



Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograf

Benutzerhandbuch

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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.

G4580-92003

Ausgabe

Sechste Ausgabe, Juli 2019
Fünfte Ausgabe, März 2018
Vierte Ausgabe, September 2017
Dritte Ausgabe, April 2017
Zweite Ausgabe, März 2017
Erste Ausgabe, September 2016

Gedruckt in USA und China

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

Agilent Technologies, Inc.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Freed Trade Zone
Shanghai 200131 P.R.China

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 Folgesachschäden in Verbindung mit Einrichtung, Nutzung oder Leistung dieses Dokuments oder beliebiger hierin enthaltener Informationen. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine separate schriftliche Vereinbarung mit Garantiebedingungen bezüglich des in diesem Dokument enthaltenen Materials besteht, die zu diesen Bedingungen im Widerspruch stehen, gelten die Garantiebedingungen in der separaten Vereinbarung.

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.

Inhalt

1 Einführung

Hier finden Sie Informationen	10
Hilfe und Informationen – über den Touchscreen	11
Hilfe und Informationen – über den Webbrowser	15
Hilfe und Informationen – über Ihr Instrumentendatensystem	18
<i>Agilent GC- und GC/MS-Benutzerhandbücher- und Tools-DVD</i>	19
Vor der Verwendung Ihres GC	20
Chromatografie mit einem GC	21
GC-Bedienelemente und externe Verbindungen	22

2 Grundlagen für die Bedienung

Überblick	26
Gerätesteuerung	28
Verwenden der Benutzeroberfläche des Browsers zur Steuerung des GC	28
Verwendung der Intuvo Web-Hilfe	29
Starten des GC	31
Außerbetriebnahme des GC für weniger als eine Woche	33
Außerbetriebnahme des GC für mehr als eine Woche	34
Temperaturschwankungen des Guard Chip	35
Problembhebung	36

3 Betrieb des Touchscreens

Navigation	38
Status-/Kontrollleiste	40
Analyse-Bedienelemente	41
Dateneingabe.	42
Home-Ansicht	44
Flusspfad-Seite	45
Status-Seite	46
Plot-Seite	47
Methoden-Ansicht	49
Diagnose-Ansicht	50
Wartungsansicht	51
Protokoll-Ansicht	52

Einstellungsansicht	53
Funktionalität des Touchscreens, wenn der GC über ein Agilent Datensystem gesteuert wird	54
Informationen zum GC-Status	55
Warntöne	55
Fehlerbedingungen	56

4 Methoden und Sequenzen

Was ist eine Methode?	58
Was wird in einer Methode gespeichert?	59
Was geschieht, wenn eine Methode geladen wird?	60
Anzeigen oder Bearbeiten der aktiven Methode	61
Anzeigen der aktiven Methode	61
Bearbeiten einer Methode	63
GC-Ausgangssignale	64
Analogsignale	65
Digitalsignale	68
Säulenkompensation	71
Testfeld	72
Laden einer Methode	74
Erstellen einer neuen Methode	75
Ausführen von Methoden über den Touchscreen	76
Manuelle Probeninjektion mit einer Spritze und Start des Analyselaufs	76
Ausführen einer Methode zur Verarbeitung einer einzelnen Probe mit ALS	76
Abbruch einer Methode	77
Was ist eine Sequenz?	78
Behebbarer Fehler	79

5 Diagnostik

Über „Diagnostics“	82
Systemzustandsbericht	82
Automatisiertes Testen	83
Anwenden der Ansicht „Diagnostics“	84
Durchführen von Diagnosetests	86

6 Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben

Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben (EMF)	90
---	----

Zählertypen	90
Grenzwerte	90
Standardgrenzwerte	91
Verfügbare Zähler	93
Anzeige der Wartungszähler	97
So aktivieren oder ändern Sie einen Grenzwert für einen EMF-Zähler oder setzen ihn zurück	98
EMF-Zähler für Autosampler	100
Zähler für 7693A und 7650 ALS mit EMF-fähiger Firmware	100
Zähler für ALS mit früherer Firmware	100
EMF-Zähler für MS-Instrumente	101

7 Protokolle

Protokoll-Ansicht	104
-------------------	-----

8 Settings

Über „Settings“	108
Service-Modus	110
So setzen Sie Systemelemente zurück	112
Über diesen GC	114
Calibration	115
Wartung der EPC-Kalibrierung – Einlässe, Detektoren, PCM und AUX	116
So nullen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor	117
Systemeinstellungen	118
Konfigurieren der IP-Adresse für den GC	119
So stellen Sie das Systemdatum und die Systemuhrzeit	120
So ändern Sie das Gebietsschema des Systems	121
So stellen Sie die Stromsparfunktionen am Gerät ein	122
So greifen Sie auf gespeicherte Laufdaten zu	123
So steuern Sie den Zugriff auf die Browseroberfläche	124
So ändern Sie die Einstellungen für den Remote Advisor	126
So führen Sie die Systemeinstellungsroutine aus	129
Werkzeuge	131
So führen Sie eine Säulenkompensationsanalyse durch	132
Energieoptionen	133

9 Konfiguration

Informationen zur Konfiguration	136
Durchführen von Konfigurationsänderungen	137

Ventilkonfiguration	139
So konfigurieren Sie Ventile	139
Konfiguration des Einlasses	141
So konfigurieren Sie den Inlet-Gastyp	141
Abschaltverhalten	143
Konfiguration Detektor 1/Detektor 2	144
So konfigurieren Sie das Zusatz-/Referenzgas	144
MSD- und Headspace- Konfiguration	146
MSD-Konfiguration	146
Konfiguration des Headspace-Probengebers	147
Allgemeine Einstellungen	149

10 Ressourcenschutz

Ressourcenschutz	152
Sleep-Methoden	153
Wake- und Condition-Methoden	155
So stellen Sie den GC für den Ressourcenschutz ein	157

11 Programmierung

Zeitprogrammierung	162
Verwendung von zeitbasierten Ereignissen	162
Hinzufügen von Ereignissen zur Zeittabelle	162
Löschen von zeitbasierten Ereignissen	163

12 Chromatografische Überprüfung

Informationen zur chromatografischen Überprüfung	166
So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor	167
So überprüfen Sie die FID-Leistung	168
So überprüfen Sie die WLD-Leistung	173
So überprüfen Sie die SPD-Leistung	178
So überprüfen Sie die ECD-Leistung	182
So überprüfen Sie FFD ⁺ -Leistung (Probe 5188-5953)	187
Vorbereitung	187
Phosphorleistung	188
Schwefelleistung	191
So überprüfen Sie FFD ⁺ -Leistung (Probe 5188-5245, Japan)	194
Vorbereitung	194
Phosphorleistung	195
Schwefelleistung	199

13 Intelligente Gerätefunktionen

Kommunikation auf Systemebene	202
GC/MS-Systeme	203
Entlüften des MS	203
MS-Abschaltereignisse	203
GC-Druckabschaltungsereignisse	204

14 Betrieb von Splitter und Rückspülzubehör

G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör	206
Einführung	206
Funktionsweise	207
G7323A Mittelsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör	210
Einführung	210
Funktionsweise	211
G7324A Nachsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör	214
Einführung	214
Funktionsweise	216
G7325A Nachsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör	218
Einführung	218
Funktionsweise	220
G7326A Einlass-Splitter an 2-Säulen-Zubehör	222
Einführung	222
Funktionsweise	223
G7329A 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Zubehör	225
Funktionsprinzipien	225
G7328A 1:1 D1-D2 Detektor-Splitter-Zubehör	230
Einführung	230
Funktionsweise	231

15 Testen gemäß Chinese Metrology

Konvertierungsfaktoren für FPD+- und EAD-Einheiten	234
Konvertierungsfaktoren für den FPD ⁺	235
Konvertierungsfaktoren für den EAD	235
Verwendung der Konvertierungsfaktoren	236
Referenzen	237



1 Einführung

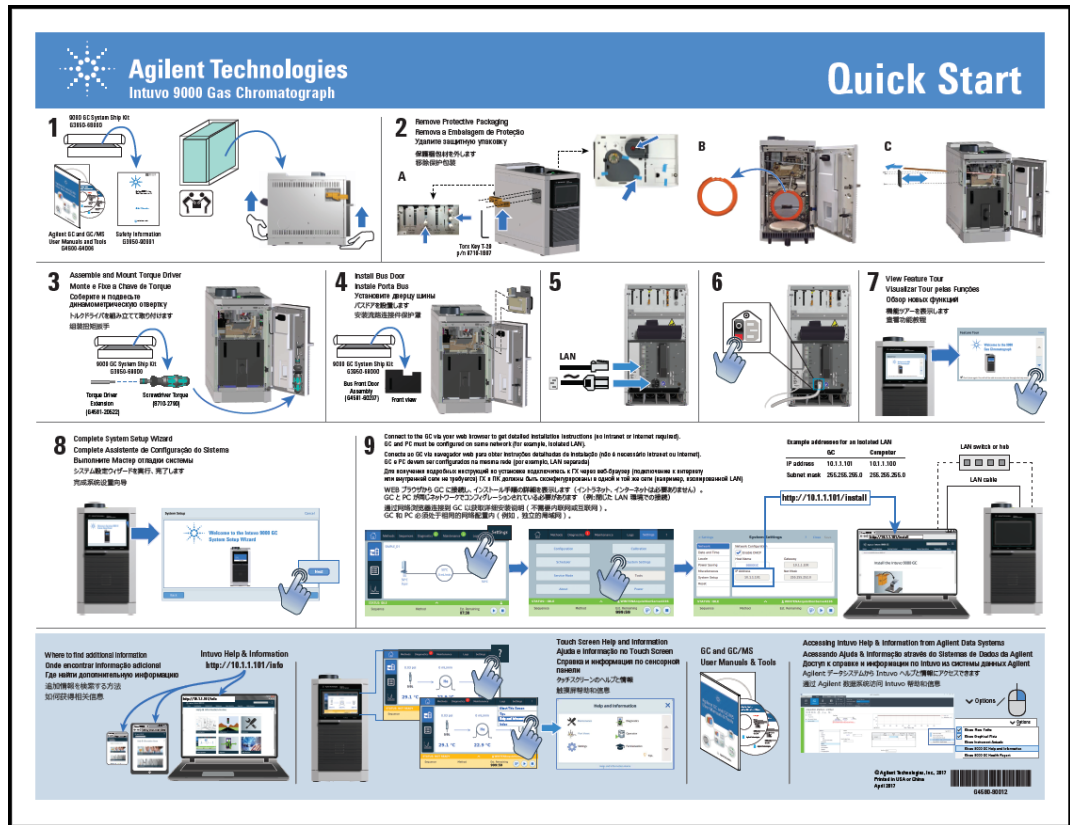
Hier finden Sie Informationen	10
Hilfe und Informationen – über den Touchscreen	11
Hilfe und Informationen – über den Webbrowser	15
Hilfe und Informationen – über Ihr Instrumentendatensystem	18
<i>Agilent GC- und GC/MS-Benutzerhandbücher- und Tools-DVD</i>	19
Vor der Verwendung Ihres GC	20
Chromatografie mit einem GC	21
GC-Bedienelemente und externe Verbindungen	22

Dieses Dokument bietet eine Übersicht über den Agilent Intuvo-9000 Gaschromatograph (GC) zusammen mit detaillierten Bedienanweisungen.

Hier finden Sie Informationen

Agilent bietet die gesamte Dokumentation für die Installation, den Betrieb und die Wartung des GC direkt auf dem Intuvo 9000 GC.

Achten Sie beim Auspacken des Gerätes auf das mitgelieferte Intuvo 9000 GC Schnellstartposter.



Zugriff auf Intuvo 9000 GC Hilfe und Informationen erhalten Sie auf unterschiedliche Weise. Die meisten Fragen zum Intuvo 9000 GC können durch Durchsicht dieser umfassenden Informationen beantwortet werden.

- **„Hilfe und Informationen – über den Touchscreen“.** Kontextabhängige Informationen sind direkt über den Intuvo GC-Touchscreen abrufbar.
- **„Hilfe und Informationen – über den Webbrowser“.** Die vollständigen Benutzerinformationen sind auch direkt über den GC unter Verwendung eines verbundenen Webbrowsers verfügbar.

- [„Hilfe und Informationen – über Ihr Instrumentendatensystem“](#). Die vollständigen Benutzerinformationen sind auch in Ihrem Instrumentendatensystem verfügbar.
- *„Agilent GC- und GC/MS-Benutzerhandbücher- und Tools-DVD“*. Informationen zu Intuvo GC, Massenspektrometern und Probenehmern finden Sie auch auf der Agilent GC- und GC/MS-Benutzerhandbücher- und Tools-DVD.

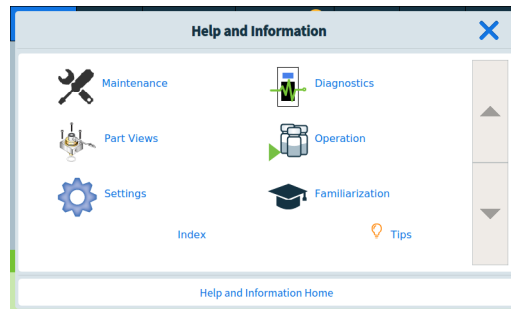
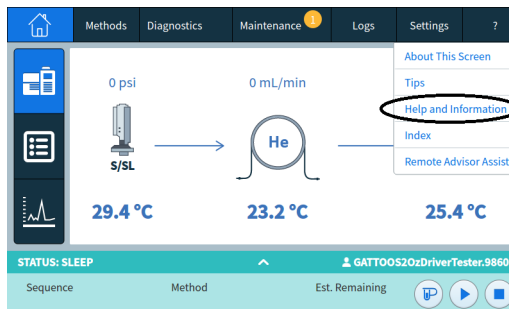
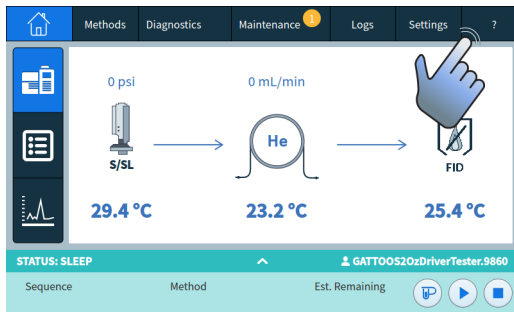
Hilfe und Informationen – über den Touchscreen

Der Intuvo 9000 GC bietet Ihnen auf einen Tastendruck eine umfangreiche Dokumentation, die Ihnen bei Themen wie Inbetriebnahme, Einarbeitung, Installation, Funktionsweise, Wartung, Fehlerbehebung und anderen nützlichen Informationen behilflich ist.

Es gibt mehrere Arten, auf diese Informationen zuzugreifen, unter anderem das Hilfemenü „?“ auf dem Touchscreen. Hier finden Sie nicht nur kontextabhängige Informationen, sondern auch eine Liste mit Tipps zur schnellen Orientierung innerhalb der erforderlichen Informationen sowie eine Hilfe- und Informations-Suite mit Themen über Wartung, Diagnose, Teileansichten, Betrieb, Einstellungen und Einarbeitung.

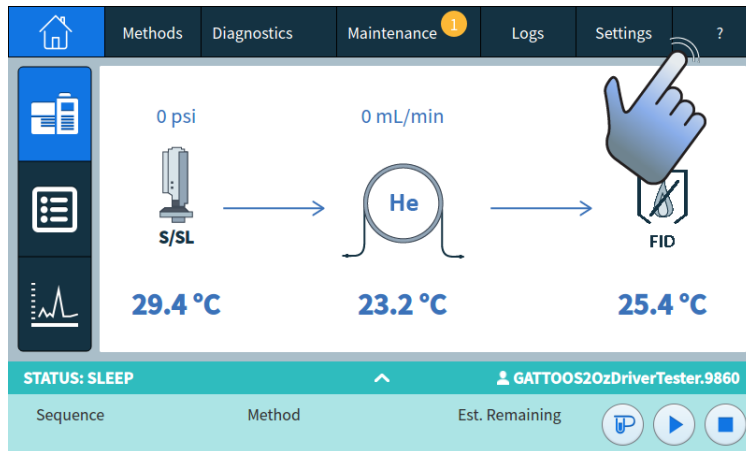
Weitere Informationen und Funktionen, die mit dem Touchscreen-Hilfepaket verfügbar sind, finden Sie unter [„Touchscreen-Hilfe“](#) auf Seite 12.

1 Einführung



Touchscreen-Hilfe

Bei Verwendung es GC kann durch Berühren des Fragezeichens (?) in der oberen rechten Ecke des Touchscreens ein Hilfe-Menü aufgerufen werden. Das Hilfe-Menü bietet Ihnen Zugriff auf eine kontextsensitive Hilfe über den Bildschirm, den Sie sehen, sowie Tipps, Zugriff auf die komplette Dokumentation zu Hilfe und Informationen sowie einen Index, der Ihnen das Auffinden der benötigten Informationen erleichtert.

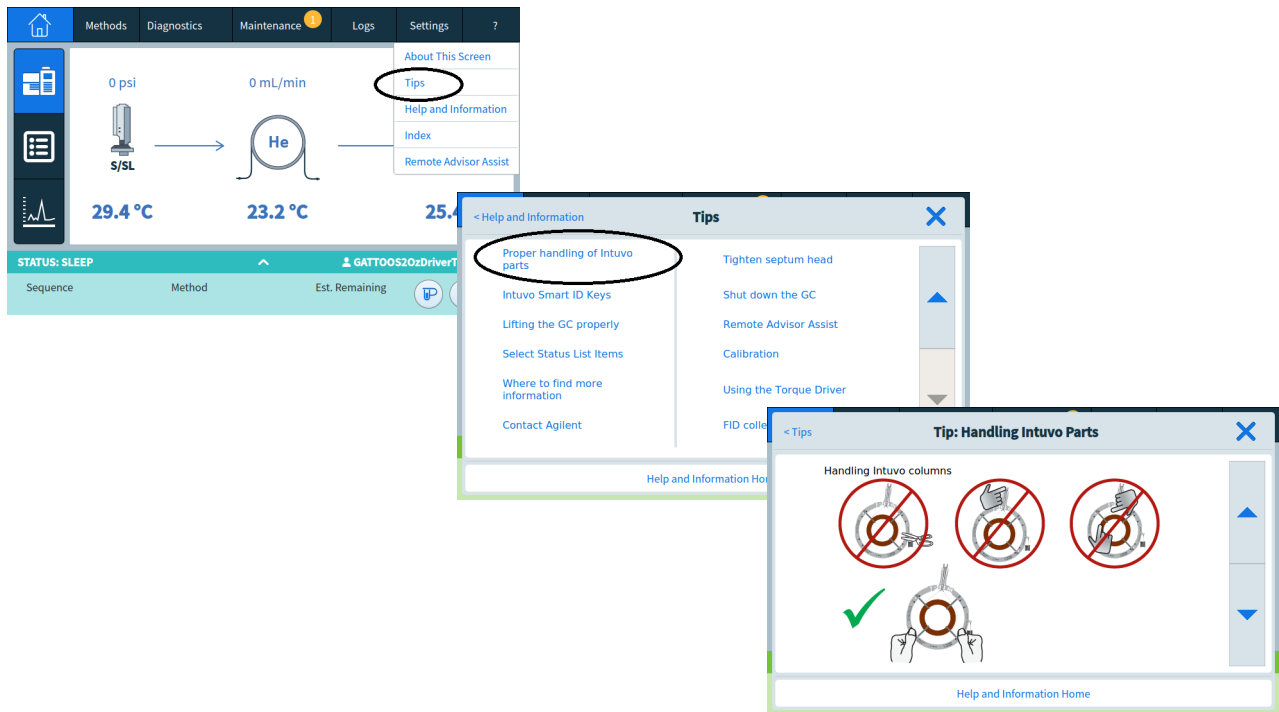


- 1 Die kontextsensitive Hilfe bietet Ihnen spezielle Details über den gerade angezeigten Bildschirm.

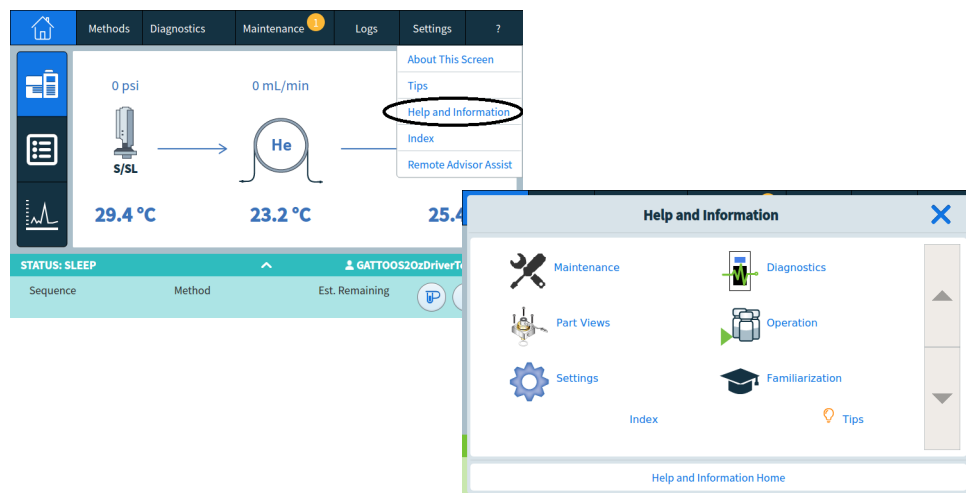


- 2 Die Tipps liefern hilfreiche Informationen über die Anwendung des GC. Sie erhalten individuelle Tipps, die Antworten auf häufig gestellte Fragen sowie Links zu den häufig angewandten Verfahren bereitstellen.

1 Einführung

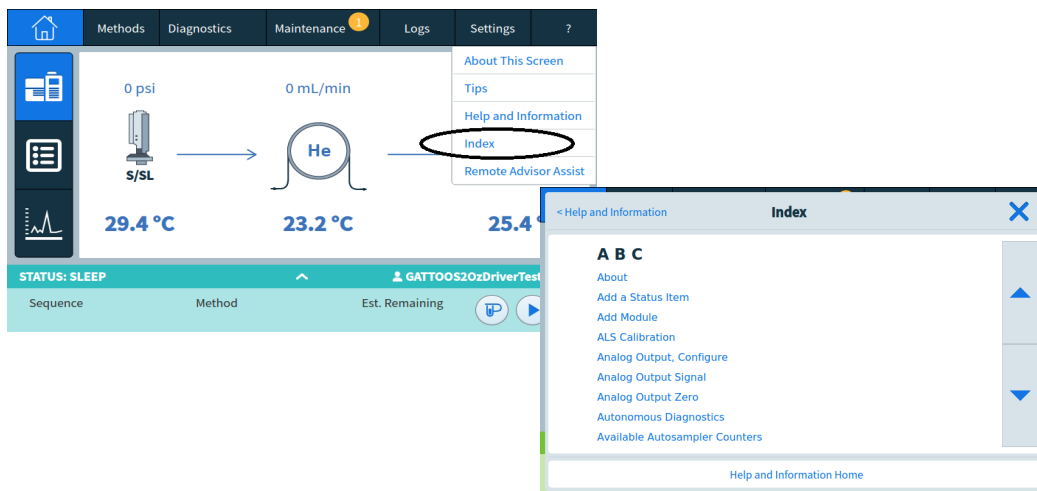


- 3 Hilfe und Informationen bieten umfassende, detaillierte Informationen zur Wartung, Diagnose; außerdem Teileansichten und Informationen zu Betrieb, Einstellungen usw.



- **Wartung:** Wartung von Eingängen, Detektoren und Modulen, die für diesen konfigurierten GC verfügbar sind.
- **Teileansichten:** Die Verschleißteile für Eingänge, Detektoren und Module, die auf diesem GC konfiguriert sind.

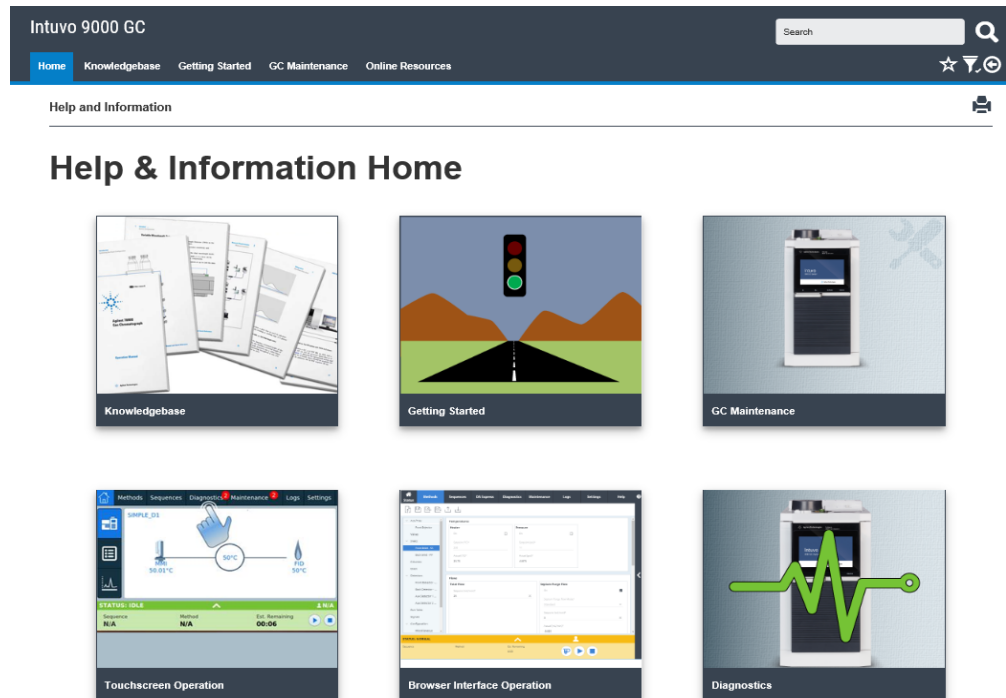
- **Einstellungen:** Konfiguration und Kalibrierung für jedes verfügbare Modul auf diesem GC. Enthält auch eine Erklärung für den Instrumentenplaner.
 - **Diagnostik:** Automatische und manuelle Tests, die auf diesem GC verfügbar sind.
 - **Funktionsweise:** Verwendung von Eingängen, Detektoren und Modulen, die für diesen konfigurierten GC verfügbar sind.
 - **Einarbeitung:**
 - Informationen zum GC.
 - Verwenden des Touchscreens.
 - Verwenden des System-Einrichtungsassistenten.
 - Zugriff auf die Feature Tour.
 - Übersicht über die GC-Teile.
- 4 Der Index enthält eine alphabetische Liste der in der Touchscreen-Hilfe enthaltenen Themen.



Hilfe und Informationen – über den Webbrowser

Auf eine umfangreichere Version der Hilfe und Informationen können Sie auch vom Intuvo GC aus zugreifen, indem Sie die IP-Adresse oder den Hostnamen des Instruments in einem Browser auf einem PC oder Tablet eingeben, der/das sich im selben Netzwerk wie der GC befindet. Zur Verwendung dieses erweiterten Hilfefpakets ist kein Internet erforderlich.

z. B.: <http://xxx.xx.xxx/info>, wobei „xxx.xx.xxx“ die IP-Adresse oder der Hostname des GC ist)



Sie können auch auf eine Liste der Links für Chip-Austauschverfahren zugreifen, indem Sie die IP-Adressennummer des Geräts oder den Hostnamen gefolgt von „/chips“ in einen Browser auf einem PC oder Tablet eingeben, der bzw. das sich im selben Netzwerk wie der GC befindet. Zur Verwendung dieses erweiterten Hilfspaketes ist kein Internet erforderlich.

z. B.: <http://xxx.xx.xxx/chips>, wobei „xxx.xx.xxx“ die IP-Adresse oder der Hostname des GC ist)




Intuvo 9000 GC

[Home](#) [Knowledgebase](#) [Getting Started](#) [GC Maintenance](#) [Online Resources](#)

Maintaining Intuvo Chips

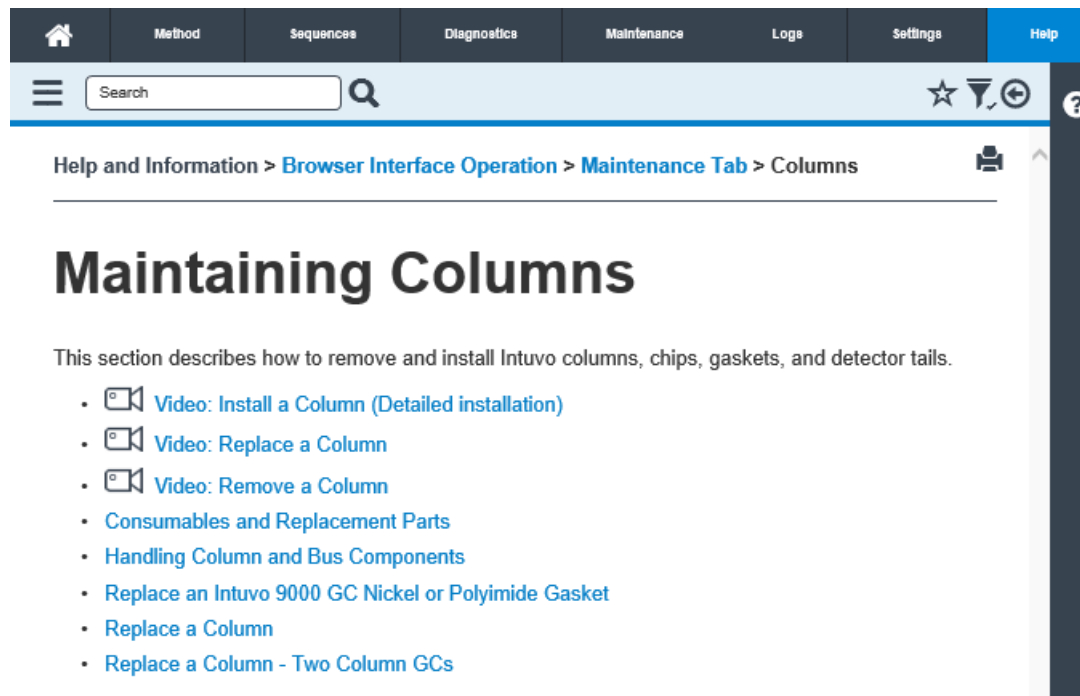
Maintaining Intuvo Chips

This section describes how to replace Intuvo guard, inlet, and detector chips.

