls das Signal anpassen, um seine Verwendung zu optimieren. Dies erfolgt über **Zero** und **Range** in der Liste der Signalparameter.

Analog Zero

Zero zieht den von der Basislinie eingegeben Wert ab. Drücken Sie [**On/Yes**], um den aktuellen Wert einzustellen, oder [**Off/No**], um den Vorgang abubrechen.

Dies wird verwendet, um eine erhöhte Basislinie oder einen Nullpunktabgleich zu korrigieren. Eine gängige Vorgehensweise ist es, eine Verschiebung der Basislinie zu korrigieren, wenn diese als Ergebnis des Betriebs eines Ventils vorliegt. Nach der Nullstellung entspricht das analoge Ausgangssignal dem Wert der Parameterliste minus dem Null-Sollwert.

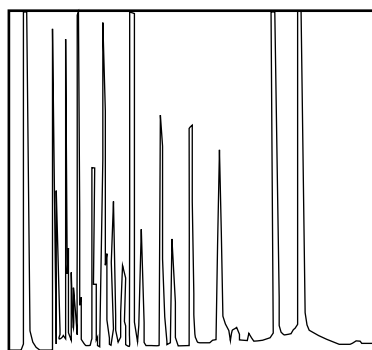
- 1 Überprüfen Sie, ob der Detektor eingeschaltet und bereit ist.
- 2 Drücken Sie [**Analog Out**].
- 3 Scrollen Sie zu **Zero**.
- 4 Drücken Sie [**On/Yes**], um beim aktuellen Signalwert **Null** einzustellen oder geben Sie eine Zahl zwischen -500.000 und +500.000 ein. Ein Wert, der unter **Null** liegt, verschiebt die Basislinie nach oben.

Analogbereich

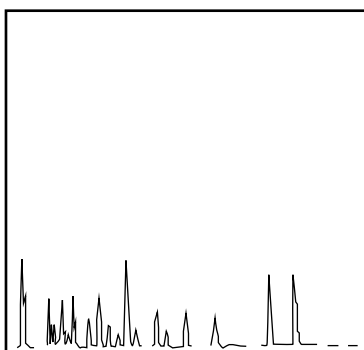
Mit **Range** werden Daten, die vom Detektor kommen, skaliert.

Range wird auch als Gain, Scaling oder Sizing bezeichnet. Dabei werden die Daten, die vom Detektor zu den analogen Signalschaltkreisen kommen, kalibriert, um eine Überlastung der Schaltkreise (Klemme) zu verhindern. Mit Range werden alle Analogsignale skaliert.

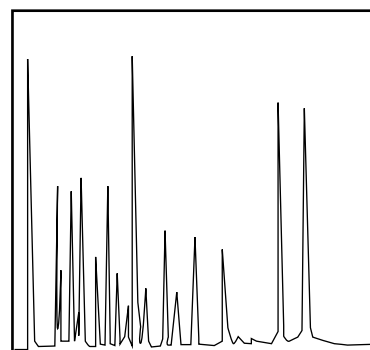
Gültige Sollwerte liegen zwischen 0 und 13 und entsprechen 2^0 (= 1) bis 2^{13} (= 8192). Wird ein Sollwert um 1 geändert, ändert sich die Höhe des Chromatogramms um den Faktor 2. Die folgenden Chromatogramme veranschaulichen dies. Verwenden Sie den kleinstmöglichen Wert, um Integrationsfehler minimieren.



A: Bereich = 0



B: Bereich = 3



C: Bereich = 1

Wenn Sie eine Methode entwickeln, stellen Sie zunächst den Analogbereich auf 9, wenn ein AIB verwendet wird, oder auf 10, wenn ein Agilent 35900E A/D verwendet wird. Nehmen Sie die erforderlichen Anpassungen vor, um Ihre Daten anzusehen.

Methoden

Laden einer Methode

- 1 Drücken Sie [**Load**].
- 2 Drücken Sie [**Method**].
- 3 Geben Sie die Zahl der zu ladenden Methode ein.
- 4 Drücken Sie [**On/Yes**], um die Methode zu laden und die aktive Methode zu ersetzen. Alternativ drücken Sie [**Off/No**], um zur Liste der gespeicherten Methoden zurückzukehren, ohne die Methode zu laden.

Speichern einer Methode

- 1 Stellen Sie sicher, dass die korrekten Parameter eingestellt sind.
- 2 Drücken Sie [**Method**].
- 3 Scrollen Sie bis zur abzuspeichernden Methode, dann drücken Sie [**Enter**].
- 4 Drücken Sie [**On/Yes**], um die Methode zu speichern und die aktive Methode zu ersetzen. Alternativ drücken Sie [**Off/No**], um zur Liste der gespeicherten Methoden zurückzukehren, ohne die Methode zu speichern.

Ressourcenschutz

Für optimale Leistung und Präzision lassen Sie den Detektor auf Betriebsbedingungen. Der SCD erreicht eine maximale Präzision, wenn die Betriebsbedingungen über einen langen Zeitraum beibehalten werden. Wenn Sie für Ihre Anwendung höchste Präzision erfordern, empfiehlt es sich, die Ressourcenschutzfunktionen nicht mit einem SCD zu verwenden. Der NCD kann Präzision schneller zurückerlangen. Wägen Sie bei beiden Detektoren das Verhältnis von Kosteneinsparungen für Ressourcen und Wiederherstellungszeit für Präzision ab.

WARNUNG

Niemals den Sleep Mode des Detektors aktivieren, während der GC im normalen Betrieb ist..

Zeitplan

Der Detektor speichert einen Zeitplan basierend auf der integrierten Uhr sowie zwei spezielle Methoden namens **SLEEP** und **WAKE**. Eine **SLEEP**-Methode legt niedrige Flüsse und Temperaturen fest, um Ressourcen zu sparen. Eine **WAKE**-Methode legt neue Flüsse und Temperaturen fest; in der Regel, um Betriebsbedingungen wiederherzustellen.

Laden Sie die Sleep-Methode zu einer bestimmten Tageszeit, um Flüsse und Temperaturen zu reduzieren. Laden Sie die Wake-Methode oder Analyse-methode, um Einstellungen wiederherzustellen, bevor Sie den Detektor wieder verwenden. Laden Sie z.B. die Sleep-Methode zum Ende jedes Arbeitstages oder der Arbeitswoche und dann die Wake-Methode, bevor Sie am nächsten Tag zur Arbeit erscheinen. Experimentieren Sie herum, um die beste Zeit zum Laden der Wake-Methode zu finden.

Sleep-Methoden

Beachten Sie folgende Punkte:

- Schalten Sie die Vakuumpumpe nicht ab. Die Pumpe muss eingeschaltet sein, um Abschaltungsbedingungen zu verhindern.
- Schalten Sie den Oxidationsmittelfluss nicht ab.
- Um Sauerstoff zu sparen, schalten Sie den Ozongenerator ab. Dadurch wird auch der Sauerstofffluss abgeschaltet.

