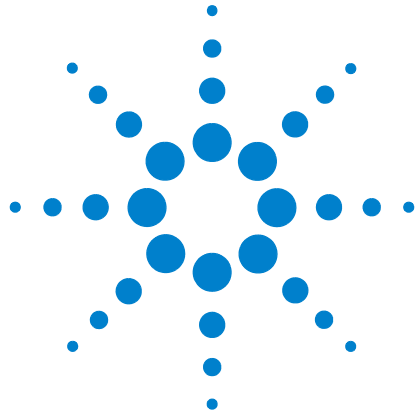




Agilent 7820A Gaschromatograph

Fehlerbehebung



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.

G4350-92015

Ausgabe

Fünfte Ausgabe, August 2016
Vierte Ausgabe, Juni 2015
Dritte Ausgabe, Juli 2011
Zweite Ausgabe, Juni 2010
Erste Ausgabe, März 2007

Gedruckt in China

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131 P.R. China

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. Setzen Sie den Vorgang nach einem Hinweis mit der Überschrift VORSICHT erst fort, wenn Sie die darin aufgeführten Hinweise vollständig verstanden haben und einhalten können.

WARNUNG

WARNUNG weist auf eine Gefahr hin. Sie macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zu Verletzungen oder zum Tod führen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises WARNUNG erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

Inhaltsverzeichnis

1 Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte	10
Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs	10
Software Tastenfeld	10
Die Taste [Status]	10
Fehlerbedingungen	11
Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen	12
Einlass- und Detektorkonfiguration	12
Säulenkonfiguration	12
Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers	13
Gaskonfiguration	13
Anzeigen von „Run Log“, „Maintenance Log“ und „Event Log“ an	14
Run Log	14
Event Log	14
Information zusammenstellen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent	15

2 ALS- und Detektorsymptome

Fehler am Kolben	18
Vorgehensweise	18
Ausrichtungslicht am 7693A/7650A Injektionsturm ist an	19
Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass	20
FID-Leckstromtest schlägt fehl	21
Mögliche Ursachen	21
Vorgehensweise	21
SPD-Leckstromtest schlägt fehl	22
FID-Basislinientest schlägt fehl	23
Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID	24
FID zündet nicht	25
FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz	27
Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker	28
FFD zündet nicht	29
SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl	31
SPD-Perle zündet nicht	32
SPD ⁺ -Temperatur wird nicht betriebsbereit	33

Abschalten eines (defekten) Geräts 34

3 Chromatografische Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar 36

Peak-Bereiche nicht wiederholbar 37

Verunreinigung oder Verschleppung 38

Isolieren der Quelle 38

Prüfen der möglichen Ursachen – alle Kombinationen aus Einlass und Detektor 38

Größere Peaks als erwartet 41

Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks 42

Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms 44

Schlechte Peak-Auflösung 45

Peak-Abfall 46

SPD-Peak-Abfall 48

Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichts-Diskriminierung 49

Bei einem Einlass, der in der Split-Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird 49

Bei einem Einlass, der in splitloser Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird 49

Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks 50

Peak-Vorlagerung 51

Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes 52

Verrauschte Basislinie 53

Basislinien-Wander und -Drift 55

Basislinien-Spiking 56

Mikro-Elektronenanlagerungsdetektor (μEAD) Rauschen und Empfindlichkeit 58

Anzeigesignalauswertung 59

Empfindlichkeit 60

Verunreinigung (hohe Basislinie) 61

Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit) 62

Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID 64

FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden 65

FID-Basislinienausgabe über 20 pA 67

FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)	68
FFD-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	69
FFD-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit	70
FFD-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig	71
Niedrige Peak-Bereiche mit dem FFD	72
Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD	73
Hohe FFD-Basislinienausgabe, > 20 pA	74
Dämpfung des Lösungsmittels am SPD	75
Niedrige SPD-Response	76
Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen	77
SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß	78
Niedrige Selektivität am SPD	79
Negative Peaks am WLD	80
WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie)	81
WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf	82

4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

GC ist niemals betriebsbereit	84
Fluss wird niemals betriebsbereit	85
Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab	86
Ofen heizt niemals auf	87
Temperatur ist niemals betriebsbereit	88
Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden	89
Ein Gas erreicht nicht den angepassten Wert oder Sollwertdruck oder -fluss	90
Ein Gas überschreitet den angepassten Wert oder Drucksollwert oder Fluss	91
Der Einlassdruck oder -fluss schwankt	92
Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Spliteinlass gehalten werden	93
Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss	94
FID zündet nicht	95
FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz	97

Gemessene FID- bzw. SPD-Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse liegen erheblich unter dem Sollwert 98

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl 99

FFD zündet nicht 100

Ventil nicht bereit 102

Gasprobenventile 102

5 Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen 104

Wasserstoff-Abschaltungen 106

In Einlassen und Zusatzgasströmen verwendeter Wasserstoff 106

Thermische Abschaltungen 108

6 GC-Symptome beim Einschalten oder bei der Kommunikation

GC schaltet sich nicht ein 110

PC kann mit GC nicht kommunizieren 111

GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbsttests) 112

7 Überprüfen auf Lecks

Tipps zur Überprüfung auf Lecks 114

Überprüfen von externen Lecks 115

Überprüfung des GCs auf Lecks 116

Durchführung eines Einlasslecktests 117

Festlegung von Warngrenzwerten für einen Lecktest 119

So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlasslecktest 120

Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks 121

Angepasster Wert oder Drucksollwert kann nicht erreicht werden 121

Geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit 122

Durchführung eines SS-Druckabfall-Lecktests 124

Durchführung eines SS-Druckabfalltests am Softwaretastenfeld (Remote-Controller) 124

Behebung von Lecks am Split/Splitless-Einlass 128

Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen

Purged/Packed-Einlass 129

Durchführung eines Einlassdruckabfalltests für einen

Purged/Packed-Einlass 129

Behebung von Lecks am Purged/Packed-Einlass der Säule 133

Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks	134
Behebung von Lecks am Packed-Einlass der Säule	136
Durchführung eines COC-Druckabfall-Lecktests	137
Durchführung eines COC-Druckabfall-Lecktests	137
Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem	141

8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

Messung eines Säulenflusses	144
Messen des Säulenflusses bei einem FID, WLD, μ EAD und FFD	144
Messen des SPD-Säulenflusses	146
Messung des Flusses an einem Splitauslass oder einem Septumspülfluss	148
Messung eines Detektorflusses	150
Messen des Flusses bei einem FID, WLD, μ EAD und FFD	150
Messen des SPD-Flusses	153
Durchführen des GC-Selbsttests	155
Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung	156
So legen Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest fest	157
So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest	158
Durchführung des Einlassfiltertests	159
Durchführung eines SS-Splitauslass-Verengungstests	161
Prüfung einer Splitauslassleitung auf Verunreinigungen	162
Anpassen des Lit-Offset am FID	164
Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt	165
Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert	166
Messung des FID-Leckstroms	167
Messung der FID-Basislinienausgabe	168
Isolierung der Ursache des FID-Rauschens	169
Messung des SPD-Leckstroms	170
Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist	171
Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist	172
Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist	173
Sicherstellung, dass die FFD-Flamme brennt	174
Anpassung von Lit Offset am FFD	175

Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen	176
Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts	177
So verwenden Sie die Stoppuhr	178



1

Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte 10

Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen 12

Anzeigen von „Run Log“, „Maintenance Log“ und „Event Log“ an 14

Information zusammenstellen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent 15



Konzepte

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

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

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

Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs

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

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

Softwaretastenfeld

Rufen Sie bei der Fehlerbehebung das Softwaretastenfeld auf, um auf alle in Ihrem GC verfügbaren Informationen zuzugreifen. Sofern nicht anders vermerkt, setzen alle in diesem Handbuch erwähnten Prozeduren bei der Beschreibung des Zugriffs auf GC-Einstellungen oder-Daten die Verwendung des Softwaretastenfelds (Remote Controller) voraus.

Die Taste [Status]

Verwenden Sie auch die Tasten **[Status]** und **[Info]** am Softwaretastenfeld, während Sie diese Fehlerbehebungsinformationen verwenden. Diese Tasten zeigen zusätzliche hilfreiche Informationen über den Status des GCs und seine Komponenten an.

Fehlerbedingungen

Tritt ein Problem auf, wird eine Statusmeldung angezeigt. Falls die Meldung einen Hardwareschaden anzeigt, sind eventuell weitere Informationen verfügbar. Rufen Sie das Softwaretastenfeld (Remote Controller) auf, verbinden Sie sich mit dem GC und drücken Sie die entsprechende Komponententaste (z. B. **[Front Det]**, **[Oven]**, oder **[Front Inlet]**).

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

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

Einlass- und Detektorkonfiguration

Konfigurieren Sie den GC und alle dementsprechenden Komponenten unbedingt so, dass eine Änderung am Einlass oder Detektor angezeigt wird. Nachstehend finden Sie einige Beispiele zu Komponenten, die nach Änderungen am Einlass oder am Detektor aktualisiert werden müssen:

Liner: Ob ein Linertyp geeignet ist, hängt von der GC-Einlassbetriebsart ab, beispielsweise Split-Betriebsart vs. Splitless-Betriebsart, sowie von der Analyse.

FFD-Filter: Die FFD-Filter benötigen unterschiedliche Gasflüsse, um vorschriftsmäßig zu funktionieren. Konfigurieren Sie den Fluss entsprechend dem installierten FFD-Filter (Phosphor oder Schwefel).

FID- und SPD-Düsen: Verwenden Sie eine für den installierten Säulentyp geeignete Düse (Kapillarsäule oder gepackte Säule).

Säulenkonfiguration

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

Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers

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

Gaskonfiguration

WARNUNG

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

Konfigurieren Sie den GC immer dann neu, wenn sich der Gastyp ändert. Wenn der GC für ein anderes Gas als das derzeit eingespeiste konfiguriert wurde, führt dies zu inkorrekten Flussraten.

Bestätigung der Gaskonfiguration:

- 1 Drücken Sie **[Config]**.
- 2 Blättern Sie zum richtigen Detektor- oder Säulenelement in der Anzeige und drücken Sie **[Enter]**, um die Art der Gaskonfiguration anzuzeigen.

Anzeigen von „Run Log“, „Maintenance Log“ und „Event Log“ an

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

Um die Protokolle aufzurufen, drücken Sie [**Logs**], um zum gewünschten Protokoll zu wechseln. In der Anzeige sehen Sie die Anzahl an Einträgen, die im Protokoll vorhanden sind. Scrollen Sie durch die Liste.

Run Log

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

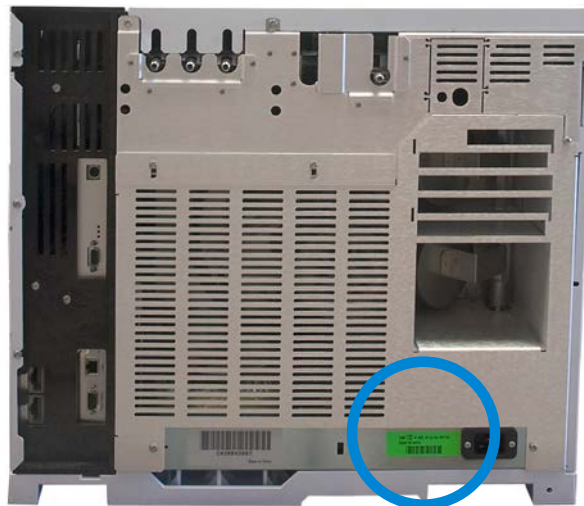
Event Log

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

Information zusammenstellen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent

Stellen Sie die folgenden Informationen zusammen, bevor Sie sich an Agilent wenden, um den Kundendienst anzufordern:

- Symptome
- Beschreibung des Problems
- Installierte Hardware und Parameter/Konfiguration, als der Fehler aufgetreten ist (Probe, Gasversorgungstyp, Gasflussraten, installierte Detektoren/Einlässe usw.)
- Meldungen, die auf der GC-Anzeige erscheinen
- Ergebnisse von durchgeführten Fehlerbehebungs tests
- Instrumentdetails. Halten Sie die folgenden Informationen bereit:
 - Die GC-Seriennummer, die auf einem Aufkleber in der unteren rechten Ecke des GCs aufgeführt wird.
 - GC-Firmwarerevision (Drücken Sie die Taste **[Status]** und anschließend **[Clear]**)
 - GC-Stromversorgungskonfiguration (Auf einem Etikett auf der Rückseite des GC wird links neben dem GC-Netzkabel die GC-Stromversorgungskonfiguration aufgelistet.)



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

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

1 Konzepte und allgemeine Aufgaben



2 ALS- und Detektorsymptome

Fehler am Kolben	18
Ausrichtungslicht am 7693A/7650A Injektionsturm ist an	19
Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass	20
FID-Leckstromtest schlägt fehl	21
SPD-Leckstromtest schlägt fehl	22
FID-Basislinientest schlägt fehl	23
Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID	24
FID zündet nicht	25
FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz	27
Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker	28
FFD zündet nicht	29
SPD-Perle zündet nicht	32
SPD ⁺ -Temperatur wird nicht betriebsbereit	33
Abschalten eines (defekten) Geräts	34



Fehler am Kolben

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

- Der Spritzenkolben steckt fest oder ist mit dem Kolbenträger nicht fest verbunden.
- Der Kolbenmagnet steckt fest.
- Der Impulsgeber des Kolbenträgers funktioniert nicht.
- Der automatische Injektor-Kolbenträgermechanismus bewegt sich nicht.
- Der Kolben ist aufgrund von Probenrückständen oder Verschleiß nicht frei beweglich. Installieren Sie eine neue Spritze und stellen Sie dabei sicher, die Spritze vor der Installation mit Lösungsmittel zu präparieren.

Vorgehensweise

- 1 Entfernen Sie die Spritze, und prüfen Sie die Beweglichkeit des Kolbens.
- 2 Tauschen Sie ggf. die Spritze aus. Lesen Sie auch die Dokumentation zum [7693A](#) oder [7650A](#), soweit anwendbar.
- 3 Überprüfen Sie die Viskosität der Probe anhand der Viskositätsparameter.
- 4 Setzen Sie die Viskositätsparameter ggf. zurück.
- 5 Starten Sie die Sequenz neu.
- 6 Falls der Fehler erneut auftritt, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Ausrichtungslicht am 7693A/7650A Injektionsturm ist an

Wenn das Licht für die Betriebsart Align leuchtet, prüfen Sie zunächst, ob das Karussell ordnungsgemäß installiert ist. Anschließend führen Sie den Ausrichtungsvorgang durch, wie im Handbuch [7693A Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers](#) oder im Handbuch [7650A Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers](#) beschrieben.

Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass

WARNUNG

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

Zusätzliche Informationen zu diesem Thema können Sie der Dokumentation zum Betrieb Ihres automatischen Flüssigprobengebers entnehmen.

[7693A – Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers](#)

[7650A – Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers](#)

- Prüfen Sie, ob die Befestigungsmutter des GC-Septums nicht zu fest sitzt.
- Prüfen Sie, ob die Spritze korrekt im Spritzenträger installiert ist.
- Prüfen Sie, ob die Nadelhalterung und -führung sauber sind. Entfernen Sie Rückstände oder Septumreste. Installieren Sie gegebenenfalls einen neuen Nadelstützfuß (7693A oder 7650A).
- Prüfen Sie, ob Sie die korrekte Spritze verwenden. Die gesamte Länge von Spritzenzylinder und Nadel sollte ca. 126,5 mm betragen.
- Prüfen Sie, ob die Abmessungen der Probenfläschen der Spezifikation entsprechen.
- Prüfen Sie, ob die Bördelkappe richtig installiert ist. Weitere Informationen finden Sie in der Probengeberdokumentation.

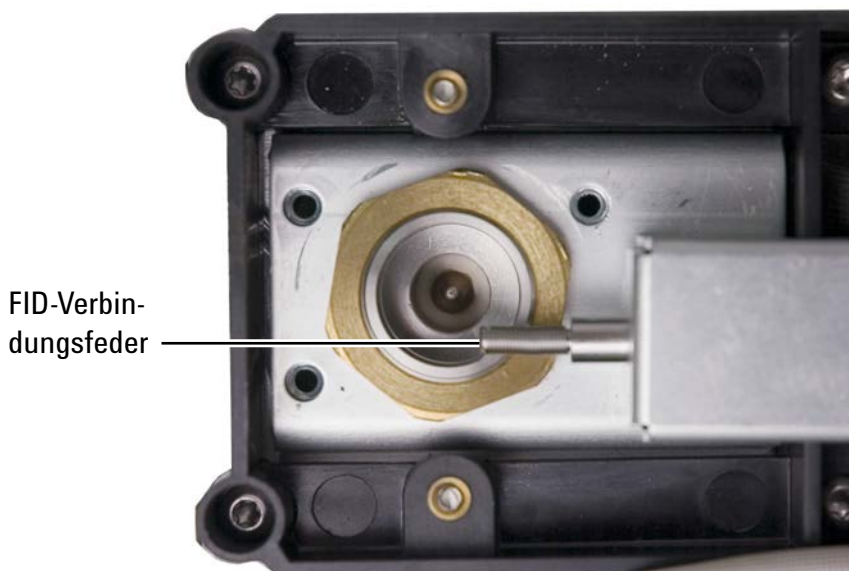
FID-Leckstromtest schlägt fehl

Mögliche Ursachen

Ein fehlgeschlagener Leckstromtest weist in der Regel auf fehlerhafte Installation, Verunreinigung oder beschädigte Komponenten hin.

Vorgehensweise

- 1 Falls Sie soeben eine Wartung am FID durchgeführt haben, prüfen Sie zunächst, ob der Detektor vorschriftsmäßig wieder montiert wurde, bevor Sie bei Detektorproblemen eine Fehlersuche durchführen.
- 2 **Tauschen** Sie das verunreinigte PTFE (FID) aus.
- 3 Achten Sie darauf, dass die Verbindungsfeder nicht beschädigt, verbogen oder verschmutzt ist. Die Verbindungsfeder sollte die Unterseite des Kollektors berühren. Falls die Verbindungsfeder beschädigt, verbogen oder verschmutzt ist, wenden Sie sich an Agilent für den Kundendienst.



SPD-Leckstromtest schlägt fehl

Ein fehlgeschlagener Leckstromtest weist in der Regel auf fehlerhafte Installation, Verunreinigung oder beschädigte Komponenten hin.

Falls Sie soeben eine Wartung am SPD durchgeführt haben, prüfen Sie zunächst, ob der Detektor vorschriftsmäßig wieder montiert wurde, bevor Sie bei Detektorproblemen eine Fehlersuche durchführen.

- 1 Tauschen **Sie die keramischen Isolierungen aus**. Testen Sie erneut.
- 2 Stellen Sie die Perlenspannung auf 0,0 V. Schalten Sie Adjust Offset aus. Prüfen Sie die Ausgabe (Leckstrom).
- 3 Entfernen Sie die Perleneinheit, und bewahren Sie sie sorgfältig an einem sicheren Ort auf.
- 4 Entfernen Sie die drei Schrauben, mit denen der Deckel befestigt ist und entfernen Sie ihn.
- 5 Prüfen Sie die Verbindungsfeder. Achten Sie darauf, dass die Verbindungsfeder nicht beschädigt, verbogen oder verschmutzt ist. Die Verbindungsfeder sollte die Unterseite des Kollektors berühren. Falls die Verbindungsfeder beschädigt, verbogen oder verschmutzt ist, wenden Sie sich an Agilent für den Kundendienst.
- 6 Falls die Verbindungsfeder weder beschädigt noch verschmutzt und das Detektorausgabesignal weiterhin hoch ist, wenden Sie sich an Agilent für den Kundendienst.

FID-Basislinientest schlägt fehl

Falls Sie soeben eine Wartung am FID durchgeführt haben, prüfen Sie zunächst, ob der Detektor vorschriftsmäßig wieder montiert wurde, bevor Sie bei Detektorproblemen eine Fehlersuche durchführen.

Wenn das System den Basislinien-Test nicht besteht:

- Überprüfen Sie die Reinheit und Qualität des Gases.
- Ersetzen Sie verschmutzte/verbrauchte chemische Filter.
- [Heizen](#) Sie den Detektor aus.

Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID

Siehe „[Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID](#)“.

FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass der „Lit Offset“ dem Wert ≤ 2.0 pA entspricht.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug ist (>150 °C). Agilent empfiehlt eine Temperatur von >300 °C.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe [Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert.](#))
- Stellen Sie sicher, dass der Luft- und Wasserstoffdruck den Empfehlungen von Agilent entspricht (Wasserstoff > 35 psi [210 kPa] und Luft > 55 psi [380 kPa]).
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Erhöhen Sie die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeiten und reduzieren oder schalten Sie das Zusatzgas ab, bis die Zündung erfolgt, und setzen Sie die Raten dann herab, bis die Methodenwerte erreicht sind. Bis Sie ideale Werte erzielen, sind vermutlich einige Versuche erforderlich.

Eine Erhöhung des Wasserstoffflusses und eine Verringerung des Zusatzgases erleichtern die FID-Zündung. Falls sie unter diesen geänderten Bedingungen aufleuchtet, kann das auf eine teilweise verstopfte Düse, einen schwachen Anzünder oder ein Leck in der Säulendichtung hinweisen.

- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind. (Siehe [Überprüfung, ob eine Düse verstopft ist.](#))
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Die Istwerte der Flussgeschwindigkeiten sollten im Bereich von ± 10 % des Sollwerts liegen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe [Messen des Detektorflusses.](#))
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID. (Siehe [Überprüfen auf Lecks.](#))

- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule. (Siehe [Messen des Säulenflusses](#).) Der Wasserstofffluss sollte über der Summe aus Säulen- und Zusatzgasfluss liegen.
- Wenn es im Rahmen der Analyse möglich ist, verwenden Sie als Zusatzgas Stickstoff anstelle von Helium.

FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz

WARNUNG

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

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

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

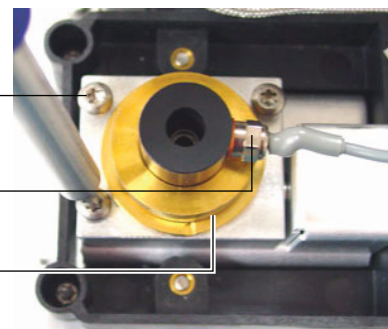
- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus.
- Die Detektortemperatur ist auf $< 150^{\circ}\text{C}$ eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei $> 300^{\circ}\text{C}$.
- Der Anzünder ist nicht ordnungsgemäß mit dem Boden verbunden:
 - Der Anzünder muss in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

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

T-20 Torx-Schrauben (3)

Anzünder

Geriffelte Mutter



Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker

Agilent empfiehlt die Prüfung des Kollektors und Anzünderglühsteckers auf Korrosion während der Wartung des FID.

Beim FID-Verbrennungsprozess kommt es zur Kondensation. Diese Kondensation verursacht in Verbindung mit chlorierten Lösungsmitteln oder Proben Korrosion und führt zu einem Verlust an Empfindlichkeit.

Um Korrosion zu vermeiden, sollte die Detektortemperatur immer über 300° C liegen.

FFD zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass die FFD-Temperatur für die Zündung hoch genug ist ($> 150\text{ °C}$).
- Prüfen Sie die FFD-Flussgeschwindigkeiten und ob diese dem im FFD installierten Filtertyp entsprechen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern.

Tabelle 1 FFD – empfohlene Flüsse

	Flüsse im Phosphormodus, mL/Min.	Phosphormodusflüsse, ml/Min
Trärgas (Wasserstoff, Helium, Stickstoff, Argon)		
Gepackte Säulen	10 bis 60	10 bis 60
Kapillarsäulen	1 bis 5	1 bis 5
Detektorgase		
Wasserstoff	50	75
Luft	60	100
Trärgas + Zusatzgas	60	60

- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe [Messen des Detektorflusses](#).)
- Prüfen Sie, ob der FFD-Anzünder funktionsfähig ist. (Siehe [Sicherstellung, dass die FFD-Flamme brennt](#).)
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0. Wenn der Wert Null beträgt, ist die automatische Zündung deaktiviert. Wenn der Wert zu hoch ist, erkennt die Software nicht, dass die Flamme brennt und schaltet den Detektor aus.
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Große Lecks führen dazu, dass die gemessenen Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen und in der Folge zu nicht idealen Zündbedingungen führen. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)

- Versuchen Sie den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Unter manchen Betriebsbedingungen ist die Flamme leichter zu entzünden, wenn Sie das Entlüftungsrohr entfernen. Setzen Sie das Entlüftungsrohr nach dem Entzünden der Flamme wieder ein.
- Versuchen Sie in diesem Fall, in den Phosphormodusfluss zu wechseln, die Flamme zu zünden und die Flüsse dann schrittweise an die Schwefelwerte anzupassen.
- Prüfen Sie die Kabelverbindungen mit der Kupplung, die Kupplungsverbindung mit dem Glühstecker und prüfen Sie, ob der Glühstecker lose sitzt.

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe [Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist.](#))
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe [Messen des Detektorflusses.](#)) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. [Tauschen Sie diese](#) bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind. Siehe auch [„Informationen zu Flüssen, Temperaturen und Perleneinheit“](#).
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

SPD-Perle zündet nicht

- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt und angemessen sind. Siehe auch [„Informationen zu Flüssen, Temperaturen und Perleneinheit“](#).
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulen-/Adapterdichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Prüfen Sie, ob Fehlermeldungen vorliegen. Drücken Sie [**Service Mode**] und wechseln Sie zu **Diagnostics > Front detector** oder **Back detector > Detector signal**. Sie können auch die Perlenspannung ablesen.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. [Tauschen](#) Sie diese bei Bedarf aus.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe [Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist](#).)
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe [Messen des Detektorflusses](#).) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.

SPD⁺-Temperatur wird nicht betriebsbereit

Wenn die SPD⁺-Emissionsblocktemperatur nicht betriebsbereit wird:

- Prüfen Sie die Ofentemperatur. Wenn die Ofentemperatur lange Zeit hoch (über 325 °C) ist, stellen Sie die Emissionsblocktemperatur auf ihren höchsten Wert (165 °C).
- Prüfen Sie die Übertragungsleitungstemperatur. Wird die Übertragungsleitung auf eine sehr hohe Temperatur gesetzt (etwa 400 °C), setzen Sie die Emissionsblocktemperatur auf mindestens 150 °C.