-  [Video: Install the Guard Chip \(Detailed installation\)](#)
-  [Video: Remove the Guard Chip](#)
-  [Video: Install the Guard Chip](#)
- [Consumables and Replacement Parts](#)
- [Handling Column and Bus Components](#)
- [Replace the Intuvo Guard Chip](#)
- [Replace an Intuvo Inlet Chip](#)
- [Replace an Intuvo Detector Chip](#)
- [Replace an Intuvo 9000 GC Nickel or Polyimide Gasket](#)

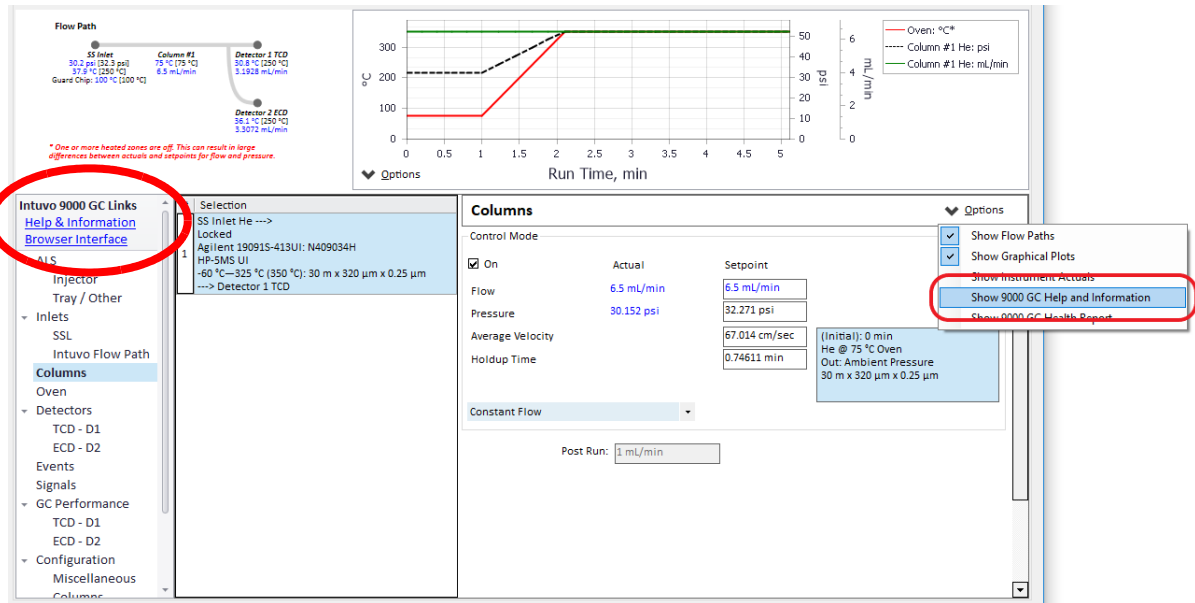
Sie können auch auf Informationen über Säuleninstallation zugreifen, indem Sie die IP-Adressennummer des Geräts oder den Hostnamen gefolgt von „/column“ in einen Browser auf einem PC oder Tablet eingeben, der bzw. das sich im selben Netzwerk wie der GC befindet. Zur Verwendung dieses verbesserten Hilfefpakets ist kein Internet erforderlich.

z. B.: <http://xxx.xx.xxx/column>, wobei „xxx.xx.xxx“ die IP-Adresse oder der Hostname des GC ist)



Hilfe und Informationen – über Ihr Instrumentendatensystem

Hilfe und Informationen kann auch über das Pulldownmenü auf den meisten Instrumentenseiten des Datensystems aufgerufen werden.



Agilent GC- und GC/MS-Benutzerhandbücher- und Tools-DVD

Die *Agilent GC und GC/MS-Benutzerhandbücher- und Tools-DVD* enthält eine umfangreiche Sammlung von Online-Hilfen und Büchern für aktuelle Gaschromatographen, massenselektive Detektoren und GC-Probengeber von Agilent. Hierzu gehören auch lokalisierte Versionen der wichtigsten Informationen, wie z.B.:

- „Erste Schritte“-Dokumentation
- Handbuch zur Sicherheit und Ausführung
- Informationen zur Standortvorbereitung
- Installationsinformationen
- Betriebsanweisungen
- Wartungsinformationen
- Details zur Fehlersuche

Vor der Verwendung Ihres GC

Lesen Sie vor der Verwendung Ihres GC die Sicherheitshinweise und regulatorischen Informationen auf der DVD *Agilent GC- und GC/MS-Benutzerhandbücher- und Tools*, in der Browseroberfläche oder in einem verbundenen Webbrowser. Die größten Gefahren beim Arbeiten am GC sind:

- Verbrennungen, die durch Berührung heißer Bereiche am oder im GC verursacht werden
- Freisetzen von Druckgasen, die gefährliche chemische Substanzen enthalten, bedingt durch geöffnete Einlässe
- Schnitt- und Stichwunden, die durch scharfe Enden an der Kapillarsäule verursacht werden
- Verwendung von Wasserstoff als GC-Trägergas

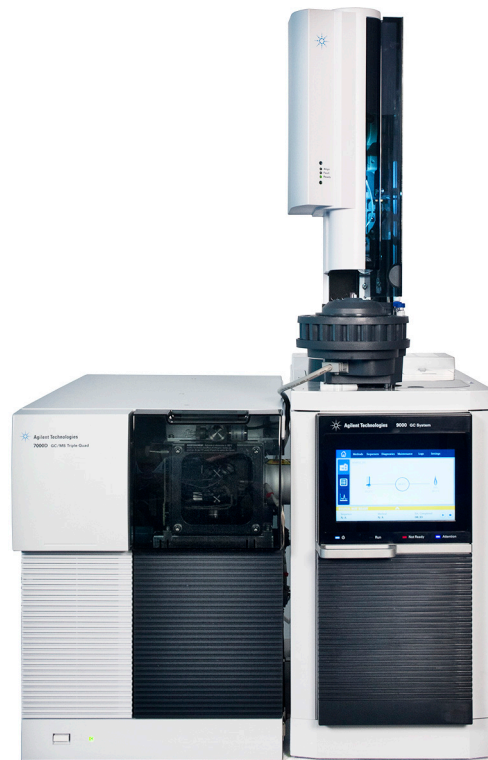
Chromatografie mit einem GC

Chromatografie ist ein Verfahren zur Trennung eines Stoffgemisches in seine Einzelbestandteile.

Zur Trennung und Identifizierung der Komponenten eines Stoffgemisches mit Hilfe eines GC sind drei Hauptschritte notwendig. Und zwar:

- 1 Injektion einer Probe in den GC. (Dies findet am Einlass statt.)
- 2 Trennung der Probe in Einzelkomponenten. (Dies findet innerhalb der Säule statt.)
- 3 Ermittlung der Zusammensetzung der Probe. (Dies geschieht im Detektor.)

Während dieses Prozesses werden Statusmeldungen des GC angezeigt, und der Anwender kann Parametereinstellungen über den Touchscreen des GC oder ein angeschlossenes Datensystem vornehmen.



GC-Bedienelemente und externe Verbindungen

Nachfolgend finden Sie Abbildungen der Vorder- und Rückseite des GC einschließlich sämtlicher Bedienelemente und Anschlüsse. Siehe [Abb. 1](#) und [Abb. 2](#).

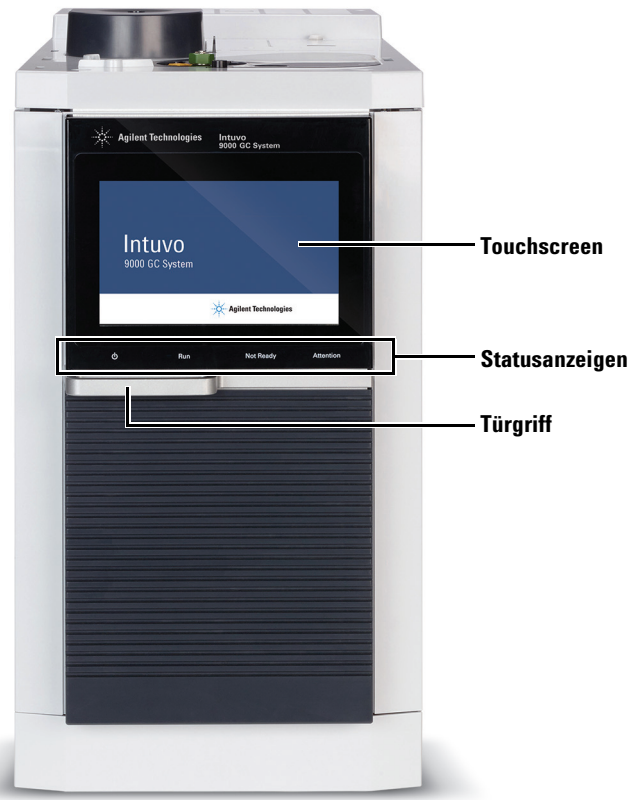



Abbildung 1 Vorderes GC-Bedienfeld des Agilent Intuvo 9000

An der Vorderseite des GC befindet sich eine Tür, die Ihnen Zugriff auf die GC-Bus-Komponenten und -Säulen ermöglicht. Auf der Tür befinden sich der GC-Touchscreen und die Statusanzeigen.

Touchscreen: Auf dem Touchscreen werden Status- und Aktivitätsinformationen zum GC angezeigt. Außerdem bietet er Zugang zu GC-Sollwerten, Echtzeitsignalen, Diagnosen, Wartungsinformationen, Protokollen und Konfigurationseinstellungen für das Gerät. Um Energie zu sparen und das Display zu schonen, wird der Touchscreen nach einem benutzerdefinierten Zeitraum der Inaktivität dunkler. Durch Berühren des Bildschirms wird dieser wieder heller.

Statusanzeigen: Der GC beinhaltet mehrere Statusanzeigen, die Ihnen umgehende Statusinformationen geben, ohne dass Sie auf das Display zugreifen müssen.

-  (power) - Die Stromanzeige leuchtet, wenn der GC an die Stromversorgung angeschlossen ist und über den Netzschalter auf der Rückseite eingeschaltet wurde.
- **Run** - Die Statusanzeige „Run“ leuchtet, wenn gerade eine Analyse durchgeführt wird.
- **Not Ready** - Die Statusanzeige „Not Ready“ leuchtet, wenn eine Komponente des GC nicht für den Start einer Analyse bereit ist.
- **Attention** - Die Statusanzeige „Attention“ leuchtet auf, wenn es ein Problem mit dem GC gibt, das den Eingriff des Benutzers erfordert.

An der Rückwand des GC befinden sich die Gasanschlüsse, Abluftauslässe, Kommunikationsanschlüsse, die Injektor-Tellersteuerungsanschlüsse, der Ein-/Ausschalter, der Stromkabelanschluss sowie der Lufteinlass.

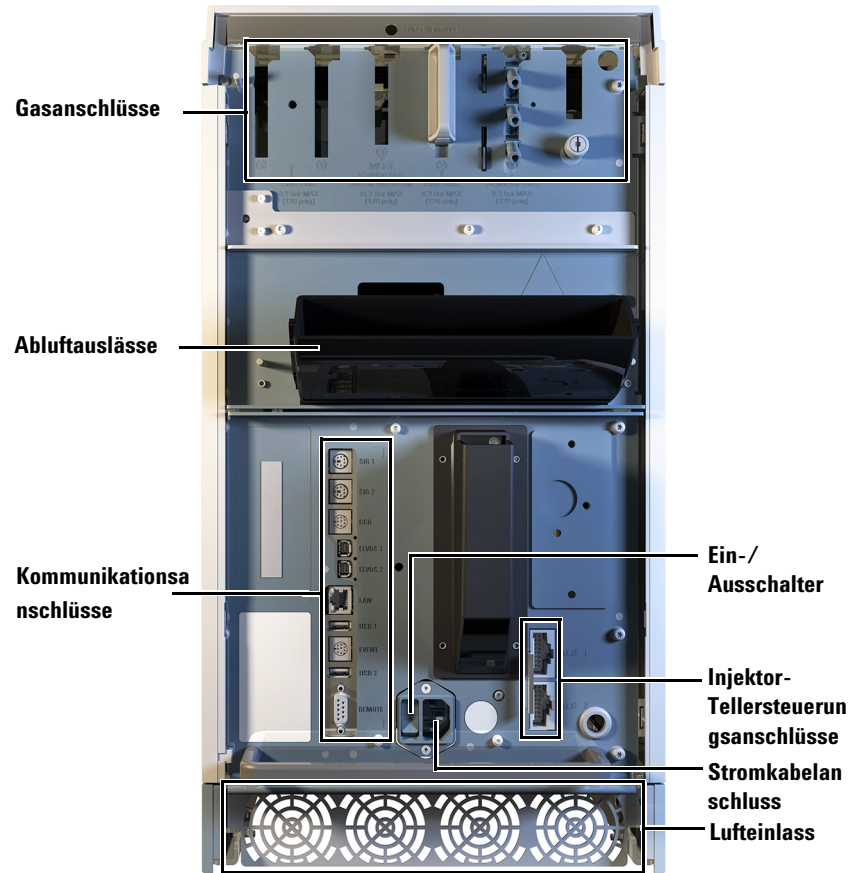
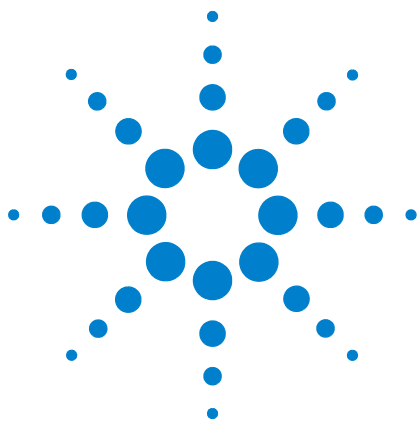


Abbildung 2 Rückseite des GC



2 Grundlagen für die Bedienung

Überblick [26](#)

Gerätesteuerung [28](#)

Verwenden der Benutzeroberfläche des Browsers zur Steuerung des GC [28](#)

Verwendung der Intuvo Web-Hilfe [29](#)

Starten des GC [31](#)

Außerbetriebnahme des GC für weniger als eine Woche [33](#)

Außerbetriebnahme des GC für mehr als eine Woche [34](#)

Problembehebung [36](#)

Dieser Abschnitt beschreibt einige grundlegende Aufgaben, die ein Benutzer mit dem Agilent Intuvo 9000 GC ausführt.



Überblick

Die Bedienung des GC umfasst die folgenden Aufgaben:

- Einrichten der GC-Hardware für eine Analysemethode.
- Starten des GC. Siehe „[Starten des GC](#)“ auf Seite 31.
- Vorbereitung des automatischen Flüssigprobengebers, falls dieser verwendet wird. Dies umfasst die Installation der methodendefinierten Spritze, Konfiguration von Lösungsmittel- und Abfallfläschchen-Verwendung sowie der Spritzengröße, Vorbereitung und des Befüllens von Lösungsmittel-, Abfall- und Probenfläschchen.

Informationen zum unterstützten ALS entnehmen Sie bitte dem Handbuch Installation, Betrieb und Wartung:

- 7650 GC ALS
- 7693 GC ALS
- Laden Sie die Analysemethode oder Sequenz. Der GC speichert eine einzelne Methode und nicht die Sequenzinformationen. Die bestehende Methode auf dem GC (bezeichnet als aktive Methode) kann nach Wunsch bearbeitet werden. Das Laden von anderen Methoden oder die Verwendung von Sequenzen setzt den Anschluss an ein Agilent Datensystem voraus.
 - Nähere Angaben zum Laden von Analysemethoden oder zur Verwendung von Sequenzen aus einem angeschlossenen Datensystem entnehmen Sie bitte der Dokumentation des Agilent-Datensystems.
 - Für den eigenständigen GC-Betrieb siehe „[Laden einer Methode](#)“ auf Seite 74.
- Ausführen der Methode oder Sequenz.
 - Nähere Angaben zum Ausführen von Analysemethoden oder der Sequenzen aus dem verbundenen Datensystem entnehmen Sie bitte der Dokumentation des Agilent Datensystems.
 - Für den eigenständigen GC-Betrieb siehe „[Manuelle Probeninjektion mit einer Spritze und Start des Analyselaufs](#)“ auf Seite 76 und „[Ausführen einer Methode zur Verarbeitung einer einzelnen Probe mit ALS](#)“ auf Seite 76.
- Überwachung von Probenanalysen über den GC-Touchscreen, eine verbundenen Benutzeroberfläche des Browsers oder ein verbundenes Datensystem.

- Abschalten des GC. (Siehe „Außerbetriebnahme des GC für weniger als eine Woche“ auf Seite 33 oder „Außerbetriebnahme des GC für mehr als eine Woche“ auf Seite 34.)

Gerätesteuerung

Der Agilent Intuvo 9000 GC kann über ein Datensystem, einen Computer oder ein mobiles Gerät, auf dem die Benutzeroberfläche des Browsers ausgeführt wird, oder eigenständig betrieben werden.

- Der GC wird normalerweise über ein angeschlossenes Datensystem gesteuert, wie z. B. Agilent OpenLAB CDS.

Die Verwendung von Sequenzen setzt den Anschluss an ein Agilent Datensystem voraus.

Bitte lesen Sie hierzu die Online-Hilfe des Agilent Datensystems bezüglich Details zum Laden, Ausführen und Erstellen von Methoden und Sequenzen mithilfe des Datensystems.

- Der GC Touchscreen gibt Feedback zum Status des Geräts und ermöglicht die Bearbeitung der aktiven Methode und der aktuellen GC-Konfiguration.
- Die Benutzeroberfläche des Browsers steht Ihnen ebenfalls zur Verfügung.

Verwenden der Benutzeroberfläche des Browsers zur Steuerung des GC

Sie können eine Browser-Benutzeroberfläche verwenden, um zahlreiche Funktionen des GC-Touchscreens über eine Netzwerkverbindung zwischen Ihrem Computer/Tablet/tragbaren Gerät und dem GC auszuführen.

Wenn sich mehr als ein Browser mit einem einzigen GC verbindet, hat der erste verbundene Browser die vollständige Kontrolle. Andere Browserverbindungen können nur den GC-Status überwachen und eine begrenzte Anzahl von Aufgaben ausführen.

Wenn ein Datensystem mit dem GC verbunden ist, hat das Datensystem die vollständige Kontrolle über diesen GC. Alle Verbindungen über die Browseroberfläche können nur den Status überwachen und eine begrenzte Anzahl von Aufgaben ausführen.

HINWEIS

Es wird empfohlen, dass Sie alle Popup-Blocker deaktivieren, die in Ihrem Webbrowser installiert sind, wenn Sie den GC über die Browseroberfläche steuern. Andernfalls können einige Funktionen nicht verfügbar sein.

Gehen Sie zur Verwendung der Benutzeroberfläche des Browsers wie folgt vor:

- 1 Schließen Sie Ihr Gerät entweder direkt oder über das interne Labor- oder Büronetzwerk an den GC an (Hierfür ist keine Internetverbindung erforderlich).
- 2 Öffnen Sie den Internetbrowser auf Ihrem Gerät.
- 3 Geben Sie die IP-Adresse des GC in die Adresszeile des Browsers ein. Beispiel: `http://10.1.1.100`
- 4 Drücken Sie „Enter“. Die Benutzeroberfläche des Browsers wird im Browser geöffnet. Siehe [Abb. 3](#).

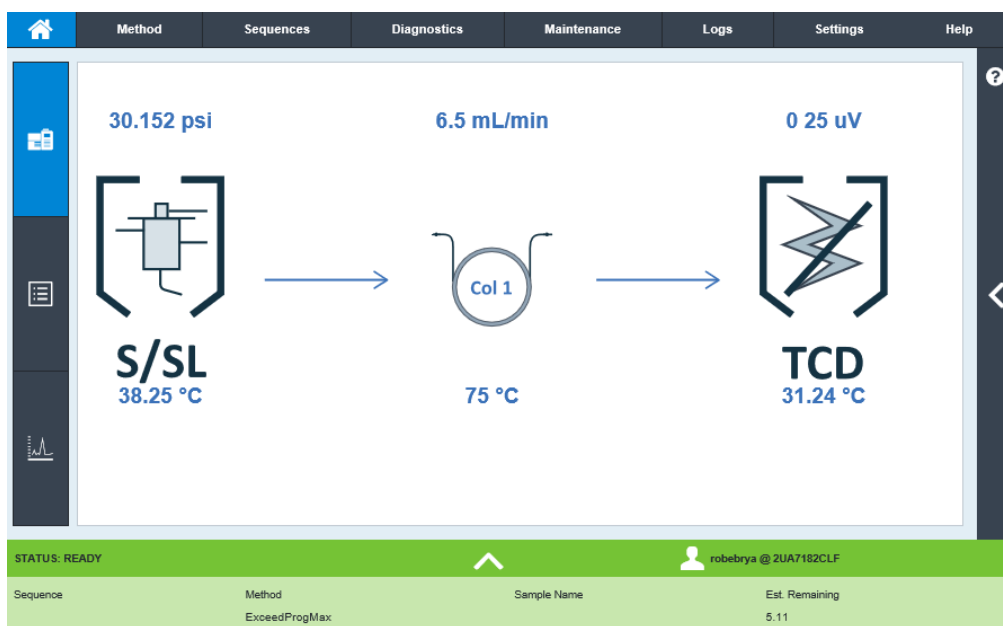


Abb. 3 Homepage der Benutzeroberfläche des Browsers

Verwendung der Intuvo Web-Hilfe

Sie können einen Webbrowser verwenden, um auf die Funktionen der GC-Online-Hilfe über eine Netzwerkverbindung zwischen Ihrem Computer/Tablet/tragbaren Gerät und dem GC zuzugreifen.

Gehen Sie zur Verwendung der Intuvo-Web-Hilfe wie folgt vor:

- 1 Schließen Sie Ihr Gerät entweder direkt oder über das interne Labor- oder Büronetzwerk an den GC an (Hierfür ist keine Internetverbindung erforderlich).
- 2 Öffnen Sie den Internetbrowser auf Ihrem Gerät.

2 Grundlagen für die Bedienung

- 3 Geben Sie die IP-Adresse des GC in die Adresszeile des Browsers ein. Beispiel: `http://10.1.1.100/info`
- 4 Drücken Sie „Enter“. Die Intuvo-Web-Hilfe wird im Browser geöffnet. Siehe [Abb. 4](#).

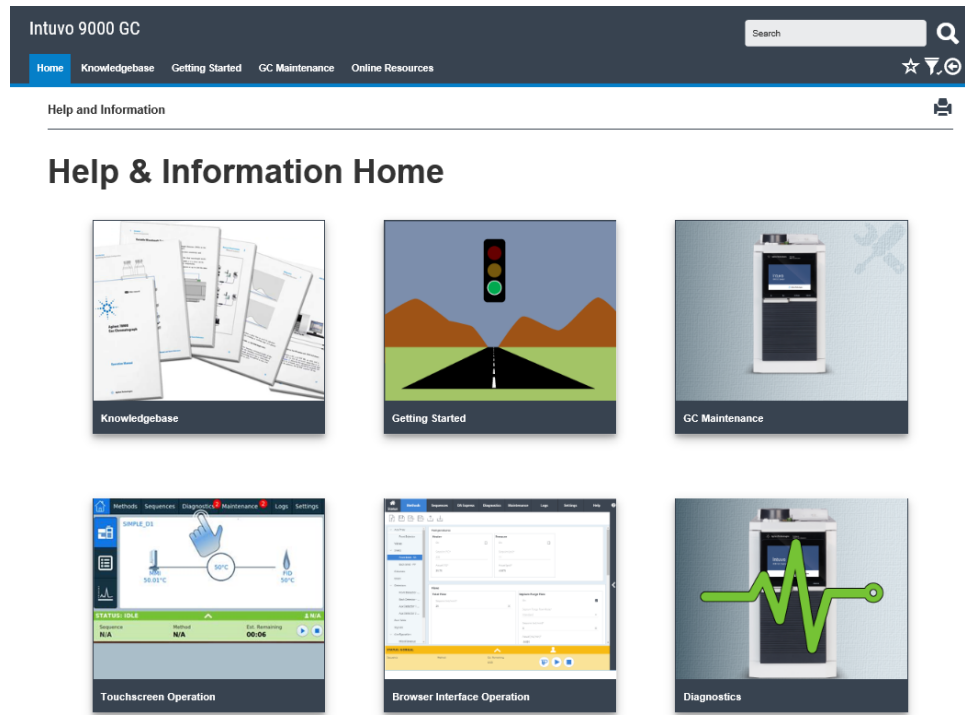


Abb. 4 Intuvo Web-Hilfe - Startseite Hilfe und Informationen

Starten des GC

Der erfolgreiche Betrieb beginnt mit einem korrekt installierten und gewarteten GC. In der *Anleitung zur Standortvorbereitung für Intivo* finden Sie genaue Angaben zu den Anforderungen an Gas- und Stromversorgung, Entlüftung von gefährlichen Chemikalien sowie bzgl. der erforderlichen Betriebsabstände um den GC.

- 1 Überprüfen Sie den Druck der Gasversorgung. Weitere Informationen zu den notwendigen Druckverhältnissen finden Sie in der *Anleitung zur Standortvorbereitung für Intivo*.
- 2 Drehen Sie die Träger- und Detektorgase an ihren Quellen auf und öffnen Sie die lokalen Absperrventile.
- 3 Schalten Sie den an eine Stromquelle angeschlossenen GC am Ein-/Ausschalter an der Rückseite des Geräts ein.
- 4 Warten Sie, bis die Statusanzeige auf dem Touchscreen erscheint.
- 5 Installieren Sie die Säule und den Filter. Weitere Informationen finden Sie in der *Anleitung Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs*.
- 6 Stellen Sie sicher, dass die Säulenarmaturen dicht sind. Weitere Informationen finden Sie im *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph-Fehlerbehebungshandbuch*.
- 7 Wählen Sie die anzuwendende Analyseverfahren aus:
 - Falls der GC an ein Agilent-Datensystem angeschlossen ist, laden Sie die Analyseverfahren unter Verwendung des Datensystems.
 - Bei eigenständigem GC-Betrieb ändern Sie bei Bedarf die aktive Methode. Siehe „[Methoden und Sequenzen](#)“ auf Seite 57.
- 8 Warten Sie, bis sich der/die Detektor/en stabilisiert hat/haben, bevor Sie Daten erfassen. Die Zeit, die erforderlich ist, bis der Detektor einen stabilen Zustand erreicht, ist davon abhängig, ob der Detektor ausgeschaltet war oder ob seine Temperatur verringert wurde, während der Detektor eingeschaltet war. Siehe [Tabelle 1](#).

Tabelle 1 Stabilisierungszeiten des Detektors

Detektortyp	Stabilisierungszeit bei Beginn mit verringerter Temperatur (Stunden)	Stabilisierungszeit bei Beginn mit ausgeschaltetem Detektor (Stunden)
FID	2	4
WLD	2	4
EAD	4	18 bis 24
FPD+	2	12
SPD	4	18 bis 24

Außerbetriebnahme des GC für weniger als eine Woche

- 1 Warten Sie bitte, bis der aktuelle Analyselauf abgeschlossen ist.
- 2 Wenn Sie mit einem Agilent-Datensystem verbunden sind und die aktive Methode geändert wurde, speichern Sie die Änderungen im Datensystem.

WARNUNG

Lassen Sie niemals Leitungen mit entflammbarem Gas aufgedreht, wenn der GC unbeaufsichtigt ist. Wenn ein Leck entsteht, kann das Gas eine Brandgefahr darstellen.