Für SCD:

Das Wichtigste ist, das Keramikrohr zu erhitzen, ohne dass alle Gase ausströmen. Wird der Ozongenerator abgeschaltet, wird Sauerstoff gespart, ohne dass der Fluss durch das Keramikrohr geändert wird. Wenn Sie die Temperatur oder den Gasfluss noch mehr reduzieren müssen, können Sie den Oxidationsmittelfluss reduzieren, den Wasserstofffluss abschalten und, was am wichtigsten ist, die Brenntemperatur auf etwa 250 °C reduzieren. Die Basistemperatur kann auch reduziert werden.

Für NCD:

Den Ozongenerator abschalten. Muss noch mehr Energie und Gas gespart werden, reduzieren Sie den Sauerstoff (schalten Sie ihn aber nicht ab) und schalten Sie den Wasserstofffluss ab. Reduzieren Sie die Brenntemperatur auf etwa 250 °C und drehen Sie den Kühler ab.

So stellen Sie den Detektor für den Ressourcenschutz ein

Stellen Sie den Detektor durch Auswahl und Verwendung eines **Instrument Schedule** (Geräteplans) für den Ressourcenschutz ein:

- 1 Legen Sie fest, wie Flüsse wiederhergestellt werden sollen. Die Auswahlmöglichkeiten der **Funktion Schedule** sind:
 - **Mit der SLEEP-Methode in den Ruhe-Modus gehen.** Diese Methode sollte die Flüsse und Temperaturen reduzieren. (Obwohl die Erstellung dieser Methode ein bewährtes Verfahren ist, benötigen Sie sie nicht, wenn beim Aktivieren des Detektors nur die letzte aktive Methode wiederhergestellt wird.)
 - **Mit der aktuellen Methode in den Wach-Modus gehen.** Zum angegebenen Zeitpunkt stellt der Detektor die letzte aktive Methode vor dem Wechsel in den Ruhe-Modus wieder her.
 - **Mit der WAKE-Methode in den Wach-Modus gehen.** Zum angegebenen Zeitpunkt lädt der Detektor die Wake-Methode und behält diese Einstellungen bei.
- 2 Erstellen Sie eine **SLEEP-Methode**. Diese Methode sollte die Flüsse und Temperaturen reduzieren.
- 3 Programmieren Sie die **WAKE-Methode** nach Bedarf. (Obwohl die Erstellung dieser Methode ein bewährtes Verfahren ist, benötigen Sie sie nicht, wenn beim Aktivieren des Detektors nur die letzte aktive Methode wiederhergestellt wird.)

- 4 Erstellen Sie einen **Sleep/Wake**-Zeitplan.
 - a Drücken Sie [**Sleep/Wake**].
 - b Scrollen Sie zu **Edit the Instrument Schedule?** und drücken Sie [**Enter**].
 - c Drücken Sie [**Mode/Type**], um ein neues Planelement zu erstellen.
 - d Scrollen Sie nach Aufforderung zum gewünschten Wochentag und drücken Sie [**Enter**].
 - e Scrollen Sie nach Aufforderung zu **Go to Sleep with SLEEP**, drücken Sie [**Enter**] und geben Sie dann die Ereigniszeit ein. Drücken Sie [**Enter**].
 - f Falls gewünscht, stellen Sie die Wake-Funktion ein, während der Plan noch angezeigt wird. Drücken Sie [**Mode/Type**], um ein neues Planelement zu erstellen.
 - g Scrollen Sie nach Aufforderung zum gewünschten Wochentag und drücken Sie [**Enter**].
 - h Scrollen Sie nach Aufforderung zu **Wake with the current method** oder **Wake to Wake method** und drücken Sie [**Enter**]. Geben Sie dann die Zeit des Ereignisses ein. Drücken Sie [**Enter**].
 - i Wiederholen Sie nach Bedarf die Schritte b bis g für die anderen Wochentage.

Sie brauchen keine Ereignisse für jeden Tag zu programmieren. Sie können z.B. den Detektor so programmieren, dass er am Freitagabend in den Ruhe-Modus und am Montagmorgen in den Wach-Modus wechselt, sodass er an Wochentagen stets in Betriebsbereitschaft verbleibt.

Einen Gerätezeitplan erstellen oder bearbeiten

Um einen Plan zu erstellen oder einen bestehenden Plan zu bearbeiten, löschen Sie nicht benötigte Elemente und fügen Sie nach Bedarf neue Elemente hinzu.

- 1 Erstellen Sie einen **Sleep/Wake**-Zeitplan:
 - a Drücken Sie [**Sleep/Wake**].
 - b Scrollen Sie zu **Edit the Instrument Schedule?** und drücken Sie [**Enter**].
 - c Drücken Sie [**Mode/Type**], um ein neues Planelement zu erstellen.
 - d Scrollen Sie nach Aufforderung zum gewünschten Wochentag und drücken Sie [**Enter**].

- e Scrollen Sie nach Aufforderung zu **Go to Sleep with SLEEP**, drücken Sie [**Enter**] und geben Sie dann die Ereigniszeit ein. Drücken Sie [**Enter**].
 - f Falls gewünscht, stellen Sie die Wake-Funktion ein, während der Plan noch angezeigt wird. Drücken Sie [**Mode/Type**], um ein neues Planelement zu erstellen.
 - g Scrollen Sie nach Aufforderung zum gewünschten Wochentag und drücken Sie [**Enter**].
 - h Scrollen Sie nach Aufforderung zu **Wake with the current method** oder **Wake to Wake method** und drücken Sie [**Enter**]. Geben Sie dann die Zeit des Ereignisses ein. Drücken Sie [**Enter**].
 - i Wiederholen Sie nach Bedarf die Schritte b bis g für die anderen Wochentage.
- 2 Bearbeiten Sie einen **Sleep/Wake-Zeitplan**:
- a Laden Sie eine Methode mit ähnlichen Sollwerten.
 - b Bearbeiten Sie die Sollwerte der Methode. Der Detektor lässt nur zu, dass relevante Parameter eingestellt werden.
 - Für eine **SLEEP**-Methode stellt der Detektor die Anfangstemperatur des Detektors sowie Flussraten ein.
 - Für eine **WAKE**-Methode kann der Detektor dieselben Parameter wie für die Sleep-Methode festlegen.
 - c Drücken Sie [**Method**], scrollen Sie zum Speichern zur Methode (**SLEEP** oder **WAKE**) und drücken Sie [**Store**]. Drücken Sie [**Enter**].
 - d Wenn eine Eingabeaufforderung zum Überschreiben angezeigt wird, drücken Sie [**On/Yes**], um die bestehende Methode zu überschreiben oder [**Off/No**], um den Vorgang abubrechen.

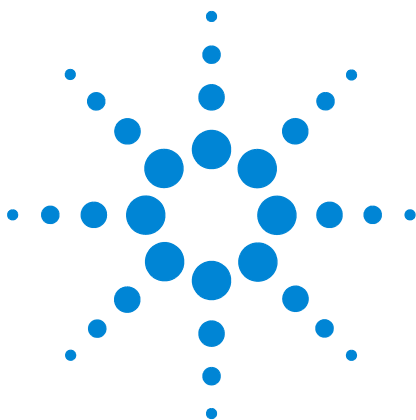
So versetzen Sie den Detektor sofort in den Ruhe-Modus

- 1 Drücken Sie [Sleep/Wake].
- 2 Wählen Sie **Go to sleep now** und drücken Sie [**Enter**].