Abschalten eines (defekten) Geräts

Standardmäßig überwacht der GC den Status aller konfigurierten Geräte (Einlässe, Detektoren, Ventilboxheizungen, Ventile, Ofenheizung, EPC- oder EPR Module usw.) und ist betriebsbereit, sobald alle den Sollwert erreichen. Erkennt der GC in einem dieser Geräte ein Problem, erreicht der GC entweder nie den betriebsbereiten Zustand oder wechselt in einen Abschaltzustand, um sich selbst zu schützen oder ein Sicherheitsrisiko zu vermeiden. Es kann jedoch der Fall sein, dass Sie nicht wünschen, dass der Bereitschaftszustand eines Geräts den Start einer Analyse verhindert. Ein wichtiges Beispiel ist der Defekt an einem Einlass oder einer Detektorheizung. Normalerweise verhindert dieser Fehler, dass der GC in den Bereitschaftszustand wechselt und eine Analyse gestartet werden kann. Sie können den GC jedoch so einstellen, dass dieses Problem ignoriert wird, sodass Sie den anderen Einlass oder Detektor verwenden können, bis das Gerät repariert ist.

Nicht alle Geräte können ignoriert werden. Sie können den Bereitschaftszustand von Einlässen, Detektoren, des Ofens oder von EPC- oder EPR-Modulen ignorieren. Der Bereitschaftszustand anderer Geräte und Komponenten, z. B. von Injektionsgeräten wie Schaltventil oder automatischem Flüssigprobengeber, kann in keinem Fall ignoriert werden.

So ignorieren Sie den Status eines Geräts:

- 1 Schalten Sie ggf. Heizung und Gasflüsse des Geräts ab. (Achten Sie darauf, dass dabei kein Sicherheitsrisiko entsteht.)
- 2 Drücken Sie [**Config**] und wählen Sie das Element aus.
- 3 Blättern Sie zu **Ignore Ready** und drücken Sie [**On/Yes**], um den Wert **True** festzulegen.

Jetzt können Sie den GC verwenden, bis das Gerät repariert ist.

VORSICHT

Ignorieren Sie den Bereitschaftszustand eines verwendeten Geräts nicht, solange es von Bedeutung ist, dass es den Sollwert erreicht.

Achten Sie darauf, dass ein defektes Gerät nach der Reparatur wieder in den Zustand **Ignore Ready = False** zurückgesetzt wird. Andernfalls wird sein Status (Temperatur, Fluss, Druck usw.) weiterhin ignoriert, auch wenn dieses Gerät in der Analyse eingesetzt wird.

Um die Bereitschaft eines Geräts zu berücksichtigen, setzen Sie **Ignore Ready** auf **False**.



3 Chromatografische Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar	36
Peak-Bereiche nicht wiederholbar	37
Verunreinigung oder Verschleppung	38
Größere Peaks als erwartet	41
Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks	42
Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms	44
Schlechte Peak-Auflösung	45
Peak-Abfall	46
Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichts-Diskriminierung	49
Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks	50
Peak-Vorlagerung	51
Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes	52
Mikro-Elektronenanlagerungsdetektor (μEAD) Rauschen und Empfindlichkeit	58
Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit)	62
FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	65
FID-Basislinienausgabe über 20 pA	67
FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)	68
FFD-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden	69
FFD-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit	70
FFD-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig	71
Niedrige Peak-Bereiche mit dem FFD	72
Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD	73
Hohe FFD-Basislinienausgabe, > 20 pA	74
Dämpfung des Lösungsmittels am SPD	75
Niedrige SPD-Response	76
Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen	77
SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß	78
Niedrige Selektivität am SPD	79
Negative Peaks am WLD	80
WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie)	81
WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf	82



Retentionszeiten nicht wiederholbar

- Tauschen Sie das Septum aus.
- Prüfen Sie den Einlass, den Liner (sofern vorhanden) und die Säulenverbindung auf Lecks. (Siehe auch „Überprüfen auf Lecks“.)
 - Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks
 - Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass
- Achten Sie auf ausreichenden Trägergasdruck. Der am GC anliegende Druck muss mindestens 40kPa (10psi) über dem maximalen Einlassdruck liegen, der für die finale Ofentemperatur erforderlich ist.
- Führen Sie Wiederholungen mit bekannten Standards durch, um das Problem zu überprüfen.
- Stellen Sie sicher, dass Sie den korrekten Liner-Typ für die zu injizierende Probe verwenden.
- Berücksichtigen Sie, ob dies die erste Analyse ist. (Hat sich der GC stabilisiert?)
- Bei Verwendung eines FID oder SPD und erhöhten Retentionszeiten (Drift) überprüfen Sie die Düse auf Verunreinigungen oder ersetzen Sie die Düse.
 - Austauschen einer FID-Düse
 - Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist
 - Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist

Peak-Bereiche nicht wiederholbar

Prüfen Sie den Betrieb der Spritze am automatischen Flüssigprobengeber. (Siehe hierzu den Abschnitt Fehlerbehebung des Handbuchs zum Probengeber: [7693A](#), [7650A](#),.)

- Tauschen Sie die Spritze aus.
- Prüfen Sie den Einlass, den Liner (sofern vorhanden) und die Säulenverbindung auf Lecks. (Siehe auch „[Überprüfen auf Lecks](#)“.)
- Prüfen Sie die Probenmenge in den Fläschchen.
- Führen Sie Wiederholungen mit bekannten Standards durch, um das Problem zu überprüfen.
- Berücksichtigen Sie, ob dies die erste Analyse ist. (Hat sich der GC stabilisiert?)

Verunreinigung oder Verschleppung

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

Isolieren der Quelle

- 1 Führen Sie eine Analyse nur mit Lösungsmittel durch und verwenden Sie dabei neues, reines Lösungsmittel. Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr vorhanden ist, liegt entweder ein Problem mit der Probe oder dem Lösungsmittel vor.
- 2 Führen Sie eine Blindanalyse durch (entfernen Sie die Spritze aus dem Injektor und starten Sie eine Analyse). Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr vorhanden ist, liegt ein Problem mit der Spritze vor.
- 3 Entfernen Sie die Säule aus dem Detektor und schließen Sie die Detektorarmatur ab. Führen Sie eine weitere Blindanalyse durch. Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr vorhanden ist, liegt ein Problem mit Einlass oder Säule vor. Wenn die Verunreinigung weiterhin vorhanden ist, liegt ein Problem mit dem Detektor vor.

Prüfen der möglichen Ursachen – alle Kombinationen aus Einlass und Detektor

Einlass, Probengeber, Probe, Gaszufuhr

- Prüfen Sie den Septumtyp und die Installation. Das Septum des Probenfläschchens kann sich in der Probe auflösen. Stellen Sie sicher, dass das Fläschchenseptum dem verwendeten Lösungsmittel gegenüber widerstandsfähig genug ist. Achten Sie ebenfalls darauf, dass das Fläschchenseptum flach ist. Ist das Fläschchenseptum nicht flach, besteht die Gefahr, dass die Nadel das Septum zerstückelt und Stücke in die Probe fallen, wodurch Kontaminierung und Geisterspitzen verursacht werden.
- Führen Sie die vollständige [Wartung](#) am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Prüfen Sie eine mögliche Probenverschleppung aus vorherigen Analysen. Führen Sie mehrere Blindanalysen ohne Injektion durch und prüfen, ob die Ghost-Peaks verschwinden oder kleiner werden.

- Prüfen Sie den Septumspülfluss. Wenn dieser zu gering ist, haben sich im Septum ggf. Verunreinigungen angesammelt oder Kondensat verstopft die Spüleleitung.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases. Wiederholen Sie die Analysen, einige davon in kurzen Abständen, danach einige mit einem großen Abstand. Wenn die Kontaminierungsspitzen für die Analysen mit großen Intervallen größer sind, sollten Sie verunreinigtes Gas vermuten: die Kontaminierung hat mehr Zeit, sich auf Säule und Liner abzulagern.
- Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie Verunreinigungen im Einlass vermuten, führen Sie das Ausheizverfahren durch (**SS**, **PP**, **PCI**).
- Überprüfen Sie den Betrieb der Einlässe. Reinigen Sie die Einlassdüse und ersetzen Sie die verunreinigten Einlassteile.
 - **Reinigung des Split/Splitless-Einlasses**
 - **Reinigung des Purged-Packed-Einlasses**
 - **Reinigung des gepackten Säuleneinlasses**
 - **Reinigung des Kaltaufgabesystems**
- Prüfen Sie den Lösungsmittelstand in den Reinigungsflaschen des automatischen Flüssigprobengebers.
- Tauschen Sie bei Bedarf die Spritze im automatischen Flüssigprobengeber aus.
- Prüfen Sie das Probeninjektionsvolumen. Stellen Sie sicher, dass der Flüssigprobengeber genug Probenmaterial in den Einlass injiziert. Verwenden Sie den Rechner für Lösungsmitteldampfvolumen, um festzustellen, wie viel Sie von der Probe injizieren sollten.
- Geisterspitzen sind manchmal auf kontaminierte Probenfläschchen zurückzuführen. Setzen Sie neue bzw. gereinigte Probenfläschchen ein, und beobachten Sie, ob die Geisterspitzen verschwinden.
- Einige Proben ändern sich unter Einfluss von Hitze oder ultraviolettem Licht. Überprüfen Sie die Probenstabilität.

Säule, Methode

- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: **Heizen** Sie Verunreinigungen aus, **entfernen** Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und **drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen Sie diese aus**.

- Wenn Sie Verunreinigungen in der Säule vermuten, führen Sie ein [Ausheizverfahren](#) durch.
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenprogrammtemperatur und -zeit für die injizierten Proben ausreichend sind. Geisterspitzen, die breiter sind als angrenzende Probenspitzen, können von einer vorherigen Analyse stammen.
- Überprüfen Sie die Säule auf Verunreinigungen. Proben mit hohen Molekulargewichten, die Rückstände enthalten, können Spritze, Einlass-Liner oder die ersten paar Zoll der Säule kontaminieren.

Detektor, Detektorgaszufuhr

- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases. Wiederholen Sie die Analysen, einige davon in kurzen Abständen, danach einige mit einem großen Abstand. Wenn die Kontaminierungsspitzen für die Analysen mit großen Intervallen größer sind, sollten Sie verunreinigtes Gas vermuten: die Kontaminierung hat mehr Zeit, sich auf Säule und Liner abzulagern.
- Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie Verunreinigungen im Detektor vermuten, führen Sie das Ausheizverfahren durch ([FID](#), [TCD](#), [μECD](#)).
- Überprüfen Sie den Betrieb der Detektoren. Ersetzen Sie die verunreinigten Detektorteile.
 - [Wartung des SPD-Kollektors, der keramischen Isolierungen und der Düse](#)
 - [Wartung des FID](#)

Größere Peaks als erwartet

- Vergleichen Sie alle Abmessungen der konfigurierten Säule mit den Istwerten der Abmessungen der Säule. (Siehe auch [„Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen“](#).)
- Prüfen Sie das Injektionsvolumen des automatischen Probengebers. Im normalen Injektionsmodus setzt der Probengeber die Schnellinjektion ein, um eine repräsentative Probenmenge abzugeben. Die Schnellinjektion minimiert die Nadelfraktionierung. Mittels manueller Injektion oder langsameren automatischen Injektionsgeräten erstellte Chromatogramme weisen höhere Niveaus an Materialien mit niedrigen Molekulargewichten im Vergleich zu Materialien mit höheren Molekulargewichten auf, weil die flüchtigen Bestandteile schneller aus der Nadel verdampfen als die Materialien mit höheren Gewichten.
- Prüfen Sie die Fläschchenabdeckungen. Lockere Fläschchenkappen können zum selektiven Schwund des leichteren Materials einer Probe führen. Die Kappe sollte bei ordnungsgemäßer Installation nicht leicht drehbar sein.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.

Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks

- Wenn Sie einen automatischen Probengeber verwenden:
 - Stellen Sie sicher, dass das Fläschchen eine Probe enthält.
 - Stellen Sie sicher, dass der Kolbenträger am automatischen Flüssigprobengeber mit dem Spritzenkolben verbunden ist.
 - Prüfen Sie, ob die Spritze ordnungsgemäß installiert ist und die Probe ansaugt.
 - Stellen Sie sicher, dass das Karussell korrekt bestückt ist, und keine Injektionen über Fläschchen erfolgt, die sich nicht innerhalb der gewünschten Sequenz befinden.
 - Achten Sie darauf, dass die Probe in die Spritze gezogen wird.
- Stellen Sie sicher, dass der verwendete Detektor einem Signal zugewiesen ist.
- Prüfen Sie, ob die Säule korrekt installiert ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule nicht verstopft ist. (Siehe auch „[Messung eines Säulenflusses](#)“.) Führen Sie die [Wartung](#) für die Säule durch.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch „[Überprüfen auf Lecks](#)“.)
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe auch „[Messung eines Detektorflusses](#)“.)
- Einige Proben ändern sich unter Einfluss von Hitze oder ultraviolettem Licht. Prüfen Sie die Probenstabilität.
- Prüfen Sie die Probenmenge in den Fläschchen.
- Ist die Probe viskos, versuchen Sie Folgendes:
 - Verlängern Sie die Viskositätsverzögerungszeit.
 - Verdünnen Sie die Probe mit einem entsprechenden Lösungsmittel von niedriger Viskosität.
 - Schalten Sie den Turmlüfter aus.

Wenn das Problem durch den Detektor verursacht wird, beachten Sie [Tabelle 2](#).

Tabelle 2 Fehlerbehebung am Detektor

Detektor	Lösung
FID, FFD	• Stellen Sie sicher, dass das Elektrometer eingeschaltet ist. • Stellen Sie sicher, dass die Flamme immer noch brennt.
WLD	• Stellen Sie sicher, dass der Heizfaden eingeschaltet ist. • Stellen Sie sicher, dass das Referenzgas nicht auf null eingestellt ist. (Der Glühdraht wird bei Null-Referenzgasfluss nicht aktiviert)

Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms

- Überprüfen Sie die Säule auf eine Blutung.
- Achten Sie auf Lecks/Sauerstoff in der Trägergasversorgung. Sauerstoff kann die Kapillarsäulen mit gebundenen Phasen beschädigen.
- Prüfen Sie die Anzeigen und Datumsangaben der Sauerstoffventile.
- Führen Sie Blindanalysen mit Lösungsmittel durch, um die Basislinie ohne Probe zu bewerten.
- Führen Sie Blindanalysen ohne Injektion durch (entfernen Sie die Spritze aus dem Injektor und starten Sie eine Analyse), um die Basislinie ohne Lösungsmittel zu bewerten.
- Prüfen Sie, ob Verunreinigungen bestehen. (Siehe auch [Verunreinigung oder Verschleppung](#).)
- Berücksichtigen Sie die Auswirkung der Filmstärke der Säule beim Bluten. Versuchen Sie, eine Säule mit einem dünneren Film zu verwenden.
- Prüfen Sie die Säulenarmaturen auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Bereiten Sie ein Säulenkompensationsprofil vor und verwenden Sie dieses.

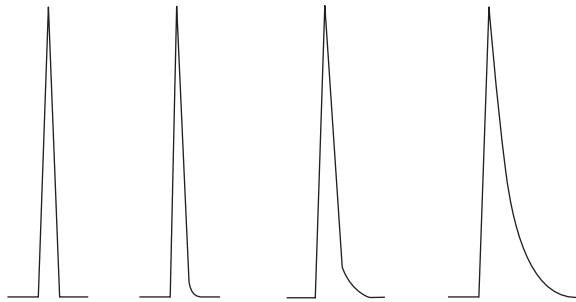
Schlechte Peak-Auflösung

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

Peak-Abfall

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

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



- Prüfen Sie die Säule auf starke Verunreinigungen.
 - Bei Verwendung einer Kapillarsäule, [entfernen](#) Sie diese 0,5 bis 1 Meter von der Säulenfront.
 - Für gebundene und kreuzverbundene Phasen, führen Sie eine Lösungsmittelspülung der Säule durch.
 - Prüfen Sie, ob Verunreinigungen am Einlass bestehen. Tailing erhöht sich gelegentlich mit der Substanzretention. Reinigen Sie den Einlass oder ersetzen und deaktivieren Sie verunreinigte Einlassteile. ([Siehe hierzu das Wartungshandbuch des 7820A.](#))
- Betrachten Sie die stationären Phase der Säule (aktive Säule). Dies betrifft nur aktive Verbindungen. Eine aktive Säule erzeugt in der Regel Tailing, das abhängig von der Retentionszeit zunimmt.
 - Ersetzen Sie die Säule.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt abgeschnitten und installiert ist.
 - Nehmen Sie mit einem zuverlässigen Werkzeug einen sauberen, rechteckigen Schnitt vor
 - Bestätigen Sie, dass die Installation keine Undichtigkeiten aufweist. Bei Undichtigkeiten an der Säulendichtung tritt vermehrtes Tailing für früh eludierende Peaks auf. (Siehe auch „[Überprüfen auf Lecks](#)“.)

- Beachten Sie, welche Arten von Adapter, Liner und Einlassdichtung verwendet werden. Eines dieser Teile oder alle könnten verunreinigt oder aktiv sein.
 - Verwenden Sie einen neuen, deaktivierten Liner. Dies betrifft nur aktive Verbindungen.
 - Sofern erforderlich, ersetzen Sie die Einlassdichtung.
- Prüfen Sie die Adapter (sofern installiert) und den Liner auf feste Partikel. Wenn feste Partikel zu sehen sind, reinigen oder ersetzen.
- Berücksichtigen Sie bei der splitlosen Kapillarinjektion die Kompatibilität zwischen dem Lösungsmittel und der Säule.
 - Verwenden Sie ein anderes Lösungsmittel. Dies hilft in den Fällen, wo verstärktes Tailing für früh eludierende Peaks oder Peaks mit der kürzesten Entfernung zur Säulenfront auftritt.
 - Verwenden Sie eine Vorsäule von 3 bis 5 Metern.
- Stellen Sie sicher, dass die Injektionstechnik adäquat ist. Dies ist in der Regel auf fehlerhaftem Kolbendruck oder Probenreste in der Spritzennadel zurückzuführen.
- Prüfen Sie die Einlasstemperatur.
 - Ist die Temperatur zu hoch, verstärkt sich generell das Tailing für früh eludierende Peaks. Verringern Sie die Einlasstemperatur um 50 °C.
 - Ist die Temperatur zu niedrig, erhöht sich das Tailing generell mit der Retention. Erhöhen Sie die Einlasstemperatur auf 50 °C.
- Prüfen Sie das Totvolumen im System. Prüfen Sie die korrekte [installation](#) an beiden Enden.
 - Falls sich das Peak-Tailing mit der Retentionszeit verringert, reduzieren Sie das Totvolumen in den Übertragungsleitungsanschlüssen, geschmolzenes Siliziumdioxid, usw.
 - Eine Säule, die zu hoch im Detektor oder Einlass installiert wird, kann Totvolumenbereiche erzeugen.
- Untersuchen Sie alle Übertragungsleitungen für kalte Stellen. Kalte Stellen verursachen Tailing, das sich in der Regel mit der Retentionszeit erhöht.

SPD-Peak-Abfall

Führen Sie bei einem SPD folgende Schritte durch:

- Stellen Sie sicher, dass Sie die korrekte Perleneinheit für die zu analysierende Probe verwenden. Wenn Sie Phosphor analysieren, installieren Sie eine schwarze Perleneinheit. Weiße Perleneinheiten können bei der Analyse von Phosphor zu Peak-Abfällen führen.
- Stellen Sie sicher, dass die korrekte **Düse** installiert ist. Verwenden Sie eine erweiterte Düse.
- **Tauschen** Sie die keramischen Isolierungen aus.

Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichts-Diskriminierung

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

- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. Reinigen oder ersetzen Sie den Liner bei Bedarf. Tauschen Sie alle Verbrauchsmaterialien am Einlass aus. Informationen zu diesem Thema finden Sie im [Wartungshandbuch](#).
- Passen Sie die Einlasstemperatur an.
- Führen Sie Standards anhand einer bekannten Methode durch, um die erwartete Leistung zu ermitteln.

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

- Prüfen Sie den Liner-Typ. Verwenden Sie einen Liner für die Split-Analyse, der Glaswolle oder andere Oberflächendichtungsmaterialien enthält, um eine vollständige Probenverdampfung zu ermöglichen.
- Erhöhen Sie die Einlasstemperatur und stellen Sie sicher, dass die Isolierungskappe installiert ist und eine Isolierung enthält.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Beachten Sie hierzu das Thema zum [SS-Einlass](#).

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

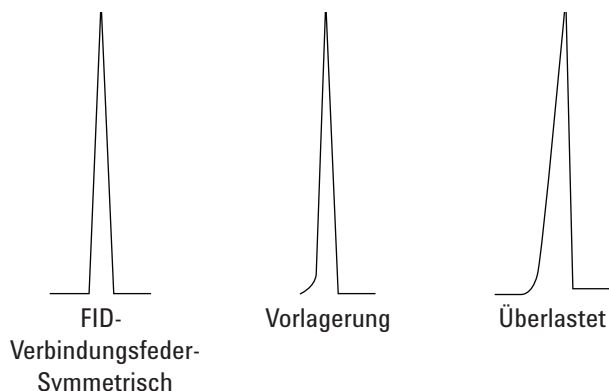
- Überprüfen Sie den Einlass auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Prüfen Sie den Liner-Typ. Verwenden Sie einen für die Splitless-Analyse optimierten Liner (deaktiviert, große Volumen).
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenanstiegstemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Beachten Sie hierzu das Thema zum [SS-Einlass](#).
- Stellen Sie sicher, dass das Dampfvolumen des Lösungsmittels die Kapazität des Liners nicht übersteigt.
- Achten Sie auf eine geeignete Spülverzögerungszeit. (Liner-Volumen/Säulenfluss)

Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks

- Senken Sie die Einlasstemperatur.
- Achten Sie auf Luft oder Wasser im Trägergas; überprüfen Sie die Reinheit des Gases und die Funktionalität der Ventile.
- Stellen Sie sicher, dass der Liner für die zu analysierende Probe geeignet ist.
- Führen Sie die vollständige **Wartung** am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Installieren Sie einen deaktivierten Liner (falls ein Liner verwendet wird).
- Prüfen Sie, ob die Septum-, Liner- und Säulendichtungen undichte Stellen aufweisen. (Siehe auch „Überprüfen auf Lecks“.)
- Installieren Sie einen Agilent Direktverbindungs-Liner.
- Verwenden Sie eine Druckmethode mit Druckstoß für eine schnellere Probenübertragung zur Säule.
- Heizen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:
 - **Ausheizen von Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass**
 - **Ausheizen von Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass**
 - **Ausheizen von Verunreinigungen aus dem gepackten Säuleneinlass**
- Reinigen Sie den Einlass. Beachten Sie folgende Punkte:
 - **Reinigung des Split/Splitless-Einlasses**
 - **Reinigung des Purged-Packed-Einlasses**
 - **Reinigung des gepackten Säuleneinlasses**
 - **Reinigung des Kaltaufgabesystems**

Peak-Vorlagerung

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



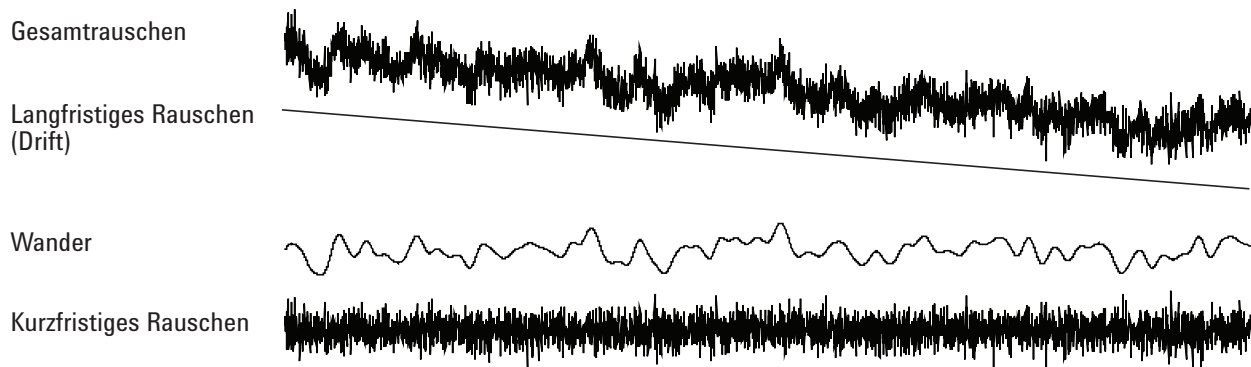
Wenn eine Peak-Vorlagerung oder Überlastung auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass das Injektionsvolumen geeignet ist. Säulenüberlastung ist die häufigste Ursache für vorgelagerte Peaks.
 - Verringern Sie das Injektionsvolumen, lösen Sie die Probe auf, und/oder erhöhen Sie das Split-Verhältnis.
 - Ändern Sie den Säulentyp oder die Filmstärke.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt **installiert** wurde. Anderenfalls installieren Sie die Säule wieder im Einlass.
- Stellen Sie sicher, dass eine geeignete Injektionstechnik verwendet wird. Dies ist in der Regel auf fehlerhaftem Kolbendruck oder Probenreste in der Spritzennadel zurückzuführen.
- Wenn Sie eine splitlose Kapillarinjektion anwenden, beachten Sie die Löslichkeit der Verbindung im Injektionslösungsmittel.
 - Wechseln Sie das Lösungsmittel.
 - Verwenden Sie eine Vorsäule.
- Prüfen Sie die Reinheit des Probenlösungsmittels. Bei Lösungsmitteln mit großen Unterschieden bei Polarität oder Siedepunkten kann ein gemischtes Probenlösungsmittel zur Peak-Vorlagerung führen. Wechseln Sie das Proben-Lösungsmittel.