- 3 Stellen Sie die Zufuhr sämtlicher Gase – nicht entflammbares Trägergas ausgenommen – an den Quellen ab. (Lassen Sie das nicht entflammbare Trägergas aufgedreht, um die Säule vor atmosphärischen Verunreinigungen zu schützen.)
- 4 Wenn Sie Kryo-Kühlung verwenden, stellen Sie die Zufuhr des Kryo-Kühlmittels an der Quelle ab.
- 5 Verringern Sie die Detektor-, Einlass- und Säulentemperaturen auf einen Wert zwischen 150 und 200 °C. Wenn gewünscht, kann der Detektor ausgeschaltet werden. Beachten Sie [Tabelle 1](#) auf Seite 32, um zu ermitteln, ob es von Vorteil ist, den Detektor für einen kurzen Zeitraum außer Betrieb zu nehmen. Die erforderliche Zeit, um den Detektor in einen stabilen Zustand zurück zu versetzen, ist ein wichtiger Punkt, der berücksichtigt werden muss.

Außerbetriebnahme des GC für mehr als eine Woche

Weitere Informationen zu den Verfahrensweisen zur Installation von Säulen, Verbrauchsmaterialien usw. finden Sie in *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs*.

- 1 Wenn der GC mit einem Agilent Datensystem verbunden ist und eine Wartungsmethode verfügbar ist, laden Sie die GC-Wartungsmethode und warten Sie, bis der GC betriebsbereit ist. Bitte lesen Sie hierzu die Online-Hilfe des Agilent-Datensystems bezüglich Details zum Laden einer Methode mithilfe des Datensystems durch.
- 2 Lassen Sie alle erwärmten Bereiche auf 40 °C abkühlen und stellen Sie sichere Gasflüsse ein. Versetzen Sie den GC in den allgemeinen Wartungsmodus. Navigieren Sie auf dem Touchscreen des GC zu **Maintenance > Instrument > Perform Maintenance > Maintenance Mode > Start Maintenance** und warten Sie, bis der GC bereit ist.
- 3 Schalten Sie den Ein-/Ausschalter an der Rückseite des Geräts auf „Aus“.
- 4 Schließen Sie alle Gasventile an der Gasversorgung.
- 5 Wenn Sie Kryo-Kühlung verwenden, stellen Sie die Zufuhr des Kryo-Kühlmittels an der Quelle ab.

WARNUNG

Vorsicht! Säulenfach, Gasfluss, Einlass und/oder Detektor können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn sie heiß sind, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.


- 6 Wenn der GC kühl ist, entnehmen Sie die Säule und verschließen Sie die beiden Enden, um Verunreinigungen im Inneren zu vermeiden.
- 7 Decken Sie alle externen GC-Armaturen ab.

Temperaturschwankungen des Guard Chip

Im Leerlauf variiert der GC dynamisch die Temperatur des Guard Chip, um seine Lebensdauer zu verlängern. Wenn Sie eine Analyse durchführen, stellt der GC die Temperatur des Guard Chip wieder auf die in der aktiven Methode angegebene Einstellung ein.

Problembhebung

Falls der GC den Betrieb aufgrund eines Fehlers einstellt, überprüfen Sie, ob auf dem Touchscreen Meldungen angezeigt werden. Der GC besitzt Diagnosefunktionen, die Ihnen dabei helfen, die Ursache für einen Fehler zu ermitteln.

- 1 Verwenden Sie den Touchscreen, die Benutzeroberfläche des Browsers oder das Datensystem, um den Alarm anzuzeigen. (Siehe „[Home-Ansicht](#)“ auf Seite 44 für Details.)
- 2 Drücken Sie auf dem Touchscreen oder auf der Benutzeroberfläche des Browsers die Schaltfläche „Stop“  oder schalten Sie die störende Komponente im Datensystem ab.
- 3 Diagnostizieren Sie das Problem mittels der in den GC integrierten Diagnosewerkzeuge. Siehe „[Diagnostik](#)“ auf Seite 81.
- 4 Lösen Sie das Problem z. B. durch Austausch von Gasflaschen oder Beheben des Lecks. Weitere Informationen finden Sie im *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph-Fehlerbehebungshandbuch*.
- 5 Nach Behebung des Problems müssen Sie möglicherweise das Gerät aus- und wieder einschalten oder über den Touchscreen, die Benutzeroberfläche des Browsers bzw. das Datensystem die Problemkomponente aus- und wieder einschalten. Bei Fehlern, die zu Abschaltungen führen, ist beides erforderlich.



3 Betrieb des Touchscreens

Navigation	38
Status-/Kontrollleiste	40
Analyse-Bedienelemente	41
Dateneingabe.	42
Home-Ansicht	44
Flusspfad-Seite	45
Status-Seite	46
Plot-Seite	47
Methoden-Ansicht	49
Diagnose-Ansicht	50
Wartungsansicht	51
Protokoll-Ansicht	52
Einstellungsansicht	53
Funktionalität des Touchscreens, wenn der GC über ein Agilent Datensystem gesteuert wird	54
Informationen zum GC-Status	55
Warntöne	55
Fehlerbedingungen	56

Dieser Abschnitt beschreibt die grundlegende Bedienung des Touchscreens am Agilent 9000 GC.

Navigation

Der Touchscreen bietet Zugriff auf alle GC-Einstellungen, Steuerungen und Informationen. Berühren Sie ein Bedienelement, um Zugriff auf weitere Informationen zu erhalten, eine Einstellung oder Steuerung zu aktivieren oder um Daten über die Touch-Tastatur bzw. die Tastaturschnittstelle einzugeben. Siehe [Abb. 5](#).

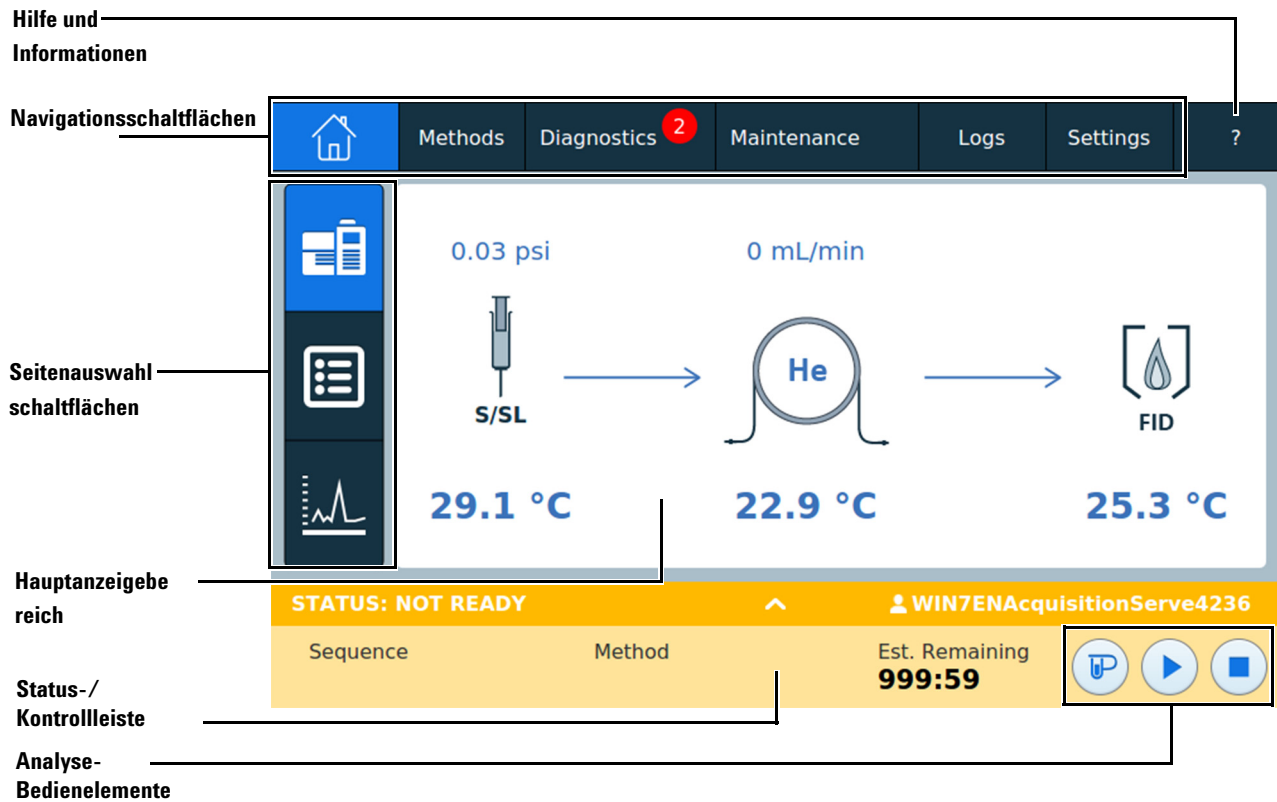


Abbildung 5 Homepage „Touchscreen“

Die Navigationsschaltflächen im oberen Bereich des Touchscreens bieten Zugriff auf verschiedene Funktionsbereiche. Durch Tippen auf eine Schaltfläche wird die entsprechende Registerkarte aufgerufen.

Die aktuell ausgewählte Seite oder Registerkarte wird hervorgehoben.

Durch Tippen auf die Schaltfläche ? (Hilfe und Informationen) erhalten Sie Zugriff auf die Online-Hilfe und -Dokumentation für den GC.

Durch Tippen auf eine Seitenauswahlschaltfläche auf der Homepage wird die entsprechende Seite geladen.

Der Hauptanzeigebereich liefert Informationen über den ausgewählten Funktionsbereich/die ausgewählte Seite. Dieser Bereich enthält Statusanzeigen, Steuerungen, einstellbare Parameter usw.

Je nachdem, welche Seite ausgewählt wurde, können eventuell weitere Bedienelemente eingeblendet werden. Zum Beispiel Seitenauswahlschaltflächen, auswählbare Registerkarten, Vor- und Zurück-Schaltflächen, Scroll-Schaltflächen usw. Siehe [Abb. 6](#).

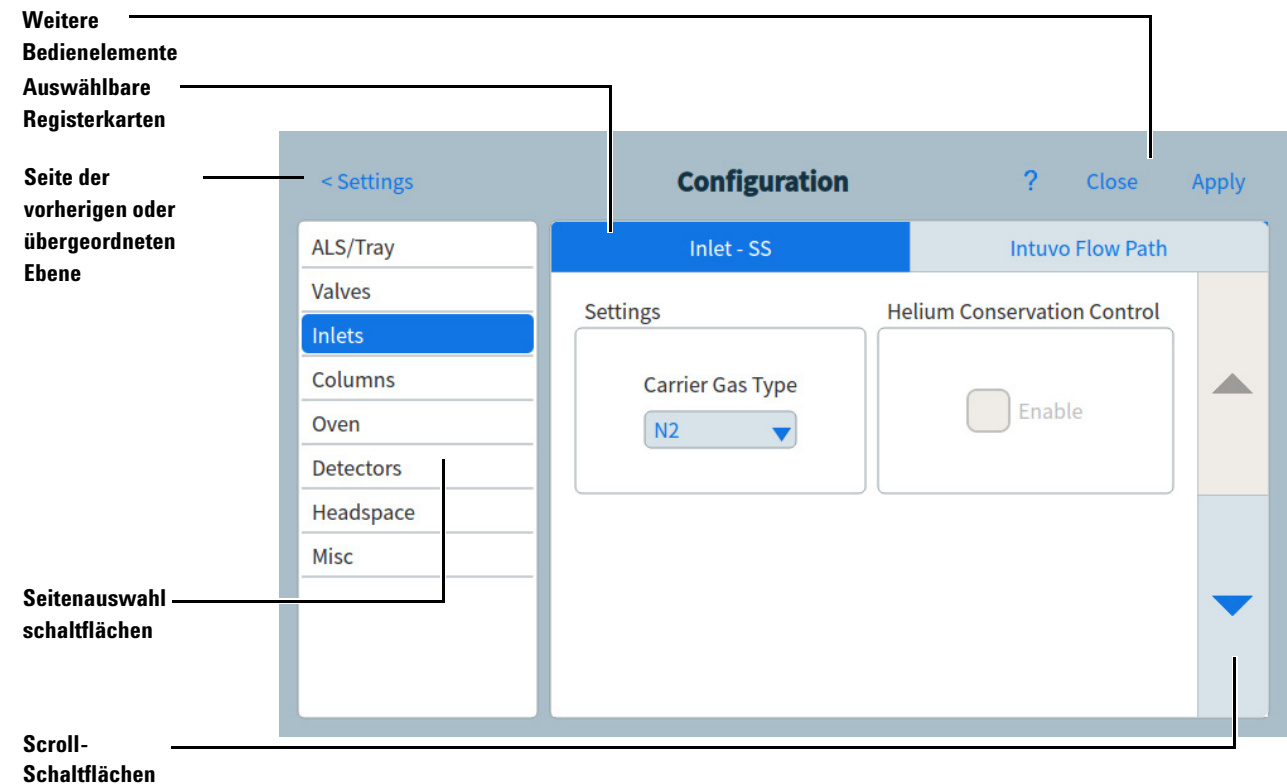


Abbildung 6 Weitere Bedienelemente

Scroll-Schaltflächen werden eingeblendet, wenn durch Scrollen weitere Informationen oder Einstellungen abgerufen werden können.

Status-/Kontrollleiste

Die Status-/Kontrollleiste enthält Angaben zum aktuellen Status des GC, der aktuellen Sequenz und Methode (bei Anschluss an ein Agilent Datensystem), der für den aktuell vom GC durchgeführten Vorgang verbleibenden Zeit, den Bedienelementen usw.

Mittels Farbkodierung zeigt die Status-/Kontrollleiste an, ob sich der GC gerade im Betriebs- oder im Bereitschaftszustand befindet:

- Grün – OK
- Gelb – nicht bereit
- Blau – im laufenden Betrieb

Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben (EMF) werden ebenfalls angezeigt. Siehe [„Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben“](#) auf Seite 89.

Die Leiste kann durch Drücken auf den Pfeil in der Leiste aufgeklappt werden. Siehe [Abb. 7](#).

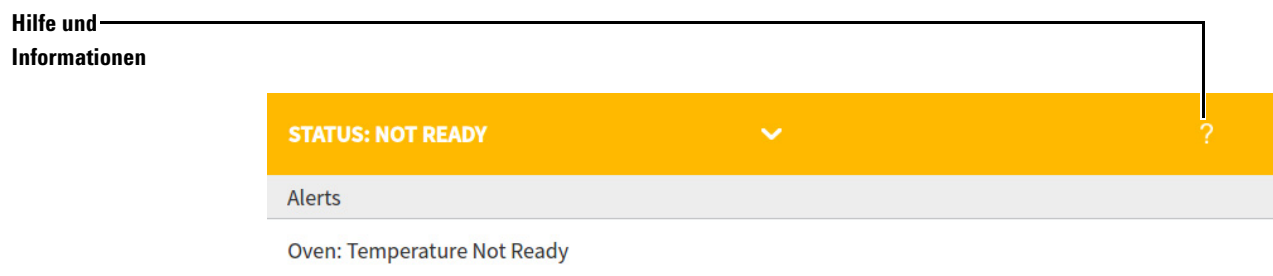


Abbildung 7 Status-/Kontrollleiste - aufgeklappt, Warnungen-Seite ausgewählt

Die Leiste kann durch Drücken auf den Pfeil in der Leiste minimiert werden.

Analyse-Bedienelemente

Die Analyse-Bedienelemente befinden sich auf der Status-/Kontrollleiste. Die Analyse-Bedienelemente werden verwendet, um die Verarbeitung einer Probe mit dem GC zu starten, zu stoppen und vorzubereiten.



Mit dem Bedienelement **Prep Run** lassen sich Prozesse aktivieren, die erforderlich sind, um den GC in den Startzustand für eine solche Analyse zu versetzen (wie z. B. den Einlass-Spülfluss für eine splitlose Injektion abstellen). Dies ist in der Regel vor manuellen Injektionen notwendig, um den Gassparmodus zu beenden und um die Einlassflüsse für die Injektion vorzubereiten.



Das Bedienelement **Start** wird verwendet, um eine Analyse zu starten, nachdem eine Probe manuell injiziert wurde. (Wenn Sie einen automatischen Flüssigprobengeber oder ein Gasprobenventil verwenden, wird der Lauf zum richtigen Zeitpunkt automatisch aktiviert.) Sobald das Steuerelement **Start** gedrückt wird, wird es zum Steuerelement **Pause**.



Das Steuerelement **Pause** unterbricht einen Lauf, nachdem es gestartet wurde.



Das Bedienelement **Stop** beendet die Analyse unverzüglich. Befindet sich der GC mitten in einem Analyselauf, können die Daten dieses Laufs verloren gehen.

Nähere Angaben zum Ausführen von Methoden finden Sie unter [„Ausführen von Methoden über den Touchscreen“](#) auf Seite 76

Dateneingabe.

Beim Berühren eines Dateneingabefelds wird eine Touch-Tastatur bzw. eine Tastatur eingeblendet. Siehe [Abb. 8](#).

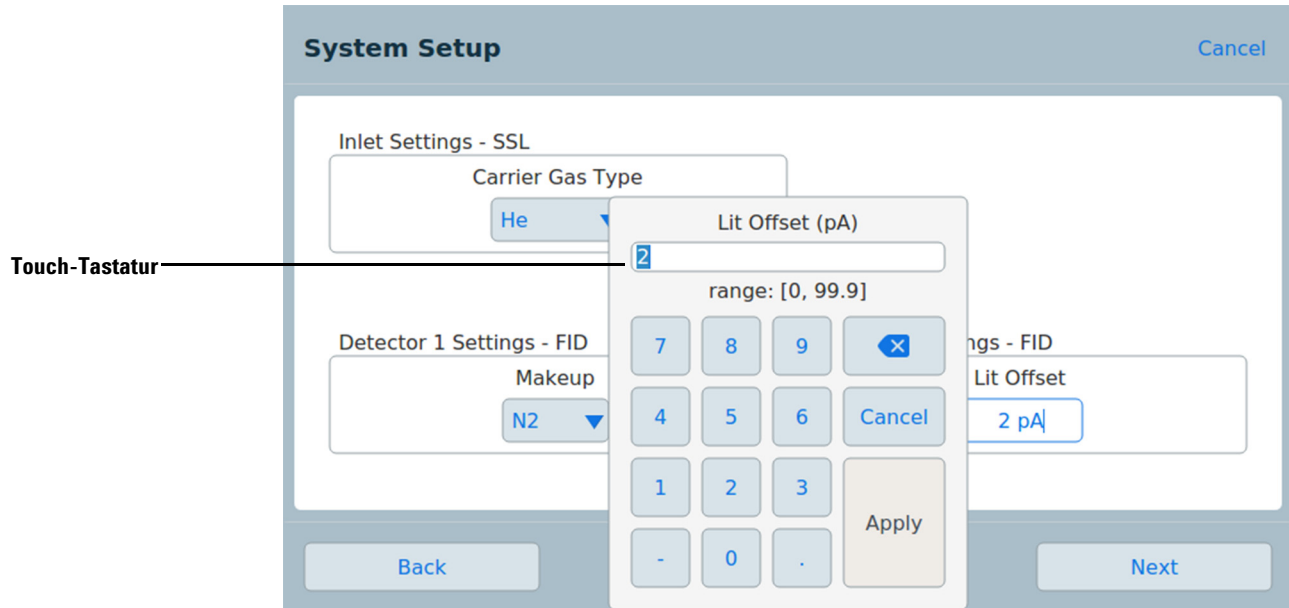


Abbildung 8 Touch-Tastatur zur Dateneingabe

Bei Eingabe eines Eintrags, der außerhalb des gültigen Bereichs liegt, wird dieser in einer anderen Farbe hervorgehoben.

Wenn es sich bei dem Feld um ein Dropdown-Listefeld handelt (angezeigt durch einen Abwärts-Pfeil rechts von dem im Feld angezeigten Inhalt), tippen Sie auf dieses Feld, um die Liste zu öffnen und tippen Sie danach auf den gewünschten Eintrag, um ihn auszuwählen. Siehe [Abb. 9](#).

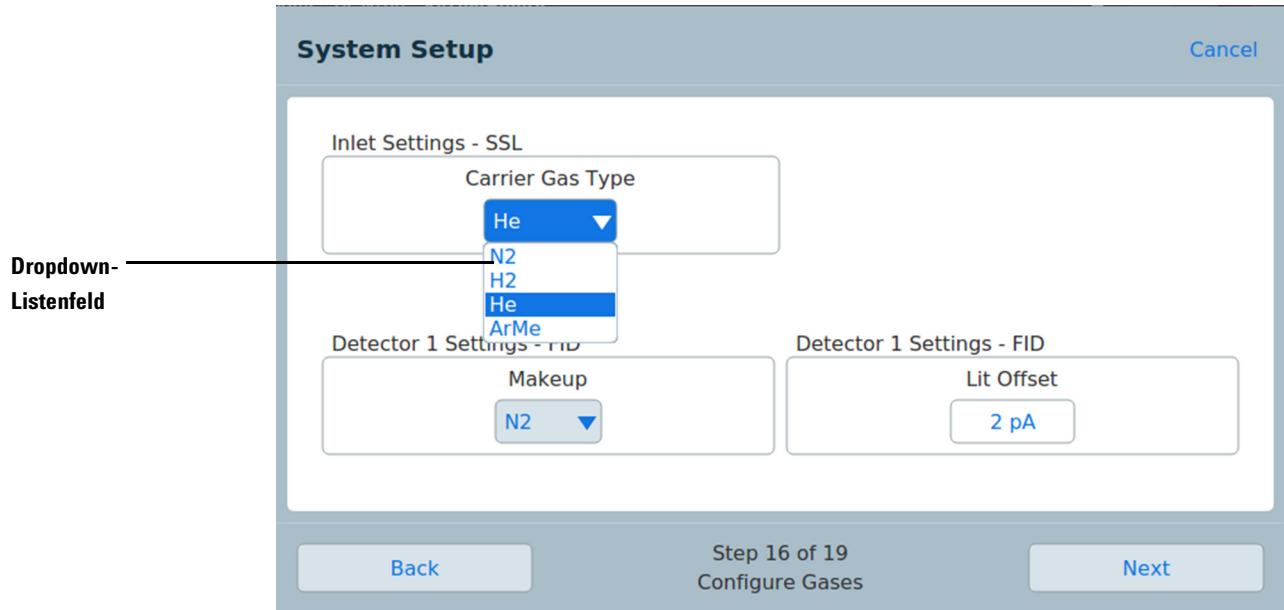


Abbildung 9 Dropdown-Listenfeld zur Dateneingabe

Home-Ansicht

Die Home-Ansicht zeigt den Flusspfad (einschließlich aktueller Temperaturen und Flussraten), den Analysestatus (einschließlich vom Benutzer anwählbarer Status-elemente), eine Echtzeitdarstellung des aktuellen Chromatogramms sowie dazugehörige Informationen an. Siehe [Abb. 10](#).

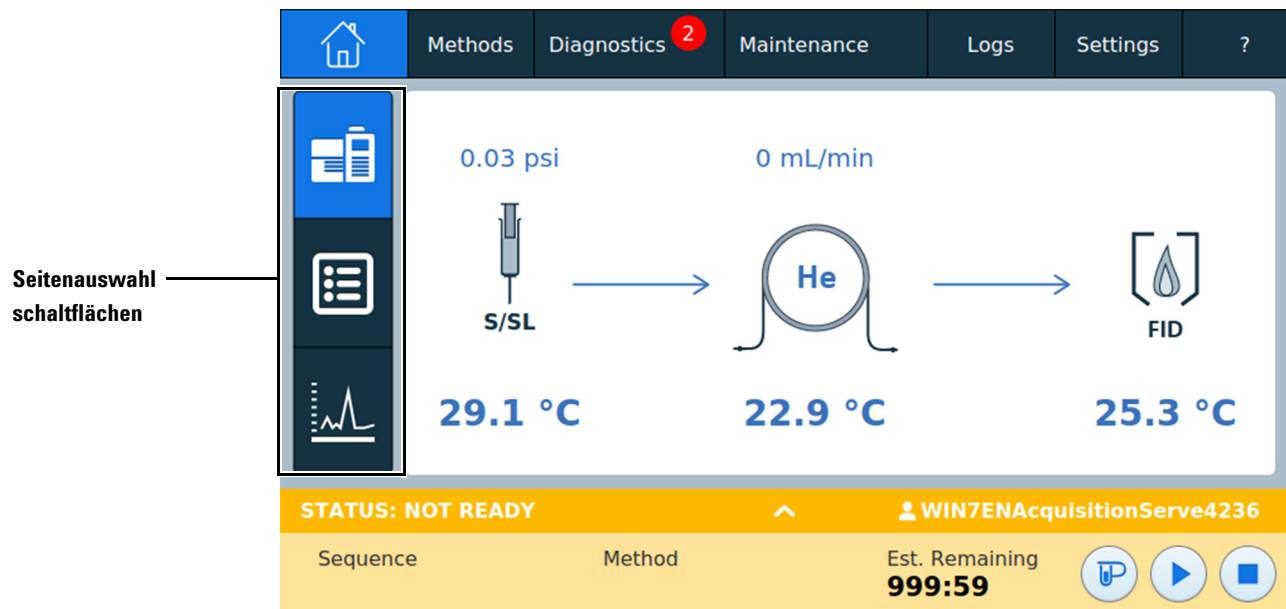


Abbildung 10 Home-Ansicht

Über die Home-Ansicht können drei Seiten aufgerufen werden:

- Flusspfad
- Status
- Plot

Die anzuzeigende Seite wird durch Drücken der entsprechenden Seitenauswahlschaltfläche links in der Home-Ansicht eingeblendet.

Die einzelnen Seiten werden weiter unten erläutert.

Flusspfad-Seite

Die Flusspfad-Seite liefert Details zum Probenfluss durch den GC. Dies beinhaltet visuelle Angaben darüber, ob ein ALS am GC installiert ist, den Einlasstyp, die Säulen-Einrichtung und den Detektortyp zusammen mit den entsprechenden Sollwerten. Siehe [Abb. 11](#).

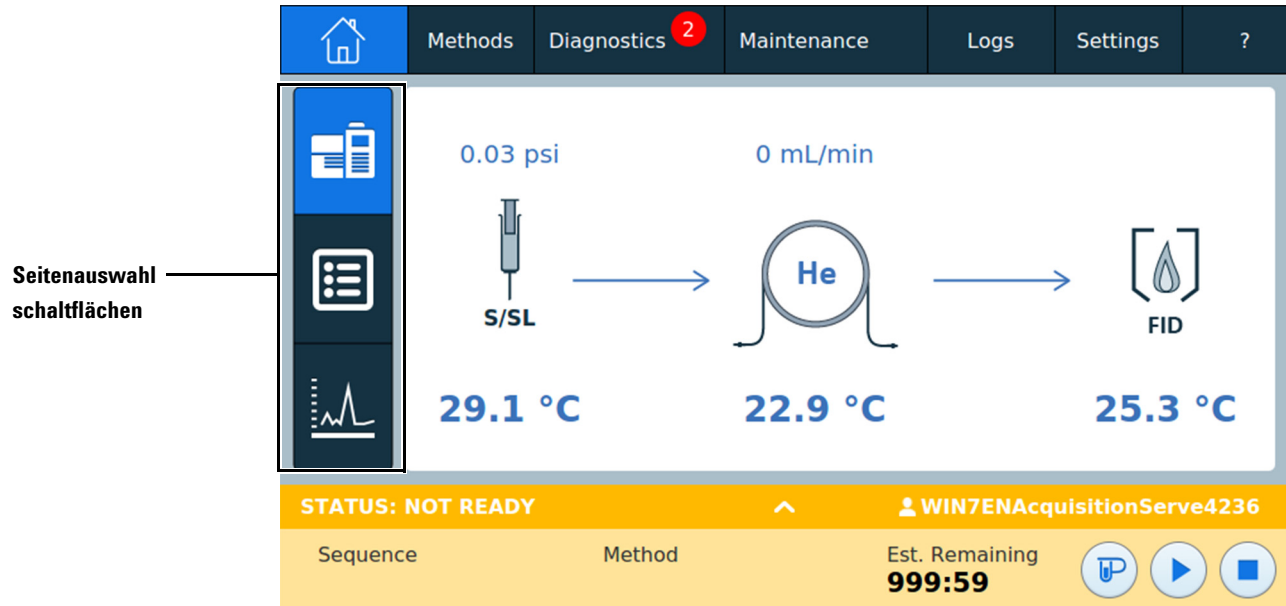


Abbildung 11 Home-Ansicht - Flusspfad-Seite

Durch Drücken eines Sollwerts wird der Methodeneditor mit dem ausgewählten Sollwert angezeigt. Wenn der ausgewählte Sollwert aktiviert ist, wird die zur Einstellung des Sollwerts zu verwendende Touch-Tastatur angezeigt.

Durch Drücken einer Komponente oder eines Sollwerts, die derzeit nicht aktiviert sind, wird der Methodeneditor mit der Komponente, aber ohne angezeigte Touch-Tastatur eingeblendet. Siehe „[Methoden und Sequenzen](#)“ auf Seite 57.

Wenn Sie eine Methode auf diese Weise bearbeiten, werden die Änderungen bei Änderung eines Parameterwerts unmittelbar angewandt, ohne dass die Änderungen am GC vorgenommen werden müssen. Dies wird als On-the-fly-Bearbeitung bezeichnet. Weitere Informationen finden Sie unter „[Bearbeiten einer Methode](#)“ auf Seite 63.