So versetzen Sie den Detektor sofort in den Wach-Modus

- 1 Drücken Sie [Sleep/Wake].
- 2 Wählen Sie den gewünschten Aktivierungsmodus aus und drücken Sie [**Enter**].

- Scrollen Sie nach Aufforderung zu **Wake with the current method** und drücken Sie [**Enter**]. Ruhe-Modus durch Laden der letzten aktiven Methode vor dem Wechsel in den Ruhe-Modus beenden.
- **Wake to Wake method** und drücken Sie [**Enter**]. Ruhe-Modus durch Laden der **WAKE**-Methode beenden.



5 Wartung

Wartungsplan	60
Verfolgung der Detektorempfindlichkeit	61
Verbrauchsmaterialien und Ersatzteile	62
Explosionsansicht von Teilen für den SCD	64
Explosionsansicht von Teilen für den NCD	65
Detektorwartungsmethode	66
Anbringen einer Säule am Detektor	67
Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)	70
Austauschen des Quarzrohrs (NCD)	73
Prüfen des Vakuumpumpenöls	77
Hinzufügen von Vakuumpumpenöl	78
Austauschen des Vakuumpumpenöls	80
Austauschen des Ozonfilters	82
Austauschen des Ölnebelfilters	83
Außenreinigung des Detektors	84
Kalibrieren der Fluss- und Drucksensoren	85

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



Wartungsplan

Um die optimale Leistung von Agilent 8355 S SCD und 8255 S NCD aufrechtzuerhalten, tauschen Sie routinemäßig Ozonfilter, Ölverbindungsfilter und das Öl der Vakuumpumpe aus. Die erwartete Lebensdauer jeder Komponente ist in [Tabelle 3](#) aufgeführt.

Tabelle 3 Empfohlener Wartungsplan für die Edwards RV5-Vakuumpumpe

Komponente	Lebensdauer [*]
Ozonerstörungsfilter (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

Die Empfindlichkeit spiegelt die Leistungsmerkmale eines Systems wider, und reduzierte Empfindlichkeit kann ein Zeichen dafür sein, dass die routinemäßige Detektorwartung erforderlich ist.

Die MDL-Spezifikationen werden mithilfe des Agilent-Überprüfungsstandards für SCD oder NCD definiert.

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; besuchen Sie alternativ die Agilent Website, um aktuelle Informationen zu erhalten (<http://www.chem.agilent.com/store>).

Tabelle 4 Verbrauchsmaterialien und Teile für SCD und NCD

Beschreibung/Anzahl	Teilenummer
Detektorteile	
Inneres Keramikrohr, klein (SCD) (3-er Packung) (Siehe Explosionsansicht von Teilen für den SCD)	G3488-60008
Quarzrohr (NCD)	G6600-80063
Ferrule, 1/4-Zoll, Graphit, gerade, 10 Stück/Packung für äußeres SCD-Keramikrohr und NCD-Quarzrohr	0100-1324
Säulenmesswerkzeug (siehe Explosionsansicht von Teilen für den SCD)	G3488-81302
Schwefel-Chemilumineszenz-Testprobe	5190-7003
Stickstoff-Chemilumineszenz-Testprobe	5190-7002
Vakuumpumpenteile	
RV5-Pumpe – 110 V/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

Tabelle 4 Verbrauchsmaterialien und Teile für SCD und NCD (Fortsetzung)

Beschreibung/Anzahl	Teilenummer
Handschuhe, chemikalienbeständig, fusselfrei	9300-1751

Tabelle 5 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 6 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