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

Rauschen sollte unter „normalen“ Betriebsbedingungen gemessen werden, wenn eine Säule angeschlossen und das Trägergas eingeschaltet ist. FID-Elektrometer-Rauschen oder Drift (Flamme aus) bieten beispielsweise nicht genügend Hinweise darauf, wie produktiv der Detektor in der Praxis ist, weil wichtige Quellen für Rauschen in dieser Messung nicht berücksichtigt werden. Rauschen verfügt normalerweise über einen hohen Frequenzanteil (ursprünglich elektronisch) und niedrigere Frequenzanteile, die als Wander und Drift bezeichnet werden.

Wander weist eine willkürliche Richtung auf, jedoch bei einer niedrigeren Frequenz als das kurzzeitige elektronische Rauschen. Langfristiges Rauschen (Drift) ist eine monotone Signaländerung über einen Zeitraum, der im Vergleich zum Wander und elektronischen Rauschen lang ist (siehe unten). Begriffe wie „kurz“ und „lang“ sind relativ zur Breite der chromatografischen Peaks zu betrachten. Man sollte generell Rauschen über einen Zeitraum messen, der etwa 10 Mal der Peakbreite bei halber Höhe (oder 10 Mal dem Bereich/Höhe-Verhältnis bei einer Gaußschen Spitze) entspricht. Erfolgt die Messung über längere Zeit, kann das Rauschen überbewertet werden; kürzere Zeiten können das Rauschen unterbewerten.



Verrauschte Basislinie

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

- Prüfen Sie an allen Detektoren die Säulenarmaturen auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Weitere Informationen zum FID finden Sie unter [Isolierung der Ursache des FID-Rauschens](#).
- Beim WLD stellen Sie sicher, dass die Datenerfassung bei ≤ 5 Hz erfolgt.

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

- Achten Sie auf aktuelle Veränderungen, die am System erfolgten.
- Heizen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:
 - [Ausheizen von Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass](#)
 - [Ausheizen von Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass](#)
 - [Ausheizen von Verunreinigungen aus dem gepackten Säuleneinlass](#)

Ausheizen kann Septumbluten und andere Kontaminierungen verringern. Neue Septa können Rauschen durch Ausbluten von Material mit niedrigem Molekulargewicht verursachen. Verringert sich das Rauschen, wenn die Einlasstemperatur reduziert wird, ist das eine wahrscheinliche Ursache. Verwenden Sie nur Septa mit hoher Qualität und bewahren Sie sie an Orten auf, wo sie nicht kontaminiert werden können.

- Überprüfen Sie die [Reinheit](#) der Träger- und Detektorgase. Wurde vor kurzem ein Behälter ausgetauscht und ist der alte Behälter noch vorhanden und enthält noch etwas Gas, versuchen Sie es mit dem älteren Behälter, um festzustellen, ob sich das Rauschen verringert.

Ist das neue Gas so stark verunreinigt, dass Filter gefüllt werden, kann der Wechsel auf den alten Behälter eine kleine Verbesserung bewirken, bis die Filter ausgetauscht oder erneuert wurden. Die wahrscheinlichste Ursache für das Problem ist das Stickstoffträgergas. Kaufen Sie bei einem zuverlässigen Gaslieferanten.

- Prüfen Sie beim WLD die Schwankungen des Umgebungsluftdrucks am GC. Luftströmungen von einem Lüfter oder einer Klimaanlage, die über den GC wehen, können Störungen bei dem vom Detektor ausgehenden Gas verursachen. Dies ist eine mögliche, jedoch nicht sehr wahrscheinliche Ursache für Rauschen, da Detektoren gut geschützt sind. Wird die Quelle für die Luftströmung beseitigt oder der Detektorauslass abgeschirmt, kann dieses Problem festgestellt werden. Installieren Sie den Durchflussregler für den WLD-Auslass (G1532-60070).
- Lose Verbindungen im Detektor oder in seinem Signalpfad erzeugen Rauschen.
- Überprüfen Sie, ob nach der letzten Wartung alle Teile wieder korrekt zusammengebaut wurden.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.

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

- Heizen Sie den Detektor aus (FID, TCD, μ ECD).
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen. Ersetzen Sie die Teile bei Bedarf.
- Überprüfen Sie die Säule und den Einlass auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Düsen am FID oder SPD auf Verunreinigungen.
 - Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist
 - Austauschen einer FID-Düse
 - Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist
 - Wartung des SPD-Kollektors, der keramischen Isolierungen und der Düse
- Stellen Sie sicher, dass das FFD Fotovervielfacherrohr (PMT) korrekt installiert ist. Ist dies nicht der Fall, treten Lichtlecks und schließlich ein Rauschen auf.

FIDs sind anfällig für das allmähliche Entstehen von Ablagerungen im Detektor. In extremen Fällen tritt Spiking in Kombination mit erhöhtem Rauschen auf.

Kohlenstoffablagerungen (schwarz) können aufgrund von schlecht verbrennenden Lösungsmitteln entstehen (vorwiegend chlorierte Stoffe und Aromaten). Vermeiden Sie es, diese Lösungsmittel zu verwenden, sofern möglich. Wenn Sie sie verwenden müssen, rechnen Sie damit, den Detektor regelmäßig reinigen zu müssen.

Siliziumdioxid (weiß) entsteht, wenn ausgeblutete Stoffe von einer Siliziumsäule in der Flamme verbrannt werden. Zur Minimierung wählen Sie eine niedrige Säulenauslastung und Phasen mit hohen Temperaturgrenzen, konditionieren die Säulen gründlich vor Verwendung und nutzen die niedrigstmögliche Ofentemperatur für die Analyse.

Um alle Arten von Ablagerungen zu entfernen, bauen Sie den Detektor auseinander und schrubben ihn mit einer kleinen Bürste ab. Ein Lösungsmittel (fast alle sind geeignet) hilft dabei, die Partikel fortzuspülen.

Andere Faktoren, die zu Rauschen führen können:

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

Basislinien-Wander und -Drift

Basislinien-Wander oder -Drift kann auftreten, wenn eine Fluss- oder Temperatureinstellung geändert wurde. Wenn sich das System vor Beginn einer Analyse nicht in den neuen Zuständen stabilisiert hat, sind einige Basislinienänderungen zu erwarten. Folgende Fälle setzen voraus, dass seit der letzten Änderung der Betriebsbedingungen ausreichende Stabilisierungszeit verstrichen ist.

Wenn ein Basislinien-Wander auftritt, prüfen Sie das System auf Lecks, besonders beim Septum und bei der Säule. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).) Befindet sich das Leck am Detektorende der Säule, sind die Retentionszeiten bei den Analysen stabil, wobei jedoch die Empfindlichkeit eingeschränkt wird. Falls es sich am Einlassende befindet, ist die Empfindlichkeit verringert und die Retentionszeiten sind erhöht.

Denken Sie auch daran, ob das Ofentemperatur-Programm ausreichend ist.

Basislinien-Drift tritt meistens während der Temperaturprogrammierung auf. Versuchen Sie, einen Basislinien-Drift wie folgt zu korrigieren:

- Stellen Sie sicher, dass die Säulenkompensation verwendet wird und das Profil aktuell ist. (Für die Kompensation der Blutung.)
- Stellen Sie sicher, dass die Säule konditioniert ist.
- Achten Sie bei der Betriebstemperatur auf die Säulenblutung.
- Achten Sie auf den Signalmodus, der der Säule im Datensystem zugewiesen ist.
- Prüfen Sie das Säulenkompensationsprofil. Es kann zu gering (Drift nach oben) oder zu hoch sein (Drift nach unten).

Diese Ursache für Drift wird durch gründliche Säulenkonditionierung minimiert. Betrieb mit einer niedrigeren Temperatur reduziert Drift, verlängert aber die Analyse. Die Verwendung einer chromatografisch gleichwertigen Säule mit höherer Temperaturgrenze ist ebenfalls möglich.

Basislinien-Spiking

In der Basislinienausgabe gibt es zwei Arten von Spiking: zyklisch und willkürlich. Spiking wird normalerweise nicht in der Anzeige erkannt; die Erkennung ist nur per Plot oder Online-Messkurve möglich.

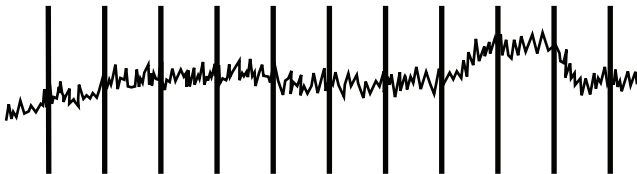


Abbildung 1 Zyklisches Spiking

Zyklisches Spiking kann folgende Ursachen haben:

- Einen elektrischen Motor
- Klimatisierung von Gebäuden

- Andere elektronische Störstrahlungen im Labor

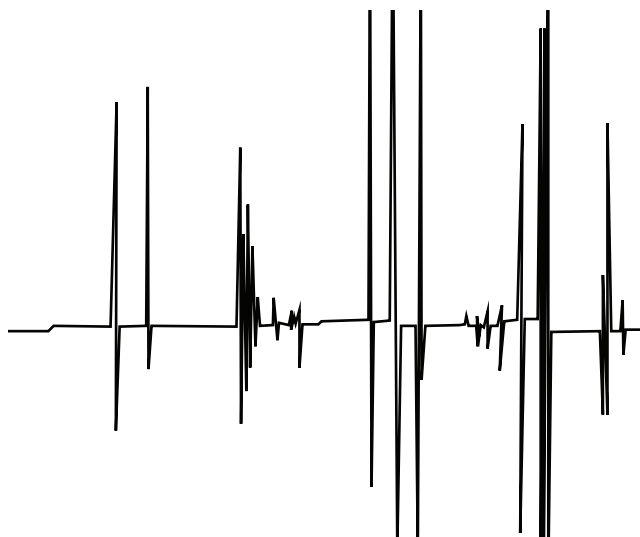


Abbildung 2 Willkürliches Spiking

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

- Überprüfen Sie, ob der Detektor kontaminiert ist. Bei einem stark verschmutzten FID können sich Kohlenstoff- oder Siliziumdioxid-Partikel lösen und in den Erkennungsbereich fallen.
- Bei einer gepackten Säule prüfen Sie, ob der Ausgang der gepackten Säule ordnungsgemäß mit Glaswolle abgedichtet ist. Infolgedessen werden Packungsteilchen in den Detektor geblasen. Hierfür ist ein fehlerhafter oder fehlender Glaswollestopfen am Auslass der gepackten Säule verantwortlich. Das kann zwar bei jedem Detektor vorkommen, aber der Flammendetektor ist aufgrund der engen Bohrung der Düse besonders anfällig.
- Prüfen Sie die Installation der gepackten Säule. Der Boden der Düse oder das Ende eines Übertragungsrohrs erstreckt sich in das Säulenende. Wird dabei ein Glaswollestopfen berührt, werden Spitzen erzeugt.
- Prüfen Sie, ob die Düse korrekt funktioniert. Beachten Sie folgende Punkte:

Mikro-Elektronenanlagerungsdetektor (μ EAD) Rauschen und Empfindlichkeit

VORSICHT

Prozeduren zum Zerlegen und/oder Reinigen des Detektors, die nicht mit Wärmeentwicklung in Verbindung stehen, dürfen nur von geschultem, für den Umgang mit radioaktiven Materialien berechtigtem Personal durchgeführt werden. Spuren von radioaktivem ^{63}Ni können während anderer Prozeduren freigesetzt werden, was zu einer möglichen Freisetzung gefährlicher Strahlung führen kann.

WARNUNG

Um eine mögliche gefährliche Kontaminierung des Bereichs mit radioaktiven Stoffen zu verhindern, muss der Detektorauslass stets an eine Abzugshaube angeschlossen sein oder in anderer Weise unter Beachtung lokaler Vorschriften entlüftet werden.

Leistungsprobleme in Verbindung mit dem EAD umfassen (sind jedoch nicht beschränkt auf) den Verlust von Empfindlichkeit (tatsächlich oder wahrgenommen), hohes Signal/Hintergrund Verhältnis, verrauschte Basislinie und chromatografische Spitzen oder Hügel, die nicht für die injizierten Proben typisch sind.

Werden die Probleme nicht von einer erhöhten Signalausgabe begleitet, wie über die Fronttastatur des GCs zu erkennen ist, sollten Sie erst nachdem die anderen Komponenten des chromatografischen Systems überprüft wurden den Detektor als Ursache vermuten.

Bevor Sie eine ausführliche Fehlerbehebung beginnen, prüfen Sie zunächst die Art des Problems:

- 1 Falls vor kurzem Änderungen am System erfolgten, wie z. B. Änderung der Träger- oder Detektorgase, Durchführung von Wartung am Einlass oder an der Säule, oder Änderung der Säule, untersuchen Sie die Möglichkeit, dass dadurch eine Kontaminierung oder Lecks entstanden sind.
- 2 War das Problem chronisch und ist es jetzt hinreichend akut, um die Analyse zu stören, weist dies auf eine Kontaminierung, Beeinträchtigung der Säule oder letztlich eine fehlerhafte EAD-Zelle hin.

Weitere Themen:

„Anzeigesignalauswertung“

„Empfindlichkeit“

Anzeigesignalauswertung

Als erstes sollte der Signalwert bei inaktivem Status des GCs untersucht werden. Der „inaktive“ Signalpegel ist von Art und Qualität der Träger- und Detektorgase sowie den Flüssen und der Anwendung abhängig. Er kann sich je nach Situation unterscheiden, wobei jedoch generell folgende Werte gelten (Tabelle 3). Abb. 3 zeigt typische Stadien während der μ EAD-Lebensdauer.

Tabelle 3 μ EAD-Anzeigesignal-Auswertung

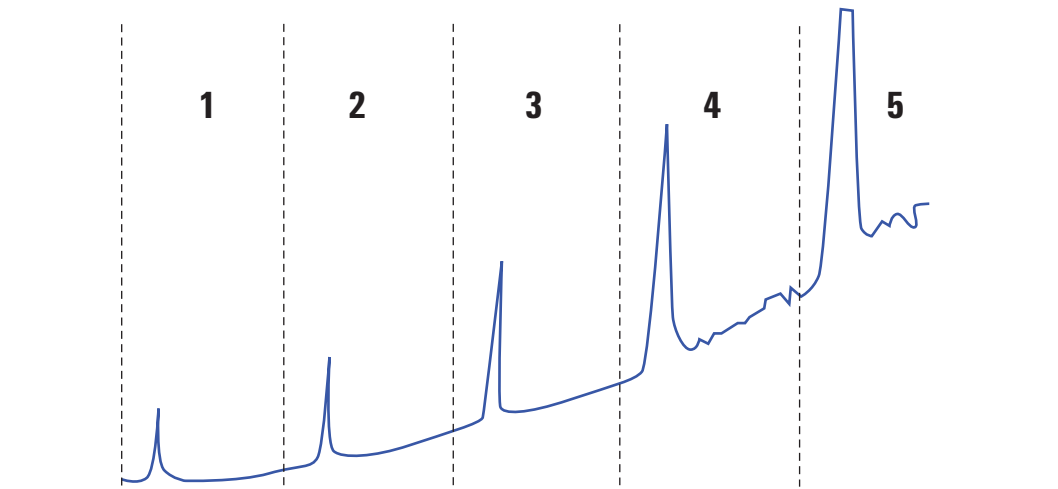
EAD-Signal	Anmerkungen
<200	μ EAD ist „gesund“.
200 bis 400	Geringfügig erhöht, kein Grund zur Sorge hier. Signal ist noch im „einwandfreien“ Bereich.
400 bis 1000	System zeigt Anzeichen für Kontaminierung durch Gase, Säule oder Proben. Erhöht sich das Signal als Reaktion auf erhöhte Ofentemperaturen ist die Säule vermutlich die Ursache.
1000 bis 2000	Gehen Sie von stärkerer Kontaminierung aus und beachten Sie die Anleitungen zur Fehlerbehebung.
>2000	Bleiben die folgenden Schritte erfolglos, ist die μ EAD-Zelle vermutlich die Ursache.

HINWEIS

Es kann 24 Stunden dauern, bis die μ EAD-Baseline komplett stabilisiert ist. Dies gilt besonders, wenn Sie mit einem kalten System beginnen und hohe Empfindlichkeit im Betrieb sicherstellen möchten. Für höchst präzise Ergebnisse betreiben Sie den Detektor so lang wie möglich im normalen Betriebszustand (mindestens 2 Stunden und bis zu 24 Stunden), bevor Sie den Frequenztest durchführen.

Wenn die Injektion in einen unbenutzten Einlass erfolgt, müssen Sie Septa mit geringer Blutung verwenden. Konditionieren Sie die neuen Septa unbedingt mehrere Stunden lang mit einem Trägerfluss von 1 bis 5 mL/Min, bevor Sie sie in einem Einlass verwenden.

Typische Stadien eines EAD-Lebenszyklus:

**Stadium 1: Neue Zelle**

Hintergrund = 100 Hz. Zelle erfüllt den Agilent Signal-Rausch-Verhältnis (S/N) Standard.

Stadium 2: 6 Monate - 1 Jahr

Hintergrund = 180 Hz. Erhöhte Reaktion.

Stadium 3: 1-2 Jahre

Hintergrund = 350 Hz. Stärkere Reaktion, Erhöhung von Rauschen, geringeres S/N.

Stadium 4: 2-4 Jahre

Hintergrund > 500 Hz. Verrauschte Basislinie, negative Spitzen. Thermische Reinigung erforderlich.

Stadium 5: 4-10 Jahre

Hintergrund > 1000 Hz. Sehr starke Reaktion. Starkes Rauschen, Zelle kontaminiert. Erfordert Austausch der Zelle.

Abbildung 3 Typischer EAD-Lebenszyklus

Empfindlichkeit

Wenn der EAD im „einwandfreien“ Signalbereich ist und die Empfindlichkeit das Problem ist, liegt es sehr wahrscheinlich am Einlass oder an der Säule. Beachten Sie folgende Punkte:

- 1 Bei Verwendung eines Einlasses mit den Betriebsarten Split und Splitless sollten Sie prüfen, ob die Betriebsart nicht geändert wurde und das Splitventil funktioniert. Dies kann erfolgen, indem überprüft wird, ob sich die Reaktion dementsprechend verändert, wenn zuerst eine Split- und anschließend eine Splitless-Injektion vorgenommen wird, wobei alle anderen Methodenparameter gleich bleiben. Bei

Betriebsart Split prüfen Sie den Splitfluss mithilfe eines Flussmessgeräts.

- 2 Prüfen Sie alle Flussraten. Siehe [„Messen des Flusses bei einem FID, WLD, \$\mu\$ EAD und FFD“](#).
- 3 Überprüfen Sie, ob die Einlasswartung vollständig durchgeführt wurde. Dazu gehört das Abschneiden und die erneute Installation der Säule.
- 4 Prüfen Sie, ob das Injektionsgerät ordnungsgemäß funktioniert. Falls bei der Methode ein Probenventil verwendet wird, nehmen Sie eine direkte Spritzeninjektion mit einer Konzentration ähnlich zu der durch das Ventil eingeleiteten Konzentration vor. Schließen Sie Probleme aufgrund des Ventils aus.
- 5 Prüfen Sie den Kombinations-Liner im Zusatzgasadapter. Auch nur geringe Graphit- oder Probenkontamination verringert die Empfindlichkeit. Siehe [Austauschen des Kombinationseinsatzes aus geschmolzenem Siliziumdioxid für den \$\mu\$ EAD mit Vertiefung und Installieren des Zusatzgasadapters](#).

Verunreinigung (hohe Basislinie)

Verfügt der EAD über eine höhere Baseline als sein Alter erwarten lässt, prüfen Sie Folgendes:

- Schließen Sie alle anderen möglichen Ursachen aus. Siehe [„Empfindlichkeit“](#) oben. Prüfen Sie ebenfalls Träger- und Detektorgasversorgung, Gasfilter und die Säule.
- Prüfen Sie den Kombinations-Liner im Zusatzgasadapter. Ein kleines Stück Graphit kann die Ergebnisse verunreinigen. Siehe [Austauschen des Kombinationseinsatzes aus geschmolzenem Siliziumdioxid für den \$\mu\$ EAD mit Vertiefung und Installieren des Zusatzgasadapters](#).
- Beträgt die Detektor-Baseline > 500 Hz, ungeachtet seines Alters, [heizen](#) Sie den Detektor aus. Betreiben Sie ihn ein bis zwei Tage lang.

Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit)

- Bei Verwendung eines Einlasses in der Split-Betriebsart prüfen Sie das Split-Verhältnis.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch „Überprüfen auf Lecks“.) Zur Fehlerbehebung bei kleinen Lecks in einem Split/Splitless Einlass lesen Sie bitte [Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks](#).
- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. (Siehe auch „Verunreinigung oder Verschleppung“.)
- Prüfen Sie jede Säule und stellen Sie sicher, dass diese am jeweiligen Ende ordnungsgemäß abgeschnitten und installiert wurde.
- Stellen Sie sicher, dass der Säulentyp geeignet ist.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: [Heizen](#) Sie Verunreinigungen aus, [entfernen](#) Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und [drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen Sie diese aus](#).
- Stellen Sie sicher, dass der Einsatztyp für die Probe geeignet ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen des Detektors ordnungsgemäß sind.

Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. Falls ein aktueller Fluss der GC-Anzeige nicht entspricht, prüfen Sie auf Kontaminierungen und Behinderungen, beispielsweise aufgrund einer verstopften Düse. Beachten Sie folgende Punkte:

- [Messung eines Detektorflusses](#)
- [Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist](#)
- [Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist](#)
- Überprüfen Sie die [Reinheit](#) des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Stellen Sie sicher, dass die Methodenparameter korrekt sind.
- Einige Proben ändern sich unter Einfluss von Hitze oder ultraviolettem Licht. Prüfen Sie die Probenstabilität.

- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.
- Falls der Abfall in Peak-Bereich oder -Höhe graduell aufgrund des Anstiegs der Basislinie erfolgte und nicht als plötzliche Änderung, überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigung. Heizen Sie den Detektor aus (FID, TCD, [μECD](#)).

Bei Verwendung eines FID:

- Stellen Sie sicher, dass die korrekte [Düse](#) installiert ist.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verschmutzt ist.
- Überprüfen Sie, ob Detektorteile kontaminiert sind.
 - [Durchführung der Wartung an der FID-Kollektoreinrichtung](#)
 - [Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist](#)

Bei Verwendung eines μ ECD:

- Tauschen Sie den Kombinations-Liner aus geschmolzenem Siliziumdioxid mit Vertiefung aus.
- Nehmen Sie die Säule ab und installieren Sie diese erneut.

Bei Verwendung eines SPD:

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

Bei Verwendung eines FFD:

- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt [installiert ist](#).
- Prüfen Sie, dass der korrekte Filter installiert ist und sauber ist.
- Prüfen Sie die Flussraten.
- Prüfen Sie den Zusatzgastyp.

Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID

Bei normaler Verwendung kann der FID Ablagerungen auf dem Detektor, Isolatoren, Düse, usw. entwickeln. Zur Reduzierung der Entstehung von Kontaminierungen empfiehlt Agilent die Verwendung des Detektors bei mindestens 300 °C.

Ablagerungen entwickeln sich jedoch auch bei normaler Nutzung in der Düse (in der Regel weißes Silizium aufgrund von Säulenbluten oder schwarzer, kohlenstoffhaltiger Ruß. Diese Ablagerungen reduzieren die Empfindlichkeit und verursachen chromatografisches Rauschen und Spitzen. Düsen müssen von Zeit zu Zeit gereinigt oder ersetzt werden. Folgendes Verfahren prüfen die Ursachen geringer Empfindlichkeit abhängig von der Häufigkeit des Auftretens.

Bei Empfindlichkeitsverlust in Verbindung mit Rauschen, Wander oder Drift lesen Sie bitte auch „[Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes](#)“.

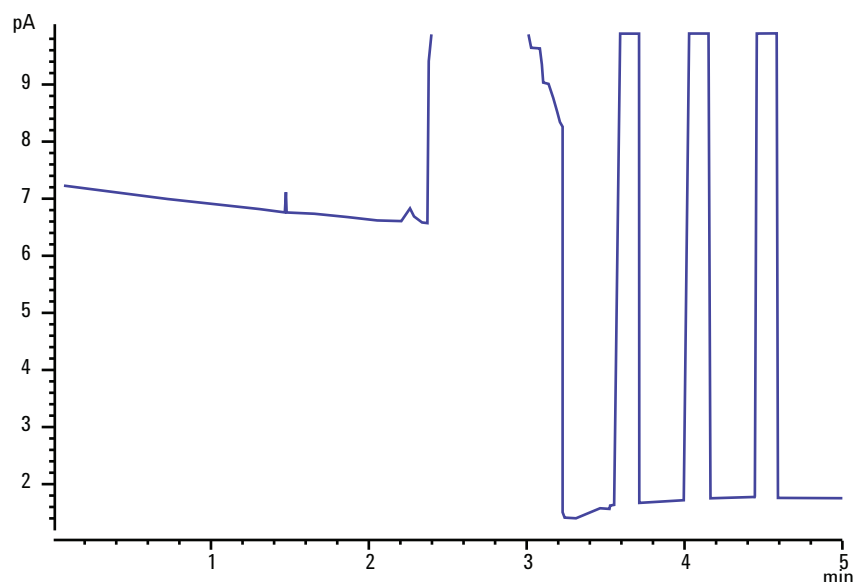
- 1 Prüfen Sie die Detektor-Flussraten. Siehe [Empfehlungen zu Ausgangsbedingungen für neue FID-Methoden](#).

Als allgemeine Regel gilt ein Flussverhältnis von 1:1 für Wasserstoff zu (Säule + Zusatzgas).