Status-Seite

Auf der Status-Seite wird eine vom Benutzer wählbare Parameterliste zusammen mit ihren Sollwerten und tatsächlichen Werten angezeigt. Siehe [Abb. 12](#).

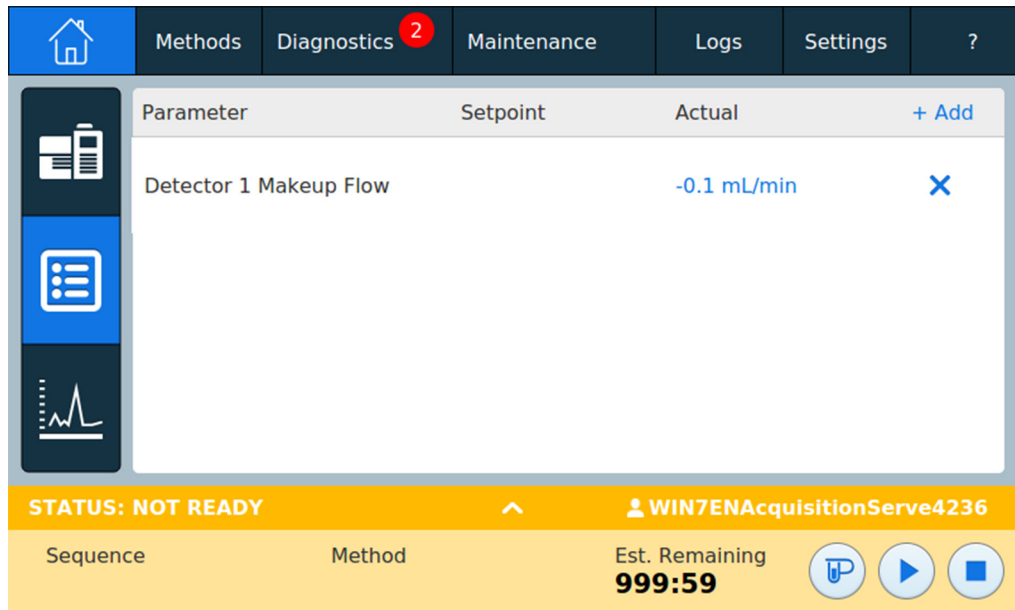


Abb. 12 Home-Ansicht - Status-Seite

Durch Drücken der **+ Add**-Schaltfläche wird ein Dialogfeld aufgerufen, in dem Sie einen Parameter auswählen und der angezeigten Liste hinzufügen können. Siehe [Abb. 13](#).

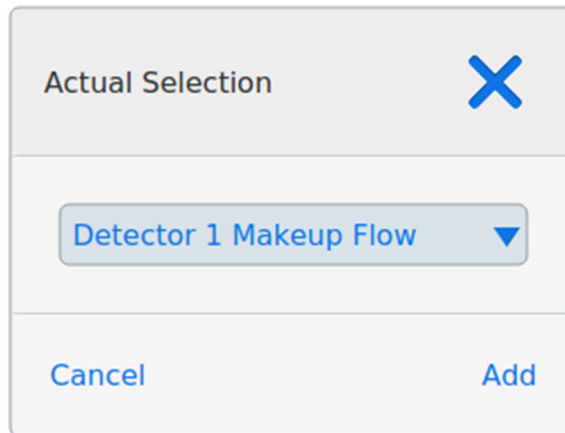


Abb. 13 Dialogfeld Status-Seite zum Hinzufügen von Parametern

Durch Drücken der **X**-Schaltfläche rechts von einem Parameter wird ein Bestätigungs-Dialogfeld aufgerufen, in dem Sie den entsprechenden Parameter von der Seite entfernen können.

Plot-Seite

Auf der Plot-Seite wird ein Plot des aktuell ausgewählten Signals angezeigt. Siehe [Abb. 14](#).

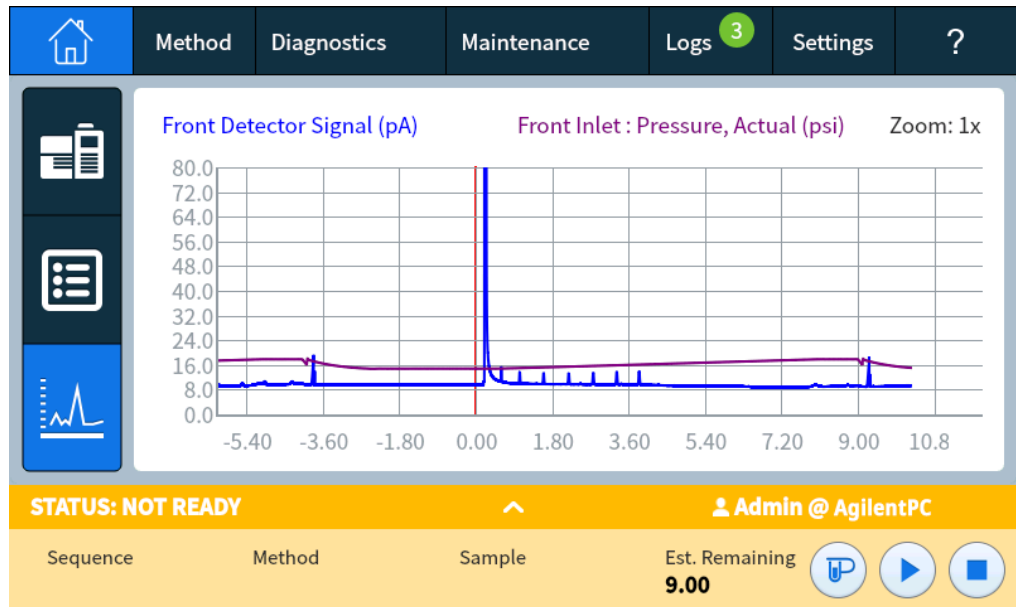


Abb. 14 Home-Ansicht - Plot-Seite

Durch Tippen auf die Plot-Zyklen können diese mit einem Zoom zwischen **1x**, **2x** und **4x** an dem Punkt, an dem der Plot gedrückt wird, angezeigt werden.

Durch Tippen auf den angezeigten Signalnamen wird ein Dialogfeld mit Plot-Optionen geöffnet. Dort können Sie das anzuzeigende Signal auswählen. Siehe [Abb. 15](#).

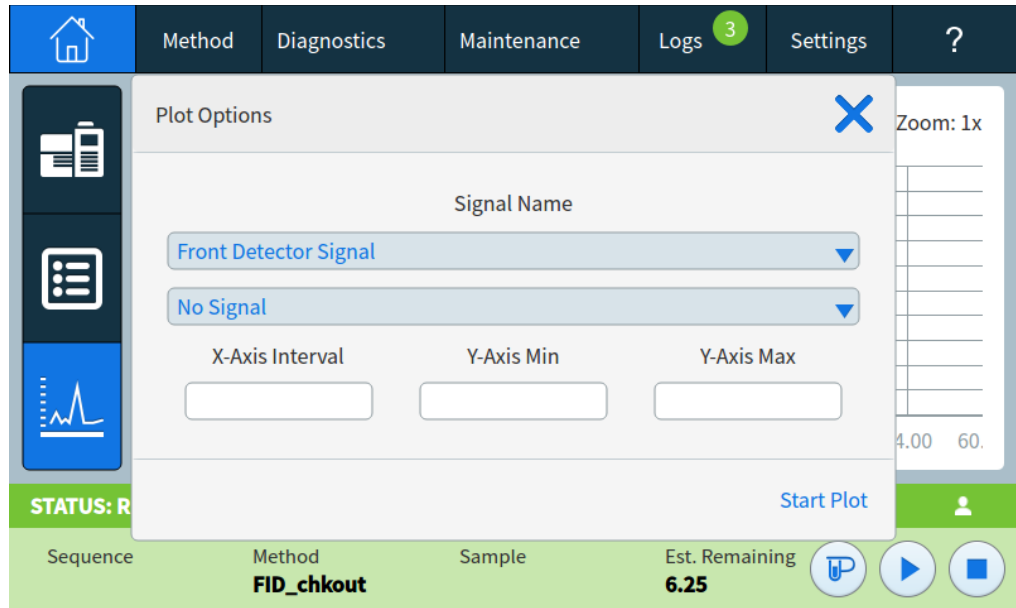


Abb. 15 Dialogfeld Plot-Optionen

Im Dropdown-Listenfeld **Signal Name** können Sie auswählen, welcher Parameter auf dem Plot angezeigt werden soll.

Das angezeigte **X-Axis-Intervall** beträgt zwischen 1 und 60 Minuten. Der **Y-Axis Range** ist 0 bis unendlich. Durch Drücken auf beide Felder wird eine Touch-Tastatur aufgerufen, über die Sie den entsprechenden Wert eingeben können.

Wenn der Plot derzeit nicht läuft, kann er durch **Start Plot** gestartet werden. Wenn der Plot derzeit läuft, können die Datenerfassung und die Anzeige durch Drücken von **Stop Plot** angehalten werden. (Beim Ändern des Signalnamens kann es notwendig sein, auf **Stop Plot** und dann auf **Start Plot** zu drücken, damit das Signal angezeigt wird.)

Methoden-Ansicht

In der Methoden-Ansicht kann auf die lokal gespeicherte Methode (aktive Methode) zugegriffen werden. In der unter [Abb. 16](#) angezeigten Ansicht kann die aktive Methode bearbeitet werden.

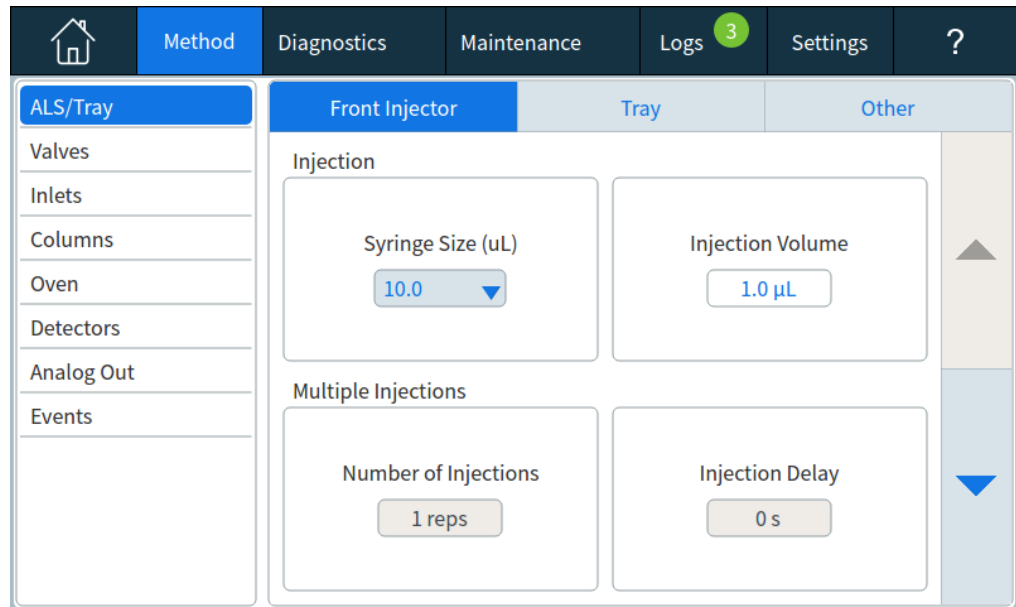


Abb. 16 Ansicht „Methods“

Diagnose-Ansicht

Über die Diagnose-Ansicht erhalten Sie Zugriff auf Diagnostetests für den installierten Einlass und die installierten Detektoren. Siehe [Abb. 17](#).

Darüber hinaus bietet die Ansicht eine Liste aller aktuellen Warnungen.

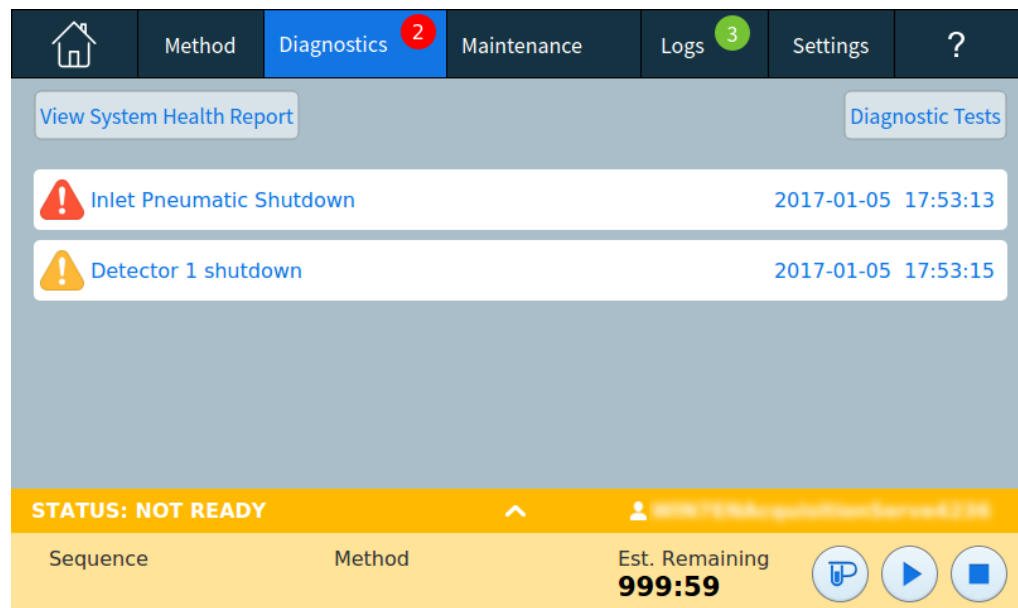


Abb. 17 Ansicht „Diagnostics“

Weitere Informationen finden Sie unter „[Diagnostik](#)“ auf Seite 81.

Wartungsansicht

Über die Wartungsansicht erhalten Sie Zugriff auf die Funktionen für frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben (EMF) des Agilent Intuvo 9000 GC. Siehe [Abb. 18](#).

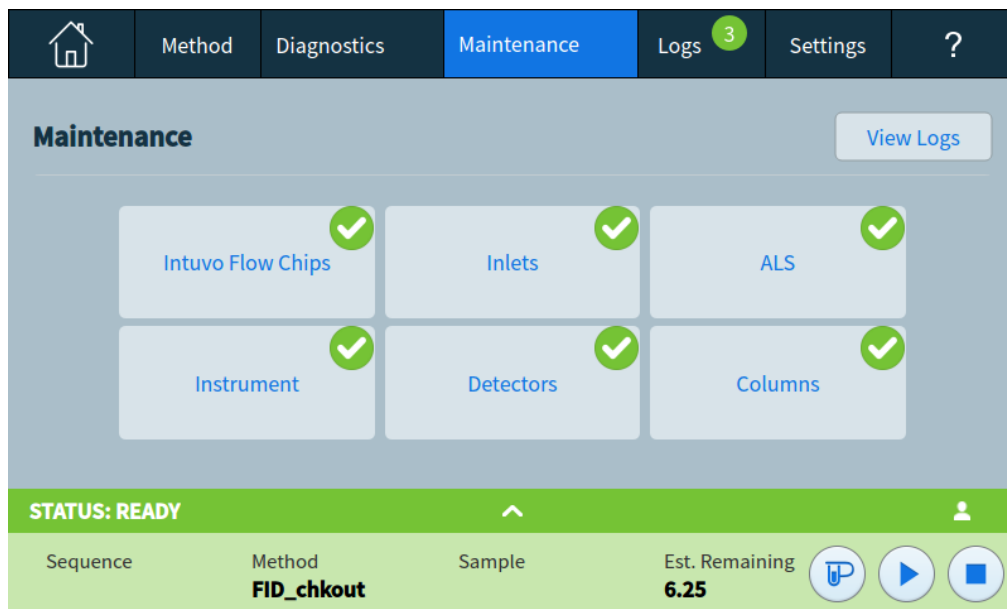


Abb. 18 Wartungsansicht

Die EMF-Funktion bietet Injektions-, Durchlauf- und Zeit-basierte Zähler für eine Reihe von Verbrauchsmaterialien und Wartungsteilen sowie für das Gerät selbst. Mithilfe dieser Zähler kann die Verwendung der GC-Komponenten überwacht werden. Die Elemente müssen ersetzt oder aufbereitet werden, um zu verhindern, dass eine potenzielle Verschlechterung die Chromatografie-Ergebnisse beeinflussen kann.

Die Wartungsansicht bietet visuelle Anzeigen des Wartungsstatus und wird verwendet, um Wartungsaufgaben zu überwachen und durchzuführen. Weitere Informationen finden Sie unter [„Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben \(EMF\)“](#) auf Seite 90.

Über die **View Logs**-Schaltfläche wird das Wartungsprotokoll aus der Protokollansicht aufgerufen. Siehe [„Protokoll-Ansicht“](#) auf Seite 52.

Protokoll-Ansicht

Die Ansicht „Logs“ bietet eine Auflistung von GC-Ereignissen, einschließlich Wartungsereignissen, Analyseereignissen, Sequenzereignissen, und Systemereignissen, sortiert nach Datum/Uhrzeit. Siehe [Abb. 19](#).

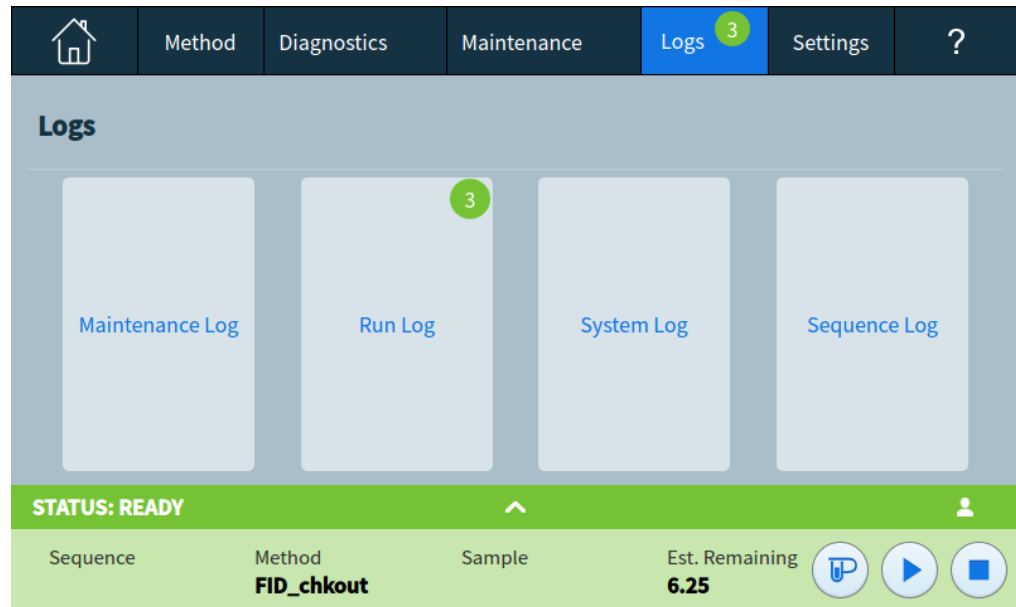


Abb. 19 Protokoll-Ansicht

Weitere Informationen finden Sie unter „[Protokolle](#)“ auf Seite 103.

Einstellungsansicht

Über die Einstellungsansicht erhalten Sie Zugriff auf Gerätekonfigurationsfunktionen, Geräteplanfunktionen, Servicemoduseinstellungen, Kalibrierungseinstellungen, Systemeinstellungen, Systemwerkzeuge, Bedienelemente zum Neustart oder Herunterfahren und zu den Systeminformationen. Siehe [Abb. 20](#).

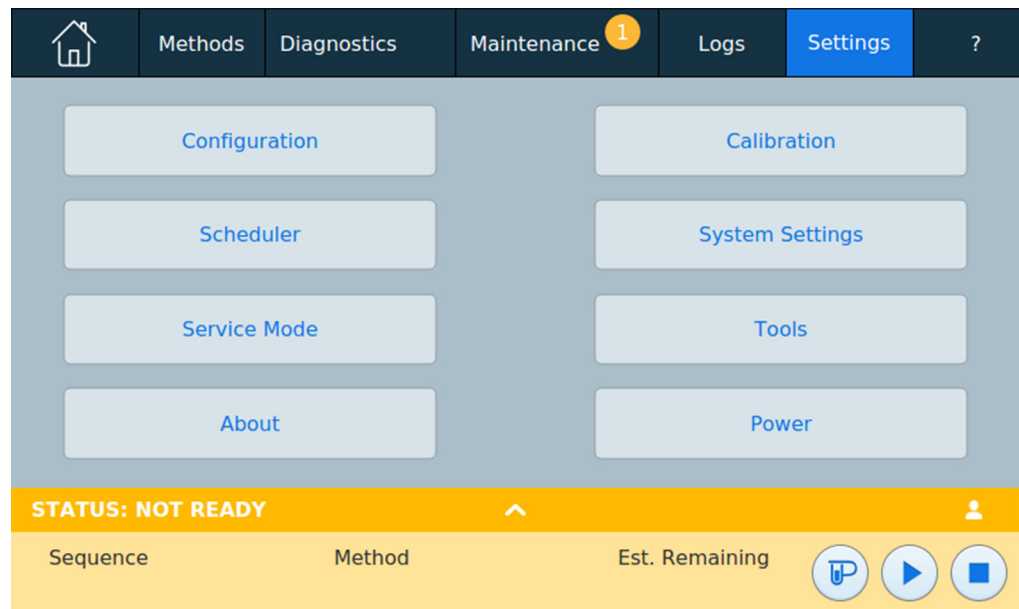


Abb. 20 Ansicht „Settings“

Weitere Informationen finden Sie unter „[Settings](#)“ auf Seite 107.

Funktionalität des Touchscreens, wenn der GC über ein Agilent Datensystem gesteuert wird

Wenn der GC über ein Agilent Datensystem gesteuert wird, definiert das Datensystem die Sollwerte und lässt die Proben durchlaufen.

HINWEIS

Beachten Sie, dass bei Verwendung eines Agilent-Datensystems oder der Benutzeroberfläche des Browsers der GC-Touchscreen nicht gesperrt ist. Der Touchscreen und das verbundene Datensystem oder die Benutzeroberfläche des Browsers werden aktualisiert, nachdem an einer beliebigen Quelle Interaktionen durchgeführt wurden.

Wird der GC von einem Agilent Datensystem gesteuert, kann der Touchscreen folgendermaßen verwendet werden:

- Ansicht des Analysestatus durch Auswahl der Ansicht **Home**
- Ansicht der Methodeneinstellungen durch Verwenden der Ansicht **Methode**
- Anzeige der letzten und nächsten Laufzeiten, der verbleibenden Analyselaufzeit sowie der verbleibenden Nachlaufzeit
- Abbruch eines Durchlaufs

Beim Stoppen eines Analyselaufs über den Touchscreen wird der Analyselauf umgehend beendet. Das Datensystem kann die bereits erfassten Daten speichern, doch es werden keine weiteren Daten für diese Probe gesammelt. Es hängt von dem individuellen Agilent Datensystem und seinen Einstellungen zur Fehlerbehandlung ab, ob der nächste Analyselauf beginnen kann.

Informationen zum GC-Status

Wenn der GC für den Start eines Analyselaufs bereit ist, wird auf dem Touchscreen **STATUS** angezeigt: **READY**. Wenn eine Komponente des GC für den Start eines Analyselaufs nicht bereit ist, wird alternativ auf dem Touchscreen **STATUS** angezeigt: **NOT READY** und die Anzeige **Not Ready** leuchtet auf dem vorderen GC-Bedienfeld auf. Durch Drücken der Registerkarte **Diagnostics** werden Gründe für die fehlende Betriebsbereitschaft des GC angezeigt.

Warntöne

Der GC stellt Informationen über Pieptöne zur Verfügung.

Eine Reihe von Warnsignalen ertönt, bevor eine Abschaltung stattfindet. Der GC beginnt mit einem einzelnen Piepton. Je länger das Problem bestehen bleibt, desto mehr Pieptöne gibt der GC ab. Die problembehaftete Komponente wird nach kurzer Zeit abgeschaltet, der GC sendet ein Warnsignal aus und eine kurze Meldung wird angezeigt. So wird beispielsweise eine Folge von Pieptönen abgegeben, wenn der Gasfluss des Einlasses den Sollwert nicht erreichen kann. Die Meldung **Gasflussabschaltung am Einlass** wird kurz angezeigt. Der Gasfluss wird nach 2 Minuten abgeschaltet.

Ein durchgehender Piepton wird abgegeben, wenn ein Wasserstoff-Fluss abgeschaltet wird oder eine thermische Abschaltung erfolgt.

WARNUNG

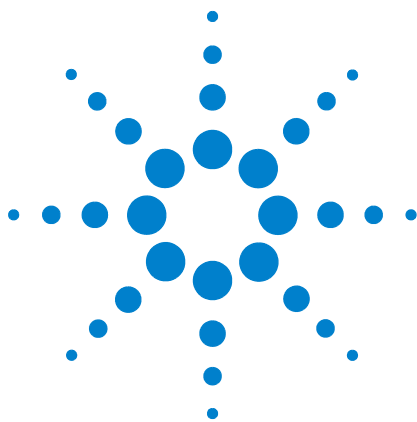
Bevor Sie den GC-Betrieb wieder aufnehmen, sollten Sie die Ursache für die durch das Wasserstoffproblem verursachte Abschaltung ausfindig machen und beheben.

Ein einzelner Piepton wird abgegeben, wenn ein Problem vorliegt, das aber den GC nicht an der Durchführung des Analyselaufs hindert. Der GC gibt einen Piepton ab und zeigt eine Nachricht an. Der GC kann den Analyselauf starten und die Warnmeldung verschwindet, sobald ein Lauf startet.

Fehlermeldungen zeigen Hardwareprobleme an, die ein Eingreifen des Nutzers erfordern. Abhängig von der Art des Fehlers piept der GC gar nicht oder einmal.

Fehlerbedingungen

Tritt ein Problem auf, wird eine Statusmeldung angezeigt. Falls die Meldung einen Hardwareschaden anzeigt, sind eventuell weitere Informationen verfügbar.



4 Methoden und Sequenzen

- Was ist eine Methode? 58
- Was wird in einer Methode gespeichert? 59
- Was geschieht, wenn eine Methode geladen wird? 60
- Anzeigen oder Bearbeiten der aktiven Methode 61
 - Anzeigen der aktiven Methode 61
 - Bearbeiten einer Methode 63
- GC-Ausgangssignale 64
 - Analogsignale 65
 - Digitalsignale 68
 - Säulenkompensation 71
 - Testfeld 72
- Laden einer Methode 74
- Erstellen einer neuen Methode 75
- Ausführen von Methoden über den Touchscreen 76
 - Manuelle Probeninjektion mit einer Spritze und Start des Analyselaufs 76
 - Ausführen einer Methode zur Verarbeitung einer einzelnen Probe mit ALS 76
 - Abbruch einer Methode 77
- Was ist eine Sequenz? 78
- Behebbarer Fehler 79



Was ist eine Methode?

Eine Methode ist eine Gruppe von Einstellungen, die für die Analyse einer bestimmten Probe notwendig sind.

Da jeder Probentyp im GC unterschiedlich reagiert – einige Proben erfordern eine höhere Säulentemperatur, andere einen niedrigeren Gasdruck oder einen anderen Detektor – muss für jede Analyseart eine besondere Methode erstellt werden.

Der Agilent Intuvo 9000 GC bietet Zugriff auf eine einzelne Methode, die als *aktive Methode* bezeichnet wird.

Diese Methode kann mithilfe des Touchscreens auf dem GC bearbeitet werden.

Zusätzliche Methoden können über das angeschlossene Datensystem erstellt und bearbeitet werden. Das verbundene Datensystem kann verwendet werden, um die aktive Methode auf dem GC zu ändern. Methoden, die auf einem verbundenen Datensystem erstellt wurden, werden vom Datensystem gespeichert.

HINWEIS

Das angeschlossene Datensystem kann verwendet werden, um Wach- und Schlafmethoden zu erstellen, die dann auf dem GC gespeichert werden. Obwohl diese Methoden nicht optisch auf dem GC dargestellt werden, können sie nach dem Herunterladen aus dem angeschlossenen Datensystem über die Geräteplanfunktionalität des GC verwendet werden. Siehe „[Ressourcenschutz](#)“ auf Seite 152.

Was wird in einer Methode gespeichert?

Einige der in einer Methode gespeicherten Einstellungen definieren, wie die Probe verarbeitet wird, wenn die Methode eingesetzt wird. Beispiele für Methodeneinstellungen sind u.a.:

- Das Flusspfadtemperaturprogramm
- Der Trägergastyp und -durchflussmengen
- Der Detektortyp und -durchflussmengen
- Der Einlasstyp und -durchflussmengen
- Der Säulentyp
- Die Zeitdauer, wie lange eine Probe zu verarbeiten ist

Datenanalyse- und Berichtsparameter werden ebenfalls in einer Agilent Datensystem-Methode gespeichert, wie z.B. OpenLAB CDS oder MassHunter Software. Diese Parameter beschreiben, wie das von der Probe generierte Chromatogramm zu interpretieren und welcher Berichtstyp auszudrucken ist. Der GC speichert keine Einstellungen zur Datenanalyse und -berichterstattung.