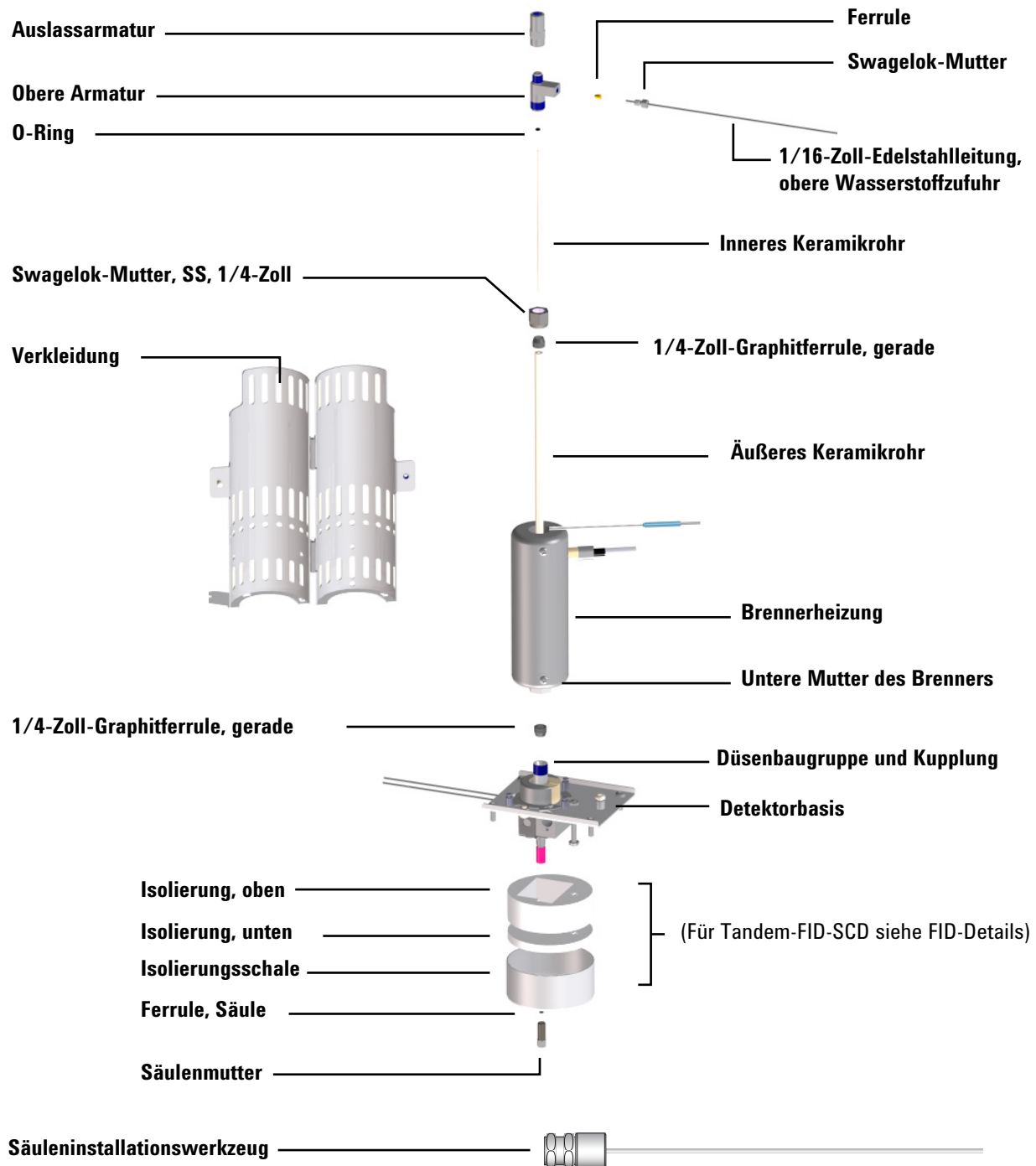


Abb. 8 Explosionsansicht von SCD-Teilen

Explosionsansicht von Teilen für den NCD

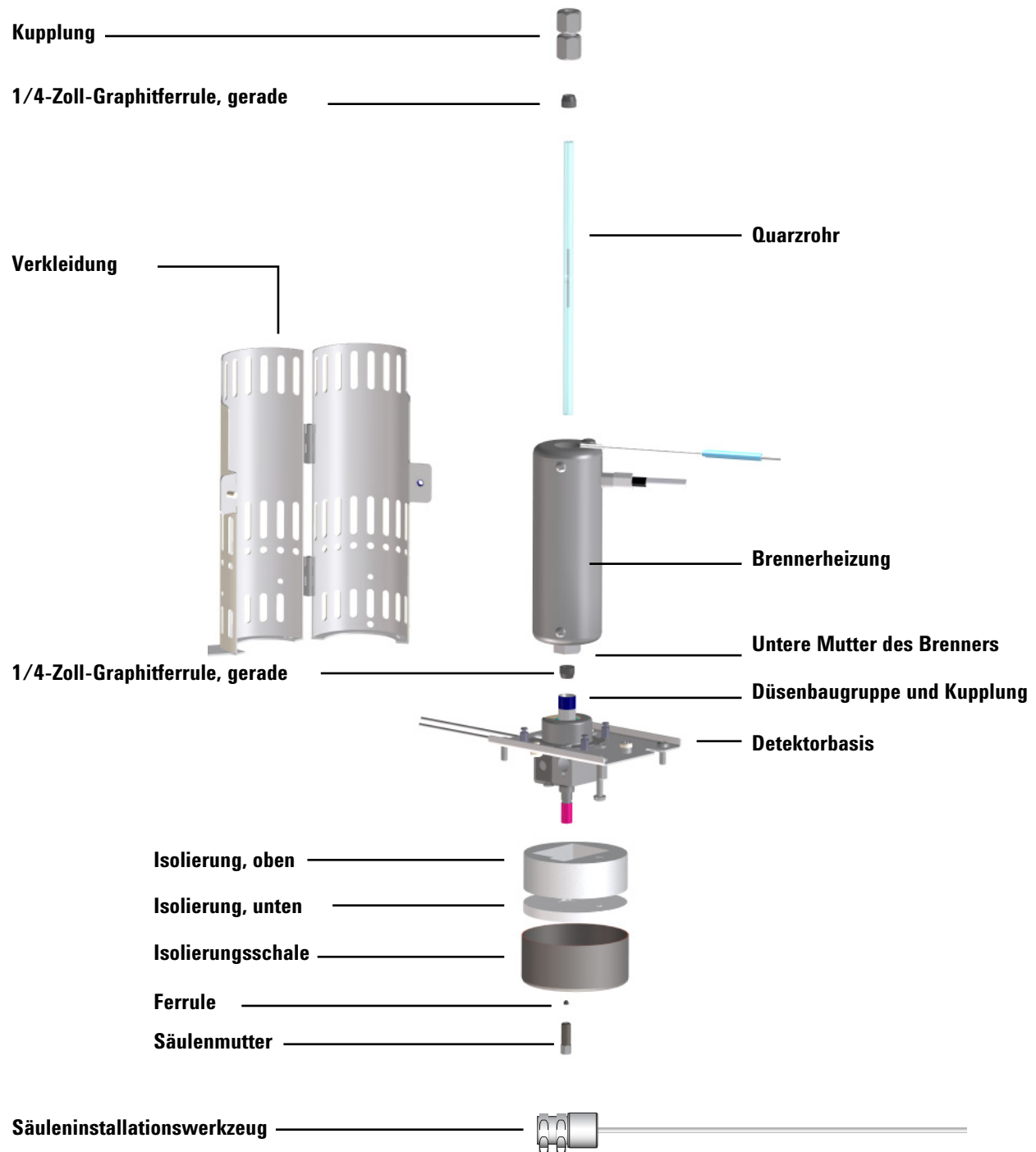


Abb. 9 Explosionsansicht von NCD-Teilen

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 oder NCD sollte folgende Aktionen ausführen:

- 1** Die Heizung abschalten und den Brenner abkühlen lassen.
- 2** Beide Wasserstoffflüsse abschalten.
- 3** Oxidationsmittel- und Ozongeneratorzufuhr 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.

Kühlen Sie außerdem alle anderen Teile des Detektors gegebenenfalls ab. 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 Teile zusammen (siehe „[Verbrauchsmaterialien und Teile für SCD und NCD](#)“ auf Seite 62):
 - 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 Stellen Sie den GC-Ofen, den Einlass und andere beheizte Zonen auf eine Temperatur ein, die eine gefahrlose Berührung ermöglicht ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- 3 Bereiten Sie den Detektor auf die Wartung vor.
 - a Laden Sie die Wartungsmethode, und warten Sie, bis der Detektor betriebsbereit ist. (Siehe „Detektorwartungsmethode“ auf Seite 66.) Warten, bis die Detektoren, Brennerbaugruppe und Detektorbasis auf eine berührungssichere Temperatur ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$) 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.