- 2 Messen Sie die tatsächliche Detektorflussgeschwindigkeit. Siehe „[Messung eines Detektorflusses](#)“. Wenn die Istwerte der Wasserstoff-, Zusatzgasflüsse und Kapillarsäulenflüsse unter dem angezeigten Fluss liegen, verstopft die Düse allmählich. Siehe „[Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist](#)“.
- 3 Prüfen Sie, ob die Säule korrekt installiert ist. Installieren Sie sie erneut. Siehe [Installation einer Kapillarsäule im FID](#). Stellen Sie sicher, dass die Säule ganz bis zur Spitze installiert und 1-2 mm zurückgezogen wurde (Säulen-ID > 100 µm).
- 4 Überprüfen Sie die Einlassparameter, von denen die Entlüftung gesteuert wird, wie beispielsweise das Split-Verhältnis und die Splitless-Reinigung Verzögerungszeit. Stellen Sie sicher, dass die Probe nicht unbeabsichtigt entlüftet ist.
- 5 Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch (tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus) und führen Sie anschließend mit dem Einlass einen Drucktest durch. Siehe [Wartungshandbuch](#) und „[Überprüfen auf Lecks](#)“.
- 6 Führen Sie eine vollständige FID-Wartung durch. Bauen Sie den FID auseinander und reinigen oder ersetzen Sie alle Teile. Gehen Sie wie folgt vor:
 - [Durchführen der Wartung an der FID-Kollektoreinrichtung](#)

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

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



Nach dem Erlöschen der Flamme versucht der GC drei Mal, die Flamme zu zünden. Der GC versucht, neu zu zünden, sobald die Detektorausgabe unter den Sollwert **Lit offset** fällt, gleichgültig, ob die Flamme gelöscht wurde oder nicht. (Bei einem sehr sauberen System kann die Basislinienausgabe weniger als 2 pA betragen).

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

- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Lösungsmittel-Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Gasflusseinstellungen korrekt sind. Überprüfen Sie, ob die Einstellungen für **Lit offset** ordnungsgemäß festgelegt wurden.

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

- Stellen Sie sicher, dass für die FID **Lit offset** -Einstellung für die Analyse der korrekte Wert festgelegt wurde (in der Regel < 2.0 pA).

- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.
- Überprüfen Sie, ob die Düse teilweise verstopft ist. Messen Sie am Detektor die Istwerte der Flüsse für Wasserstoff, Luft und Zusatzgas. (Siehe auch „[Messung eines Detektorflusses](#)“.)
- Prüfen Sie, ob die Säulendichtung am Detektor undicht ist. (Siehe auch „[Überprüfen auf Lecks](#)“.)

FID-Basislinienausgabe über 20 pA

- Überprüfen Sie die Reinheit der Träger- und Detektorversorgungsgase.
- Überprüfen Sie die Säule auf eine Blutung. Stellen Sie die Ofentemperatur auf die Umgebungstemperatur zurück. Falls die Detektorausgabe stark zurückgeht, weist dies auf eine verunreinigte oder blutende Säule oder verunreinigtes Trägergas hin. Bestätigen Sie die Säulenblutung, indem Sie den Säulenfluss (bei kaltem Ofen) abschalten und die Detektorausgabe prüfen.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile und stellen Sie sicher, dass die Ventile nicht abgenutzt sind.
- Stellen Sie sicher, dass der Detektor nach der letzten Wartung ordnungsgemäß zusammengebaut wurde.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen. [Heizen](#) Sie den Detektor aus.
- Prüfen Sie, ob der FID-Leckstrom < 2,0 pA beträgt. (Siehe auch [„Messung des FID-Leckstroms“](#).)

FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)

Falls die FID-Ausgabe bei einem sehr hohen Wert (bis zu 8 Millionen Zähler) stehenbleibt, prüfen Sie, ob am Kollektor ein Kurzschluss vorliegt.

- 1 Prüfen Sie, ob die Verbindungsfeder verbogen ist. **Entfernen** Sie die Kollektoreinrichtung und führen Sie eine Sichtprüfung der Feder durch.
- 2 **Bauen** Sie die Kollektoreinrichtung auseinander und prüfen Sie, ob auf einem der Teile Rost zu sehen ist. Ersetzen Sie die Teile bei Bedarf. Um dieses Problem zu vermeiden, betreiben Sie den Detektor mit >300 °C.
- 3 Überprüfen Sie den Detektor auf Verkohlungen durch Injektion, Aromaten oder chlorierte Stoffe. Um dieses Problem zu vermeiden, betreiben Sie den Detektor mit >300 °C. **Bauen** Sie den Kollektor wieder zusammen und installieren Sie ihn, und betreiben Sie den Detektor unter Verwendung höherer Luft- und Wasserstoffflüsse (Luft muss 450 mL/Min. betragen, Wasserstoff 35 mL/Min.).

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

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

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

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

- Stellen Sie sicher, dass der eingestellte **Lit offset** unter der normalen Basislinie liegt.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe auch [„Messung eines Detektorflusses“](#).)
- Bestimmte Umgebungsbedingungen, wie z. B.:
 - Starke elektromagnetische Felder
 - Große Schwankungen der Umgebungstemperatur
 - Große atmosphärische Druckschwankungen

können ein künstlich schwaches Signal im GC verursachen, das fälschlich darauf hinweist, dass die Flamme gelöscht wurde. Infolgedessen wird die Analyse abgebrochen und der GC versucht, eine bereits brennende Flamme erneut zu entzünden.

Sie können prüfen, ob die Flamme brennt, indem Sie eine kalte, glänzende Oberfläche (wie beispielsweise einen Spiegel oder einen Gabelschlüssel) über das Auslassrohr halten. Eine Kondensation auf der Oberfläche weist darauf hin, dass die Flamme brennt.

Setzen Sie den Wert **Lit offset** auf 2.0.

FFD-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit

Kohlenwasserstoffdämpfung tritt auf, wenn sich eine hohe Konzentration Kohlenwasserstoffdioxid aus einer Kohlenwasserstoffspitze gleichzeitig mit den Schwefelverbindungen in der Flamme befindet. Ein Teil des von den Schwefelverbindungen abgestrahlte Licht wird von einigen Kohlenwasserstoffverbindungen absorbiert.

Selbstdämpfung tritt bei hohen Konzentrationen von Heteroatom-Verbindungen auf. Einige weiteren Verbindungen im Grundstatus (inaktiviert) absorbieren das ausgestrahlte Photon erneut und verhindern, dass es den PMT erreicht.

So erfolgt eine Auflösung der Kohlenwasserstoffdämpfung:

- Die Säule sollte Verbindungen, die Schwefel oder Phosphor enthalten, sowie Verbindungen, die zwar kein Licht absorbieren, potenziell aber dazu fähig sind, streng voneinander trennen.
- Optimieren Sie die chromatografische Trennung so, dass Kohlenwasserstoffspitzen von Schwefel- oder Phosphorspitzen aufgelöst werden.
 - 1 Führen Sie die Analyse zunächst auf einem FID durch, um alle Spitzen zu sehen (der FFD ignoriert Kohlenwasserstoffe).
 - 2 Führen Sie die Analyse auf dem FFD durch.
 - 3 Ändern Sie die Methode so, dass die für Sie interessante Spitze von den übrigen Spitzen getrennt ist.

FFD-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig

- Stellen Sie sicher, dass der korrekte Filter verwendet wird. Verwenden Sie keinen Phosphorfilter mit schwefeloptimierten Flüssen oder einen Schwefelfilter mit phosphoroptimierten Flüssen.
- Prüfen Sie, in welcher Position die Säule im Detektor installiert ist.
- Überprüfen Sie die [Reinheit](#) des Gases.
- Stellen Sie sicher, dass die Flüsse für den verwendeten Filter optimiert werden. Überwachen Sie den FFD-Ausgang. Die nachstehende Tabelle zeigt Beispiele für die Detektorausgabe, wenn der im Detektor installierte Filter und die verwendeten Gasflüsse nicht übereinstimmen.

Gasflüsse optimiert für	Ausgaben	
	Mit Schwefelfilter	Mit Phosphorfilter
Schwefel	30 bis 50	10 bis 12° (niedrig)
Phosphor	240 bis 250 (hoch)	30 bis 50

Zusätzlich zu der Nichtentsprechung zwischen installiertem Filter und einer bestimmten Gruppe von Gasflüssen sollten Sie bei brennender Flamme die FFD-Signalausgabe prüfen.

- Wird 0,5 bis 3,0 ausgegeben, prüfen Sie, ob die Flamme **BRENNT**.
- Beträgt die Ausgabe 0, prüfen Sie, ob das Elektrometer AUS ist oder das Signalkabel ausgesteckt wurde.
- Beträgt die Ausgabe < 30, ist die Flamme möglicherweise an einer falschen Position. Prüfen Sie die Detektorflüsse, Säulenfluss und Säulenposition. Beachten Sie folgende Punkte:
 - [Messung eines Säulenflusses](#)
 - [Messung eines Detektorflusses](#)

Niedrige Peak-Bereiche mit dem FFD

- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe auch „[Messung eines Detektorflusses](#)“.)
- Führen Sie die vollständige [Wartung](#) am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: [Heizen](#) Sie Verunreinigungen aus, [entfernen](#) Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und [drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen Sie diese aus](#).
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt installiert ist.
- Berücksichtigen Sie den Filtertyp (Schwefel oder Phosphor).
- Überprüfen Sie das System auf Lecks. (Siehe auch „[Überprüfen auf Lecks](#)“.)
- Stellen Sie sicher, dass die Methodeneinstellungen korrekt sind.
- Prüfen Sie die Flussraten.
- Prüfen Sie den Zusatzgastyp.

Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD

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

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

Hohe FFD-Basislinienausgabe, > 20 pA

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

Dämpfung des Lösungsmittels am SPD

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

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

Niedrige SPD-Response

- Führen Sie die vollständige **Wartung** am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: **Heizen** Sie Verunreinigungen bei Bedarf aus. **Stellen Sie sicher**, dass die Säule korrekt installiert ist.
- Eine hohe Konzentration an Lösungsmittel hat das Wasserstoff-/Luft-Plasma ausgelöscht. Erhöhen Sie die Perlenspannung. Betreiben Sie das Zusatzgas mit einer Flussgeschwindigkeit von 5 mL/Min.
- Prüfen Sie, ob aus der externen Versorgung Wasserstoff abgegeben wird. Prüfen Sie, ob Fluss und Druck an der Tastatur eingeschaltet sind. Die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeit sollte zwischen 1,0 und 5,5 mL/Min. liegen. Messen Sie die Istwerte für den Gasfluss am Detektor. (Siehe auch „**Messung eines Detektorflusses**“.)
- Überprüfen Sie, ob die Düse teilweise verstopft ist. Siehe **Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist**.
- Wenn die obere keramische Isolierung verunreinigt ist, tritt ein hoher Nullpunkt auf (2 bis 15 pA oder mehr), wenn die Perleneinheit abgeschaltet ist. Dies beeinflusst unmittelbar die Empfindlichkeit.
- Stellen Sie sicher, dass die Perleneinheit aktiviert ist. Schauen Sie durch die Lüftungsöffnung am Detektordeckel, um zu sehen, ob die Perleneinheit orange glüht. Wenn die Perleneinheit nicht leuchtet, prüfen Sie das Detektor-Hintergrundsignal. Reduzieren Sie die Spannung der Perleneinheit auf Null, um einen Referenzpegel festzulegen, und suchen Sie dann nach einem plötzlichen starken Anstieg in der Ausgabe, während die Spannung der Perleneinheit ansteigt. Dieser Anstieg weist auf eine erfolgte Zündung hin. Wird die Perleneinheit mit 4 V versorgt, erfolgt jedoch keine Zündung, ist die Perleneinheit möglicherweise ausgebrannt. Tauschen Sie die Perleneinheit aus.
- **Tauschen** Sie Isolierungen/Kollektor aus.
- Prüfen Sie, ob eine Flüssigphasen-Kontaminierung (polare Phasen) vorliegt.

Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen

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

SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe [Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist.](#))
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe [Messen des Detektorflusses.](#)) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. [Tauschen Sie diese](#) bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind. Siehe auch [„Informationen zu Flüssen, Temperaturen und Perleneinheit“](#).
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

Niedrige Selektivität am SPD

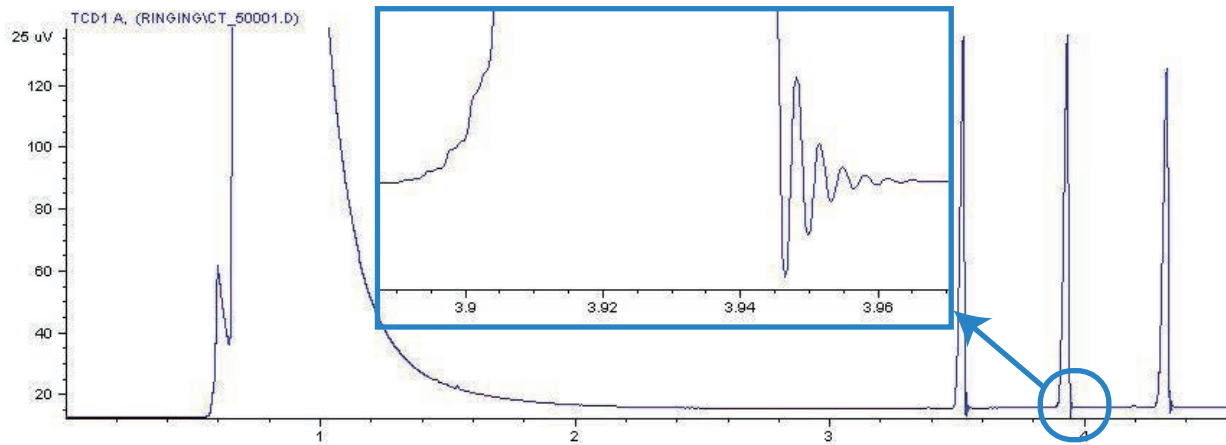
(Relativ zu Stickstoff oder Phosphor hohe Kohlenwasserstoffreaktion.)

- Stellen Sie sicher, dass der Wasserstofffluss korrekt ist ($< 3 \text{ mL/Min.}$).
- Überprüfen Sie die Perleneinheit; diese kann defekt oder abgenutzt sein.
- Stellen Sie sicher, dass die Perlenspannung ordnungsgemäß eingestellt wurde.
- **Tauschen** Sie Kollektor und Isolierungen aus.

Negative Peaks am WLD

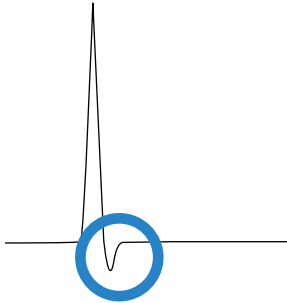
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Gastyp verwendet wird.
- Überprüfen Sie das System auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe auch „Überprüfen auf Lecks“.)
- Berücksichtigen Sie die Wärmeleitfähigkeit der Substanzen relativ zum Träger.
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe „Messen des Detektorflusses“.)

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

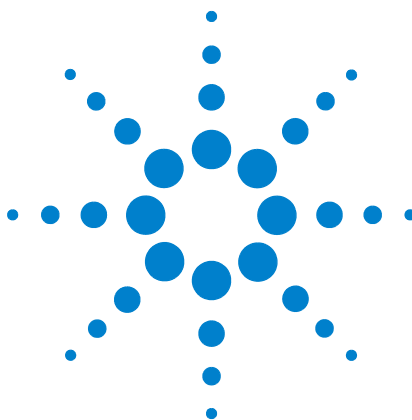


Im Datensystem wurde die falsche Datenrate ausgewählt. Für WLD muss die Datenrate auf ≤ 5 Hz eingestellt sein.

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf



- Prüfen Sie, ob die Säulenadapterdichtung am Detektor undicht ist. (Siehe auch „Überprüfen auf Lecks“.)
- Erweitern Sie den Detektor durch einen passivierten Glühdraht.



4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

- GC ist niemals betriebsbereit 84
- Fluss wird niemals betriebsbereit 85
- Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab 86
- Ofen heizt niemals auf 87
- Temperatur ist niemals betriebsbereit 88
- Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden 89
- Ein Gas erreicht nicht den angepassten Wert oder Sollwertdruck oder -fluss 90
- Ein Gas überschreitet den angepassten Wert oder Drucksollwert oder Fluss 91
- Der Einlassdruck oder -fluss schwankt 92
- Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Spliteinlass gehalten werden 93
- Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss 94
- FID zündet nicht 95
- FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz 97
- Gemessene FID- bzw. SPD-Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse liegen erheblich unter dem Sollwert 98
- SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl 99
- FFD zündet nicht 100
- Ventil nicht bereit 102

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



GC ist niemals betriebsbereit

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

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

Weitere Informationen zu [**Prep Run**] finden Sie im [Erweiterten Agilent 7820A GC Benutzerhandbuch](#).

Fluss wird niemals betriebsbereit

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

- Überprüfen Sie am Versorgungsgas, ob ein [ausreichender Versorgungsdruck](#) anliegt.
- Überprüfen Sie die Durchflussregler der Aux EPC Komponente.
- Prüfen Sie den konfigurierten Gastyp. Der konfigurierte Gastyp muss dem Istwerte der Gas entsprechen, das am GC eingespeist wird.
- Achten Sie auf Lecks in der Gasversorgung und am GC. (Siehe auch „[Überprüfen auf Lecks](#)“.)

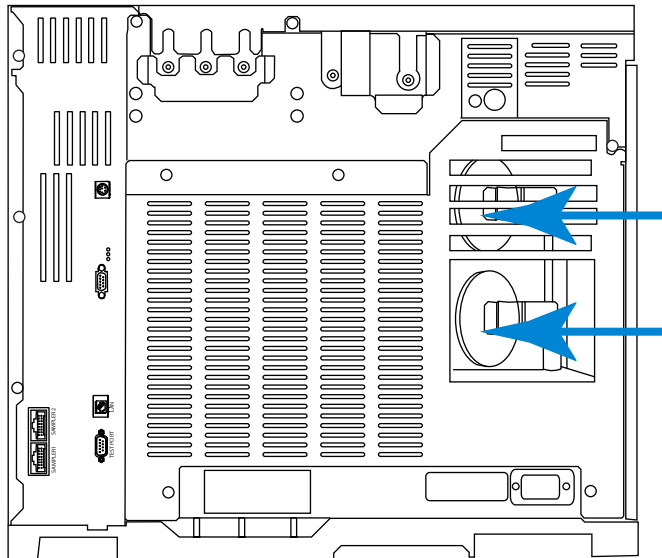
Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab

Wenn der Ofen nicht abkühlt oder extrem langsam abkühlt:

WARNUNG

Die auf der Rückseite des GC austretende Abluft ist extrem heiß. Halten Sie Hände und Gesicht von der Auslassöffnung entfernt.

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



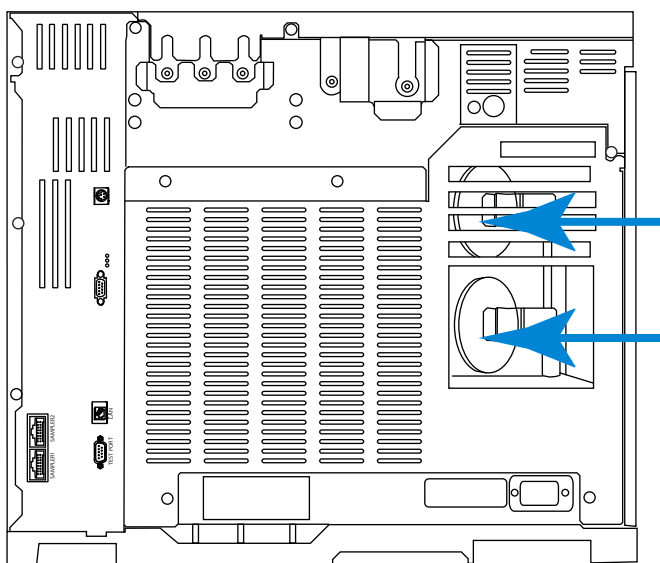
Ofen heizt niemals auf

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

WARNUNG

Die auf der Rückseite des GC austretende Abluft ist extrem heiß. Halten Sie Hände und Gesicht von der Auslassöffnung entfernt.

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



Temperatur ist niemals betriebsbereit

Eine betriebsbereite Temperatur ist erreicht, wenn 30 s der Sollwert von $\pm 1^\circ\text{C}$ gehalten wird. Wenn niemals eine betriebsbereite Temperatur erreicht wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf fehlende Isolierungskappen an einem Einlass oder am Detektor.
- Prüfen Sie, ob zwischen dem Ofen und dem Einlass oder Detektor ein extrem großer Temperaturunterschied vorliegt.
- Achten Sie auf fehlende Isolierungen beim Einlass oder am Detektor.

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden

Wenn Sie keinen Fluss oder Druck mit Hilfe des Split/Splitless-Einlasses einstellen können, gehen Sie wie folgt vor:

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

Ein Gas erreicht nicht den angepassten Wert oder Sollwertdruck oder -fluss

Wenn ein Einlass nicht seinen Drucksollwert oder angepassten Wert erreicht, wird dieser in einer für den Einlasstyp entsprechenden Zeit abgeschaltet. (Mit EPR ausgestattete Einlasse melden einen Mangel oder Bereitschaft durch ein blinkendes Sternchen.) Gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf ausreichenden Versorgungsgasdruck. Der Druck bei der Versorgung sollte mindestens 10 psi über dem gewünschten Sollwert liegen.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch „Überprüfen auf Lecks“.) Ein großes Leck kann im System vorhanden sein. Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor, um Lecks aufzufinden und beheben Sie sie anschließend. Vergessen Sie nicht, die Säule zu prüfen - eine defekte Säule stellt ein sehr großes Leck dar.
- Stellen Sie bei Verwendung der Gassparschaltung sicher, dass die Flussrate der Gassparschaltung ausreichend hoch ist, um den höchsten Säulenvordruck beizubehalten, der während einer Analyse verwendet wird.
- Prüfen Sie, ob eine Säule fehlerhaft installiert ist.
- Prüfen Sie auf einen defekten Einlass oder einen Detektordrucksensor.

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass verwenden:

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

Ein Gas überschreitet den angepassten Wert oder Drucksollwert oder Fluss

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

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass verwenden:

- Verringern Sie das Split-Verhältnis.
- Tauschen Sie den Split-Entlüftungsfiter aus.
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Liner ausgewählt ist (falls ein Liner verwendet wird).
- Bestätigen Sie, dass die Methoden-Druckeinstellungen für den SS über den gültigen Mindestwerten liegen, die auf dem GC verfügbar sind.
- Prüfen Sie die Golddichtung auf Verunreinigungen. Siehe auch [„Austausch der Golddichtung am Split/Splitless-Einlass“](#).

Bei Verwendung eines FID oder SPD:

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. Siehe [„Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist“](#) oder [„Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist“](#).

Ventile:

- Überprüfen Sie, ob ein Rotor falsch ausgerichtet ist. [Richten Sie den Rotor aus.](#)

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

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

- Prüfen Sie, ob der Gasreiniger oder der Gasgenerator bei oder nahe der Kapazität arbeitet.
- Überprüfen Sie am Versorgungsgas, ob ein [ausreichender Versorgungsdruck](#) anliegt.
- Stellen Sie sicher, dass der Druckregler korrekt funktioniert. Systeme mit langen Versorgungsrohren können einen Abwärtsregler in der Nähe des GCs benötigen. Verwenden Sie außerdem einen zusätzlichen Regler, um Schwankungen durch Gasgeneratoren auszugleichen.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch „[Überprüfen auf Lecks](#)“.) Ein großes Leck kann im System vorhanden sein. Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor, um Lecks aufzufinden und beheben Sie sie anschließend. Vergessen Sie nicht, die Säule zu prüfen - eine defekte Säule stellt ein sehr großes Leck dar.
- Achten Sie auf große Verengungen im Einlass-Liner oder im Splitauslassfilter.
- Stellen Sie sicher, dass der korrekte Liner installiert ist. Einige Liner weisen große Druckabfälle auf, verursacht durch ihre Konstruktion oder enge Abdichtung.
- Prüfen Sie, ob sich die Raumtemperatur während den Analysen stark verändert. Beheben Sie das Problem mit der Labortemperatur oder verlagern Sie das Instrument an einen geeigneteren Ort.
- Funktion Verify Auto Flow Zero ist eingeschaltet. Siehe [AutoFlowZero](#).

Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Spliteinlass gehalten werden

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

- Ziehen Sie die Verwendung eines Liners in Betracht, der für die Split-Analyse geeignet ist.
- Methodendruckparameter (oder resultierender Druck von einer Flusseinstellung) ist für den Trägergastyp zu niedrig.
- Überprüfen Sie, ob der Einsatz verschmutzt ist.
- Prüfen Sie die Splitauslassleitung auf Verunreinigungen oder Verengung. Siehe:
 - [Durchführen eines SS-Splitauslass-Verengungstests.](#)
 - [Prüfung einer Splitauslassleitung auf Verunreinigungen](#)
- Tauschen Sie bei einem Split/Splitless-Einlass die Golddichtung aus.

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss

Wenn der Ist-Wert für den Säulenfluss nicht innerhalb von 10 % dem Wert für den berechneten Fluss entspricht, der am GC angezeigt wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass die gemessenen Flüsse auf 25°C und 1 Atmosphäre korrigiert sind.
- Stellen Sie sicher, dass die richtigen Säulenabmessungen exakt konfiguriert sind, einschließlich der Istwerte der (getrimmten) Säulenlänge.
- Eine kurze (<15 m) 0,58 bis 0,75 mm ID WCOT-Säule wird mit einem Split/Splitless Kapillareinlass verwendet. Der Regler für den Gesamtfluss wird auf eine hohe Flussgeschwindigkeit eingestellt, wodurch im Einlass Druck erzeugt wird und der Säulenfluss auch bei Solldruck Null sichergestellt wird. (In diesen Situationen kann ein Ist-Wert für den Druck in der Anzeige zu sehen sein, selbst bei einem Sollwert von Null). Bei kurzen, 530 bis 750 mm Säulen, halten Sie die Gesamtflussgeschwindigkeit so gering wie möglich (z. B. 20 bis 30 mL/Min.). Installieren Sie eine längere Säule mit höherem Widerstand (z. B. 15 bis 30 m).
- Die Splitauslassleitung oder das Ventil sind ggf. teilweise verstopft, was dazu führt, dass der Ist-Wert für den Einlassdruck über dem Drucksollwert liegt. Prüfen Sie die Splitauslassleitung auf Verengung.
- Stellen Sie sicher, dass Autoflow Zero eingeschaltet ist. Setzen Sie den Fluss und den Drucksensor für das Flussmodul bei Bedarf auf Null. Wenn das Problem dadurch nicht beseitigt werden kann, ersetzen Sie das Flussmodul.

FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass der „Lit Offset“ dem Wert ≤ 2.0 pA entspricht.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug ist (>150 °C). Agilent empfiehlt eine Temperatur von >300 °C.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe [Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert.](#))
- Stellen Sie sicher, dass der Luft- und Wasserstoffdruck den Empfehlungen von Agilent entspricht (Wasserstoff > 35 psi [210 kPa] und Luft > 55 psi [380 kPa]).
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Erhöhen Sie die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeiten und reduzieren oder schalten Sie das Zusatzgas ab, bis die Zündung erfolgt, und setzen Sie die Raten dann herab, bis die Methodenwerte erreicht sind. Bis Sie ideale Werte erzielen, sind vermutlich einige Versuche erforderlich.

Eine Erhöhung des Wasserstoffflusses und eine Verringerung des Zusatzgases erleichtern die FID-Zündung. Falls sie unter diesen geänderten Bedingungen aufleuchtet, kann das auf eine teilweise verstopfte Düse, einen schwachen Anzünder oder ein Leck in der Säulendichtung hinweisen.

- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind. (Siehe [Überprüfung, ob eine Düse verstopft ist.](#))
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Die Istwerte der Flussgeschwindigkeiten sollten im Bereich von ± 10 % des Sollwerts liegen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe [Messen des Detektorflusses.](#))
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID. (Siehe [Überprüfen auf Lecks.](#))

4 Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule. (Siehe [Messen des Säulenflusses](#).) Der Wasserstofffluss sollte über der Summe aus Säulen- und Zusatzgasfluss liegen.
- Wenn es im Rahmen der Analyse möglich ist, verwenden Sie als Zusatzgas Stickstoff anstelle von Helium.

FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz

WARNUNG

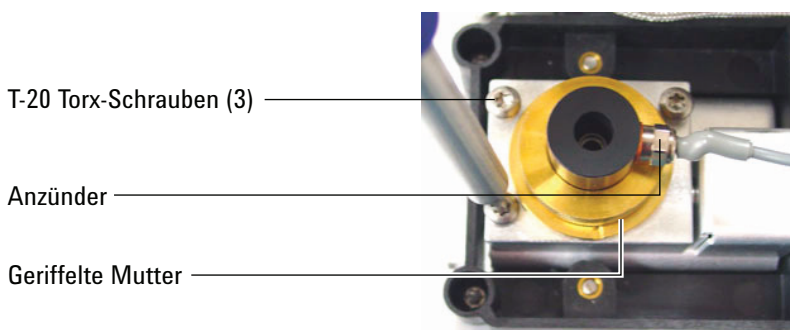
Achten Sie bei Durchführung dieser Aufgabe darauf, dass Sie einen sicheren Abstand zum FID-Kamin halten. Bei Verwendung von Wasserstoff ist die FID-Flamme nicht sichtbar.

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

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

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

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



Gemessene FID- bzw. SPD-Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse liegen erheblich unter dem Sollwert

- Achten Sie auf eine verstopfte oder teilweise verstopfte Düse. Eine verstopfte Düse erzeugt Rückdruck. Da das Flussmodul Flusssteuerung verwendet, simuliert der erhöhte Rückdruck korrekten Fluss. Die tatsächliche Flussgeschwindigkeit wird abfallen, aber der GC bleibt funktionsfähig. Siehe:

„Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist“

„Überprüfung, ob eine NPD-Düse verstopft ist“

- Prüfen Sie, ob die Säulenadapterdichtung am Detektorboden undicht ist.
- Ersetzen Sie die FID oder NPD-Düse.

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe [Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist.](#))
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe [Messen des Detektorflusses.](#)) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. [Tauschen Sie diese](#) bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind. Siehe auch [„Informationen zu Flüssen, Temperaturen und Perleneinheit“](#).
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

FFD zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass die FFD-Temperatur für die Zündung hoch genug ist ($> 150\text{ °C}$).
- Prüfen Sie die FFD-Flussgeschwindigkeiten und ob diese dem im FFD installierten Filtertyp entsprechen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern.

Tabelle 4 FFD – empfohlene Flüsse

	Flüsse im Phosphormodus, mL/Min.	Phosphormodusflüsse, ml/Min
Trärgas (Wasserstoff, Helium, Stickstoff, Argon)		
Gepackte Säulen	10 bis 60	10 bis 60
Kapillarsäulen	1 bis 5	1 bis 5
Detektorgase		
Wasserstoff	50	75
Luft	60	100
Trärgas + Zusatzgas	60	60

- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe [Messen des Detektorflusses](#).)
- Prüfen Sie, ob der FFD-Anzünder funktionsfähig ist. (Siehe [Sicherstellung, dass die FFD-Flamme brennt](#).)
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0. Wenn der Wert Null beträgt, ist die automatische Zündung deaktiviert. Wenn der Wert zu hoch ist, erkennt die Software nicht, dass die Flamme brennt und schaltet den Detektor aus.
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Große Lecks führen dazu, dass die gemessenen Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen und in der Folge zu nicht idealen Zündbedingungen führen. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe auch [„Überprüfen auf Lecks“](#).)

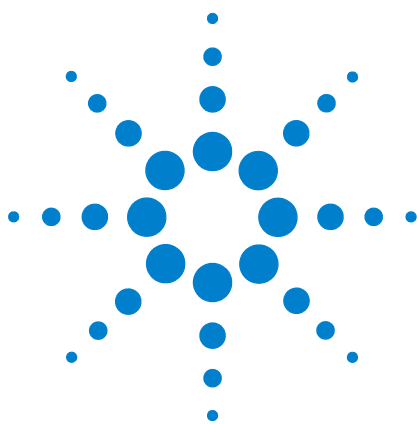
- Versuchen Sie den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Unter manchen Betriebsbedingungen ist die Flamme leichter zu entzünden, wenn Sie das Entlüftungsrohr entfernen. Setzen Sie das Entlüftungsrohr nach dem Entzünden der Flamme wieder ein.
- Versuchen Sie in diesem Fall, in den Phosphormodusfluss zu wechseln, die Flamme zu zünden und die Flüsse dann schrittweise an die Schwefelwerte anzupassen.
- Prüfen Sie die Kabelverbindungen mit der Kupplung, die Kupplungsverbindung mit dem Glühstecker und prüfen Sie, ob der Glühstecker lose sitzt.

Ventil nicht bereit

Die Fehlerbehebung hängt vom Ventiltyp ab.

Gasprobenventile

Der GC ist normalerweise nicht bereit, wenn die Injektionszeit oder Bestückungszeit nicht verstrichen ist. Er ist bereit, sobald die angegebene Bestückungs- oder Injektionszeit verstrichen ist.



5 Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen [104](#)

Wasserstoff-Abschaltungen [106](#)

Thermische Abschaltungen [108](#)



Säulenabschaltungen

Der GC überwacht Einlass und Zusatzgasströme. Wenn ein Trägergas den Fluss oder den festgelegten Sollwert nicht erreichen kann (dies kann ein Zusatzflussmodul betreffen), geht der GC davon aus, dass ein Leck aufgetreten ist. Nach 25 Sekunden ertönt ein akustisches Warnsignal, das daraufhin fortlaufend in Intervallen ertönt. Nach etwa fünf Minuten schaltet der GC Komponenten aus, um einen sicheren Zustand herzustellen. Der GC:

- Zeigt die Meldung **Front inlet pressure shutdown** an.
- Führt eine Abschaltung durch, um Beschädigungen zu verhindern.
- Öffnet die Ofenklappen auf der Rückseite des Ofens zur Hälfte.
- Zeigt für den Ofentemperatur-Sollwert blinkend **Off** an.
- Schaltet alle Flüsse für die Säule ab. Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt. Die Säulenflüsse für einen Split/Splitless-Einlass würden beispielsweise ausgeschaltet werden.
- Schaltet alle verbleibenden Heizungen aus. Bei Anzeige wird für deren Temperaturparameter blinkend **Off** angezeigt.
- Versuche, eine abgeschaltete Zone einzuschalten, schlagen fehl und es wird eine Fehlermeldung angezeigt.
- Schaltet den WLD-Glühdraht aus.
- Schaltet FID- oder FFD-Anzündereinheit sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Schaltet die SPD-Perle sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt.

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung. Prüfen Sie die Trägergasversorgung. Der GC erfordert einen maximalen Gasdruck von 70 kPa (10 psi), höher als der höchste während der Analyse verwendete Druck.
 - Prüfen Sie, ob eine Säule nahe des Einlasses gebrochen ist.
 - Achten Sie auf Lecks.
 - Tauschen Sie das Einlasseptum aus.
 - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus.
 - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.

- 2 Drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Abschaltung bewirkt hat. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt, und drücken Sie dann [**On**] oder [**Off**].

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

Wasserstoff-Abschaltungen

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

In Einlässen und Zusatzgasströmen verwendeter Wasserstoff

Der GC überwacht Einlass und Zusatzgasströme. Wenn ein Strom seinen Fluss- oder Drucksollwert nicht erreichen kann und dieser Strom für die Verwendung von Wasserstoff konfiguriert wurde, geht der GC davon aus, dass ein Leck aufgetreten ist. Nach 25 Sekunden ertönt ein akustisches Warnsignal, das daraufhin fortlaufend in Intervallen ertönt. Nach etwa fünf Minuten schaltet der GC Komponenten aus, um einen sicheren Zustand herzustellen. Der GC:

- Zeigt die Meldung **Hydrogen Safety Shutdown** an.
- Schließt das Trägerversorgungsventil zum Einlass und schließt sowohl Druck- als auch Flussssteuerung und schaltet diese aus. Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt.
- Öffnet die Splitauslassventile im Split-/Splitless-Einlass.
- Schaltet die Ofenheizung und den Ventilator aus und öffnet die Ofenklappen.
- Schaltet alle Heizungen aus (einschließlich aller Geräte, die an den zusätzlichen Heizsteuerungen angeschlossen sind, wie Ventilboxheizungen und Übertragungsleitungsheizungen). Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt.
- Schaltet den WLD-Glühdraht aus.
- Schaltet FID- oder FFD-Anzündereinheit sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Schaltet die SPD-Perle sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Gibt einen Alarmton aus.

WARNUNG

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

So führen Sie nach der Abschaltung eine Wiederherstellung durch:

- 1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
 - Tauschen Sie das Einlassseptum aus. Informationen zu diesem Thema finden Sie im [Wartungshandbuch](#).
 - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus. Informationen zu diesem Thema finden Sie im [Wartungshandbuch](#).
 - Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.
 - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
 - Überprüfen Sie das System auf Lecks. Siehe [Tipps zur Überprüfung auf Lecks](#).
- 2 Schalten Sie den GC aus und wieder ein.
- 3 Nachdem der GC wieder eingeschaltet ist, drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Ursache der Abschaltung war. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt, und drücken Sie dann [**On**] oder [**Off**]. Wenn beispielsweise am vorderen Einlass kein Trägergas mehr anliegt, drücken Sie [**Front Inlet**], blättern Sie zum Druck- oder Flussparameter und drücken Sie dann [**On**].

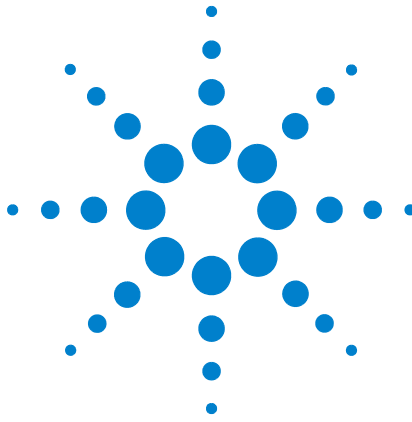
Thermische Abschaltungen

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

- Ein Problem mit der elektrischen Versorgung des Instruments.
- Eine Fehlfunktion der Bereichssteuerungselektronik.
- Ein kurzgeschlossener Temperaturfühler.
- Eine kurzgeschlossene Heizung.

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt:

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



6 GC-Symptome beim Einschalten oder bei der Kommunikation

GC schaltet sich nicht ein [110](#)

PC kann mit GC nicht kommunizieren [111](#)

GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbsttests) [112](#)



GC schaltet sich nicht ein

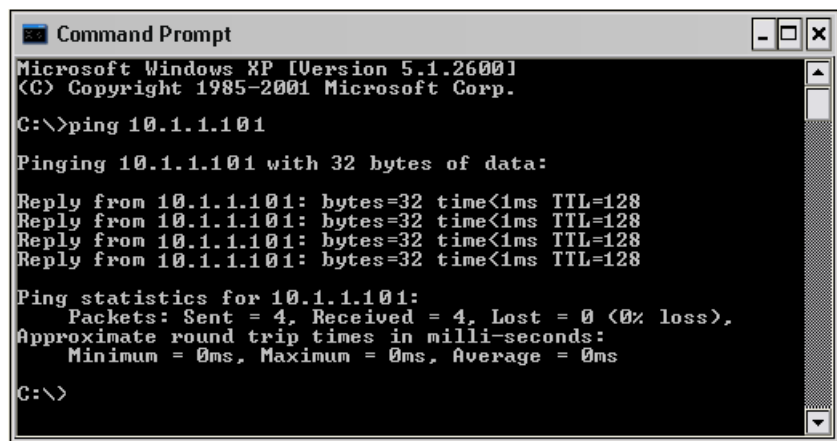
Wenn sich der GC nicht einschaltet:

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

PC kann mit GC nicht kommunizieren

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

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



```

Command Prompt
Microsoft Windows XP [Version 5.1.2600]
(C) Copyright 1985-2001 Microsoft Corp.

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

C:\>
  
```

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

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

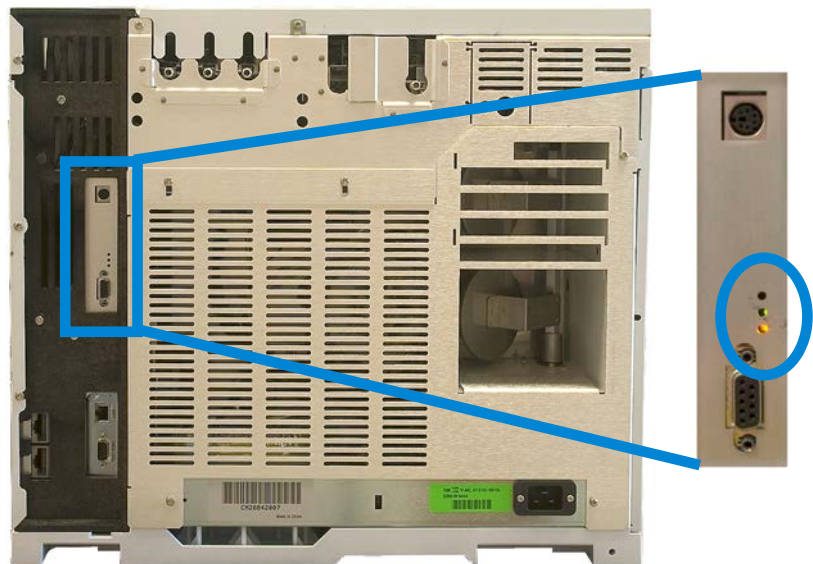
- Überprüfen Sie die Verkabelung mit dem lokalen Netzwerk.
- Überprüfen Sie IP-Adresse, Subnetzmaske und Gateway-Adressen.
- Stellen Sie sicher, dass alle Netzwerkgeräte (Hubs, Switches, usw.) eingeschaltet, korrekt angeschlossen sind und funktionieren.
- Prüfen Sie, ob eine schadhafte LAN-Karte im PC vorhanden ist.
- Überprüfen Sie, ob sonstige Software mit dem GC verbunden ist. Es kann z. B. nur jeweils ein Softwaretastenfeld mit einem GC verbunden sein. Agilent Datensysteme blockieren auch die Verbindung zu anderen Datensystemen.

GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbsttests)

Wenn der GC sich einschaltet, die normale Anzeige jedoch nicht erscheint:

- 1 Stellen Sie den Netzschalter am GC auf **Off**. Warten Sie 1 Minute und schalten Sie dann den Netzschalter am GC wieder auf **On**.
- 2 Wenn der GC nicht in den Normalzustand wechselt, notieren Sie sich ggf. die Meldungen in der Anzeige. Beobachten Sie, ob LED-Leuchten (grün, gelb oder rot) über dem REMOTE-Anschluss auf der Rückseite des GCs blinken oder konstant leuchten. Wenden Sie sich an Agilent, und übermitteln Sie die angezeigten Informationen an den Agilent Kundendienst. (Siehe auch „[Information zusammenstellen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent](#)“.)

Älterer GC: Durch Seitenwand sichtbare LEDs.





7 Überprüfen auf Lecks

- Tipps zur Überprüfung auf Lecks 114
- Überprüfen von externen Lecks 115
- Überprüfung des GCs auf Lecks 116
- Durchführung eines Einlasslecktests 117
- Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks 121
- Durchführung eines SS-Druckabfall-Lecktests 124
- Behebung von Lecks am Split/Splitless-Einlass 128
- Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen
Purged/Packed-Einlass 129
- Behebung von Lecks am Purged/Packed-Einlass der Säule 133
- Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks 134
- Behebung von Lecks am Packed-Einlass der Säule 136
- Durchführung eines COC-Druckabfall-Lecktests 137
- Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem 141



Tipps zur Überprüfung auf Lecks

Beim Überprüfen auf Lecks betrachten Sie das System in zwei Teilen: externe Leckstellen und Leckstellen am GC.

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

WARNUNG

Wasserstoff (H₂) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

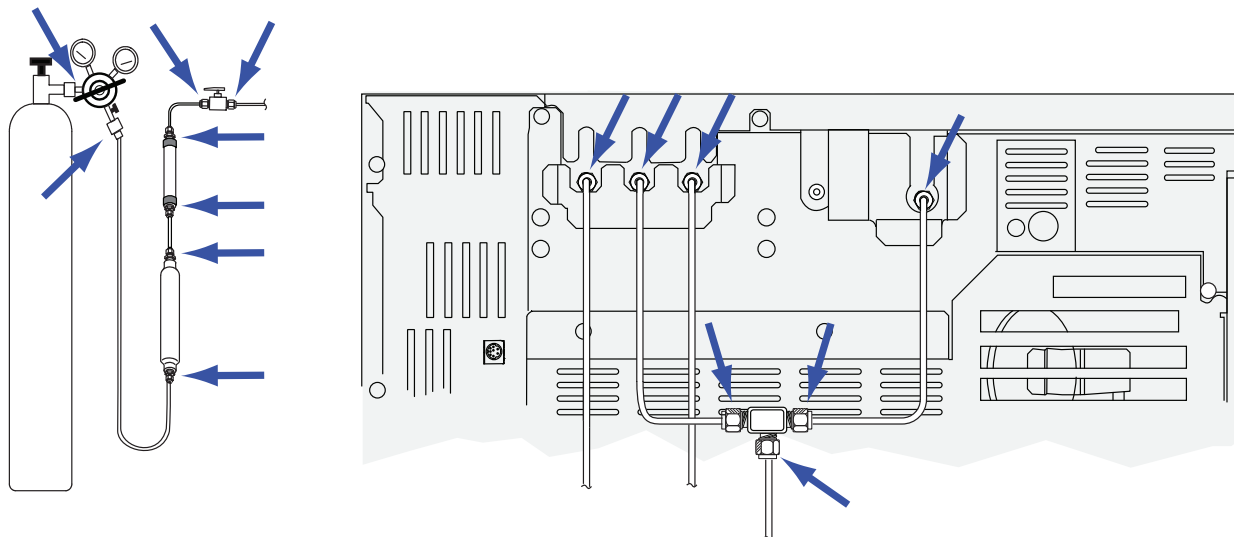
WARNUNG

Es können gefährliche Probengase vorhanden sein.

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

Überprüfen von externen Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:



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

Führen Sie einen Druckabfalltest durch.

- 1 Schalten Sie den GC aus.
- 2 Stellen Sie den Reglerdruck auf 415 kPa (60 psi) ein.
- 3 Drehen Sie den Druckreglerknopf vollständig gegen den Uhrzeigersinn, um das Ventil zu schließen.
- 4 Warten Sie 10 Minuten. Wenn ein Druckabfall von mehr als 7 kPa (1 psi) auftritt, liegt bei den externen Verbindungen ein Leck vor.

Überprüfung des GCs auf Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:

- Einlassseptum, Septumkopf, Liner, Splitauslassfilter, Splitauslassfilterleitung und Spülauslassarmaturen
- Säulenverbindungen zu Einlässen, Detektoren, Ventilen, Splittern und anderen Verbindungen
- Armaturen aus den Flussmodulen zu den Einlässen, Detektoren und Ventilen
- Säulenadapter

Prüfen Sie zunächst mithilfe des in den GC integrierten Lecktests, ob Lecks an Einlasssäulendichtung, Septum, Liner, Splitauslassfilterleitung usw. vorliegen. Siehe [„Durchführung eines Einlasslecktests“](#). Beheben Sie alle mit diesem Test gefundenen Lecks. Falls der GC immer noch Symptome aufweist, die auf ein Leck deuten, überprüfen Sie die übrigen möglichen Punkte, an denen Lecks auftreten könnten.

Bei Verwendung der Agilent Instrument Utilities können Sie einen Einlasslecktest auch aus der Ferne durchführen (bei ausgewählten Einlasstypen).

Wenn der Einlass den Einlasslecktest besteht, Sie aber weiterhin ein Leck im Einlass vermuten, können Sie die Instrument Utilities bei den meisten Einlässen verwenden, um einen Druckabfalltest durchzuführen. (Sie können auch für jeden Einlass einen manuellen Druckabfalltest durchführen.) Jeder Einlass, der den Druckabfalltest besteht, kann als frei von Undichtigkeiten betrachtet werden.

- [Durchführung eines SS-Druckabfall-Lecktests](#)
- [Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass](#)

Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um die Säulen- und Rohrverbindungen zu überprüfen. Weitere Themen:

- [Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks](#)

Durchführung eines Einlasslecktests

Der GC bietet einen integrierten Lecktest in Echtzeit für alle Einlässe. Mit diesem Test lassen sich vor allem während und nach der Einlasswartung Einlasslecks ermitteln. Der Test ist nicht so gründlich bzw. empfindlich wie ein vollständiger Einlassdrucktest, wird normalerweise mit installierter und konfigurierter Säule durchgeführt und sorgt schnell für Gewissheit, dass der Einlass praktisch frei von Lecks ist. Agilent empfiehlt, den Test vor und während der Einlasswartung durchzuführen, sodass Sie beim Anziehen von Armaturen sehen können, dass der Einlass nicht mehr leckt. Der Test eignet sich für alle Anwendungen, obgleich manche vielleicht einen kompromissloseren Lecktest benötigen.

Der Einlasslecktest findet Lecks an:

- Einlasssäulendichtung
- Golddichtung (ggf.)
- Splitauslassfiltergehäuse (ggf.)
- Septummutter und Septum (ggf.)
- Einsatzverschweißungsmutter/Septumkopfeinheit (ggf.)

So führen Sie den Test aus:

- 1 Drücken Sie auf dem GC-Tastenfeld auf **[Service Mode]**, blättern Sie zu **Front inlet leak check** oder **Back inlet leak check** und drücken Sie **[Enter]**.
- 2 Die Anzeige entspricht [Abb. 4](#):

```

      FRONT INLET LEAK CHECK
TotalFlow   1.74   Col   1.34<
Test Inlet           (ON to Start)
Test pressure           10.0 psi
Warning if check flow      OFF
Fault if check flow        OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test flow OK:                4.8
Reset the test results? (yes)
  
```

Abbildung 4 Beispiel der Anzeige für Lecktest am vorderen Einlass. Im Beispiel wird vorausgesetzt, dass bereits ein Test ausgeführt wurde. (Blättern Sie in der Anzeige, um alle Zeilen zu sehen.)

- 3 Überprüfen Sie, ob **Test pressure** akzeptabel ist. In der Regel ist der Standarddruck von 10 psi gut geeignet. Auf Wunsch können Sie einen anderen Einlassdruck eingeben.
 - Um wiederholbare Ergebnisse zu erzielen, verwenden Sie denselben Wert für dieselbe Hardware.
 - Geben Sie einen höheren Testdruck ein, wenn Sie eine Säule verwenden, die hohen Gegendruck erzeugt.
- 4 Blättern Sie zu **Test Inlet** und drücken Sie **[On/Yes]**.
- 5 Einen Moment später stabilisiert sich der Test.
 - Der Wert für **TotalFlow** zeigt den Gesamtfluss von Trägergas durch den Einlass an. Der Wert für **Col** zeigt den Fluss durch die Säule an.
 - Die ungefähre Leckrate ist **TotalFlow – Col**, in mL/min.
 - Betrachten Sie den Einlass als leckfrei, wenn der Wert **Col** dem Wert **TotalFlow** *ungefähr entspricht*.
- 6 Während der Überwachung der Werte sollten Sie nach Bedarf Armaturen anziehen, das Septum austauschen, den Liner-O-Ring wechseln usw. Wenn die Reparatur das Leck beseitigt, sehen Sie, dass der Wert **Col** sinkt, sodass er *ungefähr* dem Wert **TotalFlow** entspricht.

HINWEIS

Wenn Sie den Test vor Durchführung der Wartung auf einem leckfreien Einlass ausgeführt haben, sollte das Ergebnis des Lecktests nach der Wartung mit dem vor der Wartung identisch sein.

- 7 Wenn der Test weiterhin fehlschlägt:
 - [Ersetzen](#) Sie das Septum
 - [Installieren](#) Sie die Säule wieder im Einlass.
 - [Ersetzen](#) Sie den Liner und den Liner-O-Ring.
 - Öffnen Sie den Splitauslassfilter und prüfen Sie den Sitz des O-Rings. [Ersetzen](#) Sie bei Bedarf den Splitauslassfilter.