Die GC-Methode speichert auch ALS-Sollwerte. Weitere Informationen zu Sollwerten für das unterstützte ALS entnehmen Sie bitte dem Handbuch *Installation des 7693 ALS For the Intuvo 9000 GC*:

- 7650 GC ALS
- 7693 GC ALS

Aktuelle Sollwertparameter werden gespeichert, wenn der GC ausgeschaltet wird, und geladen, wenn das Gerät wieder angeschaltet wird.

Was geschieht, wenn eine Methode geladen wird?

Der Agilent Intuvo 9000 GC kann mehrere Methoden speichern. Nur auf eine einzige Methode, die als aktive Methode bezeichnet wird, kann über den Touchscreen zugegriffen werden. (Diese wird auch als die aktuelle Methode bezeichnet.) Die in dieser Methode definierten Einstellungen sind die Einstellungen, die derzeit im GC verwendet werden.

Wenn die aktive Methode über das Datensystem eingestellt wird oder wenn die aktive Methode auf dem GC bearbeitet wird, werden die Sollwerte der aktiven Methode sofort durch die Sollwerte der geladenen Methode ersetzt.

- Die ausgewählte Methode wird zur aktiven Methode.
- Die Anzeige Not Ready leuchtet so lange auf dem vorderen GC-Bedienfeld auf, bis der GC alle Einstellungen erreicht hat, die in der soeben aktivierten Methode angegeben sind.

Anzeigen oder Bearbeiten der aktiven Methode

Sie können die aktive Methode auf dem Touchscreen des GC anzeigen und bearbeiten.

Anzeigen der aktiven Methode

So zeigen Sie die aktiven Methoden-Sollwerte an:

Berühren Sie **Methods** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Methods“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 21](#).

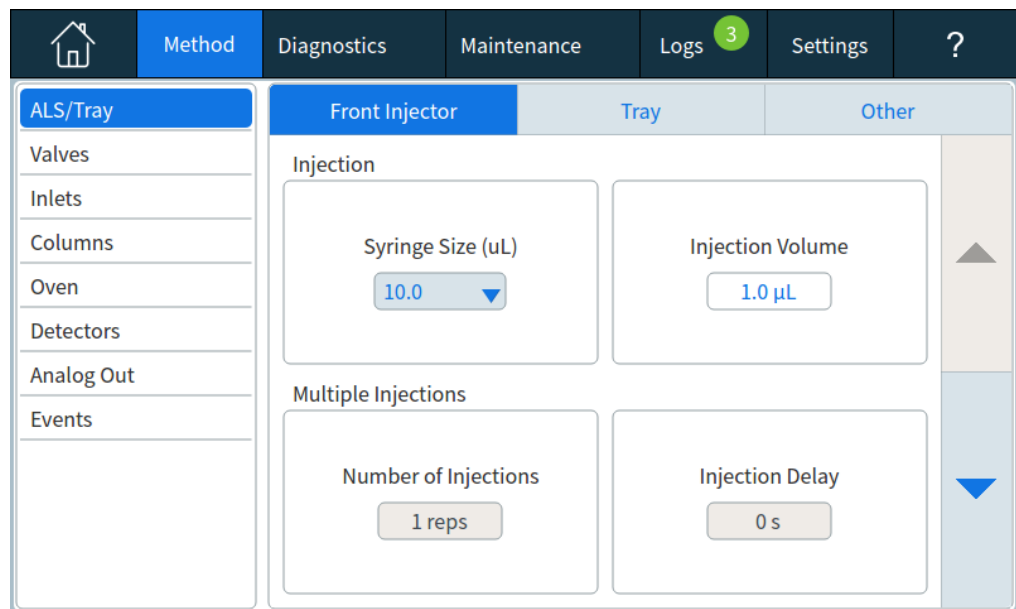


Abb. 21 Ansicht „Methods“

Im linken Fensterbereich werden die Typen von Parametern wie in [Abb. 21](#) aufgelistet. Im rechten Bereich werden die Parameter des ausgewählten Typs angezeigt. Beachten Sie, dass die angezeigten Parameter von der aktuellen Konfiguration und anderen Methodeneinstellungen abhängen. Die Parameter erscheinen dynamisch basierend auf anderen Einstellungen. Bei Verwendung eines Einlasses im Splitless-Modus wird beispielsweise keine Split-Verhältniseinstellung angezeigt.

- **Ventile:** Zeigt eine Liste der möglichen Ventillokalisierungen zusammen mit dem Typ, der Position, der Bestückungszeit, der Injektionszeit, und ob sie aktiviert sind oder nicht. Die Ventilauswahl wird immer angezeigt, unabhängig davon, ob Ventile im GC installiert sind.

- **ALS:** Zeigt nähere Angaben zu dem installierten Probengeber einschließlich sämtlicher verfügbarer Einstellungen an.
- **Einlässe:** Zeigt nähere Angaben zu dem installierten Einlass an, einschließlich aller verfügbarer Einstellungen, sowie Einstellungen für den Guard-Chip-Heizer und die Busheizung.
- **Säulen:** Zeigt nähere Angaben zum Säulenflussmodus, zur Gleichgewichts-Einstellungszeit, zu den Druck- und Flusssollwerten sowie zu den Gradienteneinstellungen an.
- **Ofen:** Zeigt die Einstellungen für den Ofen, einschließlich Temperatur nach der Analyse, Gradienteneinstellungen, Gleichgewichts-Einstellungszeit und Zeit nach der Analyse, an.
- **Detektoren:** Zeigt die Einstellungen für den/die installierten Detektor(en) an, einschließlich Heizer-Sollwerten, Gasflüssen, Korrektoreinstellungen für die Trägergasflusseinstellungen, sowie detektorspezifische Einstellungen.
- **Analogausgang:** Zeigt die Einstellungen für analoge Ausgänge, einschließlich Signaltypen, Bereichen, Nulleinstellungen und Sollwerten, an.
- **Ereignisse:** Zeigt laufzeitprogrammierte Ereignisse an, wie z. B. Ventilschaltung oder Signaländerungen.

Um Änderungen an Parametern vorzunehmen oder um diese anzuzeigen, berühren Sie den Parametertyp im linken Fensterbereich und ändern dann seine Einstellungen im rechten Bereich bzw. zeigen sie an.

Um zur vorherigen Anzeige zurückzukehren, führen Sie eine der folgenden Optionen aus:

- Drücken Sie **Apply**, um Änderungen, die Sie an der aktiven Methode des GC vorgenommen haben, zu speichern.
- Drücken Sie **Close**, um zur vorherigen Ansicht zurückzukehren, ohne die am GC vorgenommenen Änderungen zu speichern.

Wenn Sie ein Agilent-Datensystem verwenden und die vorgenommenen Änderungen beibehalten möchten, verwenden Sie das Datensystem, um diese Änderungen in die Datensystem-Methode hochzuladen und speichern Sie sie bei Bedarf.

Bearbeiten einer Methode

Der GC bietet Ihnen zwei verschiedene Möglichkeiten, um Methoden zu bearbeiten:

- Standardbearbeitung
- On-The-Fly-Bearbeitung

Bei der Standardbearbeitung nehmen Sie die gewünschten Änderungen an der aktiven Methode vor und wenden die Änderungen dann auf den GC an. Die Vorgehensweise wird in „[Anzeigen der aktiven Methode](#)“ auf Seite 61 beschrieben.

On-the-Fly-Änderungen werden unmittelbar angewandt, wenn ein Parameterwert geändert wird, ohne dass die Änderungen auf den GC angewandt werden müssen. Die On-the-Fly-Bearbeitung steht zur Verfügung, wenn Sie von der Flusspfadseite in der Home-Ansicht auf einen Methodenparameter zugreifen. Siehe „[Flusspfad-Seite](#)“ auf Seite 45.

GC-Ausgangssignale

Ein Signal ist die GC-Ausgabe an ein Datenverarbeitungsgerät, analog oder digital. Dabei kann es sich um eine Detektorausgabe oder die Ausgabe von Fluss-, Temperatur- oder Drucksensoren handeln. Zwei Signalausgangskanäle sind vorhanden.

Die Signalausgabe kann je nach Ihrem Datenverarbeitungsgerät analog oder digital sein. Die analoge Ausgabe ist in einer von zwei Geschwindigkeiten verfügbar und eignet sich für Peaks mit Mindestbreiten von 0,004 Minuten (schnelle Datenrate) oder 0,01 Minuten (normale Rate). Die analoge Ausgabe liegt im Bereich von 0 bis 1 V, 0 bis 10 V.

So ändern Sie die Einstellungen für den analogen Ausgang: tippen Sie auf **Method > Analog Out**.

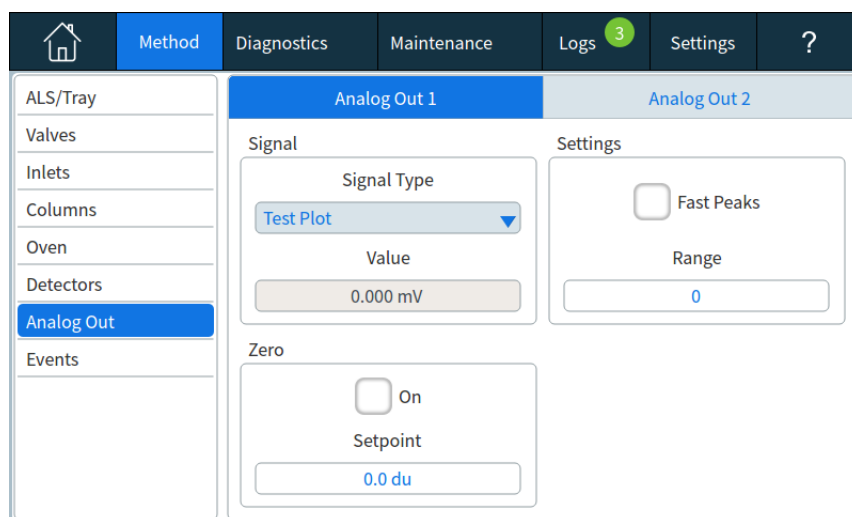


Abbildung 22 Analog Out Method-Einstellungen

Digitale Ausgabegeräte werden von Ihrem Agilent Datensystem bestimmt, beispielsweise OpenLAB CDS oder MassHunter Workstation.

Siehe [Tabelle 2](#) für die Umrechnung von Einheiten, die auf dem GC-Display angezeigt werden, in Einheiten, die in Agilent Datensystemen und Integratoren angezeigt werden.

Tabelle 2 Signalkonvertierungen

Signaltyp	1 Display-Einheit entspricht:
Detektor:	
FID, SPD	1,0 pA (1,0 · 10 ⁻¹² A)
FPD+	150 pA (150 · 10 ⁻¹² A)
WLD	25 µV (2,5 · 10 ⁻⁵ V)
EAD	1 Hz
Analogeingangsplatine (zur Verbindung des GC mit einem Detektor eines anderen Herstellers als Agilent)	15 µV
Nicht-Detektor:	
Thermisch	1 °C
Pneumatisch:	
Fluss	1 ml/Min.
Druck	1 Druckeinheit (psi, bar oder kPa)
Diagnose	Gemischt, teilweise unskaliert

Bei der Ausgabe eines Säulendrucksignals meldet der GC den Druck in absoluten Einheiten. So würde beispielsweise ein Einlassdruck von 68,9 kPa als 170,2 kPa ausgewiesen werden.

Analogsignale

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

Analog Zero

Zero (Null) Zieht den von der Basislinie eingegeben Wert ab. Wählen Sie entweder **On (Ein)**, um Null auf den aktuellen Signalwert einzustellen, oder geben Sie eine Zahl zwischen -500.000 und +500.000 als Sollwert für die Subtraktion von der Basislinie ein.

The screenshot shows the 'Analog Out 1' configuration page. On the left is a sidebar menu with options: ALS/Tray, Valves, Inlets, Columns, Oven, Detectors, Analog Out (highlighted), and Events. The main content area is split into two columns: 'Signal' and 'Settings'. In the 'Signal' column, 'Signal Type' is a dropdown menu showing 'Test Plot', and 'Value' is a text input field containing '0.000 mV'. In the 'Settings' column, there is a checkbox for 'Fast Peaks' which is unchecked, and a 'Range' input field containing '0'. Below these is a 'Zero' section with an 'On' checkbox (unchecked) and a 'Setpoint' input field containing '0.0 du'.

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

Analogbereich

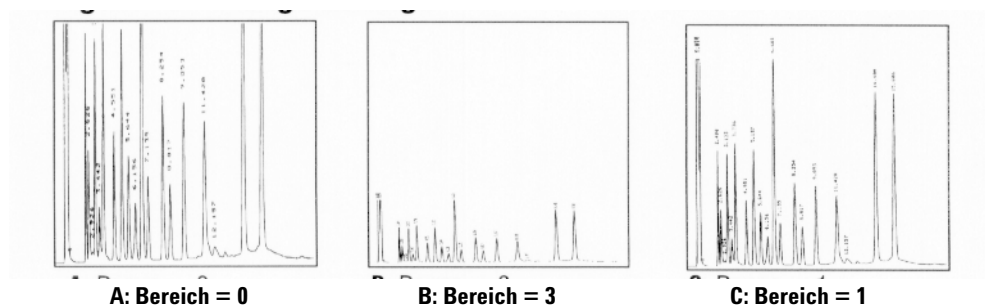
Range (Bereich) Skaliert vom Detektor eingehende Daten.

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

Wenn ein Chromatogramm wie A oder B in der nachfolgenden Abbildung aussieht, müssen die Daten skaliert werden (wie in C), damit alle Peaks auf dem Papier zu sehen sind.

Gültige Sollwerte liegen zwischen 0 und 13 und entsprechen 20 (= 1) bis 213 (= 8192). Wird ein Sollwert um 1 geändert, ändert sich die Höhe des Chromatogramms um den Faktor 2. Dies wird

in den folgenden Chromatogrammen veranschaulicht. Verwenden Sie den kleinstmöglichen Wert, um Integrationsfehler zu minimieren.



Es gibt Grenzen für verwendbare Bereichseinstellungen für manche Detektoren. In der Tabelle werden gültige Bereichswerte nach Detektor aufgezählt.

Tabelle 3 Bereichsgrenzen

Detektor	Verwendbare Bereichseinstellungen (2x)
FID	0 bis 13
SPD	0 bis 13
FPD+	0 bis 13
WLD	0 bis 6
EAD	0 bis 6
Analogeingang	0 bis 7

Der Bereich kann laufzeitprogrammiert werden.

Analoge Datenraten

Ihr Integrator bzw. Recorder muss schnell genug sein, um vom GC eingehende Daten zu verarbeiten. Wenn das jeweilige Gerät der Schnelligkeit des GC nicht gerecht wird, werden die Daten möglicherweise beschädigt. Dies zeigt sich in der Regel in Form von verbreiterten Spitzen und einem Verlust der Auflösung.

Die Geschwindigkeit wird über die Bandbreite gemessen. Ihr Recorder oder Integrator sollte über eine Bandbreite verfügen, die doppelt so groß ist wie die des gemessenen Signals.

Der GC ermöglicht den Betrieb mit zwei Geschwindigkeiten. Die höhere Geschwindigkeit lässt minimale Peak-Breiten von 0,004 Minuten (Bandbreite von 8 Hz) zu, während die Standardgeschwindigkeit minimale Peak-Breiten von 0,01 Minuten (Bandbreite von 1,6 Hz) zulässt.

Bei Verwendung der Funktion schnelle Peaks sollte Ihr Integrator bei etwa 15 Hz betrieben werden.

Auswahl von schnellen Peaks (Analogausgang)

- 1 Drücken Sie **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration)**.
- 2 Wählen Sie **Analog Out** (Analogausgang).
- 3 Aktivieren Sie das Kontrollkästchen neben **Fast Peaks** (Schnelle Peaks).

Agilent rät von der Verwendung von **schnellen Peaks** mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor ab. Da die Gasströme bei 5 Hz wechseln, wird der Gewinn an Peakbreite durch die Zunahme des Rauschens aufgehoben.

Digitalisignale

Der GC gibt Digitalisignale nur an ein Agilent Datensystem aus. In den folgenden Erwägungen werden Funktionen beschrieben, die sich auf die an Datensysteme gesendeten Daten auswirken, nicht die Integratoren zur Verfügung stehenden analogen Daten. Greifen Sie über das Datensystem auf diese Funktionen zu. Diese Funktionen sind über den GC-Touchscreen oder die Browseroberfläche nicht verfügbar.

Null-Signal

Nur über Agilent Datensysteme verfügbar.

Digitale Signalausgänge reagieren auf einen Befehl zum Nullstellen, indem sie den Signalpegel zum Zeitpunkt des Befehls von allen zukünftigen Werten abziehen.

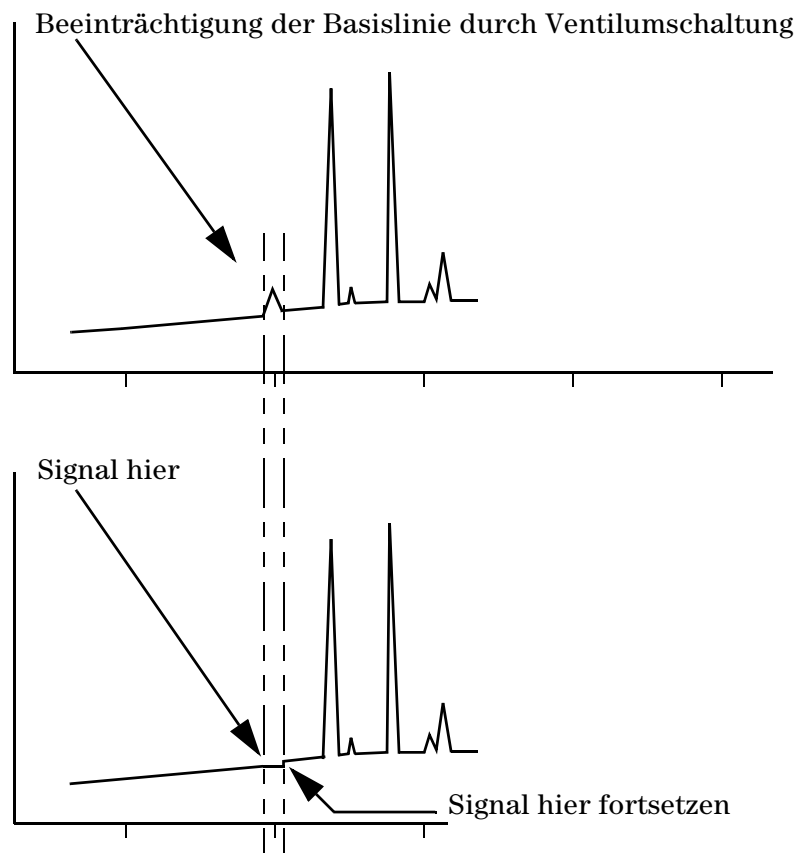
Signal Freeze and Resume (Signal anhalten und wieder aufnehmen)

Nur über Agilent Datensysteme verfügbar.

Bestimmte Laufzeitvorgänge, z. B. das Ändern von Signalzuweisungen oder das Umschalten eines Ventils, können die Basislinie beeinträchtigen. Auch andere Faktoren können die Basislinie beeinträchtigen. Der GC kann dies ausgleichen,

indem er das Signal bei einem bestimmten Wert anhält („einfriert“), diesen Signalwert für eine festgelegte Zeit nutzt und anschließend den normalen Signalausgang wieder fortsetzt.

Stellen Sie sich ein System vor, in dem ein Schaltventil verwendet wird. Wenn das Ventil umschaltet, tritt eine Anomalie in der Basislinie auf. Durch Anhalten und Fortsetzen des Signals kann die Anomalie entfernt werden, sodass die Software zur Peak-Erkennung und -Integration mit weniger Aufwand ausgeführt werden kann.



Datenraten mit Agilent Datensystemen

Der GC kann Daten mit unterschiedlichen Datenraten verarbeiten. Jede entspricht einer minimalen Peak-Breite. In der Tabelle werden die Auswirkungen der Datenratenauswahl aufgeführt.

Tabelle 4 Datenverarbeitung im Agilent Datensystem

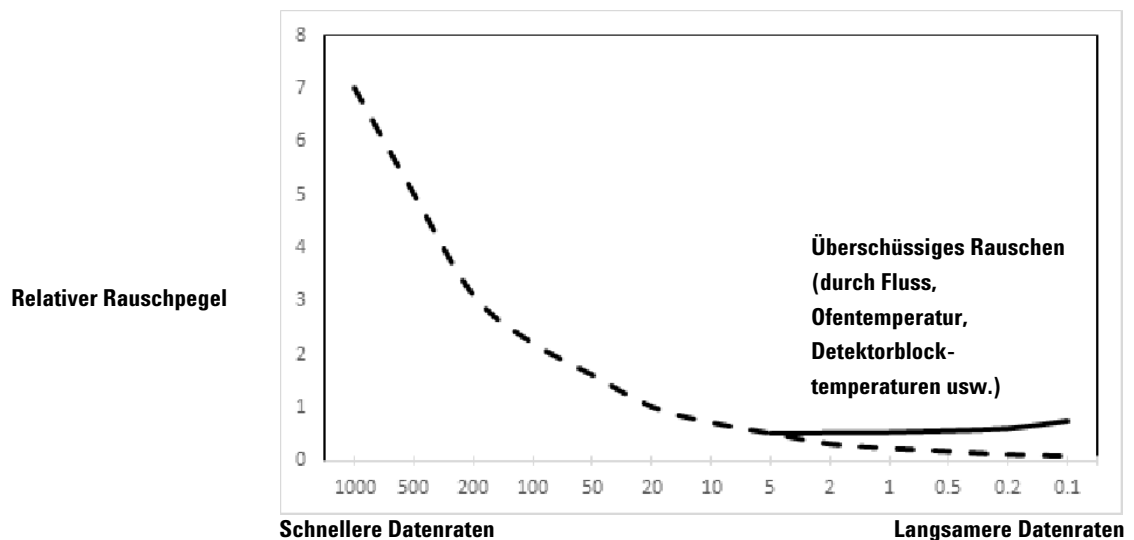
Datenrate, Hz	Minimale Peak-Breite, Minuten	Relatives Rauschen	Detektor	Säulentyp
1.000	0,0002	6,96	FID/SPD	Enge Bohrung, 0,05 mm
500	0,0004	5	FID/SPD	Enge Bohrung, 0,05 mm
200	0,001	3,1	FID/FFD+/SPD	Enge Bohrung, 0,05 mm
100	0,002	2,2	FID/FFD+/SPD	Kapillare
50	0,004	1,6	EAD/FID/FFD+/SPD	↓
20	0,01	1	EAD/FID/FFD+/SPD	
10	0,02	0,7	EAD/FID/FFD+/SPD	
5	0,04	0,5	EAD/FID/FFD+/SPD/WLD	
2	0,1	0,3	EAD	↓
1	0,2	0,22	EAD	
0,5	0,4	0,16	EAD	
0,2	1,0	0,10	EAD	
0,1	2,0	0,07	EAD	

Die Datenrate kann nicht während einer Analyse geändert werden.

Bei den schnelleren Probenraten kommt es zu einem höheren relativen Rauschen. Durch eine Verdoppelung der Datenrate kann die Peak-Höhe verdoppelt werden, wobei das relative Rauschen um 40 % steigt. Obwohl das Rauschen steigt, ist das Signal-Rauschen-Verhältnis bei den schnelleren Raten besser.

Dieser Vorteil tritt nur dann in Erscheinung, wenn die ursprüngliche Rate zu niedrig war, was zu einer Verbreiterung der Peaks und einer verringerten Auflösung führte. Wir empfehlen, die Datenraten so zu wählen, dass das Produkt von Datenrate und Peak-Breite in Sekunden etwa 10 bis 20 beträgt.

Die Abbildung zeigt das Verhältnis zwischen relativem Rauschen und Datenraten. Das Rauschen sinkt mit der Abnahme der Datenrate, bis Sie bei Datenraten von etwa 5 Hz gelangen. Mit der Verlangsamung der Datenrate steigt der Rauschpegel durch andere Faktoren, beispielsweise thermisches Rauschen.

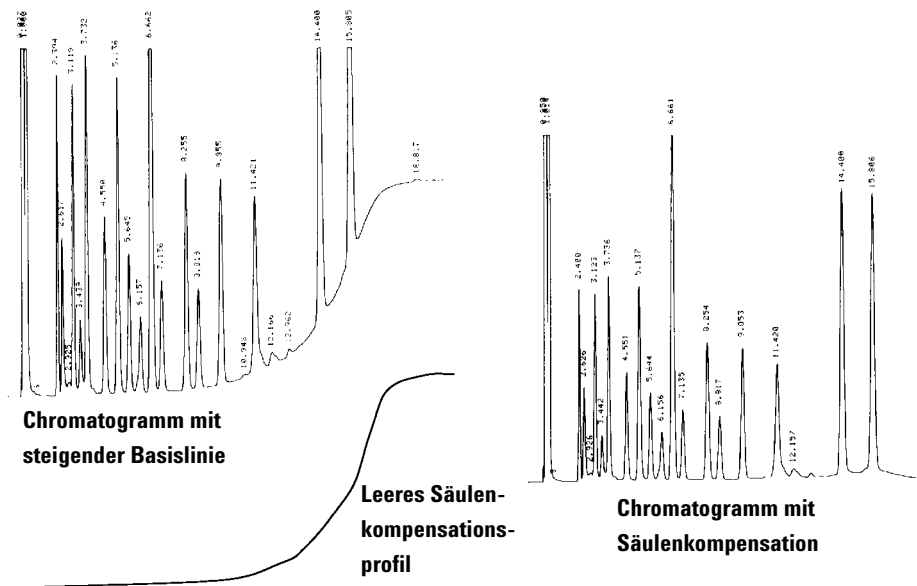


Säulenkompensation

Bei der temperaturprogrammierten Analyse nimmt das Säulenbluten mit steigender Ofentemperatur zu. Dies verursacht eine ansteigende Basislinie, die den Peak-Nachweis und die Peak-Integration erschwert. Die Säulenkompensation korrigiert diesen Anstieg der Basislinie.

Eine Säulenkompensationsanalyse wird ohne injizierte Probe durchgeführt. Der GC erfasst eine Matrix an Datenpunkten von allen Detektoren, unabhängig davon, ob sie installiert, ausgeschaltet oder in Betrieb sind. Wenn ein Detektor nicht installiert oder ausgeschaltet ist, ist dieser Teil der Matrix mit Nullen ausgefüllt.

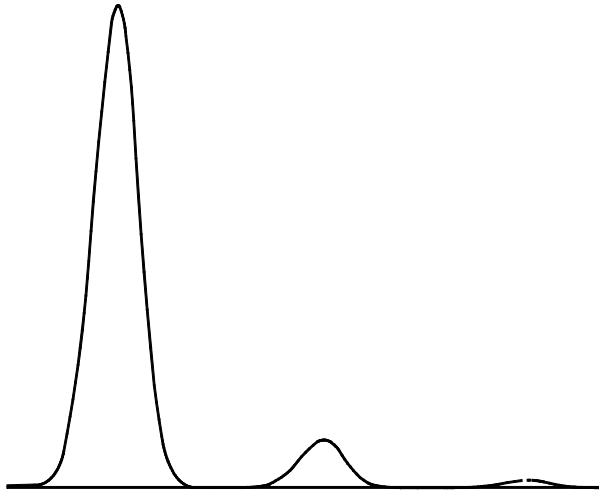
Jede Matrix definiert jeweils einen Kurvensatz für jeden Detektor, der von der echten Analyse subtrahiert werden kann, um eine flache Basislinie zu erreichen. Dieses Konzept wird in der nachstehenden Abbildung illustriert.



Alle Bedingungen der Säulenkompensationsanalyse und der echten Analyse müssen identisch sein. Derselbe Detektor und dieselbe Säule, dieselbe Betriebstemperatur und dieselben Gasflussbedingungen müssen angewendet werden.

Testfeld

Das **Testfeld (Test Plot)** ist ein intern erzeugtes „Chromatogramm“, das einem Signalausgangskanal zugewiesen werden kann. Es besteht aus drei nach Basislinie aufgelösten, sich wiederholenden Peaks. Die Fläche des größten Peaks beträgt ca. 1 Voltsekunde, die mittlere ist das 0,1-Fache der größten und die kleinste ist das 0,01-Fache der größten.



Das **Testfeld** kann genutzt werden, um den Betrieb externer Datenverarbeitungsgeräte zu prüfen, ohne wiederholte chromatografische Analysen durchführen zu müssen. Es kann außerdem als stabiles Signal genutzt werden, um die Ergebnisse verschiedener Datenverarbeitungsgeräte zu vergleichen.

Testfeld ist die Standardauswahl für Analogausgänge. Bei Verwendung der Browseroberfläche oder eines Datensystems kann das Testfeld auch als digitales Signal ausgewählt werden

Laden einer Methode

Die aktive Methode kann mithilfe des Touchscreens auf dem GC bearbeitet werden. Siehe „[Bearbeiten einer Methode](#)“ auf Seite 63.

Auf einem angeschlossenen Datensystem können weitere Methoden erstellt und bearbeitet werden.