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

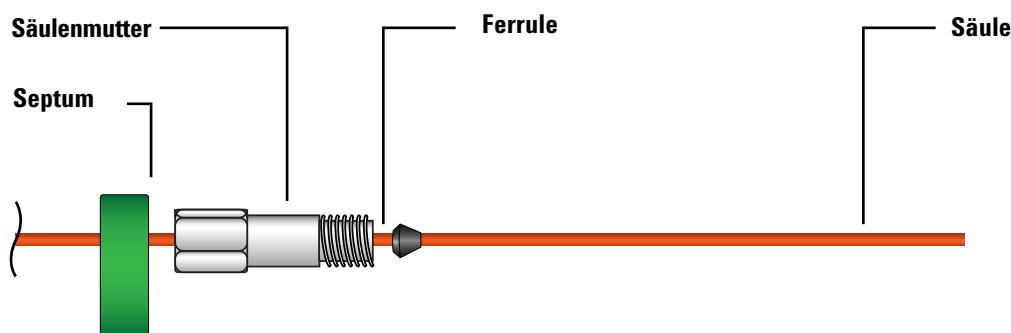


Abb. 10 Platzieren Sie von Septum, Säulenmutter und Ferrule an der Säule

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

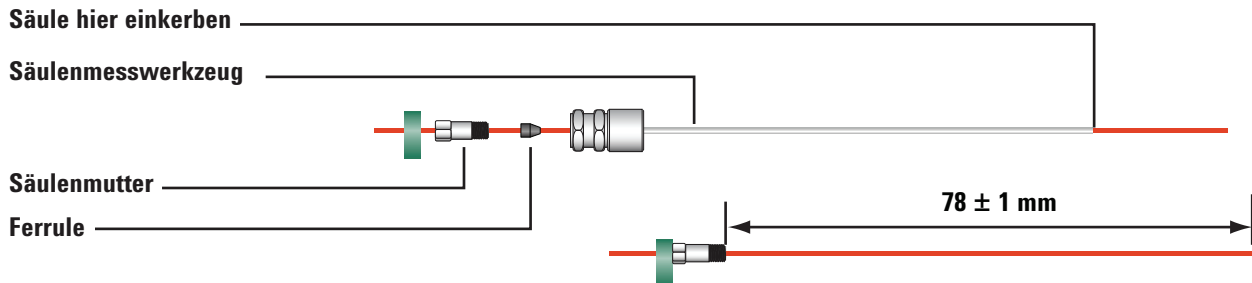
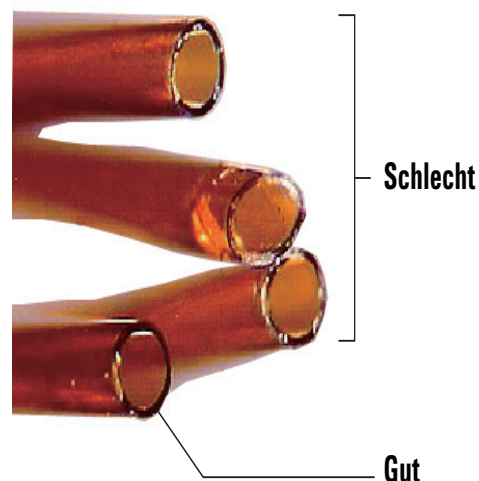


Abb. 11 Einstellen von Säulenlänge und Stauchen der Ferrule mit dem Säulenmesswerkzeug

- 6 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.
- 7 Verwenden Sie einen Säulen-Wafer-Schneider mit 45°, um die Säule einzukerben.
- 8 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.



- 9 Entfernen Sie Säule, Mutter und Swaging-Ferrule aus dem Werkzeug.
- 10 Wischen Sie die Säulenwände mit einem mit Isopropanol befeuchteten Tuch ab, um Fingerabdrücke und Staub zu entfernen.

- 11 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 Stellen Sie den GC-Ofen, den Einlass und andere beheizte Zonen auf eine Temperatur ein, die eine gefahrlose Berührung ermöglicht (< 40 °C).

- 3 Bereiten Sie den Detektor auf die Wartung vor.
 - a Laden Sie die Wartungsmethode, und warten Sie, bis der Detektor betriebsbereit ist. (Siehe „Detektorwartungsmethode“ auf Seite 66.) Warten, bis die Detektoren, 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

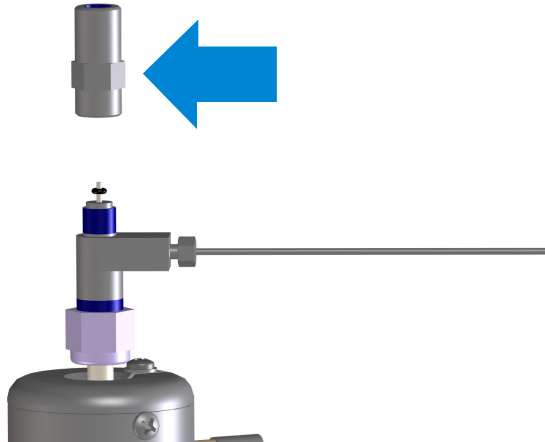
Wasserstoffgas ist entzündbar. Schalten Sie alle Detektor- (und Säulen-) wasserstoffgasflüsse ab, bevor Sie die Wartung auf dem Detektor durchführen.

- 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 oberen Armatur.
- 6 Wenn der alte O-Ring am Boden der Auslassarmatur stecken geblieben ist, lösen Sie ihn mit zwei Pinzetten oder Ähnlichem behutsam von der Armatur.
- 7 Entfernen Sie das alte innere Keramikrohr.
- 8 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.)



- 9 Schieben Sie die Baugruppe aus Rohr und O-Ring behutsam in den Brenner, bis sie auf dem O-Ring aufliegt.

- 10** 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.



- 11** 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.
- 12** Stellen Sie die Detektorgasflüsse wieder her.
- 13** Prüfen Sie, ob an der oberen Wasserstoffarmatur Lecks auftreten. Korrigieren Sie etwaige Lecks.
- 14** Stellen Sie die verbleibenden Betriebsbedingungen des Detektors wieder her.

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 Stellen Sie den GC-Ofen, den Einlass und andere beheizte Zonen auf eine Temperatur ein, die eine gefahrlose Berührung ermöglicht (< 40 °C).

- 3 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 66.) Warten, bis die Detektoren, Brennerbaugruppe und Detektorbasis auf eine berührungssichere Temperatur ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$) 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.

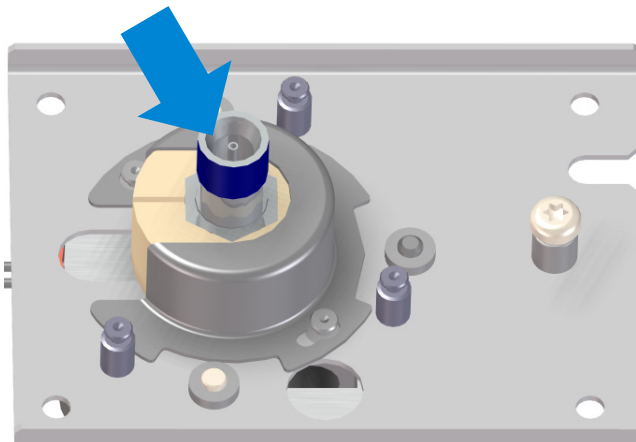
- 4 Entfernen Sie die Schutzverkleidung. Entfernen Sie die beiden T20-Torx-Schrauben, drehen Sie die Verkleidung gegen den Uhrzeigersinn, um sie von den Halterungen zu entfernen, und heben Sie sie an. Legen Sie die Verkleidung und die Schrauben zur späteren Nutzung zur Seite.
- 5 Trennen Sie die Übertragungsleitung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

VORSICHT

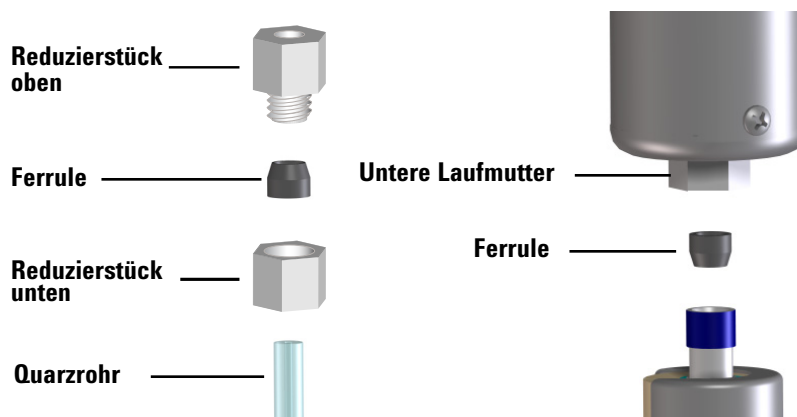
Das Quarzrohr ist zerbrechlich und kann abgebrochen werden. Vermeiden Sie die Beschädigung des Quarzrohrs durch vorsichtiges Vorgehen.