Wird der Test bestanden und vermuten Sie weiterhin ein Einlassleck, führen Sie einen Druckabfalltest durch. Siehe:

- [Durchführung eines SS-Druckabfall-Lecktests](#)
- [Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass](#)

Festlegung von Warngrenzwerten für einen Lecktest

Der GC gibt in Verbindung mit dem Einlasslecktest zwei Warnungen aus:

- **Warning if pressure check:** Wenn der gemessene Druck den Grenzwert überschreitet, wird die „Service Due“-Anzeige aktiviert.
- **Fault if pressure check:** Wenn der gemessene Druck den Grenzwert überschreitet, wechselt der GC in den Zustand Not Ready.

Sie können sinnvolle Ergebnisse für den Einlasstest bestimmen und den GC dann veranlassen, bei erfolglosem Test entweder in den Zustand Not Ready zu wechseln oder die Service Due-Anzeige auszugeben. So legen Sie einen oder beide Grenzwerte fest:

- 1 Wenn der Einlass als leckfrei betrachtet wird, führen Sie den Einlasslecktest aus. (Gehen Sie davon aus, dass der Einlass leckfrei ist, wenn die Werte **TotalFlow** und **Col** sehr dicht beieinander liegen und Sie mit den chromatografischen Ergebnissen des GCs zufrieden sind.)
- 2 Beachten Sie das Ergebnis **TotalFlow**.
- 3 Blättern Sie zu **Warning if pressure check** oder **Fault if pressure check**.
- 4 Geben Sie einen Grenzwert über die Tastatur ein und drücken Sie **[Enter]**.
 - Wählen Sie eine Flussrate, die höher ist als der akzeptable Wert für TotalFlow. Geben Sie idealerweise einen Wert ein, der bekannten chromatografischen Problemen entspricht.
 - Warnung- und Fehlergrenze können unterschiedlich sein, z. B. eine Warnung bei niedrigerem Grenzwert und ein Fehler bei höherem.
- 5 Wiederholen Sie den Vorgang auf Wunsch für **Fault if pressure check**.
- 6 Der Test ist jetzt eingerichtet.
- 7 Führen Sie den Test regelmäßig neu aus. Beheben Sie bei Misslingen des Tests ggf. Lecks.

So löschen Sie eine Bedingung Not Ready oder deaktivieren Sie die Anzeige Service Due:

- 1 Drücken Sie auf [**Service Mode**], blättern Sie zu **Front inlet leak check** oder **Back inlet leak check** und drücken Sie [**Enter**].
- 2 Blättern Sie zu **Reset the test results?** und drücken Sie [**On/Yes**].

So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlasslecktest

- 1 Drücken Sie auf [**Service Mode**], blättern Sie zu **Front inlet leak check** oder **Back inlet leak check** und drücken Sie [**Enter**].
- 2 Blättern Sie zu der Warnung und drücken Sie [**Off/No**].

Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks

Dieser Vorgang beschreibt die Prüfung auf Lecks im Split/Splitless-Einlass und ihre Behebung. Befolgen Sie die nachstehenden Schritte auf Grundlage der Einlasssymptome.

Angepasster Wert oder Drucksollwert kann nicht erreicht werden

Erreicht der Split/Splitless-EPC-Einlass nicht seinen angepassten Wert oder Drucksollwert, erhält der GC den Status „Not Ready“. (Mit EPR ausgestattete Einlasse melden einen Mangel oder Bereitschaft durch ein blinkendes Sternchen.) Wenn Sie die Taste [**Status**] betätigen, wird eine Meldung angezeigt, die Ihnen mitteilt, dass der Druck am vorderen (oder rückseitigen) Einlass nicht bereit ist. Durch Doppelklicken auf [**Status**] wird der tatsächliche Wert angezeigt. Der GC wird in etwa 5,5 Minuten abgeschaltet, falls der Einlass keinen Druckaufbau und keine Steuerung aufweist.

Wenn Sie vor kurzem eine Wartung durchgeführt haben, prüfen Sie zunächst, ob in den Dichtungen/Teilen, die Sie bearbeitet haben, Lecks auftreten.

- 1 Prüfen Sie, ob der GC mit ausreichend Gas versorgt wird und prüfen Sie, ob keine Lecks in der Gasversorgung vorhanden sind (siehe [Überprüfen von externen Lecks](#)). Der Einlass erfordert einen maximalen Druck von 70 kPa (10 psi), höher als der höchste während der Analyse verwendete Druck.
- 2 Prüfen Sie die Einstellung für den Gesamtfluss. Die Flussgeschwindigkeit muss ausreichend hoch sein, um den Einlassdruck während der gesamten Analyse beizubehalten. Säulen mit weiten Bohrungen benötigen höhere Flussgeschwindigkeiten. 50 mL/Min. sind in der Regel ausreichend. So erhöhen Sie den Gesamtfluss:
 - Wenn der Splitmodus aktiviert ist, erhöhen Sie das Split-Verhältnis
 - Erhöhen Sie den Spülfluss für die Betriebsart Splitless
- 3 Legen Sie den Daumen (oder ein Septum) über die Splitauslass-Abluft. Erreicht der Einlassdruck allmählich den Sollwert, wenden Sie sich an den Kundendienst. Falls der Druck niedrig bleibt, fahren Sie mit dem nächsten Schritt fort.

- 4 Führen Sie den Einlassanalyse-Lecktest durch. Siehe [„Durchführung eines Einlasslecktests“](#). Die Gesamtflussgeschwindigkeit weist auf die Größe des Lecks hin. Beobachten Sie den gesamten Fluss, während Sie Dichtungen prüfen/anziehen:

- Septummutter
- Säule
- Splitauslassfilter/O-Ringe
- Einsatz/O-Ringe
- Golddichtung
- Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
- Flussabsperrendichtungen an den Flussleitungsarmaturen

Alternativ verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um die Dichtungen und Rohrverbindungen zu überprüfen.

Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit

Ein kleines Leck am Split/Splitless EPC-Einlass kann geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit verursachen. Überprüfen Sie und isolieren Sie ein kleines Leck wie nachstehend beschrieben.

Wenn Sie vor kurzem eine Wartung durchgeführt haben, prüfen Sie zunächst, ob in den Dichtungen/Teilen, die Sie bearbeitet haben, Lecks auftreten.

- 1 Führen Sie den Einlassdruckabfalltest durch. Siehe [„Durchführung eines SS-Druckabfall-Lecktests“](#). Wird der Test bestanden, betrachten Sie den Einlass als leckfrei und prüfen Sie andere mögliche Ursachen für die geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit.
- 2 Schlägt der Druckabfalltest fehl, führen Sie den Einlasslecktest durch. Siehe [„Durchführung eines Einlasslecktests“](#). Beobachten Sie den gesamten Fluss, während Sie Dichtungen prüfen/anziehen:
 - Septummutter
 - Säule
 - Splitauslassfilter
 - Einsatz/O-Ring

- Golddichtung
 - Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
 - Flussabsperrendichtungen an den Flussleitungsarmaturen
- 3** Konnte das Problem durch den Einlasslecktest (Prep Run) nicht gelöst werden, ist das Leck möglicherweise zu klein, um bei diesem Test erkannt zu werden. Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um die Dichtungen/Anschlüsse zu überprüfen.

Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Durchführung eines SS-Druckabfall-Lecktests

Verwenden Sie den Druckabfalltest für den Split/Splitless-Einlass von Agilent Instrument Utilities durch, um festzustellen, ob der Einlass leckt. Öffnen Sie die Software, wählen Sie den GC und führen Sie den Einlasstest durch. Siehe [Durchführung eines Einlasslecktests](#) und [Durchführung eines SS-Splitauslass-Verengungstests](#).

Wenn die Instrument Utilities nicht verfügbar sind, beachten Sie die nachstehenden Anweisungen.

Wenn der Test fehlschlägt:

- Siehe „[Überprüfung eines Split/Splitless-Einlasses auf Lecks](#)“.
- Überprüfen Sie die verstopfte Säulendichtung und die Septumspülungsabdeckung.

Durchführung eines SS-Druckabfalltests am Softwaretastenfeld (Remote-Controller)

Der Druckabfalltest prüft auf Lecks vom Einlassflussmodul bis zur Säulendichtung.

Nach Durchführung der Wartung prüfen Sie zunächst auf Lecks in extern zugänglichen Bereichen. Siehe „[Überprüfen von externen Lecks](#)“.

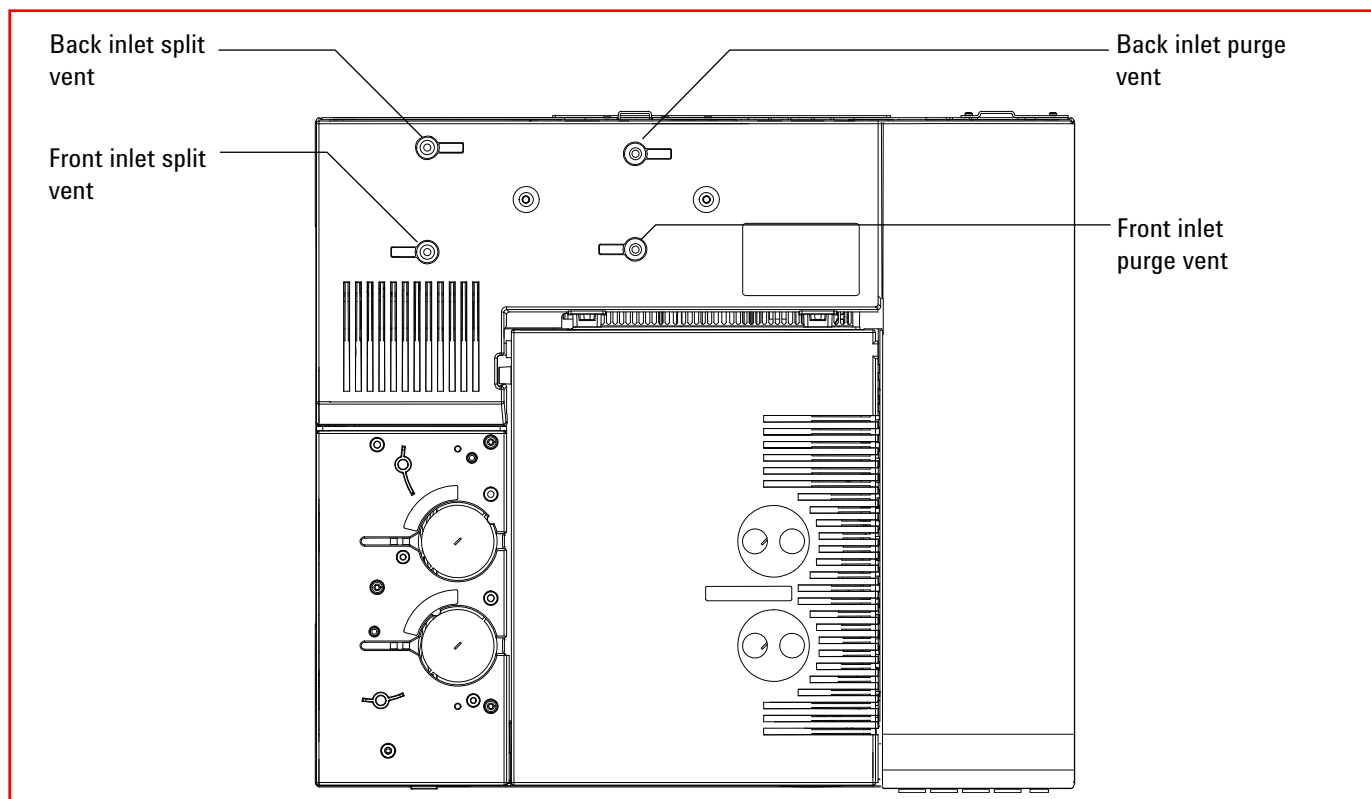
Wenn ein Leck bekannt ist, prüfen Sie zunächst die extern zugänglichen Einlassdichtungen, insbesondere alle Verbindungen, die vor kurzen gewartet wurden, wie z. B. die Septummutter, Säulenadapter, Säulenverbindung usw.

Der nachstehend beschriebene Druckabfall-Lecktest erfordert es, die Säule zu entfernen und die Einlasssäulendichtung zu verschließen. Dieser Test findet/findet keine der folgenden Arten von Lecks:

Der Test findet Lecks an:	Der Test findet keine Lecks an:
Septum	Säulendichtung
Septummutter	Gasversorgungsarmaturen am Flussmodul
O-Ring-Dichtung am Liner	Rohre und Verbindungen in einer Übertragungsleitung, die an den Einlass angeschlossen ist
Golddichtung/Unterlegscheibe und Reduktionsmutter	Interne Lecks in einem EPC oder EPR-Modul
Einlasskörper	
Splitauslass-Ventil an den Flussleitungsarmaturen	
Splitauslassrohre und Filter	
Septumspülungsrohre	
Dichtungen innerhalb der Rohre zwischen Einlassflussmodul und Einlasskörper	

- 1 Legen Sie Folgendes bereit (siehe [Verbrauchsteile und Teile für den Split/Splitless-Einlass](#)):
 - Ferrule, ohne Bohrung
 - 1/4-Zoll-Gabelschlüssel
 - Hitzebeständige Handschuhe (falls der Einlass heiß ist)
 - Säulenmutter
 - Neues Septum.
 - O-Ring
 - EAD/WLD-Detektorstecker (Teilenr. 5060-9055)
- 2 Laden Sie die [Einlasswartungsmethode](#) und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist.
- 3 Falls installiert, installieren Sie die Säule.
- 4 Verschließen Sie die Säulendichtung mit einer Säulenmutter und einer Ferrule ohne Bohrung.
- 5 Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Siehe [Austausch des Septums am Split/Splitless-Einlass](#).
- 6 Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, wenn er hart und brüchig oder rissig ist. Siehe [Austausch von Liner und O-Ring am Split/Splitless-Einlass](#).

- 7 Stellen Sie den Einlassmodus auf **Split Mode** ein.
- 8 Konfigurieren Sie die Säule als **Einlass: Nicht spezifiziert**.
- 9 Stellen Sie die Einlasstemperatur auf 70 °C ein.
- 10 Für GCs, die mit EPC ausgestattet sind, geben Sie einen Drucksollwert von 25 psi (172 kPa) ein. (Für GCs, die mit EPR ausgestattet sind, passen Sie den Druck über das Softwaretastenfeld auf 25 psi (172 kPa) an.) Stellen Sie sicher, dass der Versorgungsdruck des GCs mindestens 10 psi (70 kPa) höher ist als der Einlassdruck.
- 11 Wenn kein Druck aufgebaut wird, besteht entweder ein großes Leck oder der Versorgungsdruck ist zu gering.
- 12 Warten Sie, bis sich die Einlasstemperatur stabilisiert hat. Temperaturänderungen können den Test ungültig machen.
- 13 Verschließen Sie die Septumspüldichtung mit dem ECD/WLD-Detektorstopfen.



- 14 Drücken Sie **[Front Inlet]** oder **[Back Inlet]**. Blättern Sie zu **Pressure** und drücken Sie **Off/No**.
- 15 Schalten Sie die Trägergasversorgung an ihrer Quelle rasch ab, sofern möglich. Das Ziel hierbei ist es, zu verhindern, dass restlicher Druck aus den Versorgungsleitungen *in* das geschlossene System eindringt und einen Druckanstieg

verursacht und Lecks verdeckt. (Derartige Lecks innerhalb des Flussmoduls haben im Normalfall keine Auswirkungen auf Analyseläufe.) Wenn das Setup keine Abstellventile am GC beinhaltet, oder das Wechseln des Quelldrucks nicht möglich ist, dann überspringen Sie diesen Schritt. Wenn ein großes Volumen in der Versorgungsleitung zum GC vorhanden ist, prüfen Sie, ob es ein Leck *in* das System gegeben haben könnte, wenn Sie die Testergebnisse auswerten.

- 16** Überwachen Sie den Druck 10 Minuten lang. Verwenden Sie den Timer, indem Sie **[Time]** und **[Enter]** drücken.

Bei GCs ohne installiertes Gerät im Trägerflusspfad:

Ein Druckabfall von weniger als 0,5 psig (0,05 psi/Min. oder darunter; 3,4 kPa oder 0,34 kPa/Min.) ist akzeptabel.

Wenn der Druck schneller abfällt als akzeptabel ist, siehe „[Behebung von Lecks am Split/Splitless-Einlass](#)“. Führen Sie den Test erneut durch.

Bei einem GC mit 7697A Headspace-Probengeber:

Ein Druckabfall von weniger als 1,7 psig (0,17 psi/Min. oder darunter; 11,7 kPa oder 1,17 kPa/Min.) ist akzeptabel. Wenn der 7697A alle Lecktests besteht (Verengung, Druckabfall und Cross Port), und wenn der GC-Einlassdruckabfalltest ohne installiertes 7697A erfolgreich bestanden wird, prüfen Sie den 7697A Trägerflusspfad. Siehe die Dokumentation zum Headspace-Probengeber.

Bei einem GC mit G1888 Headspace-Probengeber:

Ein Druckabfall von weniger als 2 psig in 5 Minuten (0,4 psi/Min.) oder darunter; 13,8 kPa oder 2,76 kPa/Min.) ist bei Verwendung einer 1 cc Probenschleife akzeptabel.

Bei allen GCs:

Beachten Sie, dass sich die Linergröße auf den Druckabfall auswirkt. Ein Einlass mit einem kleinvolumigen Liner toleriert eine kleinere Leckrate als ein Einlass mit einem großvolumigen Liner.

- 17** Nachdem der Einlass den Test bestanden hat, stellen Sie den GC-Betriebszustand wieder her.
- Stellen Sie die Quelldrücke wieder her.
 - Entfernen Sie alle Verschlüsse/Stopfen.
 - Installieren Sie wieder die Säule.
 - Stellen Sie die ordnungsgemäße Säulenkonfiguration wieder her.
 - Laden Sie die Betriebsmethode.

Behebung von Lecks am Split/Splitless-Einlass

Wenn der Einlass einen Druckabfalltest nicht besteht, prüfen Sie wie folgt:

- Prüfen Sie die im Test verwendeten Verschlüsse/Stopfen - Achten Sie darauf, dass sie korrekt installiert und fest montiert wurden.
- Wenn Sie den Lecktest nach einer Wartung durchgeführt haben, prüfen Sie, ob die während der Wartung behandelten Teile korrekt installiert sind.
- Prüfen Sie die Festigkeit der Säulenmutter. Siehe [Austausch des Septums am Split/Splitless-Einlass](#).
- Prüfen Sie das Septum. Ersetzen, falls alt oder beschädigt.
- Prüfen Sie die Installation der Einsatzeinheit.
- Prüfen Sie den Liner und den Liner O-Ring. Siehe [Austausch von Liner und O-Ring am Split/Splitless-Einlass](#).
- Wenn Sie die Golddichtung gewechselt haben, überprüfen Sie, ob die Installation ordnungsgemäß erfolgt ist. Siehe [Austausch der Golddichtung am Split/Splitless-Einlass](#).
- Stellen Sie sicher, dass die Einlasstemperatur während des Tests konstant geblieben ist.

Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass

Verwenden Sie den Druckabfalltest für den Purged/Packed-Einlass von Agilent Instrument Utilities durch, um festzustellen, ob der Purged/Packed-Einlass leckt. Öffnen Sie die Software, wählen Sie den GC und führen Sie den Einlasstest durch.

Wenn die Instrument Utilities nicht verfügbar sind, beachten Sie die nachstehenden Anweisungen.

Wenn der Test fehlschlägt:

- Ziehen Sie die Septummutter/Merlin-Abdeckung fest an.
- [Ersetzen](#) Sie das Septum oder Merlin Microseal.
- Ziehen Sie die obere Einsatzverschweißung fest an. [Tauschen](#) Sie den Liner aus.
- [Ersetzen](#) Sie den O-Ring und ziehen Sie die Säulenadapterverbindung fest. [Erneut installieren](#), falls notwendig.
- Überprüfen Sie die verstopfte Säulendichtung und die Septumspülungsabdeckung.

Durchführung eines Einlassdruckabfalltests für einen Purged/Packed-Einlass

Der Druckabfalltest prüft auf Lecks vom Einlassflussmodul bis zur Säulendichtung.

Nach Durchführung der Wartung prüfen Sie zunächst auf Lecks in extern zugänglichen Bereichen. Siehe „[Überprüfen von externen Lecks](#)“.

Wenn ein Leck bekannt ist, prüfen Sie zunächst die extern zugänglichen Einlassdichtungen, insbesondere alle Verbindungen, die vor kurzen gewartet wurden, wie z. B. die Septummutter, Säulenadapter, Säulenverbindung usw.

Der nachstehend beschriebene Druckabfall-Lecktest erfordert es, die Säule zu entfernen und die Einlasssäulendichtung zu verschließen. Dieser Test findet/findet keine der folgenden Arten von Lecks:

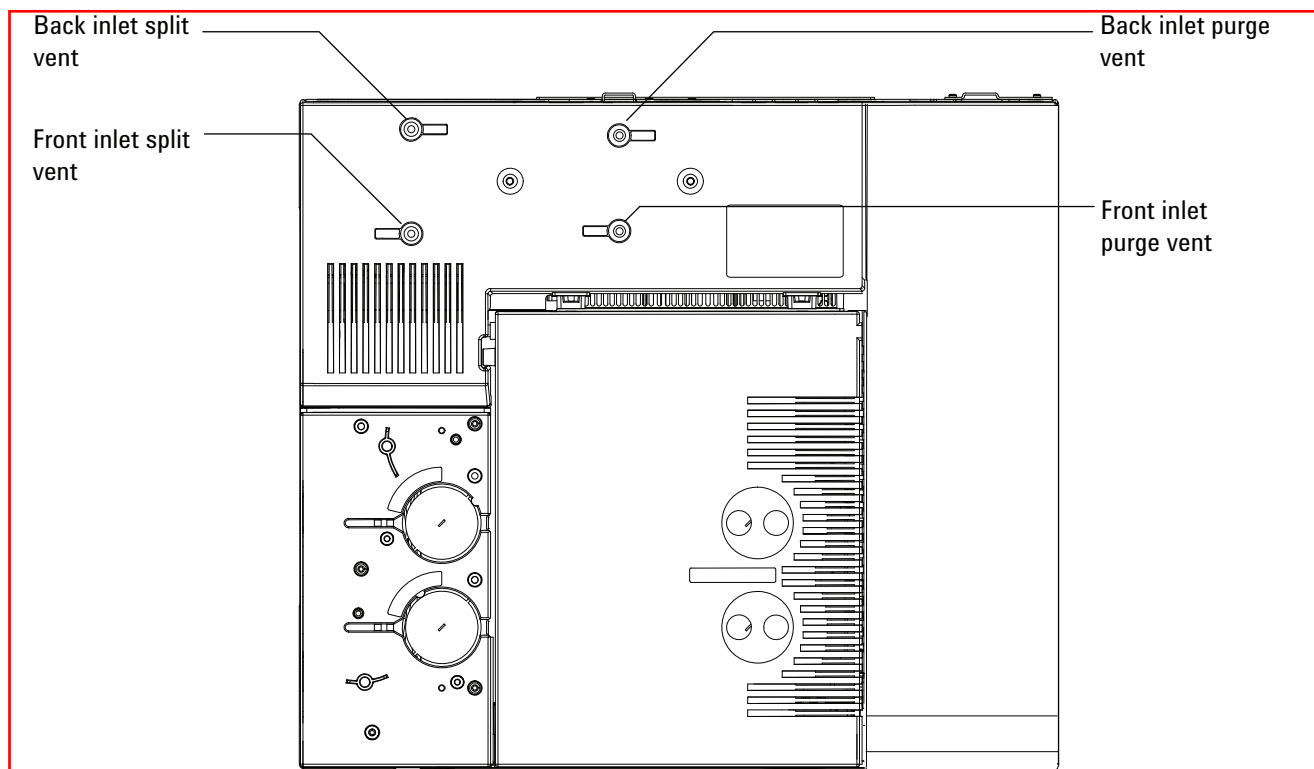
Der Test findet Lecks an:	Der Test findet keine Lecks an:
Septum	Säulendichtung
Septummutter	Gasversorgungsarmaturen am Flussmodul
Glaseinsatz O-Ring-Dichtung	
Adapter und Ferrule	
Einlasskörper	
obere Einsatzverschweißung	
Dichtungen innerhalb der Rohre zwischen Einlassflussmodul und Einlasskörper	

WARNUNG

Dieser Lecktest ist für entzündliche Trägergase, wie z. B. Wasserstoff, nicht geeignet.

- 1 Legen Sie folgende Teile bereit (siehe auch [Verbrauchsmaterial und Teile für den Purged-Packed-Einlass](#)):
 - Ferrule, ohne Bohrung
 - 1/4-Zoll-Gabelschlüssel
 - 7/16-Zoll-Gabelschlüssel
 - Hitzebeständige Handschuhe (falls der Einlass heiß ist)
 - 9/16-Zoll-Gabelschlüssel
 - 1/8-Zoll- und 1/4-Zoll Swagelok-Verschlussstück
 - EAD/WLD-Detektorstecker (Teilenr. 5060-9055)
- 2 Laden Sie die [Einlasswartungsmethode](#) und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist.
- 3 Falls installiert, installieren Sie die Säule.
- 4 Verschließen Sie die Säulenarmatur.
 - Ist der Kapillarsäulenadapter installiert, verwenden Sie eine Säulenmutter und eine Ferrule ohne Bohrung
 - Ist ein 1/8Zoll gepackter Säulenadapter installiert, verwenden Sie ein 1/8-Zoll-Swagelok Verschlussstück (5180-4121).
 - Ist ein 1/4-Zoll gepackter Säulenadapter installiert, verwenden Sie ein 1/4-Zoll-Swagelok Verschlussstück (5180-4120).