Das angeschlossene Datensystem kann zum Festlegen der aktiven Methode auf dem GC verwendet werden.

Einzelheiten zur Einstellung der aktiven Methode aus dem verbundenen Datensystem finden Sie in der Dokumentation des Datensystems.



Erstellen einer neuen Methode

Neue Methoden können nicht vom GC-Touchscreen aus erstellt werden, obwohl die aktive Methode bearbeitet werden kann.


Zusätzliche Methoden können auf einem verbundenen Datensystem oder über die Browseroberfläche erstellt und bearbeitet werden.

Ausführen von Methoden über den Touchscreen


Manuelle Probeninjektion mit einer Spritze und Start des Analyselaufs

- 1 Bereiten Sie die Probenspritze für die Injektion vor.
- 2 Stellen Sie die gewünschte Methode ein.
 - Bei Anschluss an ein Datensystem können Sie die gewünschte Methode auf den GC laden. Siehe „[Laden einer Methode](#)“ auf Seite 74.
 - Bei eigenständigem GC-Betrieb können Sie die aktive Methode nach Wunsch bearbeiten. Siehe „[Bearbeiten einer Methode](#)“ auf Seite 63.
- 3 Navigieren Sie zur Ansicht **Home** und drücken Sie **Prep Run** . Weitere Informationen finden Sie unter „[Analyse-Bedienelemente](#)“ auf Seite 41.
- 4 Warten Sie, bis der Status **Ready** angezeigt wird.
- 5 Führen Sie die Spritzennadel durch das Septum bis ganz in den Einlass hinein.
- 6 Drücken Sie gleichzeitig den Spritzenkolben herunter, um die Probe zu injizieren. Drücken sie dann auf **Start** .

Ausführen einer Methode zur Verarbeitung einer einzelnen Probe mit ALS

- 1 Bereiten Sie die Probe für die Injektion vor.
- 2 Setzen Sie das Probenfläschchen in die zugewiesene Position im ALS-Probenteller oder -Karussell ein.
- 3 Stellen Sie die gewünschte Methode ein.
 - Bei Anschluss an ein Datensystem können Sie die gewünschte Methode auf den GC laden. Siehe „[Laden einer Methode](#)“ auf Seite 74.
 - Bei eigenständigem GC-Betrieb können Sie die aktive Methode nach Wunsch bearbeiten. Siehe „[Bearbeiten einer Methode](#)“ auf Seite 63.
- 4 Navigieren Sie zur Ansicht **Home** und drücken Sie auf **Start** , **um die Methode zur ALS-Spritzenreinigung, zum Laden der Probe und zur Probeninjektion zu starten.** Wenn die Probe in die Spritze geladen ist, wird sie automatisch injiziert, sobald der GC den Bereitschaftszustand erreicht hat. Weitere Informationen finden Sie unter „[Analyse-Bedienelemente](#)“ auf Seite 41.

Abbruch einer Methode

- 1 Berühren Sie **Stop** .
- 2 Wenn Sie bereit sind, wieder Analysen laufen zu lassen, stellen Sie die gewünschte Methode ein.
 - Bei Anschluss an ein Datensystem können Sie die gewünschte Methode auf den GC laden. Siehe „[Laden einer Methode](#)“ auf Seite 74.
 - Bei eigenständigem GC-Betrieb können Sie die aktive Methode nach Wunsch bearbeiten. Siehe „[Bearbeiten einer Methode](#)“ auf Seite 63.

Was ist eine Sequenz?

Eine Sequenz ist eine Liste von zu analysierenden Proben in Verbindung mit der für jede Analyse zu verwendenden Methode.


Sequenzen können über ein verbundenes Datensystem oder über die Browseroberfläche erstellt und bearbeitet werden.

Behebbarer Fehler

Manche Fehler, etwa ein fehlendes ALS-Fläschchen oder die falsche Größe eines Headspace-Probengeberfläschchens, rechtfertigen vielleicht nicht immer das Stoppen einer ganzen Sequenz. Diese Fehler werden als *behebbarer Fehler* bezeichnet, da Sie sie möglicherweise beheben und die Ausführung einer Sequenz, falls gewünscht, fortsetzen können.

Mithilfe eines angeschlossenen Agilent Datensystems können Sie steuern, wie der GC auf diese Fehlerarten reagiert. Ob die Sequenz pausiert oder nicht, vollständig abbricht, mit der nächsten Probe fortfährt usw. wird für jeden Typ von behebbarer Fehler in der Sequenz eingestellt.

Beachten Sie, dass das Datensystem nur festlegt, was mit der *nächsten*, nicht der *aktuellen* Analyse in der Sequenz geschieht, außer bei Einstellung auf sofortigen Abbruch. (In diesem Fall werden der aktuelle Lauf und die Sequenz normalerweise abgebrochen.)

Beispielsweise wird die aktuelle Analyse durch Tippen auf die Schaltfläche **Stop**  auf dem GC-Touchscreen stets angehalten. Die Sequenz kann jedoch so eingestellt werden, dass die gesamte Sequenz mit dem nächsten Lauf fortgesetzt, pausiert oder abgebrochen wird.

Nähere Informationen zum Ablauf dieser Funktion in Ihrem Datensystem siehe Hilfe und Dokumentation.

4 Methoden und Sequenzen



5 Diagnostik

Über „Diagnostics“	82
Systemzustandsbericht	82
Automatisiertes Testen	83
Anwenden der Ansicht „Diagnostics“	84
Durchführen von Diagnosetests	86

Über „Diagnostics“

Der GC verfügt über Diagnosefunktionen für Einlässe, Detektoren und andere installierte Komponenten. Dies beinhaltet sowohl vom Benutzer durchgeführte Tests als auch automatische Tests, die der GC ohne Eingriff des Benutzers durchführt.

Über die Ansicht „Diagnostics“ erhalten Sie Zugriff auf die vom Benutzer initiierten Diagnosetests.

Darüber hinaus bietet die Ansicht eine Liste aller aktuellen Warnungen und Systemzustandsbericht. Siehe [Abb. 23](#).

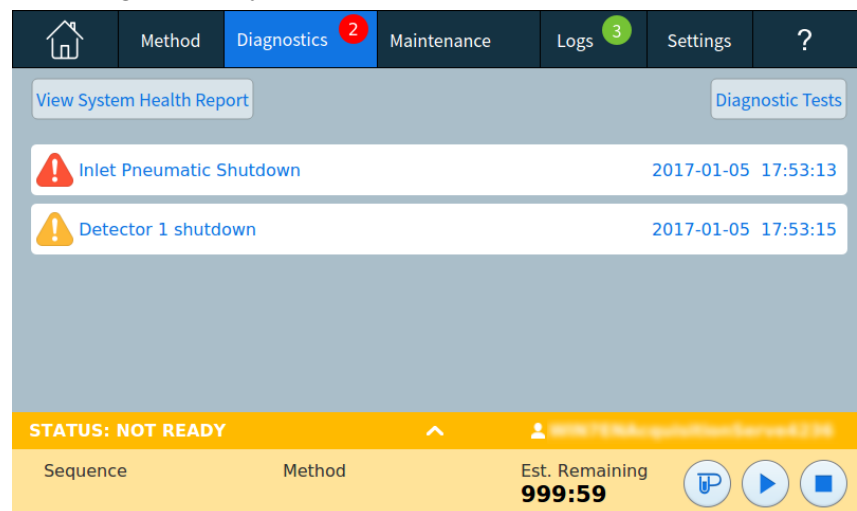


Abbildung 23 Ansicht „Diagnostics“

Systemzustandsbericht

So greifen Sie auf den Systemzustandsbericht zu

- 1 Drücken Sie **Settings**.
- 2 Drücken Sie **About**.
- 3 Drücken Sie **View System Health Report**.

Der Systemzustandsbericht wird angezeigt.

Der Systemzustandsbericht enthält die folgenden Arten von Informationen:

- Systeminformationen
- Details zur Systemkonfiguration
- Bedingungen des aktiven Geräts
- Details zu Säulen

- Details für die frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben
- Diagnosetestergebnisse
- Netzwerkinformationen
- Snapshot-Informationen zum Status

Automatisiertes Testen

Der GC führt kontinuierliche, automatische Tests der folgenden Elemente durch. Wenn ein Fehler auftritt, erscheint eine Warnung auf dem GC und ein Eintrag wird in dem entsprechenden Protokoll vorgenommen.

Detektor:

- Netzspannung
- ADC (Analog/Digital-Konverter)-Referenzen
- FID-Flamme erloschen
- NPD-Perle offen/schwach
- Anzünder offen/schwach
- Kollektor schwach

EPC (elektronische Pneumatiksteuerung)

ADC (Analog/Digital-Konverter)-Referenzen

Stellantriebbewegungen

Thermik:

- Sensor offen/schwach
- Fehlender Heizer
- Falscher Heizer
- Heizerstrom:
 - Ruhestrom
 - Ableitstrom

Konfigurationsfehler

Anwenden der Ansicht „Diagnostics“

So verwenden Sie die Ansicht „Diagnostics“

- 1 Tippen Sie auf dem Touchscreen auf **Diagnostics**. Die Ansicht „Diagnostics“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 23](#). Die Ansicht enthält eine Liste aller aktuellen Warnungen.
- 2 Tippen Sie auf **Diagnostic Tests**. Die Seite „Diagnostic Tests“ wird eingeblendet.

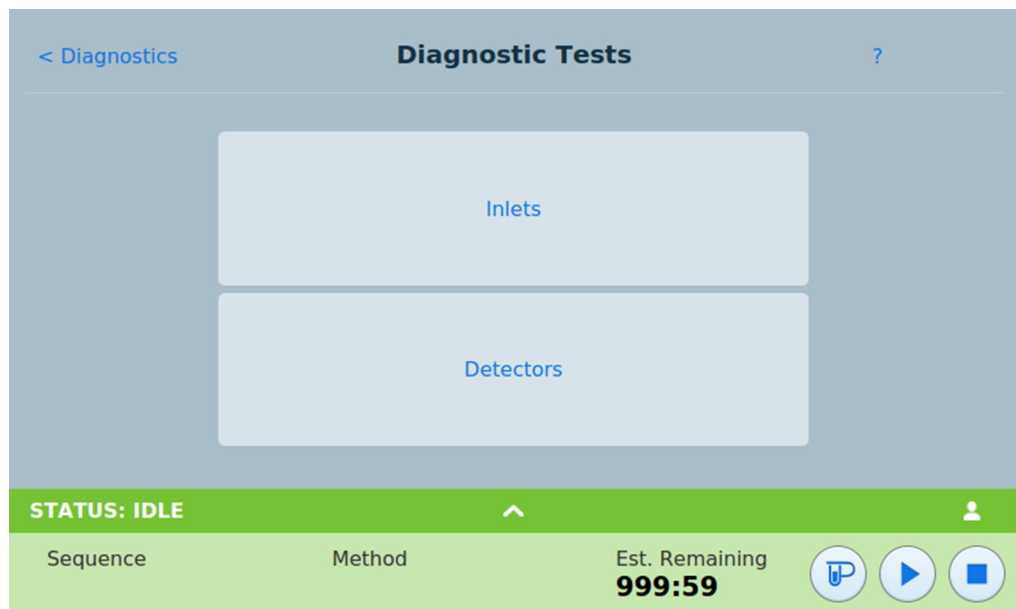


Abb. 24 Seite „Diagnostic Tests“

- 3 Tippen Sie nach Wunsch auf **Einlässe** oder **Detektoren**. Die entsprechende Seite wird eingeblendet. Beispielsweise wird durch Tippen auf **Einlässe** die Seite „Inlet Diagnostic Tests“ aufgerufen. Siehe [Abb. 25](#).

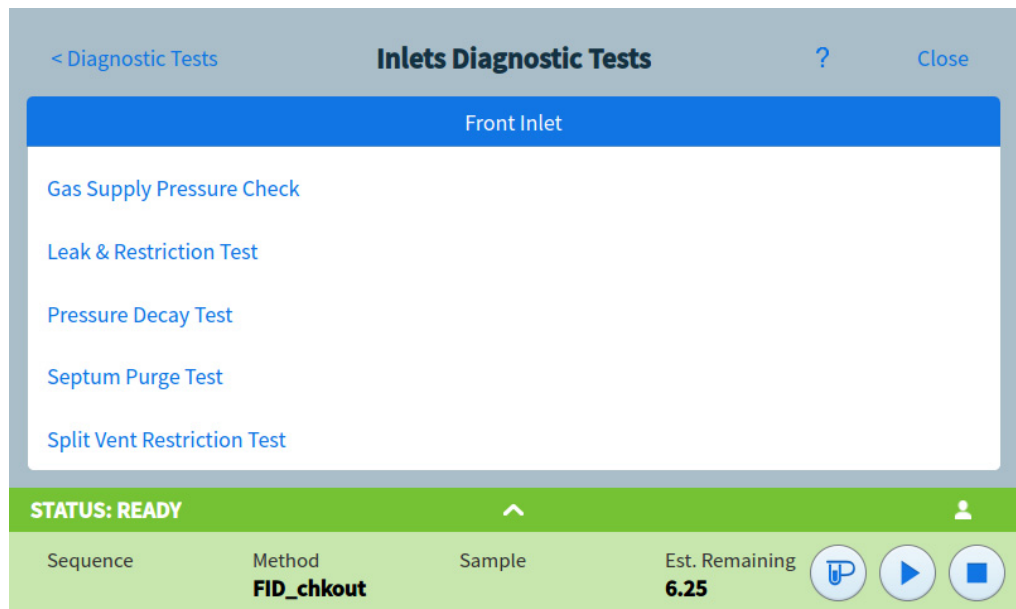


Abb. 25 Seite „Inlet Diagnostic Tests“

Durchführen von Diagnosetests

Zur Durchführung eines Diagnosetests:

- 1 Greifen Sie aus der Ansicht „Diagnostics“ auf den gewünschten Test zu. Siehe [„Anwenden der Ansicht „Diagnostics““](#) auf Seite 84.
- 2 Drücken Sie auf den gewünschten Test. Die entsprechende Testseite wird eingeblendet. Die Testseite enthält eine Testbeschreibung und einen Hinweis auf den getesteten Parameter. Siehe [Abb. 26](#).

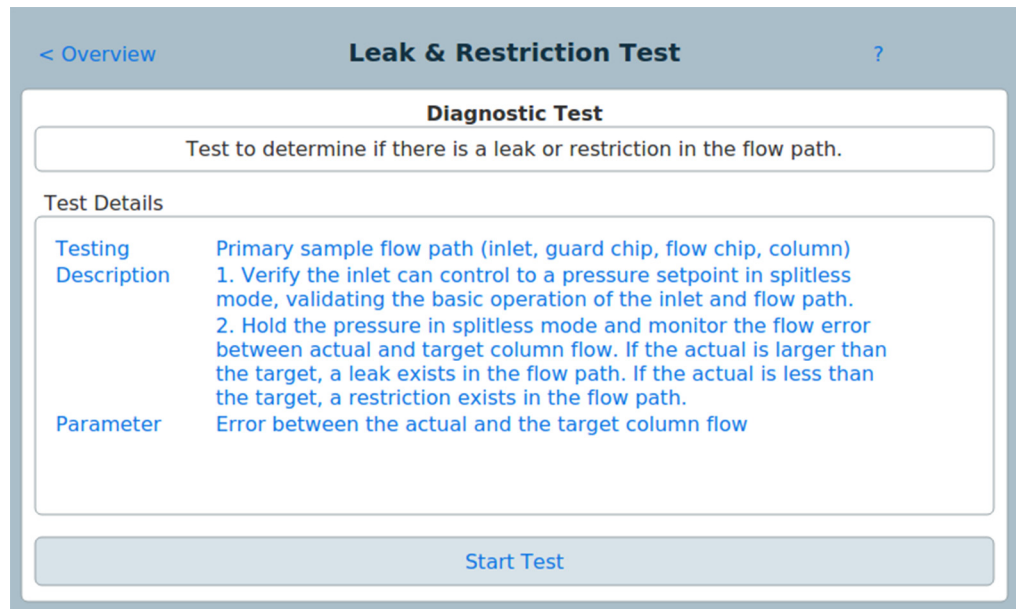


Abb. 26 Seite „Leak & Restriction Test“

- 3 Drücken Sie **Start Test**. Der Test wird eingeleitet. Nähere Angaben zum Test werden zusammen mit den Testergebnissen angezeigt. Siehe [Abb. 27](#).



Abb. 27 Seite „Leak & Restriction Test“

Der aktuell laufende Test kann durch Drücken von **Cancel (Abbrechen)** abgebrochen werden. Ein Dialogfeld öffnet sich, in dem Sie bestätigen müssen, dass Sie den Test abbrechen möchten. Siehe Abb. 28.

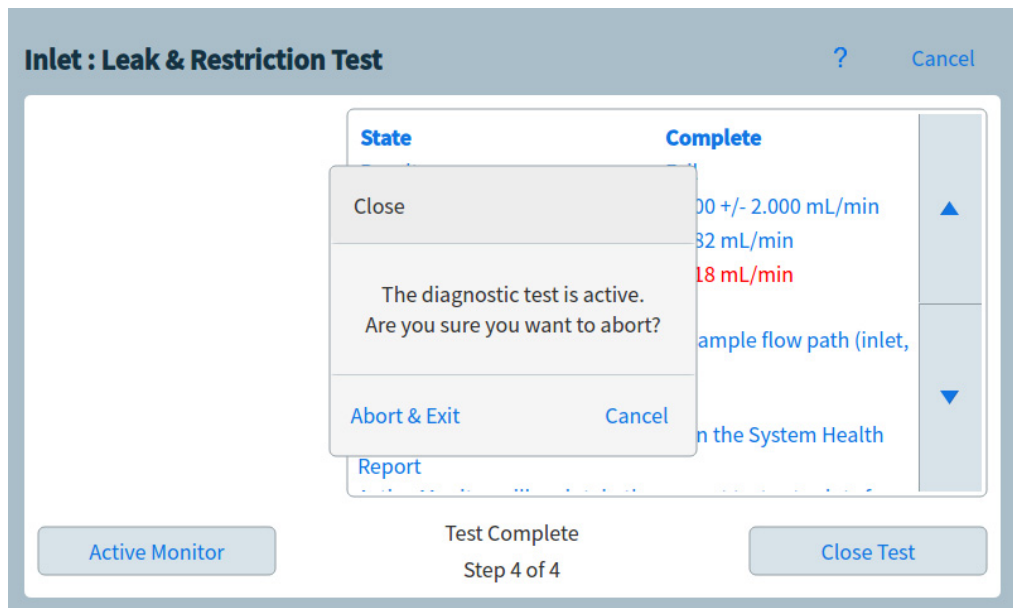


Abb. 28 Dialogfeld „Abort“



6 Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben

Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben (EMF) 90

Zählertypen 90

Grenzwerte 90

Standardgrenzwerte 91

Verfügbare Zähler 93

Anzeige der Wartungszähler 97

So aktivieren oder ändern Sie einen Grenzwert für einen EMF-Zähler oder setzen ihn zurück 98

EMF-Zähler für Autosampler 100

Zähler für 7693A und 7650 ALS mit EMF-fähiger Firmware 100

Zähler für ALS mit früherer Firmware 100

EMF-Zähler für MS-Instrumente 101

Dieser Abschnitt beschreibt die Funktion „Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben“, die auf dem Agilent Intuvo 9000 GC zur Verfügung steht.



Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben (EMF)

Die GC-Funktion bietet Injektions-, Durchlauf- und Zeit-basierte Zähler für eine Reihe von Verbrauchsmaterialien und Wartungsteilen und für das Gerät selbst. Verwenden Sie diese Zähler, um die Verwendung zu überwachen, sodass diese Elemente ersetzt oder aufbereitet werden können, bevor eine potenzielle Verschlechterung die Chromatografie-Ergebnisse beeinflussen kann.

Bei Verwendung eines Agilent Datensystems können diese Zähler von innerhalb des Datensystems aus eingestellt und zurückgesetzt werden.

Zählertypen

Zähler stehen für Injektionen, Analysen und die Zeit zur Verfügung. Sie werden nachfolgend im Einzelnen beschrieben.

Injektionszähler inkrementieren, wenn am GC eine Injektion über einen ALS-Injektor, Headspace-Probengeber oder ein Probenventil erfolgt. Durch manuelle Injektionen werden die Zähler nicht inkrementiert. Der GC inkrementiert nur Zähler, die mit dem Einspritz-Fließweg verbunden sind.

Die **Laufzähler** werden anhand der Anzahl der Durchläufe des GC inkrementiert.

Die **Zeitähler** werden anhand der GC-Uhr inkrementiert. Änderungen an den Einstellungen der GC-Uhr wirken sich auf das Alter der überwachten Verbrauchsmaterialien aus.

Grenzwerte

Die EMF-Funktion bietet zwei Warngrenzwerte: **Service Due** und **Service Warning**. Wenn ein Zähler seinen Grenzwert überschreitet, erscheint eine Statusanzeige auf der Schaltfläche **Maintenance** auf dem GC-Touchscreen.

Durch Tippen auf die Schaltfläche **Maintenance** wird die Ansicht „Maintenance“ aufgerufen. Siehe [Abb. 29](#).

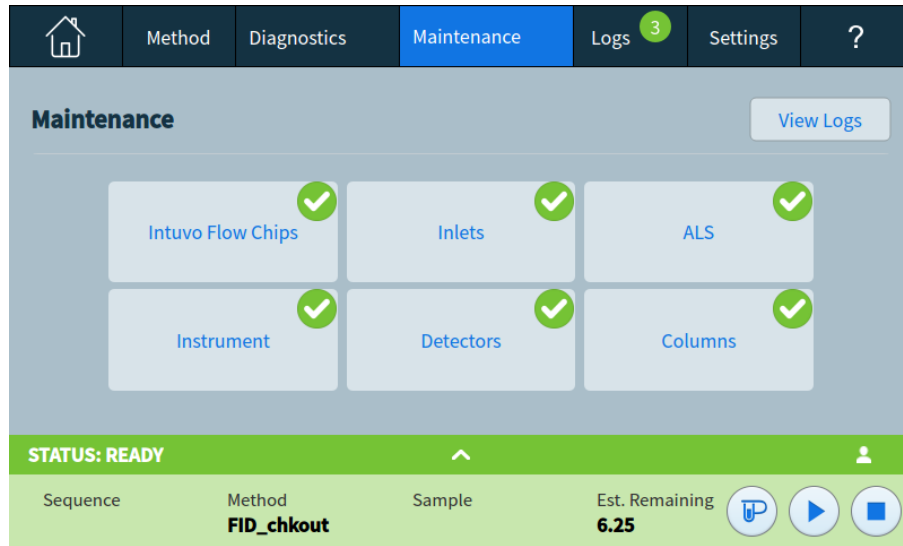


Abb. 29 Wartungsansicht

Für jede installierte Komponente stehen Auswahloptionen zur Verfügung.

Für jedes Element sind zwei Grenzwerte einstellbar:

- **Service Due:** Wenn der Zähler diese Anzahl Injektionen, Läufe oder Tage übersteigt, erscheint ein rotes Warnsymbol auf der entsprechenden Schaltfläche, und im **Maintenance Log** wird ein Eintrag vorgenommen.
- **Service-Warnung:** Wenn der Zähler diese Anzahl Injektionen oder Tage übersteigt, erscheint ein oranges Warnsymbol auf der entsprechenden Schaltfläche, was darauf hinweist, dass für diese Komponente eine baldige Wartung erforderlich ist.

Beide Grenzwerte werden für jeden Zähler unabhängig voneinander eingestellt. Sie können nach Bedarf einen oder beide Werte aktivieren. Der **Service Due**-Grenzwert muss größer als der **Service Warning**-Grenzwert sein.

Standardgrenzwerte

Ausgewählte Zähler verfügen über Standardgrenzwerte, die als Ausgangspunkt zu verwenden sind.

Wenn Sie einen Standardgrenzwert ändern möchten, geben Sie einen konservativen Grenzwert auf Grundlage Ihrer Erfahrung ein. Verwenden Sie die Warnfunktion, um eine Meldung zu

6 Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben

erhalten, wenn eine Wartung näher rückt und überwachen Sie die Leistung der Funktion, um zu bestimmen, ob der **Service Due**-Grenzwert zu hoch bzw. zu niedrig ist.

Für EMF-Zähler müssen Sie möglicherweise die Grenzwerte basierend auf den Anforderungen Ihrer Anwendungen anpassen.

Verfügbare Zähler

Tabelle 5 listet die gängigsten verfügbaren Zähler auf. Die verfügbaren Zähler variieren basierend auf den installierten GC-Optionen und Verbrauchsmaterialien.

Tabelle 5 Häufig verwendete EMF-Zähler

GC-Komponente	Teile mit einem Zähler	Typ	Standardwert für Service Warning	Standardwert für Service Due	
Einlässe					
SSL	Septum	Anzahl Injektionen	160	200	
	Einsatz	Anzahl Injektionen	160	200	
	Einsatz O-Ring	Anzahl Injektionen	800	1000	
	Split-Auslassfilter	Anzahl Injektionen	8.000	10.000	
	O-Ring an oberer Schweißung	Anzahl Injektionen	8.000	10.000	
	Einsatz	Zeit	24 Tage	30 Tage	
	O-Ring	Zeit	48 Tage	60 Tage	
	Split-Auslassfilter	Zeit	148 Tage	185 Tage	
	O-Ring an oberer Schweißung einfügen	Zeit	48 Tage	60 Tage	
	Guard-Chip	Anzahl Injektionen	80	100	
	Guard-Chip	Zeit	72 Tage	90 Tage	
	MMI	Einsatz	Anzahl Injektionen		200
		Einsatz	Zeit		30 Tage
Einsatz O-Ring		Anzahl Injektionen		1.000	
Einsatz O-Ring		Zeit		60 Tage	
Septum		Anzahl Injektionen		200	
Split-Auslassfilter		Anzahl Injektionen		10.000	
Split-Auslassfilter		Zeit		6 Monate	
Kühlzyklen		Anzahl Injektionen			
Säulen	Untere Dichtung reinigen	Anzahl Injektionen		1.000	
	Injektionen in Säule	Anzahl Injektionen	200.000	250.000	
	Laufzähler	Anzahl der Durchläufe	200.000	250.000	

Tabelle 5 Häufig verwendete EMF-Zähler (Fortsetzung)

GC-Komponente	Teile mit einem Zähler	Typ	Standardwert für Service Warning	Standardwert für Service Due
	Zeit über programmiertem Maximum	Zeit	20 Tage	25 Tage
	Zeit über Höchsttemperatur	Zeit	20 Tage	25 Tage
	Max angewendete Temperatur	Grad C	360	450
	Einschaltzeit	Zeit	388,2 Tage	485,25 Tage
	Betätigungen	Zyklen	200.000	250.000
Intuvo Fluss-Chips (Bus)				
	Injektionen	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Laufzähler	Anzahl der Durchläufe	200.000	250.000
	Zeit über Höchsttemperatur	Zeit	20 Tage	25 Tage
	Max angewendete Temperatur	Grad C	360	450
	Einschaltzeit	Zeit	388,2 Tage	485,25 Tage
Detektoren				
FID	Kollektoreinrichtung	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Düse	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Zündungen	Anzahl von Zündversuchen	200.000	250.000
	Detektor-Auslauf	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Detektor-Auslauf	Zeit	148 Tage	185 Tage
WLD	Schaltmagnetventil	Einschaltzeit		
	Einschaltzeit Glühdraht	Einschaltzeit		
	Detektor-Auslauf	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Detektor-Auslauf	Zeit	148 Tage	185 Tage
EAD	Zeit seit Wischtest	Einschaltzeit		6 Monate
	Detektor-Auslauf	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Detektor-Auslauf	Zeit	148 Tage	185 Tage
SPD	Perlen	Anzahl Injektionen		
	Keramik	Anzahl Injektionen		
	Perlen-Basislinien-Offset	pA-Wert		
	Angewandter Perlen-Strom	Ampere		

Tabelle 5 Häufig verwendete EMF-Zähler (Fortsetzung)

GC-Komponente	Teile mit einem Zähler	Typ	Standardwert für Service Warning	Standardwert für Service Due
	Perlen-Stromintegral	pA-sec-Wert		
	Einschaltzeit Perlen	Einschaltzeit		Blos-Perlen: 2.400 Std.
	Detektor-Auslauf	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Detektor-Auslauf	Zeit	148 Tage	185 Tage
FFD ⁺	PMT	Anzahl Injektionen		
	PMT	Einschaltzeit		6 Monate
	Detektor-Auslauf	Anzahl Injektionen	200.000	250.000
	Detektor-Auslauf	Zeit	148 Tage	185 Tage
Ventile				
Ventil	Rotor	Aktivierungen (Anzahl Injektionen)		
	Maximale Temperatur	Wert		
Instrument				
Instrument	Einschaltzeit Gerät	Zeit	730 Tage	912,5 Tage
	Analysezahl Gerät	Anzahl der Durchläufe	200.000	250.000
	Gasfilter-Wartung	Zeit	148 Tage	185 Tage
	Plattennutzung	Prozentsatz	68%	85%
	Analysezeit Gerät	Zeit	730 Tage	912,5 Tage
ALS-Injektoren				
ALS	Spritze	Anzahl Injektionen		800
	Spritze	Zeit		2 Monate
	Nadel	Anzahl Injektionen		800
	Kolbenbewegungen	Wert		6.000
Massenspektrometer				
Massenspektrometer	Pumpe	Zeit (Tage)		1 Jahr
	Glühdraht 1	Zeit (Tage)		1 Jahr
	Glühdraht 2	Zeit (Tage)		1 Jahr
	Quelle (Zeit seit der letzten Reinigung)	Zeit (Tage)		1 Jahr

6 Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben

Tabelle 5 Häufig verwendete EMF-Zähler (Fortsetzung)

GC-Komponente	Teile mit einem Zähler	Typ	Standardwert für Service Warning	Standardwert für Service Due
	EMV bei letztem Tune-Vorgang	V		2.600

Anzeige der Wartungszähler

So zeigen Sie die Wartungszähler an:

- 1 Drücken Sie die Schaltfläche **Maintenance** auf dem GC Touchscreen. Der Bildschirm „Maintenance“ wird angezeigt. Siehe [Abbildung 29](#) auf Seite 91.
- 2 Berühren Sie den gewünschten Komponententyp auf dem GC Touchscreen. Die ausgewählte Seite „Maintenance“ wird angezeigt. In der Status-Spalte wird der Zähler für die entsprechende Komponente aufgeführt. Siehe [Abb. 30](#).