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

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



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



- 14 Bringen Sie das Reduzierstück wieder an. Ziehen Sie es mit zwei Schraubenschlüsseln fest.
- 15 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.

- 16** 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.
- 17** Platzieren Sie Mutter und Ferrule über dem offenen Ende des Quarzrohrs, sodass das offene Ende der Mutter nach oben zeigt.
- 18** Bringen Sie die Mutter in der Auslassarmatur an und ziehen Sie sie mit zwei Schlüsseln fest.
- 19** 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.
- 20** Bringen Sie die Schutzverkleidung wieder an.
- 21** Stellen Sie die Betriebsbedingungen des Detektors wieder her.

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.

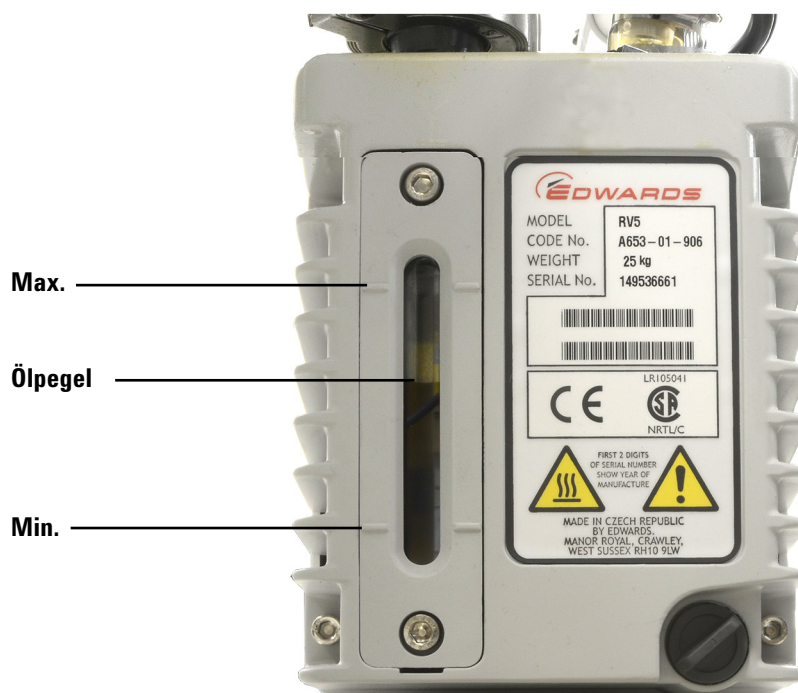


Abb. 12 Prüfen des Ölpegels

- 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.

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 46.
- 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 12](#) auf Seite 77.
- 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 45.
- 9 Halten Sie die Wartung im Wartungshandbuch fest.

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 46.
- 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.

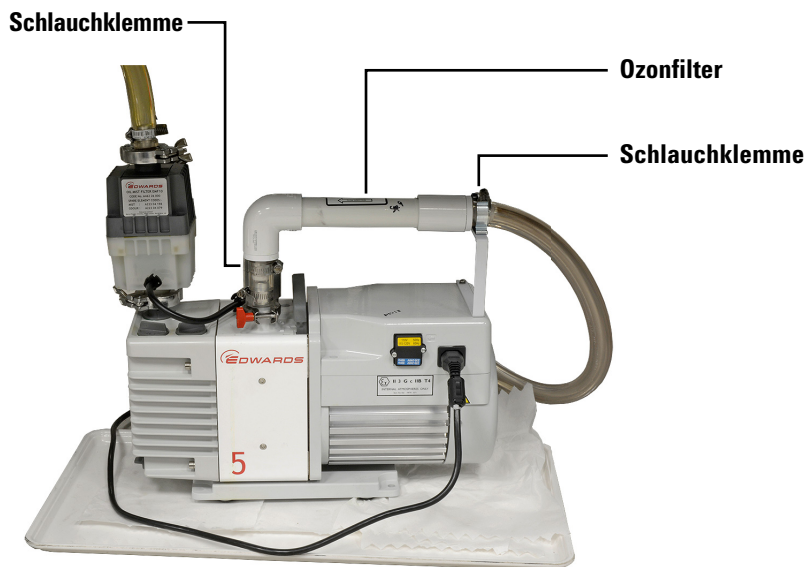


- 4 Entfernen Sie die Füllkappe und öffnen Sie den Ablaufstopfen. Lassen Sie das Öl vollständig ab, indem Sie das Motorende der Pumpe anheben.
- 5 Bringen Sie den Ablaufstopfen wieder an.
- 6 Fügen Sie neues Pumpenöl ein, doch überschreiten Sie nicht die Maximummarke neben dem Ölpegelfenster. Siehe [Abbildung 12](#) auf Seite 77.
- 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 45.
- 11 Halten Sie die Wartung im Wartungshandbuch fest.
- 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.

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 S SCD und 8255 S NCD werden elektronische Drucksteuerungsmodule eingesetzt. Sie sollten den Detektor in der Regel auf die automatische Nullstellung des Flusses einstellen. Siehe „[Auto flow zero konfigurieren](#)“ auf Seite 47. Kalibrierung ist im Allgemeinen nicht erforderlich. Ggf. können die Fluss- und Drucksensoren jedoch manuell auf null gestellt werden. Siehe „[So stellen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor auf Null](#)“ auf Seite 48 für weitere Informationen.



6 Fehlerbehebung

Lösen von Detektorproblemen	88
Fehlerbehebungstabelle	89
Statusanzeigen-LED	92
Detektormeldungen	93
Lecks	94
Stromversorgungsprobleme	96
Probleme bezüglich Ozonerzeugung	97
Verkoken	98
Wasserstoffvergiftung	99
Kontaminierte Gase	100

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie Fehler behoben und typische Probleme gelöst werden, die bei der Nutzung eines Agilent 8355 S SCD- oder 8255 S NCD-Detektors 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 22. 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 44 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.

Tabelle 7 im nächsten Abschnitt listet viele bekannte Probleme, ihre wahrscheinlichsten Ursachen und empfehlenswerte Korrekturmaßnahmen auf.

Fehlerbehebungstabelle

Tabelle 7 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“ .
	Inkorrekte Bereichseinstellung für analogen Ausgang (nur Standalone-Detektor).		Bearbeiten Sie den Bereich, um die Daten besser zu skalieren. Siehe „Signalausgang“ auf Seite 50.
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. Siehe „Die Taste „Service Mode““ auf Seite 36.
	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 70 oder „Austauschen des Quarzrohrs (NCD)“ auf Seite 73.)
Geringe Reaktion	Unzureichende Wasserstoff- und Oxidationsmittelflussraten.	Flussraten prüfen.	Flussraten einstellen.
	Leck im Detektor.		Detektor auf Lecks prüfen und Lecks reparieren. Siehe „Lecks“ auf Seite 94.
	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 70 oder „Austauschen des Quarzrohrs (NCD)“ auf Seite 73.)