- 5 Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Siehe [Austausch des Septums am Purged-Packed-Einlass](#).
- 6 Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, wenn er hart und brüchig oder rissig ist. Siehe [Austausch des O-Rings am Purged-Packed-Einlass](#).
- 7 Falls Sie sich unsicher sind, was die Qualität der Adapterferrule angeht, ersetzen Sie sie. Siehe [Installieren eines Einsatzes am PP-Einlass](#).
- 8 Stellen Sie die Einlasstemperatur auf 150 °C ein.
- 9 Warten Sie, bis sich die Einlasstemperatur stabilisiert hat. Temperaturänderungen können den Test ungünstig machen.
- 10 Überwachen Sie den Einlassdruck. Der Wert sollte ansteigen.



Wenn der Druck auf über 25 psi (172 kPa) steigt, schalten Sie den Trägerfluss ab. (Drücken Sie **[Front Inlet]** oder **[Back Inlet]**. Scrollen Sie zu **Total flow** und drücken Sie **Off/No.**)

- 11 Wenn kein Druck aufgebaut wird, besteht entweder ein großes Leck oder der Versorgungsdruck ist zu gering.

- 12 Lassen Sie den Druck sich etwa 10 Sekunden lang stabilisieren. Der Druck sollte zwischen 25 und 28 psi (172 und 193 kPa) liegen. Überwachen Sie den Druck 5 Minuten lang. Verwenden Sie den Timer, indem Sie **[Time]** und **[Enter]** drücken.
- 13 Ein Druckabfall von weniger als 0,25 psig (0,05 psi/Min. oder darunter; 1,72 kPa oder 0,34 kPa/Min.) ist akzeptabel.
- 14 Wenn der Druck schneller abfällt als akzeptabel ist, siehe [„Behebung von Lecks am Purged/Packed-Einlass der Säule“](#). Führen Sie den Test erneut durch.
- 15 Nachdem der Einlass den Test bestanden hat, stellen Sie den GC-Betriebszustand wieder her.
 - Entfernen Sie alle Verschlüsse/Stopfen.
 - Stellen Sie die Quelldrücke wieder her.
 - Installieren Sie wieder die Säule.
 - Stellen Sie die ordnungsgemäße Säulenkonfiguration wieder her.
 - Laden Sie die Betriebsmethode.

Behebung von Lecks am Purged/Packed-Einlass der Säule

Wenn der Einlass einen Druckabfalltest nicht besteht, prüfen Sie wie folgt:

- Prüfen Sie die im Test verwendeten Verschlüsse/Stopfen - Achten Sie darauf, dass sie korrekt installiert und fest montiert wurden.
- Wenn Sie den Lecktest nach einer Wartung durchgeführt haben, prüfen Sie, ob die während der Wartung behandelten Teile korrekt installiert sind.
- Prüfen Sie die Festigkeit der Säulenmutter. Siehe [Austausch des Septums am Purged-Packed-Einlass](#).
- Prüfen Sie das Septum. Ersetzen, falls alt oder beschädigt.
- Prüfen Sie, ob die obere Einsatzverschweißung fest montiert ist.
- Tauschen Sie den O-Ring aus. Siehe [Austausch des O-Rings am Purged-Packed-Einlass](#). Prüfen Sie außerdem den Glaseinsatz. Siehe [Installieren eines Einsatzes am PP-Einlass](#).
- Ersetzen Sie das Ferrulensiegel am Adapter.
- Stellen Sie sicher, dass die Einlasstemperatur während des Tests konstant geblieben ist.

Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Überprüfung eines Multimodus-Einlasses auf Lecks

HINWEIS

Gepackte Säuleneinlässe unterstützen keine Einlassdruckabfalltests.

Diese Testmethode prüft auf Lecks vom Einlassflussmodul bis zur Säulendichtung.

Nach Durchführung der Wartung prüfen Sie zunächst auf Lecks in extern zugänglichen Bereichen. Siehe „[Überprüfen von externen Lecks](#)“.

Wenn ein Leck bekannt ist, prüfen Sie zunächst die extern zugänglichen Einlassdichtungen, insbesondere alle Verbindungen, die vor kurzen gewartet wurden, wie z. B. die Septummutter, Säulenadapter, Säulenverbindung usw.

Der nachstehend beschriebene Lecktest erfordert es, die Säule zu entfernen und die Einlasssäulendichtung zu verschließen. Dieser Test findet/findet keine der folgenden Arten von Lecks:

Der Test findet Lecks an:	Der Test findet keine Lecks an:
Septum	Säulendichtung
Septummutter	
Adapter und Ferrule	
Einlasskörper	
obere Einsatzverschweißung	
Dichtungen innerhalb der Rohre zwischen Einlassflussmodul und Einlasskörper	

WARNUNG

Dieser Lecktest ist für entzündliche Trägergase, wie z. B. Wasserstoff, nicht geeignet.

1 Legen Sie folgende Teile bereit (siehe auch [Verbrauchsmaterial und Teile für den Purged-Packed-Einlass](#)):

- 9/16-Zoll-Gabelschlüssel
- 7/16-Zoll-Gabelschlüssel
- Hitzebeständige Handschuhe (falls der Einlass heiß ist)

- 1/8-Zoll- und 1/4-Zoll Swagelok-Verschlussstück
- 2 Stellen Sie die Einlass- und Ofentemperatur auf 35 °C ein.
- 3 Falls installiert, installieren Sie die Säule.
- 4 Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Siehe [Austausch des Septums am Purged-Packed-Einlass](#).
- 5 Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, wenn er hart und brüchig oder rissig ist. Siehe [Austausch des O-Rings am Purged-Packed-Einlass](#).
- 6 Falls Sie sich unsicher sind, was die Qualität der Adapterferrule angeht, ersetzen Sie sie. Siehe [Installieren eines Einsatzes am PP-Einlass](#).
- 7 Verwenden Sie die Tasten **2/+** und **8/-** auf dem Softwaretastenfeld, um den Spaltenfluss auf 5 mL/min anzupassen.
- 8 Verschließen Sie die Säulenarmatur.
 - Ist ein 1/8Zoll gepackter Säulenadapter installiert, verwenden Sie ein 1/8-Zoll-Swagelok Verschlussstück (5180-4121).
 - Ist ein 1/4-Zoll gepackter Säulenadapter installiert, verwenden Sie ein 1/4-Zoll-Swagelok Verschlussstück (5180-4120).
- 9 Da bei angebrachter Säulendichtung keine Möglichkeit besteht, dass Gas entweicht, sollte der angezeigte Säulenfluss auf 0,0 ml/min oder < 0,1 ml/min abfallen.
- 10 Doppelklicken Sie auf **Status**, um den tatsächlichen Fluss am Einlass zu sehen.
- 11 Wenn der angezeigte Säulenfluss größer als 0,1 ml/min ist oder den angepassten Wert erreicht, besteht ein Leck. Andernfalls besteht im System kein Leck.
- 12 Nachdem der Einlass den Test bestanden hat, stellen Sie den GC-Betriebszustand wieder her.
 - Entfernen Sie alle Verschlüsse/Stopfen.
 - Installieren Sie wieder die Säule.
 - Stellen Sie die ordnungsgemäße Säulenkonfiguration wieder her.
 - Laden Sie die Betriebsmethode.

Behebung von Lecks am Packed-Einlass der Säule

Wenn der Einlass einen Lecktest nicht besteht, prüfen Sie wie folgt:

- Prüfen Sie die im Test verwendeten Verschlüsse/Stopfen - Achten Sie darauf, dass sie korrekt installiert und fest montiert wurden.
- Wenn Sie den Lecktest nach einer Wartung durchgeführt haben, prüfen Sie, ob die während der Wartung behandelten Teile korrekt installiert sind.
- Prüfen Sie die Festigkeit der Säulenmutter. Siehe [Austausch des Septums am Packed-Einlass der Säule](#).
- Prüfen Sie das Septum. Ersetzen, falls alt oder beschädigt.
- Prüfen Sie, ob die obere Einsatzverschweißung fest montiert ist.
- Tauschen Sie den O-Ring aus. Siehe [Austausch des O-Rings am gepackten Säuleneinlass](#). Prüfen Sie außerdem den Glaseinsatz. Siehe [Installieren eines Einsatzes am PP-Einlass](#).
- Ersetzen Sie das Ferrulensiegel am Adapter.
- Stellen Sie sicher, dass die Einlasstemperatur während des Tests konstant geblieben ist.

Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Durchführung eines COC-Druckabfall-Lecktests

Führen Sie den Druckabfalltest für das Kaltaufgabesystem von Agilent Instrument Utilities durch, um festzustellen, ob der Einlass leckt. Öffnen Sie die Software, wählen Sie den GC und führen Sie den Einlasstest durch.

Wenn die Instrument Utilities nicht verfügbar sind, beachten Sie die nachstehenden Anweisungen.

Wenn der Test fehlschlägt:

- Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um zu prüfen, ob die Verbindungen mit dem Flussmodul undicht sind. Ziehen Sie die Verbindungen an oder ersetzen Sie die O-Ringe bei Bedarf.
- Prüfen Sie das Flussmodul auf Lecks.
- Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um die Rohre zwischen Einlasskörper und Flussmodul auf Undichtigkeiten zu prüfen.
- Überprüfen Sie die verstopfte Säulendichtung und die Septumspülungsabdeckung.
- Ziehen Sie die Septummutter an.
- [Ersetzen](#) Sie das Septum bei Bedarf.

Durchführung eines COC-Druckabfall-Lecktests

Der Druckabfalltest prüft auf Lecks vom Einlassflussmodul bis zur Säulendichtung.

Nach Durchführung der Wartung prüfen Sie zunächst auf Lecks in extern zugänglichen Bereichen. Siehe [„Überprüfen von externen Lecks“](#).

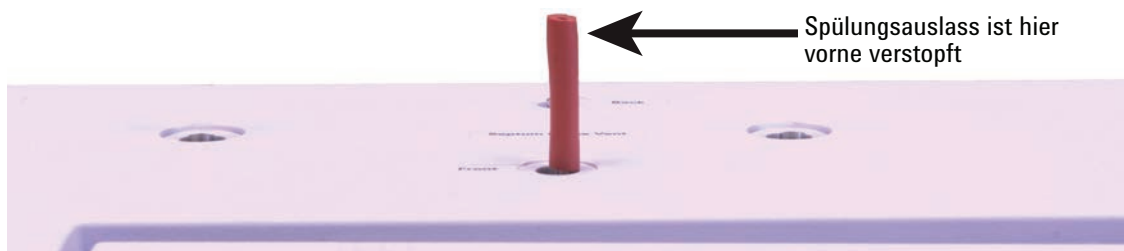
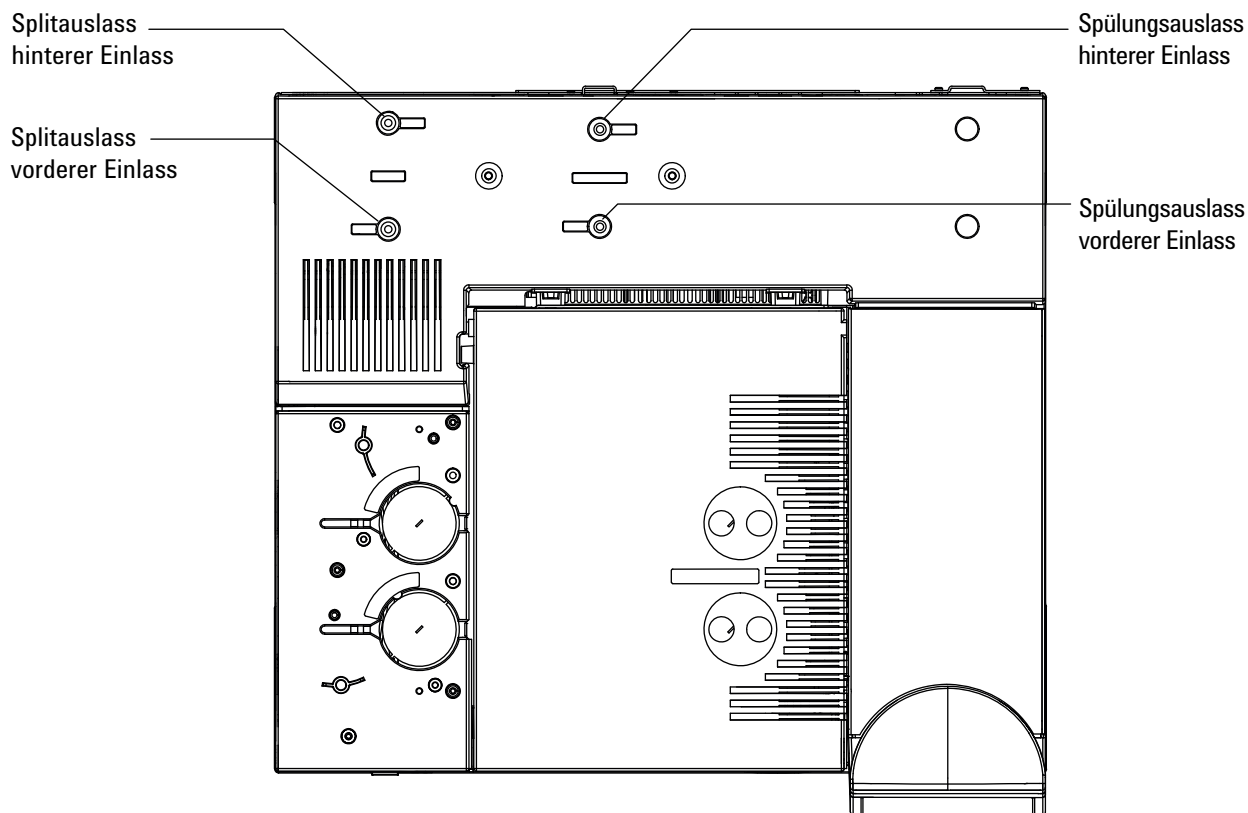
Wenn ein Leck bekannt ist, prüfen Sie zunächst die extern zugänglichen Einlassdichtungen, insbesondere alle Verbindungen, die vor kurzen gewartet wurden, wie z. B. die Septummutter, Säulenadapter, Säulenverbindung usw. Siehe [„Überprüfen von externen Lecks“](#).

Der nachstehend beschriebene Druckabfall-Lecktest erfordert es, die Säule zu entfernen und die Einlasssäulendichtung zu verschließen. Dieser Test findet/findet keine der folgenden Arten von Lecks:

Der Test findet Lecks an:	Der Test findet keine Lecks an:
Septum	Säulendichtung
Befestigungsmutter oder Kühlungsturm	Gasversorgungsarmaturen am Flussmodul
Dichtungen innerhalb der Rohre zwischen Einlassflussmodul und Einlasskörper	
Einlasskörper	

- Legen Sie Folgendes bereit (siehe [Verbrauchsmaterial und Teile für das Kaltaufgabesystem](#)):
 - Ferrule, ohne Bohrung
 - 1/4-Zoll-Gabelschlüssel
 - Hitzebeständige Handschuhe (falls der Einlass heiß ist)
 - Säulenmutter
 - Neues Septum.
 - EAD/WLD-Detektorstecker (Teilenr. 5060-9055)
- Laden Sie die [Einlasswartungsmethode](#) und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist.
- Falls installiert, entfernen Sie die Säule.
- Verschließen Sie die Säulendichtung mit einer Säulenmutter und einer Ferrule ohne Bohrung.
- Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues. Siehe [Austausch eines Septums am Kaltaufgabesystem](#).
- Geben Sie einen Sollruckwert von 25 psi (172 kPa) ein. Stellen Sie sicher, dass der Versorgungsdruck des GCs mindestens 10 psi (70 kPa) höher ist als der Einlassdruck.
- Warten Sie 5 Minuten, bis sich der Druck stabilisiert hat. Wenn kein Druck aufgebaut wird, besteht entweder ein großes Leck oder der Versorgungsdruck ist zu gering.
- Stellen Sie den **Septum purge** Fluss auf 3,0 mL/Min. ein.
- Warten Sie, bis sich die Einlasstemperatur stabilisiert hat. Temperaturänderungen können den Test ungünstig machen.

- 10 Verschließen Sie die Septumspüldichtung mit dem ECD/WLD-Detektorstopfen.



- 11 Drücken Sie auf der Tastatur [**Service Mode**]. Wählen Sie **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 12 Blättern Sie zu **Constant duty cycle** und geben Sie **50** ein. Warten Sie 10 Sekunden.
- 13 Drücken Sie [**Front or Back Inlet**]. Blättern Sie zu **Pressure** und drücken Sie **Off/No**.

14 Schalten Sie die Trägergasversorgung an ihrer Quelle rasch ab, sofern möglich. Das Ziel hierbei ist es, zu verhindern, dass restlicher Druck aus den Versorgungsleitungen *in* das geschlossene System eindringt und einen Druckanstieg verursacht und Lecks verdeckt. (Derartige Lecks innerhalb des EPC-Moduls haben im Normalfall keine Auswirkungen auf Analyseläufe.) Wenn das Setup keine Abstellventile am GC beinhaltet, oder das Wechseln des Quelldrucks nicht möglich ist, dann überspringen Sie diesen Schritt. Wenn ein großes Volumen in der Versorgungsleitung zum GC vorhanden ist, prüfen Sie, ob es ein Leck *in* das System gegeben haben könnte, wenn Sie die Testergebnisse auswerten.

15 Überwachen Sie den Druck 10 Minuten lang. Verwenden Sie den Timer, indem Sie **[Time]** und **[Enter]** drücken.

Ein Druckabfall von weniger als 1,0 psig (0,1 psi/Min. oder darunter; 6,9 kPa oder 0,69 kPa/Min.) ist akzeptabel.

Wenn der Druck schneller abfällt als akzeptabel ist, siehe [„Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem“](#). Führen Sie den Test erneut durch.

16 Nachdem der Einlass den Test bestanden hat, stellen Sie den GC-Betriebszustand wieder her.

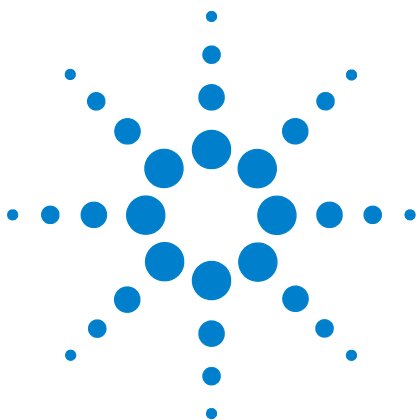
- Stellen Sie die Quelldrücke wieder her.
- Entfernen Sie alle Verschlüsse/Stopfen.
- Installieren Sie wieder die Säule.
- Stellen Sie die ordnungsgemäße Säulenkonfiguration wieder her.
- Laden Sie die Betriebsmethode.

Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem

Wenn der Einlass einen Druckabfalltest nicht besteht, prüfen Sie wie folgt:

- Prüfen Sie die im Test verwendeten Verschlüsse/Stopfen - Achten Sie darauf, dass sie korrekt installiert und fest montiert wurden.
- Wenn Sie den Lecktest nach einer Wartung durchgeführt haben, prüfen Sie, ob die während der Wartung behandelten Teile korrekt installiert sind.
- Prüfen Sie die Festigkeit der Septummutter oder Kühlturmeinheit. Siehe [Ändern einer Befestigungsmutter oder eines Kühlungsturms und Septum in einem Kaltaufgabesystem](#).
- Prüfen Sie das Septum. Ersetzen, falls alt oder beschädigt.
- Stellen Sie sicher, dass die Einlasstemperatur während des Tests konstant geblieben ist.

Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.



8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

- Messung eines Säulenflusses 144
- Messung des Flusses an einem Splitauslass oder einem Septumspülfluss 148
- Messung eines Detektorflusses 150
- Durchführen des GC-Selbsttests 155
- Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung 156
- Durchführung des Einlassfiltertests 159
- Durchführung eines SS-Splitauslass-Verengungstests 161
- Prüfung einer Splitauslassleitung auf Verunreinigungen 162
- Anpassen des Lit-Offset am FID 164
- Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt 165
- Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert 166
- Messung des FID-Leckstroms 167
- Messung der FID-Basislinienausgabe 168
- Isolierung der Ursache des FID-Rauschens 169
- Messung des SPD-Leckstroms 170
- Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist 171
- Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist 172
- Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist 173
- Sicherstellung, dass die FFD-Flamme brennt 174
- Anpassung von Lit Offset am FFD 175
- Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen 176
- Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts 177
- So verwenden Sie die Stoppuhr 178



Messung eines Säulenflusses

Messen des Säulenflusses bei einem FID, WLD, μ EAD und FFD

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

WARNUNG

Wasserstoff (H₂) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

WARNUNG

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

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

HINWEIS

Der Durchmesser des Flussmeterrohrs kann je nach Modell variieren; passen Sie den Adapter entsprechend an das Flussmeterrohr an.

Ein 1/8 Zoll großes Gummiadapterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines μ EAD oder WLD angeschlossen.



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



Entfernen Sie für den FFD das Kunststoffrohr vom FFD-Auslass und verbinden Sie das Flussmeter direkt mit dem FFD-Entlüftungsrohr. Verwenden Sie bei Bedarf einen 1/4-Zoll-Rohradapter zwischen dem Detektorauslass und dem Flussmeterrohr.



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

Messen des SPD-Säulenflusses

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



- Flussmesseinsatz (19301-60660)
 - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussraten kalibriert
- 2 Stellen Sie die Perlenspannung auf 0,0 V ein.
 - 3 Kühlen Sie den SPD auf 100 °C.

WARNUNG

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

- 4 Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie an einem sicheren Ort auf.
- 5 Setzen Sie das SPD-Flussmeteradapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.

- 6 Bringen Sie den Flussmesseinsatz am SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug an.



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

Messung des Flusses an einem Splitauslass oder einem Septumspülfluss

Beachten Sie, dass der GC Flüsse meldet, die auf 25 °C und 1 Atmosphäre kalibriert sind. Korrigieren Sie die Flussmeter-Ergebnisse dementsprechend.

WARNUNG

Wasserstoff (H₂) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

Septumspül- und Split-Gasauslassflüsse werden über das pneumatische Modul hinten an der oberen Rückseite des GCs ausgegeben. Beachten Sie hierzu die nachfolgende Abbildung.

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

- Der Splitauslass besitzt eine 1/8-Zoll-Swagelok-Gewindearmatur. Erstellen Sie einen 1/8-Zoll-Rohradapter und verwenden Sie diesen (gemäß nachfolgender Abbildung), um die 1/8-Zoll-Gewindearmatur in ein 1/8-Zoll-Rohr umzuwandeln. Hierdurch kann die Gummi-Flussmeterverrohrung bei den Gewinden nicht undicht werden, was sonst zu Lecks und damit falschen Flussmesswerten führen würde.



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

Messung eines Detektorflusses

Detektoren, insbesondere Detektoren mit Flamme, erfordern präzise Flussmessungen, um ordnungsgemäß zu funktionieren. Inkorrekte Flüsse werden verursacht durch:

- Verengungen in der Versorgungsleitung, die zu einer Meldung **Not Ready** in der GC-Anzeige führen (alle Detektoren)
- Säule oder Säulenadapterdichtung sind undicht (alle Detektoren)
- Eine verstopfte Düse ([FID](#), [NPD](#)).
- Ein Leck in der Brennkammer, Fensterdichtung oder Anzünderdichtung (FFD)
- Ein Druckfühler, der auf Null gesetzt werden muss. (Siehe [Einstellen des EPC- oder EPRModuldruckfühler auf Null](#).)
- Ein EPC- oder EPR-Ventil, das nicht richtig funktioniert.

Um das Problem zu isolieren, vergleichen Sie den Fluss **eines Kanals mit Gas** mit dem Istwert für die Flussgeschwindigkeit.

Messen des Flusses bei einem FID, WLD, μ EAD und FFD

WARNUNG

Wasserstoff (H₂) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z.B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:

- Geeignetes Flussmeter-Adapterrohr (befindet sich im Lieferumfang des GCs)
- Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeitenkalibriert

VORSICHT

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

2 Stellen Sie die Ofentemperatur auf die Umgebungstemperatur (35° C) ein.

3 Schalten Sie den Säulenfluss und -druck aus.

- 4 Schalten Sie alle Detektorflüsse aus.
- 5 Schalten Sie Folgendes aus (sofern vorhanden): die FID-Flamme, FFD-Flamme und WLD-Heizdraht.
- 6 Kühlen Sie den Detektor herunter.
- 7 Schließen Sie den entsprechenden Adapter am Detektorauslass an.

HINWEIS

Der Durchmesser des Flussmeterrohrs kann je nach Modell variieren; passen Sie den Adapter entsprechend an das Flussmeterrohr an.

Ein Gummiadapterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines μ EAD oder WLD angeschlossen.



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



8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

Entfernen Sie für den FFD das Kunststoffrohr vom FFD-Auslass und verbinden Sie das Flussmeter direkt mit dem FFD-Entlüftungsrohr. Verwenden Sie bei Bedarf einen 1/4-Zoll-Rohradapter zwischen dem Detektorauslass und dem Flussmeterrohr.



- 8 Verbinden Sie das Flussmeter mit dem Flussmeteradapter.
- 9 Messen Sie die Ist-Flussrate für jedes Gas einzeln.

Messen des SPD-Flusses

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



- Flussmesseinsatz (19301-60660)
 - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussraten kalibriert
- 2 Stellen Sie die Perlenspannung auf 0,0 V ein.
 - 3 Kühlen Sie den SPD auf 100 °C.

WARNUNG

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

- 4 Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie an einem sicheren Ort auf.
- 5 Setzen Sie das SPD-Flussmeteradapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.

- 6** Bringen Sie den Flussmesseinsatz am SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug an.



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

Durchführen des GC-Selbsttests

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

Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung

Agilent bietet einen integrierten Test zum Messen des Gegendrucks im Split-Auslassfilter und der Leitung für den Split/Splitless-Einlass. Der Test misst den im Splitauslassflusspfad bei einer bestimmten vom Benutzer ausgewählten Flussrate entwickelten Druck. Diese Flussrate kann der **Split flow**-Sollwert Ihrer Methode oder der von Agilent zum Vergleichen „typischer“ Werte verwendete Standardwert von 400 mL/Min. sein.