Detector 1 - FID		Reset All
Part	Status	
✓ Collector assembly injections	46 injections	
✓ Detector tail age	5 wk 3 days 16 hrs	
✓ Detector tail injections	46 injections	
✓ Ignitor ignitions	25 ignitions	

STATUS: READY

Sequence	Method	Sample	Est. Remaining
	FID_chkout		6.25

Abb. 30 Seite „Detector Maintenance“

- 3 Scrollen Sie, um ggf. weitere Komponenten anzuzeigen.

So aktivieren oder ändern Sie einen Grenzwert für einen EMF-Zähler oder setzen ihn zurück

Wenn Sie den GC ohne Datensystem verwenden, aktivieren oder ändern Sie den Grenzwert für einen Zähler wie folgt:

- 1 Lokalisieren Sie den Zähler, den Sie ändern möchten. Siehe „Anzeige der Wartungszähler“ auf Seite 97.
- 2 Berühren Sie die Komponentenliste für den Zähler, den Sie ändern möchten. Das Dialogfeld „Settings“ für die ausgewählte Komponente wird eingeblendet. Siehe Abb. 31.

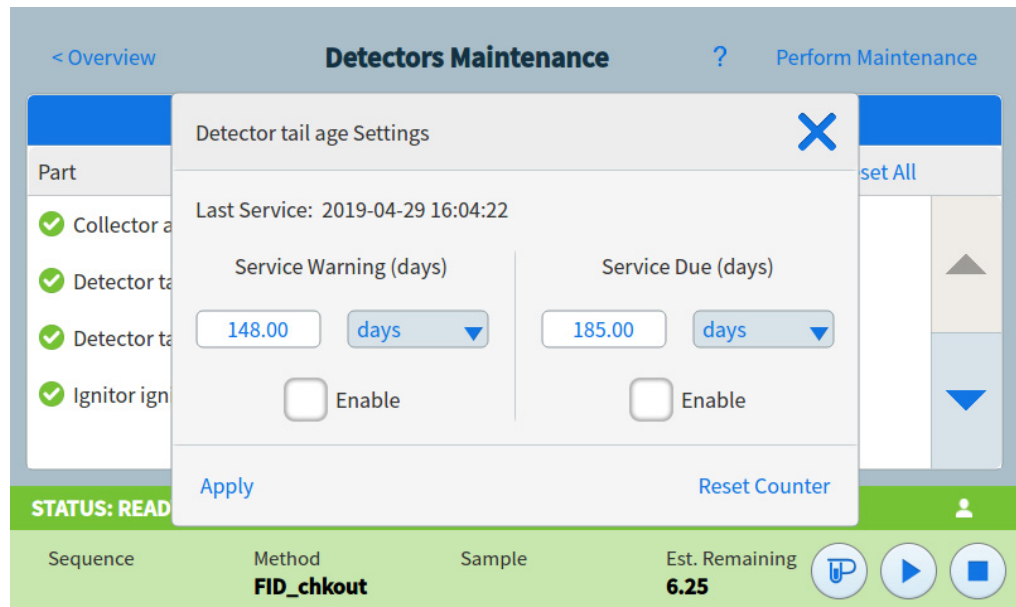


Abb. 31 Dialogfeld „Settings“

- 3 So setzen Sie den Zähler zurück:

HINWEIS

Die Zähler für Elemente, die Smart ID Key besitzen, können nicht zurückgesetzt werden. Dies betrifft Fluss-Chips, Säulen usw. Die Zählerdaten werden für jede Komponente im SmartID Key gespeichert und können nicht manuell modifiziert werden.

- a Drücken Sie **Reset Counter**. Ein Bestätigungsdialogfeld wird eingeblendet.
- b Drücken Sie **Yes**. Das Bestätigungsdialogfeld wird geschlossen.

- 4 So ändern Sie einen Schwellenwert:
 - a Berühren Sie den Schwellenwerteintrag. Ein Dateneingabe-Dialogfeld wird eingeblendet.
 - b Geben Sie den gewünschten Wert ein. Siehe „Standardgrenzwerte“ auf Seite 91.
 - c Drücken Sie **Apply**. Das Dialogfeld wird geschlossen. Der eingegebene Wert wird im entsprechenden Feld angezeigt.
- 5 Um eine Warnung zu aktivieren oder zu deaktivieren, wählen Sie **Enable** für den entsprechenden Zähler aus oder löschen die Auswahl.
- 6 Drücken Sie **Apply**. Das Dialogfeld „Settings“ wird geschlossen.

EMF-Zähler für Autosampler

Der GC bietet Zugriff auf die Zähler für einen installierten Autosampler. Die Funktionalität für ALS-Zähler hängt vom ALS-Modell und der Firmwareversion ab. In allen Fällen zeigt der GC den EMF-Zählerstatus und ermöglicht Ihnen, die Zähler mit dem GC-Touchscreen zu aktivieren, zu deaktivieren und zu löschen.

Zähler für 7693A und 7650 ALS mit EMF-fähiger Firmware

Wenn Sie einen Agilent 7693-Injektor mit Firmwareversion G4513A.10.8 (oder höher) oder einen 7650-Injektor mit Firmwareversion G4567A.10.2 (oder höher) verwenden, überwacht jeder Injektor unabhängig seine EMF-Zähler.

- Die Injektorzähler inkrementieren, solange der Injektor mit einem Agilent GC der Serie Intuvo 9000 verwendet wird. Sie können die Positionen auf demselben GC ändern oder den Injektor an einem anderen GC anbringen, ohne dass die aktuellen ALS-Zählerdaten verloren gehen.
- Der ALS meldet Grenzwertüberschreitungen nur, wenn er an einem Intuvo 9000 GC angebracht ist.

Zähler für ALS mit früherer Firmware

Wenn Sie einen 7693- oder 7650-Injektor mit früherer Firmware verwenden, überwacht der GC die Zähler für diesen Injektor. Der GC verwendet die Seriennummer des Injektors, um zwischen installierten Injektoren zu unterscheiden.

Jedes Mal, wenn der GC einen neuen Injektor erkennt (anderes Modell oder andere Seriennummer), setzt der GC die ALS-Zähler für den neuen Injektor zurück.

EMF-Zähler für MS-Instrumente

Bei Konfiguration für ein Agilent MS, das erweiterte Kommunikation unterstützt (z. B. ein MSD der Serie 5977 oder ein 7000C Dreifach-Quadrupol-MS), meldet der GC die EMF-Zähler als vom MS überwacht. Der MS bietet eine eigene EMF-Überwachung.

Wenn der GC mit einem früheren MS-Modell (z. B. einem MSD der Serie 5975 oder 7000B MS) verbunden ist, überwacht er die MS-Zähler. Der MS selbst bietet keine eigene EMF-Überwachung.

6 Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben



7 Protokolle

Protokoll-Ansicht 104

Dieser Abschnitt beschreibt die Protokollfunktionen, die auf dem Agilent Intuvo 9000 GC zur Verfügung stehen.

Protokoll-Ansicht

Die Ansicht „Logs“ bietet eine Auflistung von GC-Ereignissen, einschließlich Wartungsereignissen, Analyseereignissen, Sequenzereignissen, und Systemereignissen, sortiert nach Datum/Uhrzeit. Das Sequenzprotokoll enthält Sequenzen, die über die Browseroberfläche ausgeführt werden, und nicht Sequenzen, die mit dem Datensystem ausgeführt werden. Siehe [Abb. 32](#).

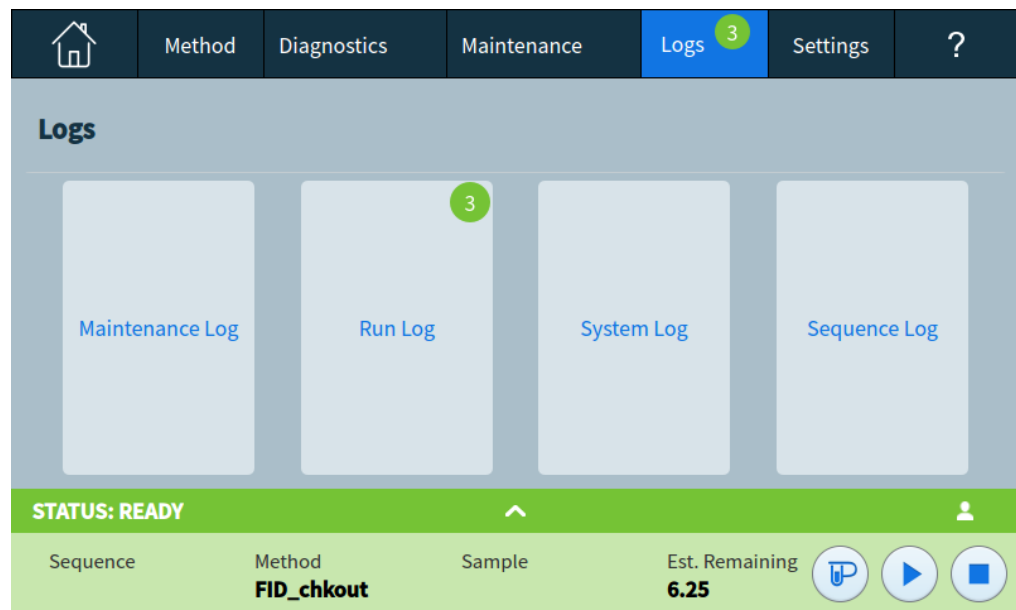


Abb. 32 Protokoll-Ansicht

Durch Drücken einer der Schaltflächen in der Ansicht „Logs“ gelangen Sie zur entsprechenden Protokollseite. Siehe [Abb. 33](#).

Maintenance Logs		?	Cancel
Date/Time ▼	Notes		
2017-01-11 16:54:12	Inlet 1 , Liner age serviced		
2017-01-11 16:54:12	Inlet 1 , Liner injections serviced		
2017-01-11 16:50:48	User Cleared Shutdown: Inlet Pneumatic Shutdown		
2017-01-05 17:53:16	Detector 1 shutdown		




STATUS: IDLE		^	WIN7ENAcquisitionServe4236
Sequence	Method	Est. Remaining	999:59
			  

Abb. 33 Seite „Maintenance Logs“

In den Wartungs- und Systemprotokollen sind die Elemente nach Datum und Zeit sortiert. Bei den Elementen in den Analyseprotokollen wird die relative Zeit (von Beginn der Analyse an) verwendet.

Verwenden Sie die Scroll-Schaltflächen, um durch die Protokolleinträge zu blättern.

Drücken Sie **Cancel**, um zur Protokollansicht zurückzukehren.



8 Settings

- Über „Settings“ 108
- Service-Modus 110
 - So setzen Sie Systemelemente zurück 112
- Über diesen GC 114
- Calibration 115
 - Wartung der EPC-Kalibrierung – Einlässe, Detektoren, PCM und AUX 116
 - So nullen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor 117
- Systemeinstellungen 118
 - Konfigurieren der IP-Adresse für den GC 119
 - So stellen Sie das Systemdatum und die Systemuhrzeit 120
 - So ändern Sie das Gebietsschema des Systems 121
 - So stellen Sie die Stromsparfunktionen am Gerät ein 122
 - So greifen Sie auf gespeicherte Laufdaten zu 123
 - So steuern Sie den Zugriff auf die Browseroberfläche 124
 - So ändern Sie die Einstellungen für den Remote Advisor 126
 - So führen Sie die Systemeinstellungsroutine aus 129
- Energieoptionen 133



Über „Settings“

Über die Ansicht „Settings“ (Einstellungen) erhalten Sie Zugriff auf die Konfigurations- und Systemeinstellungen für den GC.

Durch Tippen auf **Settings** auf dem Touchscreen wird die Ansicht „Settings“ eingeblendet. Siehe [Abb. 34](#).

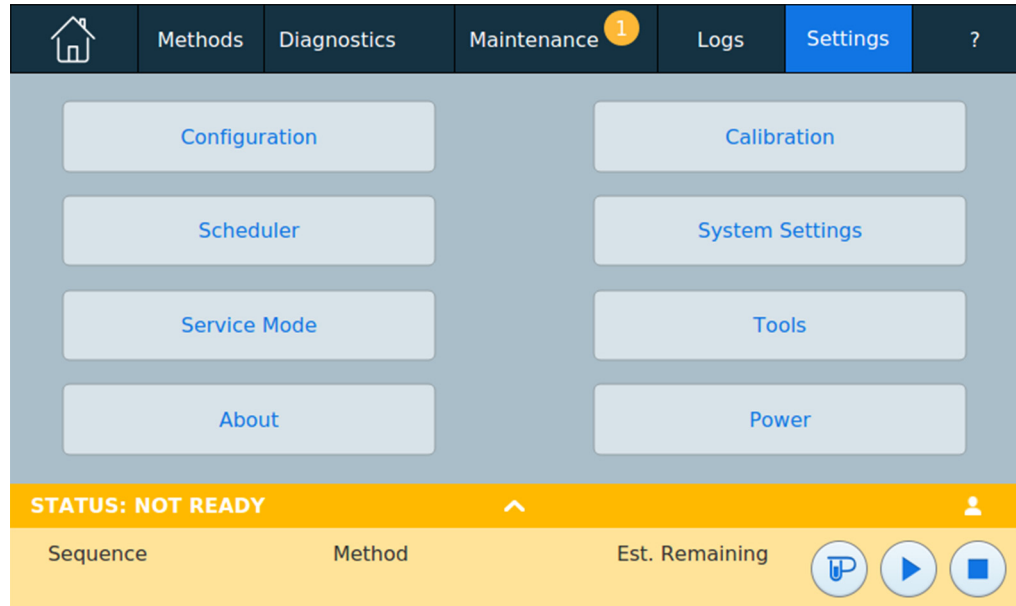


Abb. 34 Ansicht „Settings“

- Drücken Sie **Configuration**, um auf die Konfigurationseinstellungen für den GC zuzugreifen. (Siehe [„Konfiguration“](#) auf Seite 135.)
- Drücken Sie **Scheduler**, um auf die Geräteplaneinstellungen für den GC zuzugreifen. (Siehe [„Ressourcenschutz“](#) auf Seite 151.)
- Tippen Sie auf **Service Mode**, um auf die Servicemodus-Einstellungen für den GC zuzugreifen. (Siehe [„Service-Modus“](#) auf Seite 110.)
- Drücken Sie **About (Über)**, um Informationen über diesen GC aufzurufen.
- Drücken Sie **Calibration**, um auf die Kalibrierungsfunktionen zuzugreifen. (Siehe [„Calibration“](#) auf Seite 115.)

- Tippen Sie auf **System Settings**, um auf die Systemeinstellungen für den GC zuzugreifen, einschließlich Festlegen der Netzwerkadresse, Systemdatum und -uhrzeit, Touchscreen-Einstellungen, Informationen zur Systemeinrichtung usw. (Siehe „[Systemeinstellungen](#)“ auf Seite 118.)
- Drücken Sie **Tools**, um auf die Seite mit den Werkzeugen zuzugreifen. (Siehe „[Werkzeuge](#)“ auf Seite 131.)
- Drücken Sie **Power**, um das Dialogfeld „Power“ aufzurufen. (Siehe „[Energieoptionen](#)“ auf Seite 133.)

Service-Modus

Über die Service Modus-Funktion können Sie sich Details zu den installierten GC-Systemkomponenten anzeigen lassen. Dies umfasst Seriennummern, Firmware-Versionen, Spannungen, Ströme, Temperaturen usw.

HINWEIS

Der GC muss mit dem Internet verbunden sein, um nach verfügbaren Firmware-Updates zu suchen und diese zu installieren.

So prüfen Sie Ihre aktuelle Firmware-Version und suchen und installieren Sie ein Versionsupdate:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 34](#) auf Seite 108.
- 2 Drücken Sie **Service Mode**. Die Service Modus-Seite wird eingeblendet. Siehe [Abb. 35](#).

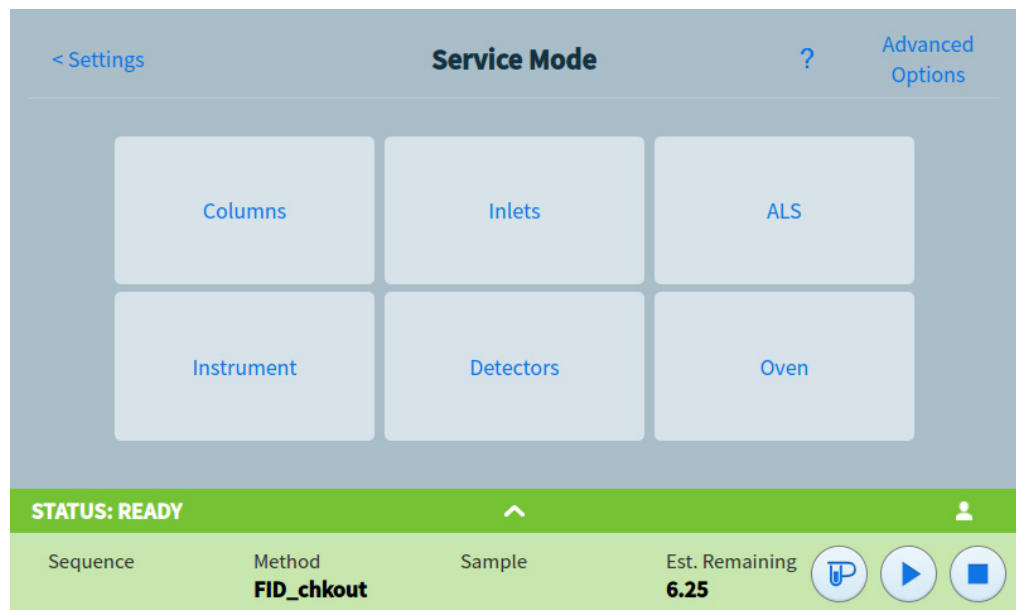


Abb. 35 Service Modus-Seite

HINWEIS

Der Link zu **Advanced Features** ist nur zur Anwendung durch das Agilent Service-Personal bestimmt.

- 3 Wählen Sie den gewünschten Komponententyp durch Drücken der entsprechenden Schaltfläche aus. Die Service Modus-Seite für die ausgewählte Komponente wird eingeblendet. Siehe [Abb. 36](#).

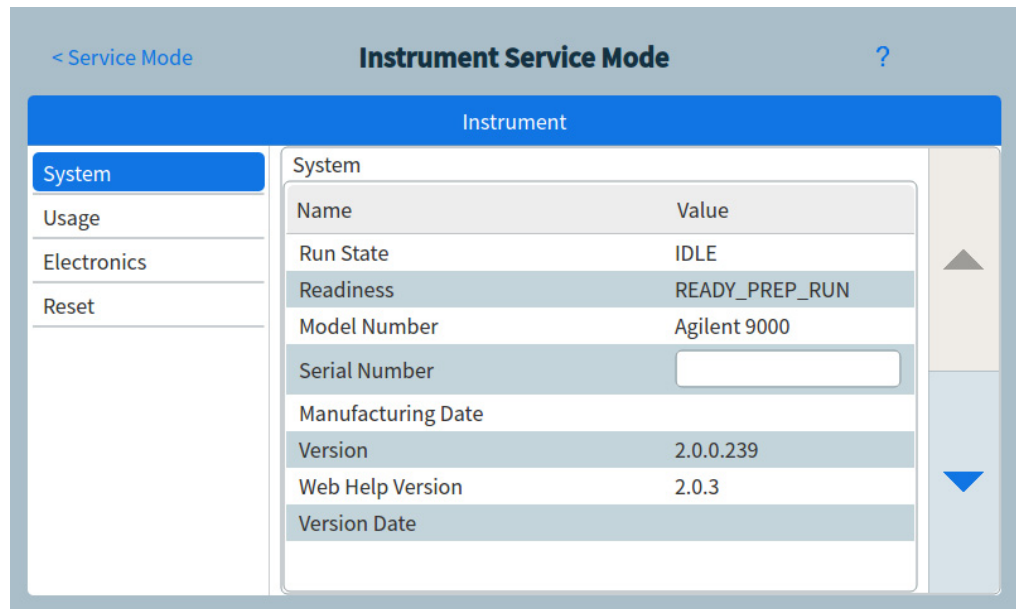


Abb. 36 Seite „Instrument Service Mode“

- 4 Verwenden Sie die Seitenauswahl-Schaltflächen links in der eingeblendeten Seite, um sich die dazugehörigen funktionsbezogenen Informationen anzeigen zu lassen.

So setzen Sie Systemelemente zurück

Bestimmte Elemente, wie beispielsweise Konfigurationseinstellungen, Standardwerte für die Benutzeroberfläche, Analyselaufdaten können zurückgesetzt werden.

HINWEIS

Systemelemente können nicht über die Browseroberfläche zurückgesetzt werden. Verwenden Sie den GC-Touchscreen, um diese Funktionen auszuführen.

Setzen Sie ein beliebiges Element nach Bedarf zurück. Das Löschen von Daten oder Einstellungen aus dem GC löscht diese Informationen auch aus der Browseroberfläche. **Die Änderungen sind dauerhaft und können nicht rückgängig gemacht werden.**

- 1 Tippen Sie auf der Seite „System Settings“ auf die Seitenauswahlschaltfläche **Reset**. Die Seite „Reset“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 37](#).

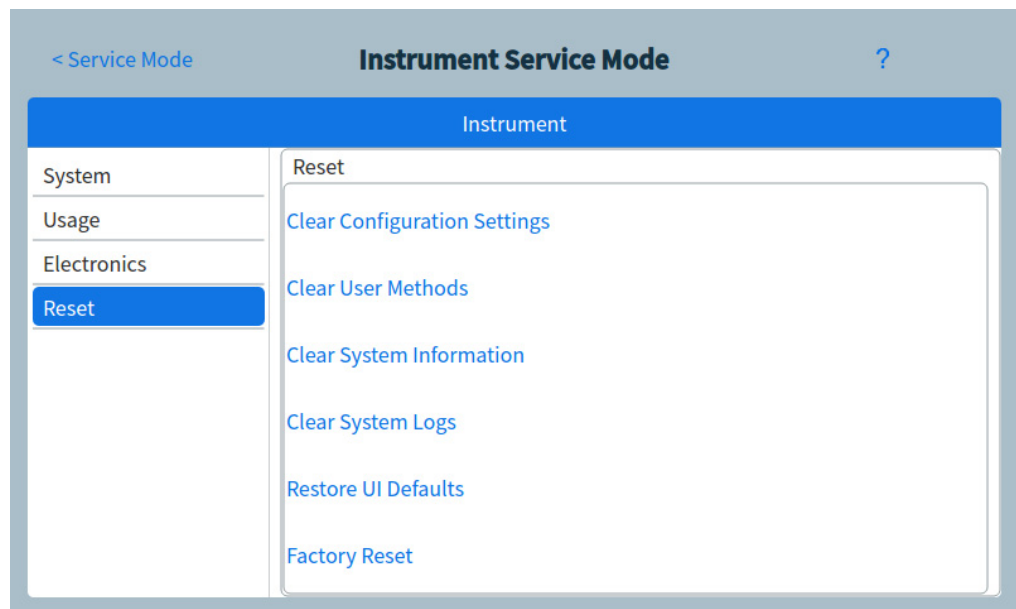


Abb. 37 Reset-Seite

- 2 Tippen Sie auf das Element, das Sie löschen oder zurücksetzen möchten. Ein Bestätigungsdiaologfeld wird eingeblendet.

Clear Configuration Settings (Konfigurationseinstellungen löschen): Setzt alle Konfigurationseinstellungen auf die Werkseinstellungen zurück (Gasarten, IP-Adresse, Flow Autozero o.ä.).

Clear User Methods (Benutzermethoden löschen): Löscht alle auf dem GC und der Browseroberfläche gespeicherten Benutzermethoden.

Clear System Information (Systeminformation löschen): Löscht die Daten und Protokolle zu Diagnose, Wartung und EMF, auf die über die Registerkarte Protokolle zugegriffen wird.

Clear System Logs (Systemprotokolle löschen): Löscht alle internen Geräteprotokolle.

Restore UI Defaults (Standardeinstellungen der Benutzeroberfläche wiederherstellen): Setzt alle Touchscreen-Einstellungen auf die Werkseinstellungen zurück.

Factory Reset (Werkseinstellungen): Löscht alle gespeicherten Daten, einschließlich Betriebsdaten, Nutzungsdaten, Protokolle, Konfigurationseinstellungen, Sequenzen und Methoden der Browseroberfläche usw. und versetzt das Gerät in einen nicht konfigurierten Zustand.

- 3 Tippen Sie auf **OK**. Das Dialogfeld wird geschlossen. Die ausgewählten Elemente werden entweder gelöscht oder zurückgesetzt.

Über diesen GC

Über die Funktion „About“ (Über) können Sie Details zu dem GC anzeigen.

Auf dem Bildschirm „About“ (Über) werden das Fertigungsdatum des GC, seine Seriennummer, die Firmware-Version sowie Hilfe- und Informationen-Revisionen aufgeführt.

So greifen Sie auf die Funktion „About“ zu:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 34](#) auf Seite 108.
- 2 Drücken Sie **About**. Die Seite „About“ wird angezeigt. Siehe [Abb. 38](#).



Abb. 38 Seite „About“

- 3 Drücken Sie **Cancel** auf der Seite „About“, um zur Einstellungsansicht zurückzukehren.

Calibration

Über die Funktion „Calibration“ können Sie die folgenden Elemente anpassen (sofern verfügbar):

- Einlässe
- Ofen
- Detektoren

So greifen Sie auf die Funktion „Calibration“ zu:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 34](#) auf Seite 108.
- 2 Drücken Sie **Calibration**. Die Seite „Calibration“ wird angezeigt. Siehe [Abb. 39](#).

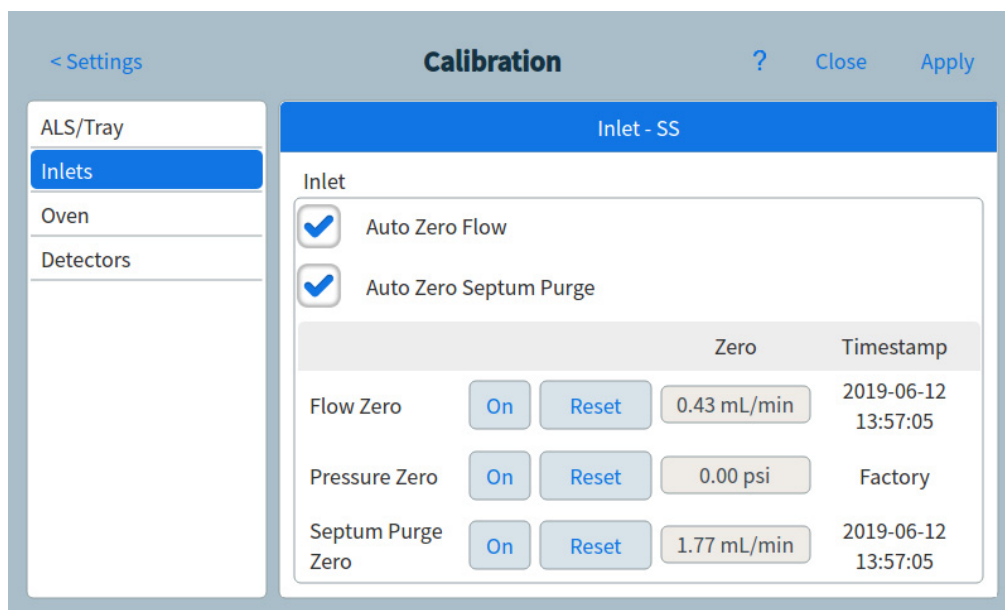


Abb. 39 Seite „Calibration“

- 3 Verwenden Sie die Seitenauswahl-Schaltflächen links in der eingeblendeten Seite, um sich die dazugehörigen funktionsbezogenen Informationen anzeigen zu lassen.
- 4 Nehmen Sie auf Wunsch Änderungen an den Kalibrierungseinstellungen vor. Weitere Informationen finden Sie unter „[Wartung der EPC-Kalibrierung – Einlässe, Detektoren, PCM und AUX](#)“ auf Seite 116“ und „[So nullen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor](#)“ auf Seite 117“.
- 5 Drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.