Tabelle 7 Fehlerbehebung bei Detektorproblemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Diagnose	Korrekturmaßnahme
	Die Eingangsspannung entspricht nicht dem Konfigurationsstecker.		Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
Wandernde Basislinie	Kontamination in einem der Detektorgase.	Unterschied im Ausgangssignal zwischen Ozon „ein“ und Ozon „aus“ prüfen.	Inline-Zufuhrfilter prüfen und ersetzen. Detektorgase wechseln.
Übermäßige Reaktion	Inkorrekte Bereichseinstellung für analogen Ausgang (nur Standalone-Detektor).		Bearbeiten Sie den Bereich, um die Daten besser zu skalieren. Siehe „Signalausgang“ auf Seite 50.
	Leck in Oxidationsmittelleitungen.		Detektor auf Lecks prüfen und Lecks reparieren. Siehe „Lecks“ auf Seite 94.
	Leck in Wasserstoffzufuhrleitungen.		Detektor auf Lecks prüfen und Lecks reparieren. Siehe „Lecks“ auf Seite 94.
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 67.
	Risse in Rohren.	Druck- und Vakuumbereiche bestätigen. Säulen und Ferrulen untersuchen.	Keramikrohr austauschen. (Siehe „Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)“ auf Seite 70 oder „Austauschen des Quarzrohrs (NCD)“ auf Seite 73.)
Thermische Abschaltung des Detektors	Thermoelement offen.		Wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.
Der Brennerdruck ist höher als 760 Torr.	Verstopfung aufgrund des inneren Durchmessers des oberen Keramikrohrs.	Bei Wartung korrigieren. Während normalem Betrieb noch einmal prüfen.	

Tabelle 7 Fehlerbehebung bei Detektorproblemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Diagnose	Korrekturmaßnahme
Außergewöhnlich hohe Brennertemperatur.	Risse in Quarz- oder äußerem Keramikrohr. 1/16-Zoll-Wasserstoff- oder Oxidationsmittelleitung leckt oder ist getrennt.		Keramikrohr austauschen. (Siehe „Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)“ auf Seite 70 oder „Austauschen des Quarzrohrs (NCD)“ auf Seite 73.) 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 94.
Brennerdruck niedriger als erwartet und unzureichende Reaktion.	Risse oder falsche Ausrichtung in innerem Keramikrohr.	Überprüfen Sie, ob das innere Keramikrohr korrekt positioniert ist und nicht in das äußere Rohr gefallen ist.	Siehe „Austauschen des inneren Keramikrohrs (SCD)“ auf Seite 70.

Tabelle 8 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.

Tabelle 8 Fehlerbehebung bei Pumpenproblemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Diagnose	Korrekturmaßnahme
	Brenner von Reaktionszelle getrennt.	Verbindungen prüfen.	
	Vakuumpumpe defekt.		Vakuumpumpe austauschen.
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.
- **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.
- **Rot:** Weist auf einen Fehler oder einen sonstigen kritischen Zustand hin. Eine Fehlermeldung oder sonstige Meldung kann ausgegeben werden. Der Detektor kann erst dann benutzt werden, wenn der Fehlerzustand behoben ist.

Detektormeldungen

Prüfen Sie, ob die Detektor-Statusanzeige Detektormeldungen anzeigt. Die Detektor-Tastatur zeigt betriebsabhängige Status- und Fehlermeldungen an und zeichnet Wartungs- und Fehlermeldungen zum Detektor in den Detektor-Protokolldateien auf.

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 95. 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 95. 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 10](#) auf Seite 106 für SCD oder [Tabelle 11](#) auf Seite 112 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 Detektor-Tastature alle Gasflüsse aus.
- 5 Überwachen Sie die Druckwerte auf dem Detektor-Display. (Drücken Sie [**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

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. Prüfen Sie z.B., ob Lecks in den externen Verbindungen des Detektors 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 Detektor-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-Keramikkohre 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 das innere Keramikrohr aus. Falls sich die Reaktion nicht wiederherstellen lässt, tauschen Sie das äußere Keramikrohr aus. Die Keramikrohre können nicht wiederhergestellt werden.

Kontaminierte Gase

Agilent empfiehlt den Einsatz reiner Gase, welche 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 62.



7 Leistungsprüfung

Informationen zur chromatografischen Überprüfung 102

Vorbereiten der chromatografischen Überprüfung 103

Überprüfen der SCD-Leistung 105

Überprüfen der NCD-Leistung 111

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 der Detektor eine den werkseitigen Bedingungen entsprechende Leistung erbringt. 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.

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.

HINWEIS

Die hier aufgelisteten Teile gehören zu Agilent GCs. Bei anderen GC-Typen die Teileeigenschaften entsprechend anpassen.

- 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 9 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, blutungs- und temperaturoptimiert (BTO), haftabweisend	5183-4757
Einsatz, Ultra Inert, Splitless, einseitig abgeschrägt, Glaswolle	5190-2293
Goldbeschichtete Einlassdichtung, mit Unterlegscheibe	5188-5367
Multimodus-Einlass	
Spritze, 10 µL	5181-1267
Einsatz O-Ring	5188-5365
Septum	5183-4757
Einsatz, Ultra Inert, Splitless, einseitig abgeschrägt, Glaswolle	5190-2293
Kaltaufgabe-Einlass	

Tabelle 9 Empfohlene Teile für die Überprüfung nach Einlasstyp (Fortsetzung)

Empfohlenes Teil für die Überprüfung	Teilenummer
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.

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 103“.)
- 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 103.
- 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 liegen 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 Bei Verwendung eines AIBs analogen Bereich auf 9 stellen. Bei Verwendung eines Agilent 35900E A/D-Konverters auf 10 stellen; bei einem Linearitätstest auf 12 stellen. Dieser Ausgangspunkt muss gegebenenfalls eingestellt werden.
- 7 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 10](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 10 SCD-Überprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1 µm (123-1033)
Probe	SCD-Überprüfung 5190-7003
Säulenfluss	2 ml/min, Helium
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	250 °C
Mode	Splitless
Spülfluss	40 ml/min
Spülzeit	0,7 min
Septumspülung	3 ml/min
Gassparschaltung	Aus
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	250 °C

Tabelle 10 SCD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Spülzeit	0,7 min
Spülfluss	80 ml/min
Septumspülung	3 ml/min
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-Generatorfluss	Ein
O3-Generatorstrom	Ein
Vakuumpumpe	Ein
FID-SCD-Tandemeinstellungen	
FID-Temp.	350 °C
FID-Wasserstofffluss	35 ml/min
FID-Luftfluss	300 ml/min
FID-N ₂ -Zusatzgasfluss	40 ml/min
SCD-Oxidationsmittelfluss	5 ml/min
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)	