Durch Ausführung des Tests auf einem sauberen System können Sie eine Grundlinie für den erwarteten Gegendruck in der Splitauslassleitung einrichten. Dann können Sie den Test periodisch erneut ausführen, um festzustellen, ob der Filter ausgewechselt werden muss oder nicht, bevor er Ihre Chromatografie beeinflusst.

Der im Test gemessene Druck hängt ab von:

- Installiertem Liner
- Verwendeter Flussrate

Darum variiert der tatsächlich gemessene Wert zwischen verschiedenen Einrichtungen und von GC zu GC.

Der Test prüft auf:

- Liner-Verengung
- Verunreinigung der Golddichtung (nur Split/Splitless-Einlass)
- Verengungen in der Splitauslassleitung, z. B. Verunreinigung durch kondensierte Probe in Splitauslassleitung und Filter

Der Test kann auch als Eignungsmaßstab für die installierte Hardware dienen. Führen Sie den Test unter Verwendung der Sollwerte und Hardware Ihrer Methode aus. Wenn der gemessene Testdruck annähernd dem gewünschten Säulenvordruck entspricht, bedeutet dies, dass auch eine kleine Verengung in der Splitauslassleitung dazu führen kann, dass der GC nicht betriebsbereit ist. Möglicherweise sollten Sie einen anderen Liner installieren oder die Methode anpassen. (Versuchen Sie bei Verwendung eines Splitless-Liners zuerst, einen neuen Liner zu installieren. Splitless-Liner erzeugen mehr Gegendruck als Split-Liner, sodass geringe Ausrichtungsabweichungen bei geringen Säulenvordrücken etwas ausmachen können.)

So legen Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest fest

So nutzen Sie den Einlassfiltertest zur Überwachung des Splitauslassfilters:

- 1 Wenn der vorhandene Splitauslassfilter für viele Probeninjektionen verwendet wurde, tauschen Sie ihn aus. Achten Sie darauf, dass der GC sauber ist:
 - Tauschen Sie die Einlasshardware ggf. aus.
 - Überprüfen Sie, ob die Splitauslassleitung frei von Verunreinigungen oder Verengungen ist.
- 2 Führen Sie den Einlassfiltertest aus. Siehe „Durchführung des Einlassfiltertests“.
- 3 Notieren Sie den Druck. Dieser Messwert ist der Gegendruck, den Sie von einem sauberen System mit installiertem Liner erwarten können.
- 4 Legen Sie einen praktischen Grenzwert für den Splitauslassgegendruck fest.

Setzen Sie den GC normal ein. Führen Sie den Einlassfiltertest periodisch erneut aus. Unter folgenden Bedingungen müssen Sie den Splitauslassfilter wechseln:

- Sie stellen chromatografische Probleme in Verbindung mit einer Verengung im Splitauslass fest, in der Regel unzureichende Split-Modusbereichwiederholbarkeit, oder
- Der berichtete Testdruck erreicht oder überschreitet den Säulenvordrucksollwert der Methode.

Führen Sie den Einlassfiltertest aus und notieren Sie den Druck. Wechseln Sie den Splitauslassfilter.

- 5 Legen Sie optional einen Warngrenzwert und ein entsprechendes Verhalten fest.

Da Sie jetzt wissen, wann der Filter gewechselt werden muss, können Sie einen oder zwei Grenzwerte im Test festlegen. Legen Sie mithilfe dieser Grenzwerte die Service Due-Anzeige fest bzw. erzwingen Sie, dass der GC in den Status Not Ready wechselt. Die beiden Grenzwerte sind:

- **Warning if pressure check:** Wenn der gemessene Druck den Grenzwert überschreitet, wird die „Service Due“-Anzeige aktiviert.
- **Fault if pressure check:** Wenn der gemessene Druck den Grenzwert überschreitet, wechselt der GC in den Zustand Not Ready.

So legen Sie einen Warngrenzwert fest:

- a Drücken Sie auf [**Service Mode**], blättern Sie zu **Front inlet trap check** oder **Back inlet trap check** und drücken Sie [**Enter**].
- b Blättern Sie zu dem gewünschten Grenzwert.
- c Geben Sie einen Grenzwert über die Tastatur ein und drücken Sie [**Enter**].

(Um eine Warnung zu deaktivieren, wählen Sie sie aus und drücken [**Off/No**].)

Der Test ist jetzt eingerichtet.

- 6 Führen Sie den Test regelmäßig neu aus. Tauschen Sie bei Misslingen des Tests den Splitauslassfilter aus.

So löschen Sie eine Bedingung Not Ready oder deaktivieren Sie die Anzeige Service Due:

- 1 Drücken Sie auf [**Service Mode**], blättern Sie zu **Front inlet trap check** oder **Back inlet trap check** und drücken Sie [**Enter**].
- 2 Blättern Sie zu **Reset the test results?** und drücken Sie [**On/Yes**].

So deaktivieren Sie einen Warngrenzwert für den Einlassfiltertest

- 1 Drücken Sie auf [**Service Mode**], blättern Sie zu **Front inlet trap check** oder **Back inlet trap check** und drücken Sie [**Enter**].
- 2 Blättern Sie zu der Warnung und drücken Sie [**Off/No**].

Durchführung des Einlassfiltertests

Auf dem Softwaretastenfeld (Remote-Controller):

- 1 Drücken Sie auf [**Service Mode**], blättern Sie zu **Front inlet trap check** oder **Back inlet trap check** und drücken Sie [**Enter**]. Die Anzeige entspricht [Abb. 5](#):

```

      FRONT INLET TRAP CHECK
Inlet Pressure      5.471 psi<
Test Inlet          (ON to Start)
Test flow rate      400mL/min
Warning if pressure check OFF
Fault if pressure check  OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test pressure OK:      4.8
Reset the test results? (yes)

```

Abbildung 5 Beispiel der Anzeige für Filtertest am vorderen Einlass. Im Beispiel wird vorausgesetzt, dass bereits ein Test ausgeführt wurde. Blättern Sie in der Anzeige, um alle Zeilen zu sehen.

- 2 Blättern Sie zu **Test flow rate** und geben Sie eine Flussrate ein. Eine typische Flussrate für diesen Test ist 400 mL/Min. für Helium oder Wasserstoff als Trägergas, oder 150 mL/min für Stickstoff als Trägergas, doch möglicherweise sind andere Werte für Ihre Einrichtung angemessener.
- 3 Blättern Sie zu **Test Inlet** und drücken Sie [**On/Yes**], um den Test zu starten.
- 4 Warten Sie, bis der Druck sich stabilisiert hat. Wenn er stabil ist, ändert sich die Zeile **Test Inlet** der Anzeige zu **Test pressure OK x.xx**, wobei x.xx der aktuelle Druck ist.

Wenn der Einlass den Testsollwert nicht erreichen kann, prüfen Sie, ob ein Leck (an Einlass, Splitauslassfilter oder Splitauslassleitung) oder niedriger Versorgungsgasdruck vorliegt.

- 5 Notieren Sie den resultierenden Wert für **Inlet Pressure**. Wenn der gemessene Druck einen von Ihnen festgelegten Grenzwert überschreitet, wird der GC entsprechend reagieren. Siehe „Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung“.

Falls der Druck für einen Splitless-Liner für ein sauberes System außergewöhnlich hoch erscheint, versuchen Sie, den Liner erneut zu installieren.

Wenn der Druck in einem sauberen System innerhalb der Bereichsgrenzen, doch in der Nähe des Betriebsdrucks der Methode liegt, erwägen Sie einen Hardware- oder Methodenwechsel. Siehe auch [Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Spliteinlass gehalten werden](#).

- 6 Drücken Sie [**Off/No**], um den Test zu stoppen.

HINWEIS

Die aktuellen Testergebnisse werden unten in der Anzeige aufgeführt. Blättern Sie zu ihnen hinunter.

Blättern Sie zum Löschen einer Bedingung Not Ready oder Anzeige Service Due zu **Reset the test results?** und drücken Sie [**On/Yes**].

Durchführung eines SS-Splitauslass-Verengungstests

Verwenden Sie den Splitauslass-Verengungstest von Agilent Instrument Utilities, um festzustellen, ob im Splitauslass-Flusspfad eine anormale Verengung vorliegt. Öffnen Sie die Software, wählen Sie den GC und führen Sie den Einlasstest durch.

Wenn der Test fehlschlägt:

- Berücksichtigen Sie den verwendeten Liner. Agilent [empfiehlt](#) einen Liner mit Niederdruckgefälle für Split-Analysen, Teilenummer 5183-4647.
- [Tauschen](#) Sie den Splitauslassfilter aus.
- Prüfen und [ersetzen](#) Sie die Golddichtung. Wenn Sie den Liner mit Niederdruckgefälle nicht verwenden, erwägen Sie die Installation einer Hochfluss-Golddichtung, 5182-9652.

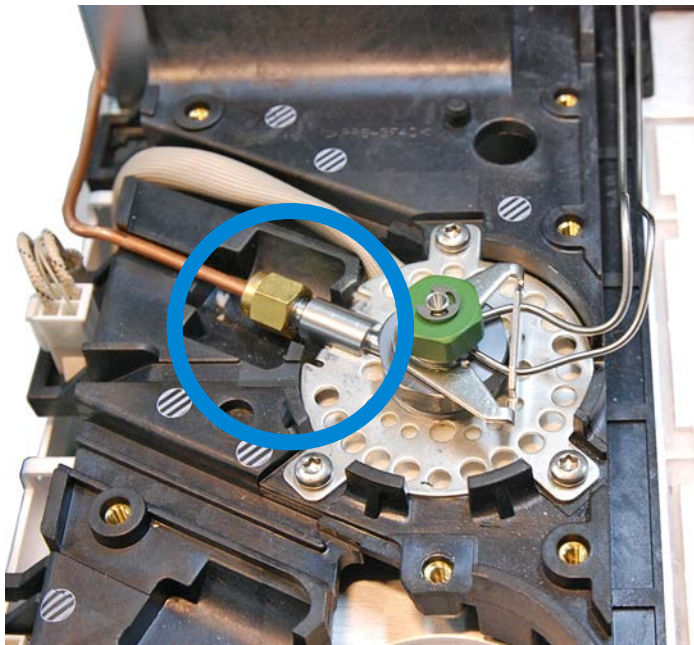
Falls das Problem weiterhin auftritt, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

Prüfung einer Splitauslassleitung auf Verunreinigungen

WARNUNG

Vorsicht! Ofen, Einlass und/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.

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - 7/16-Zoll-Gabelschlüssel
 - Hitzebeständige Handschuhe, falls der Einlass heiß ist
 - Reinigungsbürsten
- 2 Lösen Sie die 1/8-Zoll Swagelok-Mutter, von der die Kupfer-Splitauslassleitung mit dem Injektionsanschluss verbunden wird.



- 3 Prüfen Sie die 1/8-Zoll-Kupfer-Splitleitung auf kondensierte Proben. Spülen Sie die Kupfer-Splitauslassleitung oder ersetzen Sie sie.
- 4 Entfernen Sie den Septumkopf.
- 5 Prüfen Sie die Split-Rohrdichtung in der Mantelverschweißung auf Verlegung. Reinigen Sie das Split-Rohr mit einer Bürste und geeignetem Lösungsmittel.

- 6 Bauen Sie den Split/Splitless-Einlass wieder zusammen und führen Sie den Splitauslass-Verengungstest durch, um zu prüfen, ob im Splitauslass-Flusspfad Verengungen vorliegen. Ist der Einlass weiterhin fehlerhaft, sind vermutlich eine Flussmodul-Kontaminierung oder Fehler die Ursache.

Anpassen des Lit-Offset am FID

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

- 1 Drücken Sie **[Config]**.
- 2 Blättern Sie zu **Front detector** oder **Back detector** (wo auch immer der Detektor installiert ist) und drücken Sie **[Enter]**.
- 3 Blättern Sie zu **Lit offset**. Wenn die Zeile **Lit offset** hervorgehoben ist, geben Sie den neuen Parameter für den Detektor ein und drücken Sie **[Enter]**.
- 4 Der Wert für Lit offset sollte $< 2,0$ pA betragen oder unter der normalen FID-Ausgabe während des Brennens liegen.

Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt

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

Wenn die Flamme brennt, liegt die FID-Ausgabe normalerweise zwischen 5,0 und 20,0 pA und wenn die Flamme nicht brennt, liegt der Wert bei < 2,0 pA.

Wird die Flamme nicht gezündet, gehen Sie wie folgt vor:

- Überprüfen Sie, ob die Detektortemperatur auf < 150°C eingestellt ist. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei ≥ 300 °C.
- Prüfen Sie, ob die Detektorflüsse korrekt sind.
- Überprüfen Sie die Düse auf Verunreinigungen.
- Bestätigen Sie, dass die Düse korrekt installiert ist.
- Prüfen Sie die Säulenverbindungen auf Undichtigkeiten.

Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert

WARNUNG

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

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

Messung des FID-Leckstroms

- 1 Laden Sie die Analysemethode.
 - Stellen Sie sicher, dass die Flüsse für die Zündung akzeptabel sind.
 - Heizen Sie den Detektor auf Betriebstemperatur oder auf 300°C hoch.
- 2 Schalten Sie die FID-Flamme aus.
- 3 Drücken Sie **[Front Det]** or **[Back Det]** und blättern Sie dann zu **Output**.
- 4 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe stabil und < 1,0 pA ist.

Wenn die Ausgabe instabil ist oder > 1,0 pA beträgt, schalten Sie den GC aus, und überprüfen Sie, ob die oberen FID-Teile korrekt zusammengebaut sind und ob Verunreinigungen vorliegen. Wenn die Verunreinigung den Detektor beeinträchtigt, [heizen Sie den FID aus](#).

- 5 Schalten Sie die Flamme ein.

Messung der FID-Basislinienausgabe

- 1 Mit installierter Säule laden Sie Ihre Prüfmethode.
- 2 Stellen Sie die Ofentemperatur auf 35 °C ein.
- 3 Drücken Sie [**Front Det**] or [**Back Det**] und blättern Sie dann zu **Output**.
- 4 Wenn die Flamme brennt und der GC betriebsbereit ist, überprüfen Sie, ob die Ausgabe stabil ist und < 20 pA beträgt (dies kann einige Zeit dauern).
- 5 Wenn die Ausgabe nicht stabil ist oder > 20 pA beträgt, ist das System oder Gas verunreinigt. If this contamination is isolated to the detector, [bakeout the FID](#).

Isolierung der Ursache des FID-Rauschens

FID-Rauschen ist das Ergebnis mechanischer, elektronischer und chemischer Faktoren. FID-Rauschen kann eine subjektive Angelegenheit sein. FID-Basislinien-Rauschen wird auf Grundlage des Verlaufs eines bestimmten Detektors oder Vergleich mit einem anderen Detektor im Labor wahrgenommen. Zur korrekten Diagnose von Rauschen ist es wichtig, das Detektorrauschen unter dokumentierten Bedingungen mit einem bekannten Standard zu vergleichen. Ausführliche Informationen zu Rauschen erhalten Sie unter [Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes](#).

Bevor Sie eine Fehlerbehebung mit dem Detektor durchführen, nehmen Sie mithilfe Ihres Agilent Datensystems einen Test auf Rauschen vor. Wenn der Detektor den Test auf Rauschen nicht besteht, suchen Sie die Fehlerursache wie nachstehend beschrieben.

Isolierung der Ursache des FID-Rauschens:

- 1 Wenn der Test auf Rauschen fehlschlägt, entfernen Sie die Säule und prüfen das Detektorrauschen bei abgedecktem und neu gezündetem FID erneut, wobei nur H₂/Luft- und Zusatz-Detektorgase verwendet werden. Besteht der Detektor den Test, ist vermutlich eine verunreinigte Säule/Trärgas die Ursache.
- 2 Ist der Test auf Rauschen ohne installierter Säule fehlgeschlagen, wiederholen Sie den Test auf Rauschen nur mit H₂ und Luft - setzen Sie den Fluss des Zusatzgases auf „Off“. Wird der Test bestanden, sind vermutlich verunreinigte Zusatzgase die Ursache.
- 3 Ist der Leckstromtest in Ordnung, sollten Sie eine verunreinigte Düse oder verunreinigte H₂ oder Luft-Detektor-Gasversorgungen (Gase, Rohre, Filter) als Ursache in Erwägung ziehen, insbesondere, wenn der Hintergrund des Detektors nach dem Anzünden >20 pA beträgt.

Messung des SPD-Leckstroms

- 1 Laden Sie die Analysemethode.
- 2 Stellen Sie **NPD Adjust Offset** auf **Off** und **Bead Voltage** auf **0.00 V**.
 - Belassen Sie den SPD auf Betriebstemperatur.
 - Belassen Sie die Flüsse ein- oder ausgeschaltet.
- 3 Drücken Sie [**Front Det**] or [**Back Det**] und blättern Sie dann zu **Output**.
- 4 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe (Leckstrom) stabil und $< 1,0 \text{ pA}$ ist.
- 5 Die Ausgabe sollte langsam auf $0,0 \text{ pA}$ fallen und sich in den Zehnteln eines Pikoamps stabilisieren. Ein Strom von $> 2,0 \text{ pA}$ weist auf ein Problem hin.

Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist

Die häufigste Ursache für FID-Zündungsprobleme ist eine verstopfte oder teilweise verstopfte Düse. Ist die Düse nie vollständig verstopft und wird die Flamme nach wie vor entzündet, sind verlängerte Peak-Retentionszeiten ein weiteres Symptom. Düsenverstopfung tritt am häufigsten bei Dickfilm-/stark blutenden oder gepackten Säulen und Anwendungen mit hoher Temperatur auf. Es empfiehlt sich, den Säulenofen innerhalb der Temperaturgrenzen der Säule zu betreiben und auch den FID mindestens 20 °C heißer als bei der maximalen Ofentemperatur bei der GC-Analyse zu betreiben. Wird der FID verstopft, sind die Istwerte für H₂, Zusatzgas- und Kapillar-Trägerflüsse geringer als die vom GC angezeigten Werte.

Überprüfung, ob eine FID-Düse verstopft ist:

- 1 Lassen Sie die Säule im FID installiert. Falls bereit entfernt, schließen Sie die Detektorsäulendichtung im Ofen ab. (Wenn Sie die Säule installiert lassen, wird so bestimmt, ob die Säule zu hoch in der Düse installiert ist und damit die Öffnung verschließt.)
- 2 Schalten Sie die Zusatzgasflüsse auf Off. Bestätigen Sie den Wert von 0,0 mL/Min. in der GC-Anzeige für den Istwert des Zusatzgasflusses.
- 3 Setzen Sie den Wasserstofffluss auf 75 mL/Min. (erhöhen Sie den H₂-Versorgungsdruck bei Bedarf, um diese Einstellung für die Flussgeschwindigkeit zu erreichen.)
- 4 Überwachen Sie den „Actual“ Wert (Istwert) des Zusatzgasflusses

Weist der Zusatzgas-Fluss auf einen Wert von höher als 1,0 mL/Min. hin, ist die Düse vermutlich verstopft oder teilweise verstopft; der Druck baut sich über den H₂-Kanal in den Zusatzgaskanal des EPC- oder EPR-Systems auf und führt zu einer falschen Flussanzeige für den Zusatzgaskanal.

Alternativ entfernen Sie die Düse vom Gehäuse und halten sie gegen eine Lichtquelle. Überprüfen Sie die Öffnungen in der Düse auf Verunreinigungen. Ersetzen Sie die Düse, wenn sie verstopft ist.

Überprüfung, ob eine SPD-Düse verstopft ist

Das Detektor-EPC-Modul steuert den Fluss durch Erhalt eines kalibrierten Gasdrucks gegenüber einer festen Verengung. Eine verstopfte Düse führt zu unpräzisen Flussdaten.

Um zu prüfen, ob eine SPD-Düse verstopft ist, messen Sie die Istwerte der Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse. (Siehe auch [Messen des SPD-Flusses](#).) Sind die Flüsse geringer als die angezeigten Werte, [ersetzen](#) Sie die Düse.

Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist

WARNUNG

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

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

Die SPD-Ausgabe wird vom Bediener während des Nullpunktabgleichs ausgewählt und liegt generell zwischen 5,0 und 50,0 pA.

Sicherstellung, dass die FFD-Flamme brennt

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

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

Anpassung von Lit Offset am FFD

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

- 1 Drücken Sie [**Config**].
- 2 Blättern Sie zu **Front detector** oder **Back detector** (wo auch immer der Detektor installiert ist) und drücken Sie [**Enter**].
- 3 Blättern Sie zu **Lit offset**. Wenn die Zeile **Lit offset** hervorgehoben ist, geben Sie den neuen Parameter für den FFD ein (normaler Wert liegt bei 2,0 pA) und drücken Sie [**Enter**].

Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen

Agilent empfiehlt die Verwendung von Reinigungsfiltren in den Gasleitungen, um zu verhindern, dass Verunreinigungen ins GC-System gelangen oder die Säule beschädigen. Einige Filter sind Einzweckfilter für die Entfernung von Sauerstoff, Feuchtigkeit oder Wasserkohlenstoffe, während Kombinationsfilter alle diese Schmutzstoffe entfernen.

Die beste Methode, festzustellen, wann ein Filter gewechselt werden sollte, ist die Verwendung eines Anzeigefilters, der nach einem Filter mit großem Fassungsvermögen angebracht werden sollte. Agilent empfiehlt die Verwendung von Glas für die Filter, wie z. B. das Gas Clean Filter System, wobei die durchsichtigen Rohre bei Kontaminierung eine deutliche Farbveränderung aufweisen. Dieser Farbwechsel informiert den Analysierenden darüber, dass es Zeit für einen Filterwechsel ist.

Falls keine Anzeigefilter verwendet werden, beachten Sie am besten die Empfehlung des Herstellers zur Austauschhäufigkeit. In der Regel informiert der Hersteller darüber, wie viele Gaszylinder mit einem bestimmten Filter gereinigt werden können. Falls gewünscht, kann mithilfe einer ungefähren Berechnung geschätzt werden, wann der Filter auszuwechseln ist. Angenommen, Sie verfügen über einen standardmäßigen Zylinder, der Größe „K“ mit einer Reinheit von 99,995 %, der 7800 L He enthält. In einem Worst-Case-Szenario, in dem die verbleibenden 0,005 % nur aus Sauerstoff bestehen, sollten Sie 39 mL oder etwa 56 mg O₂ im Behälter haben. Der Sauerstofffilter OT3 von Agilent bietet beispielsweise ein Fassungsvermögen von 600 mg O₂. Daher müssen Sie den OT3-Filter nach jeweils 10 Zylindern wechseln. Dabei handelt es sich nur um eine grobe Schätzung, und es ist anzuraten, die Filter lieber zu früh als zu spät zu wechseln.

Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts

Standardmäßig überwacht der GC den Status aller konfigurierten Geräte (Einlässe, Detektoren, Ventilboxheizungen, Ventile, Ofenheizung, EPC- oder EPR Module usw.) und ist betriebsbereit, sobald alle den Sollwert erreichen. Erkennt der GC in einem dieser Geräte ein Problem, erreicht der GC entweder nie den betriebsbereiten Zustand oder wechselt in einen Abschaltzustand, um sich selbst zu schützen oder ein Sicherheitsrisiko zu vermeiden. Es kann jedoch der Fall sein, dass Sie nicht wünschen, dass der Bereitschaftszustand eines Geräts den Start einer Analyse verhindert. Ein wichtiges Beispiel ist der Defekt an einem Einlass oder einer Detektorheizung. Normalerweise verhindert dieser Fehler, dass der GC in den Bereitschaftszustand wechselt und eine Analyse gestartet werden kann. Sie können den GC jedoch so einstellen, dass dieses Problem ignoriert wird, sodass Sie den anderen Einlass oder Detektor verwenden können, bis das Gerät repariert ist.

Nicht alle Geräte können ignoriert werden. Sie können den Bereitschaftszustand von Einlässen, Detektoren, des Ofens oder von EPC- oder EPR-Modulen ignorieren. Der Bereitschaftszustand anderer Geräte und Komponenten, z. B. von Injektionsgeräten wie Schaltventil oder automatischem Flüssigprobengeber, kann in keinem Fall ignoriert werden.

So ignorieren Sie den Status eines Geräts:

- 1 Schalten Sie ggf. Heizung und Gasflüsse des Geräts ab. (Achten Sie darauf, dass dabei kein Sicherheitsrisiko entsteht.)
- 2 Drücken Sie [**Config**] und wählen Sie das Element aus.
- 3 Blättern Sie zu **Ignore Ready** und drücken Sie [**On/Yes**], um den Wert **True** festzulegen.

Jetzt können Sie den GC verwenden, bis das Gerät repariert ist.

VORSICHT

Ignorieren Sie den Bereitschaftszustand eines verwendeten Geräts nicht, solange es von Bedeutung ist, dass es den Sollwert erreicht.

Achten Sie darauf, dass ein defektes Gerät nach der Reparatur wieder in den Zustand **Ignore Ready = False** zurückgesetzt wird. Andernfalls wird sein Status (Temperatur, Fluss, Druck usw.) weiterhin ignoriert, auch wenn dieses Gerät in der Analyse eingesetzt wird.

Um die Bereitschaft eines Geräts zu berücksichtigen, setzen Sie **Ignore Ready** auf **False**.

So verwenden Sie die Stoppuhr

Im Stoppuhr-Modus werden die Uhrzeit (auf 0,1 Sekunde) sowie die Reziprokzeit (auf 0,01 Min.–1) angezeigt. Verwenden Sie die Stoppuhr, wenn Sie Flüsse mit einem Blasenflussmesser messen.

- 1 Drücken Sie [**Time**] und blättern Sie zu time = line.
- 2 Drücken Sie [**Enter**], um die Stoppuhr zu starten.
- 3 Drücken Sie erneut [**Enter**], um zu stoppen.
- 4 Drücken Sie [**Clear**], um den Wert auf Null zu setzen.

Sie können auf andere Funktionen zugreifen, während die Stoppuhr läuft. Drücken Sie erneut [**Time**], um die Stoppuhranzeige aufzurufen.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Gedruckt in den USA, August 2016



G4350-92015