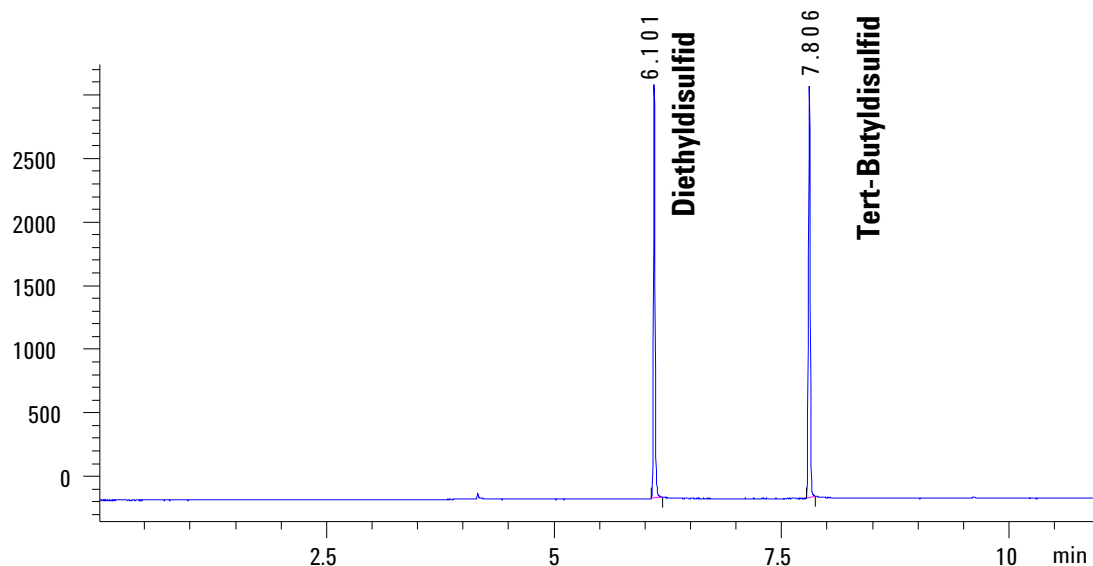
Tabelle 10 SCD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

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
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)

- 8 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.
- 9 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 **[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.

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)



Berechnen Sie bei einer neuen Installation die MDL von Schwefel für den Detektor neu. Berechnen Sie die MDL wie folgt:

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

wobei

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

Die **Empfindlichkeit** wird wie folgt berechnet:

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

Die auf der 1-µl-Injektion mit dem Überprüfungsstandard basierenden typischen Ergebnisse für die MDL-Berechnungen sind in der nachstehenden Tabelle angeführt.

Substanz	Injizierte Menge (mg/l)	Sulfurgehalt	Injizierte S-Menge (pg/µl)	Typisches ASTM-Rauschen	Typische Empfindlichkeit (Bereich/pg*s)	Typische MDL (pg S/µl)
Diethyldisulfid	0,700	52,50 %	367,500	2,453	9,504	0,469
Tert-Butyldisulfid	1,000	36,00 %	360,000	2,453	10,993	0,446

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 103“.)
- 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 103.
- 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 liegen 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 Bei Verwendung einer AIB analogen Bereich auf 9 stellen. Bei Verwendung eines Agilent 35900E A bis D auf 10 stellen; bei einem Linearitätstest auf 12 stellen. Dieser Ausgangspunkt muss gegebenenfalls eingestellt werden.
- 7 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 11](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 11 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

Tabelle 11 NCD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Einlasstemperatur	250 °C
Anfangszeit	0 min
Spülzeit	0,8 min
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-Generatorfluss	Ein
O3-Generatorstrom	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

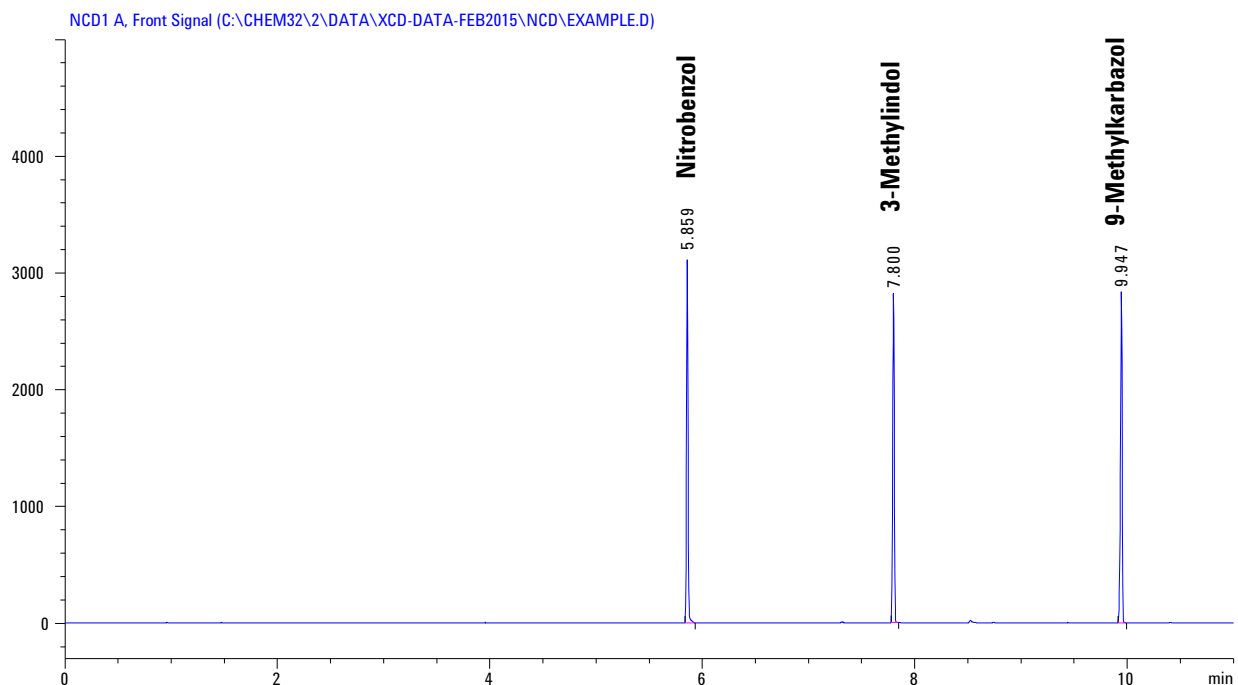
Tabelle 11 NCD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Lösungsmittel A Nachspülungen	3
Lösungsmittel A Spülvolumen	8 µL (maximal)
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
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)

- 8 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.

- 9 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 **[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.



Berechnen Sie bei einer neuen Installation die MDL von Stickstoff für den Detektor neu. Berechnen Sie die MDL wie folgt:

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

wobei

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

Die **Empfindlichkeit** wird wie folgt berechnet:

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

Die auf der 1-µl-Injektion mit dem Überprüfungsstandard basierenden typischen Ergebnisse für die MDL-Berechnungen sind in der nachstehenden Tabelle angeführt.

Substanz	Injizierte Menge (mg/l)	Stickstoffgehalt	Injizierte N-Menge (pg/µl)	Typisches ASTM-Rauschen	Typische Empfindlichkeit (Bereich/pg*s)	Typische MDL (pg N/µl)
Nitrobenzol	9,510	11,37 %	1081,29	1,080	2,813	0,7679
3-Methylindol	10,000	10,67 %	1067,00	1,080	2,668	0,810
9-Methylcarbazol	14,100	7,72 %	1088,52	1,080	2,795	0,773