Wartung der EPC-Kalibrierung – Einlässe, Detektoren, PCM und AUX

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

Flusssensoren

Die Split/Splitless- und MMI-Einlassmodule verwenden Flusssensoren. Wenn die Funktion **Auto flow zero** aktiviert ist, werden sie nach jedem Durchlauf automatisch genullt. Dies ist die empfohlene Einstellung. Sie können auch manuell genullt werden; siehe „[So nullen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor](#)“ auf Seite 117.

Drucksensoren

Alle EPC-Steuerungsmodule verwenden Drucksensoren. Sie müssen einzeln genullt werden. Für Drucksensoren gibt es keine automatische Nullstellung.

Automatische Nullstellung des Flusses

Eine nützliche Kalibrierungsoption ist **Auto zero flow** (automatische Nullstellung des Flusses). Wenn diese Option ausgewählt ist, schaltet der GC am Ende eines Analyselaufs den Gasfluss zu einem Einlass ab, wartet, bis der Fluss auf Null abfällt, misst und speichert die Ausgabe des Flusssensors und schaltet den Gasfluss wieder ein. Dies dauert etwa zwei Sekunden. Die Nullpunktverschiebung wird verwendet, um künftige Flussmessungen zu korrigieren.

Automatische Nullstellung der Septumspülung

Diese Funktion ähnelt **Auto zero flow**, ist jedoch für den Septumspülfluss vorgesehen.

Bedingungen für die Nullstellung

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

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

Intervalle für die Nullstellung

Tabelle 6 Intervalle für die Nullstellung von Fluss- und Drucksensoren

Sensortyp	Modultyp	Nullstellungsintervall
Fluss	Alle	Verwenden Sie die Funktionen „Auto flow zero“ und/oder „Auto zero septum purge“.
Druck	Einlässe	
	Kleine Kapillarsäulen (ID höchstens 0,32 mm)	Jährlich
	Große Kapillarsäulen (ID > 0,32 mm)	Nach 3 Monaten, nach 6 Monaten und dann alle 12 Monate
	Zusatzkanäle	Jährlich
	Detektorgase	Jährlich

So nullen Sie einen bestimmten Fluss- oder Drucksensor

- Für Flusssensoren.** Überprüfen Sie, ob das Gas angeschlossen ist und fließt (eingeschaltet ist).
- Für Drucksensoren.** Trennen Sie die Gaszufuhrleitung an der Rückseite des GC ab. Ausschalten allein reicht nicht; das Ventil könnte lecken.
- Schließen Sie jegliche Gasleitungen wieder an, die Sie im vorherigen Schritt getrennt haben, und stellen Sie die Betriebsflüsse wieder her.

Systemeinstellungen

Zu den Systemeinstellungen gehören das Festlegen der Netzwerkadresse, Datum und Uhrzeit des Systems, Touchscreen-Thema, Festplattenspeicherplatz und Dateneinstellungen, Gebietsschema, Informationen zur Systemeinstellung und Statusparametereinstellungen.

So greifen Sie auf die Systemeinstellungen zu:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 34](#) auf Seite 108.
- 2 Drücken Sie **System Settings**. Die Seite „System Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 40](#).

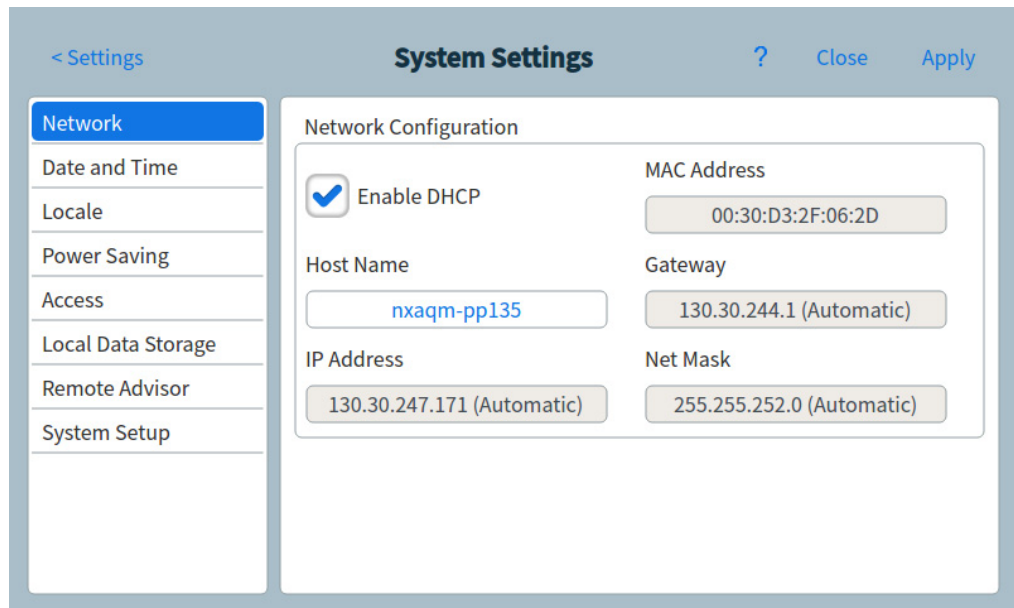


Abb. 40 Seite „Systemeinstellungen“

- 3 Verwenden Sie die Seitenauswahlschaltflächen links in der eingeblendeten Seite, um sich die dazugehörigen funktionsbezogenen Informationen anzeigen zu lassen.
- 4 Drücken Sie **Save**, um am GC vorgenommene Änderungen anzuwenden.

Konfigurieren der IP-Adresse für den GC

Für den Netzwerkbetrieb (LAN) benötigt der GC eine IP-Adresse. Diese kann er von einem DHCP-Server abrufen oder sie kann direkt über den Touchscreen eingegeben werden. Wenden Sie sich in beiden Fällen an Ihren LAN-Administrator für entsprechende Einstellungen.

So verwenden Sie einen DHCP-Server

- 1 Tippen Sie auf der Seite „System Settings“ auf die Seitenauswahlschaltfläche **Network**. Die Seite für die Netzwerkkonfiguration wird eingeblendet. Siehe [Abb. 41](#).

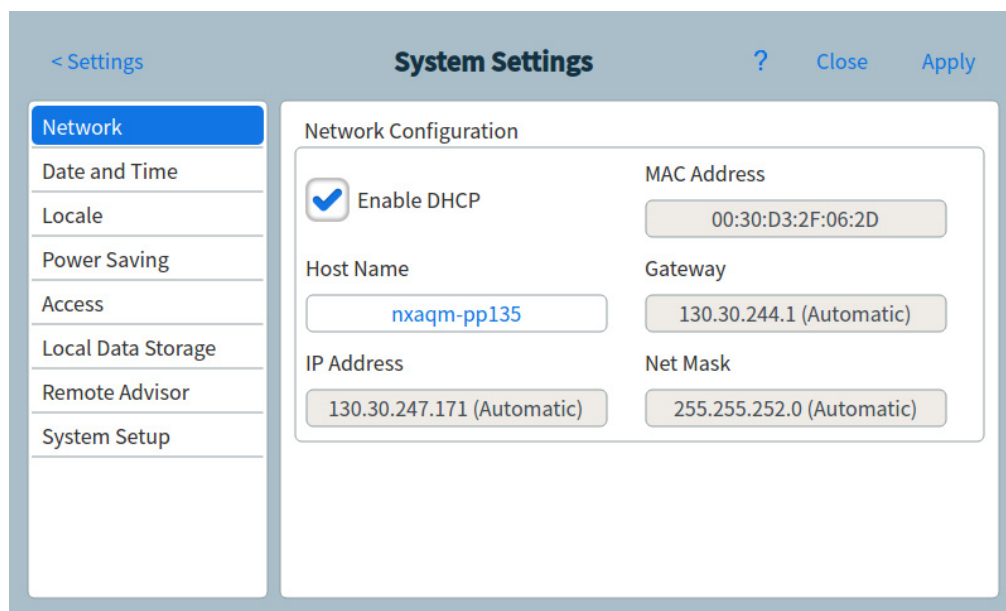


Abb. 41 Seite „Network Configuration“

- 2 Wählen Sie **Enable DHCP**.
- 3 Drücken Sie **Save**.
- 4 Bei der Aufforderung starten Sie den GC neu. (Siehe [„Energieoptionen“](#) auf Seite 133.)

So stellen Sie die LAN-Adresse am Touchscreen ein

- 1 Tippen Sie auf der Seite „System Settings“ auf die Seitenauswahlschaltfläche **Network**.
- 2 Wenn **Enable DHCP** aktiviert ist:
 - a Deaktivieren Sie **Enable DHCP**.
 - b Bei der Aufforderung starten Sie den GC neu. (Siehe „Energieoptionen“ auf Seite 133.)
- 3 Kehren Sie zur Seite „System Settings“ zurück und scrollen Sie zum Netzwerkkonfigurationsbereich.
- 4 Geben Sie den Hostnamen in das Feld **Host Name** ein.
- 5 Geben Sie die Gateway-Nummer in das Feld **Gateway** ein.
- 6 Geben Sie die IP-Adresse in das Feld **IP Address** Feld ein.
- 7 Geben Sie die Subnetzmaske in das Feld **Net Mask** ein.
- 8 Drücken Sie **Save**.
- 9 Bei der Aufforderung starten Sie den GC neu. (Siehe „Energieoptionen“ auf Seite 133.)

So stellen Sie das Systemdatum und die Systemuhrzeit

- 1 Tippen Sie auf der Seite „System Settings“ auf die Seitenauswahlschaltfläche **Date and Time**. Die Seite für Datum und Zeit wird eingeblendet. Siehe [Abb. 42](#).

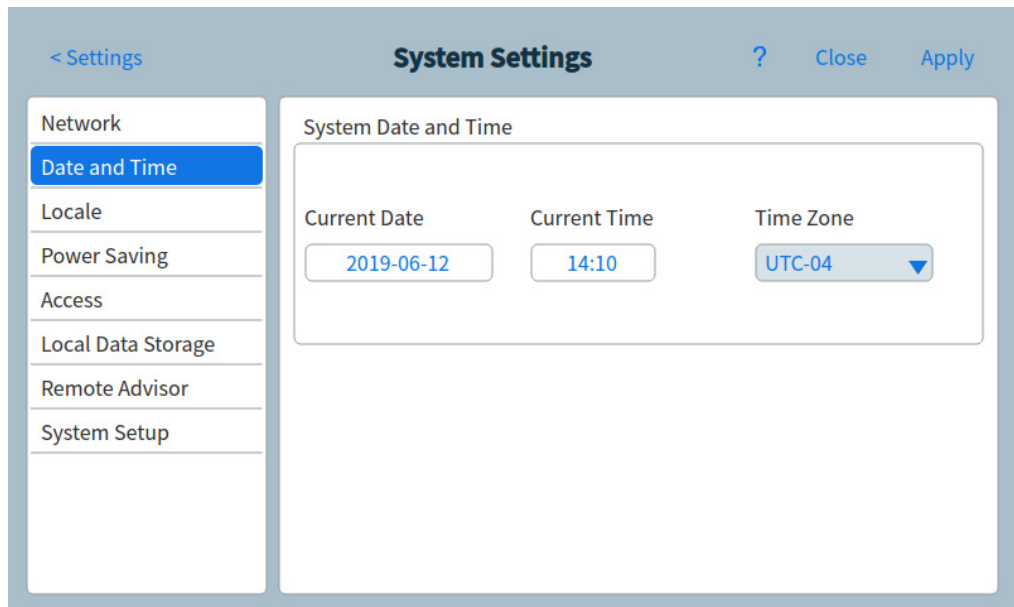


Abb. 42 Seite „Systemeinstellungen“

- 2 Tippen Sie auf das Feld **Current Date**. Eine Touch-Tastatur wird eingeblendet.
- 3 Geben Sie das aktuelle Datum ein.
- 4 Drücken Sie **Apply**. Die Touch-Tastatur wird geschlossen. Das ausgewählte Datum wird im entsprechenden Feld angezeigt.
- 5 Tippen Sie auf das Feld **Current Date**. Eine Touch-Tastatur wird eingeblendet.
- 6 Geben Sie die aktuelle Zeit ein.
- 7 Drücken Sie **Apply**. Die Touch-Tastatur wird geschlossen. Die ausgewählte Zeit wird im entsprechenden Feld angezeigt.
- 8 Wählen Sie die korrekte Zeitzone aus dem Dropdown-Listenfeld **Time Zone**.
- 9 Drücken Sie **Save**. Der GC speichert alle vorgenommenen Änderungen.

So ändern Sie das Gebietsschema des Systems

- 1 Tippen Sie auf der Seite „System Settings“ die Seitenauswahlschaltfläche **Locale**. Die Seite „Locale Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 43](#).

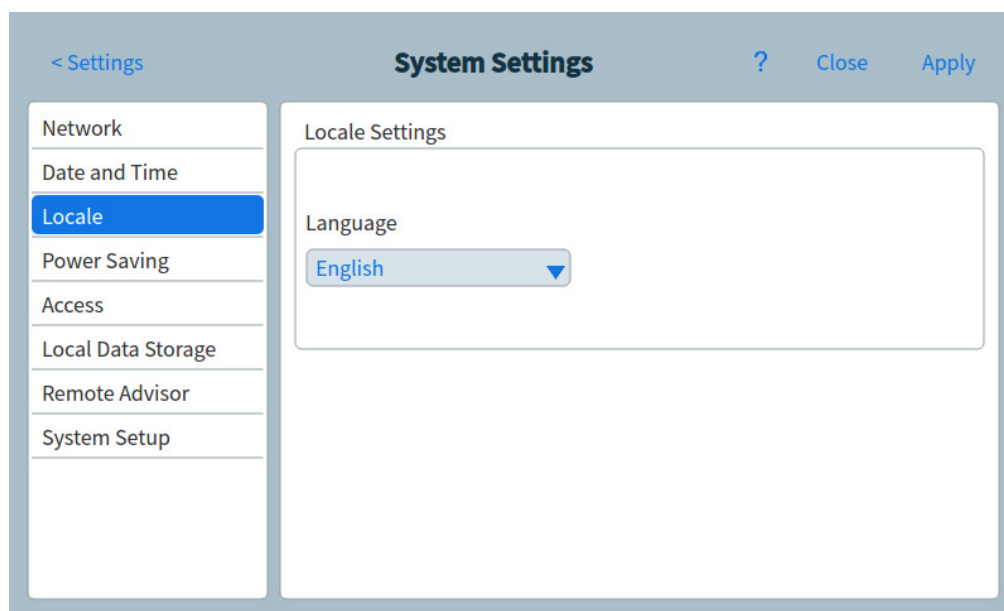


Abb. 43 Seite „Locale Settings“

- 2 Wählen Sie die gewünschte Sprache (**Language**) aus dem entsprechenden Dropdown-Listenfeld aus.

- 3 Drücken Sie **Save**. Der GC speichert die vorgenommene Änderung. Das System wird auf das ausgewählte Gebietsschema geändert. Dies kann eine Weile dauern.

So stellen Sie die Stromsparfunktionen am Gerät ein

- 1 Drücken Sie auf der Seite „System Settings“ die Seitenauswahlschaltfläche **Power Saving**. Die Seite „Power Saving“ erscheint. Siehe [Abb. 44](#).

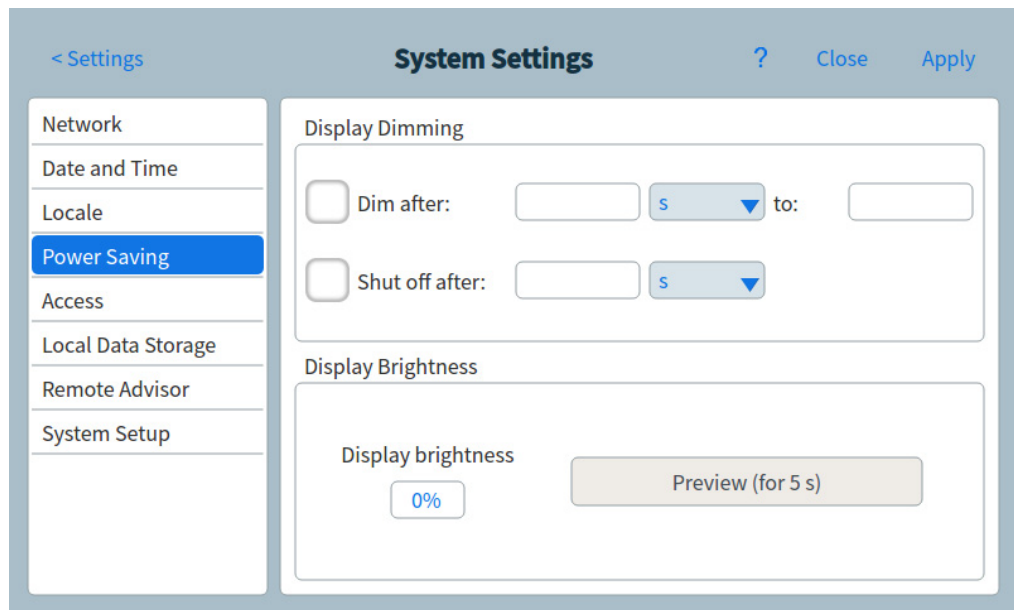


Abb. 44 Seite „Power Saving“

- 2 Zur Aktivierung der Bildschirm-Verdunkelung:
 - a Klicken Sie das Kontrollkästchen **Dim display after:** an. Die entsprechenden Dateneingabe-Felder und das Dropdown-Listenfeld werden aktiviert.
 - b Legen Sie die gewünschten Werte in den Dateneingabe-Feldern und dem Dropdown-Listenfeld fest.
- 3 Zur Aktivierung der Bildschirm-Abschaltung:
 - a Klicken Sie das Kontrollkästchen **Shut off display after:** an. Das entsprechende Dateneingabe-Feld und das Dropdown-Listenfeld werden aktiviert.
 - b Legen Sie die gewünschten Werte in dem Dateneingabe-Feld und dem Dropdown-Listenfeld fest.

- 4 So ändern Sie die Standard-Helligkeit des Bildschirms:
 - a Drücken Sie das Feld **Display brightness**. Eine Touch-Tastatur wird eingeblendet.
 - b Geben Sie den gewünschten Helligkeitswert ein.
 - c Tippen Sie auf „Apply“. Die Touch-Tastatur wird geschlossen. Der ausgewählte Wert wird im Feld **Display brightness** angezeigt.
 - d Drücken Sie **Preview (for 5 seconds)**. Die Bildschirmhelligkeit passt sich fünf Sekunden lang an den festgelegten Wert an.

HINWEIS

Der Abdunkelungswert des Bildschirms muss niedriger sein als der Helligkeitswert des Bildschirms.

Der Helligkeitswert des Bildschirms muss höher als 0 sein.

- 5 Drücken Sie **Save**. Der GC speichert alle vorgenommenen Änderungen.

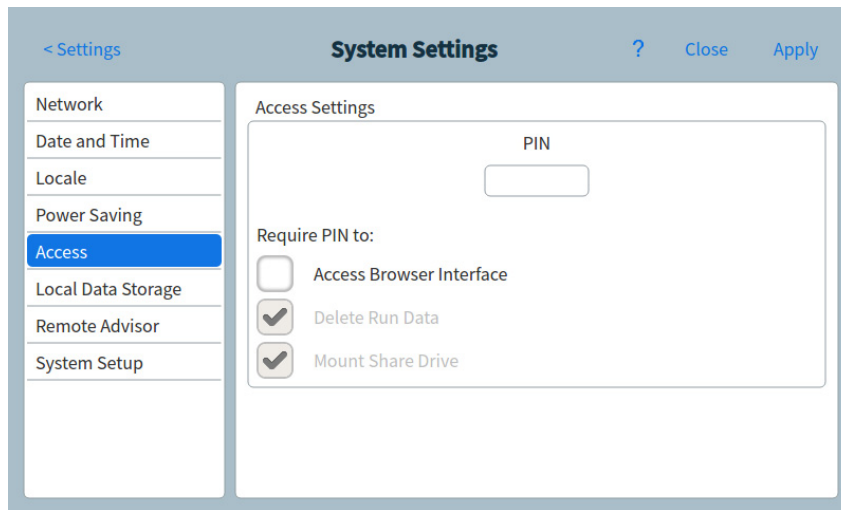
So greifen Sie auf gespeicherte Laufdaten zu

Wenn zum Durchführen von Läufen und Sammeln von Daten die Browseroberfläche verwendet wird, speichert der GC die Ergebnisdaten intern. So greifen Sie auf diese Daten zu:

- 1 Wählen Sie auf der Seite **System Settings (Systemeinstellungen)** die Option **Access (Zugriff)**. Notieren Sie sich die angezeigte PIN.
- 2 Wählen Sie **Local Data Storage (Lokaler Datenspeicher)**. Notieren Sie sich den Pfad zur GC-Freigabe.
- 3 Ordnen Sie auf Ihrem PC ein Netzlaufwerk der GC-Freigabe zu. Wenn Sie dazu aufgefordert werden, stellen Sie unter Verwendung der Anmeldeinformationen eine Verbindung her:

Benutzer: results

Kennwort: die PIN (Standard: 0000).



So steuern Sie den Zugriff auf die Browseroberfläche

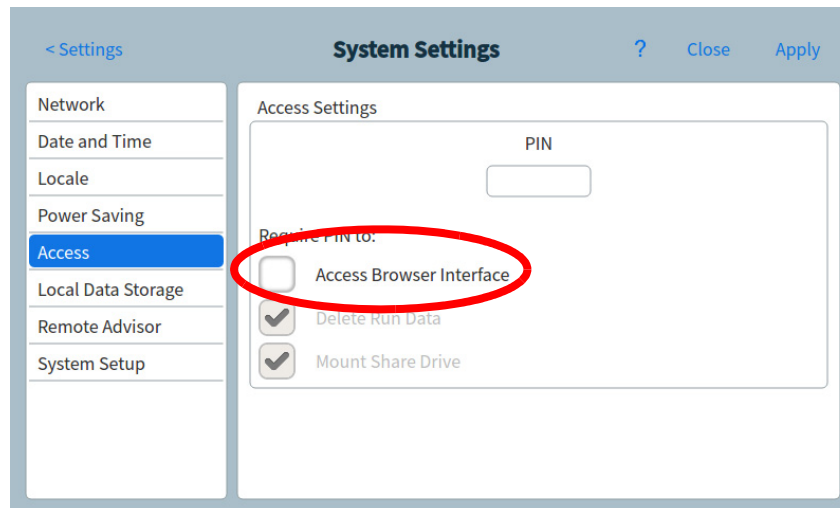
Der GC ist so eingestellt, dass eine vierstellige PIN verwendet werden muss, um die folgenden Aktionen für Ihren GC durchzuführen:

- Löschen von Laufdaten.
- Bereitstellen eines freigegebenen Laufwerks.

Standardmäßig ist die PIN auf 0000 eingestellt. Darüber hinaus können Sie wählen, ob Sie die PIN für den Zugriff auf die Browseroberfläche benötigen. So legen Sie die PIN fest:

- 1 Wählen Sie auf der Seite **System Settings (Systemeinstellungen)** die Option **Access (Zugriff)**.
- 2 Wählen Sie die vierstellige PIN aus, um eine neue PIN einzugeben.
- 3 Aktivieren Sie bei Bedarf das Kontrollkästchen neben „Access Browser Interface“ (Browseroberfläche öffnen), um

die PIN für alle Verbindungen über die Browseroberfläche zu erhalten.



So ändern Sie die Einstellungen für den Remote Advisor

Remote Advisor ist ein Überwachungsservice, der konzipiert wurde, um Probleme mit dem GC zu ermitteln und zu beheben. Der GC überwacht dauerhaft seinen eigenen Zustand und erzeugt Berichtsinformationen, die an Agilent weitergeleitet werden.

- 1 Tippen Sie auf der Seite „System Settings“ auf die Seitenauswahlschaltfläche **Power Saving**. Die Seite „Remote Advisor“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 45](#).

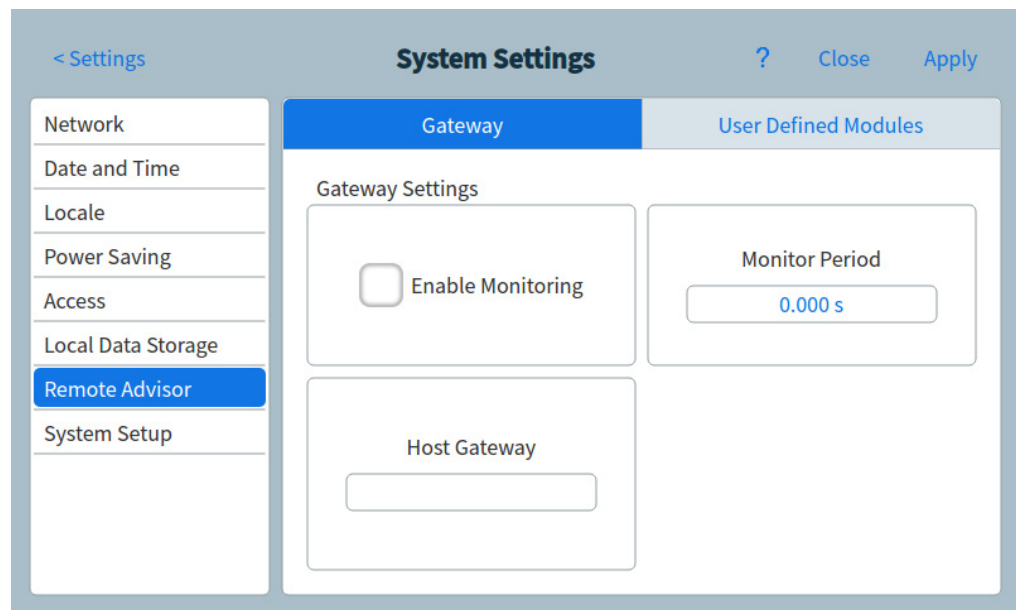


Abb. 45 Seite „Remote Advisor“

- 2 Geben Sie die IP-Adresse des Remote Advisor-Services in das Feld **Host Gateway** ein.
- 3 Geben Sie die Abfragehäufigkeit für die Datenerfassung auf dem GC in das Feld **Monitor Period** ein. Dies bestimmt die Frequenz, mit der der GC Daten erfasst und seine Systemzustandsberichte an Agilent sendet. Dieser Wert wird in Sekunden angegeben.
- 4 Wenn weitere Geräte am GC installiert sind (wie beispielsweise Spül- und Filtergeräte), die unter die Remote Advisor-Vereinbarung fallen, werden diese Geräte in der

Registerkarte **User Defined Modules** angezeigt. Um diese Geräte zu ermitteln, gehen Sie wie folgt vor:

- a Tippen Sie auf die Registerkarte **User Defined Modules**. Die Seite **User Defined Modules** erscheint. Siehe [Abb. 46](#).

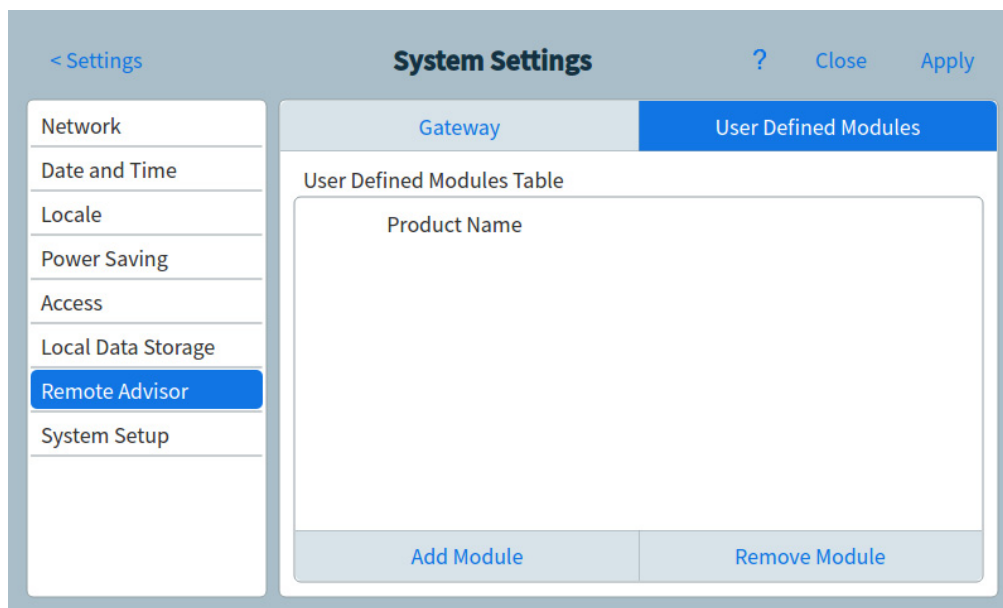


Abb. 46 Seite „Remote Advisor“ - Registerkarte „User Defined Modules“

- b Tippen Sie auf **Add Module**. Eine Zeile zur Eingabe des Produktnamens wird eingeblendet. Siehe [Abb. 47](#).

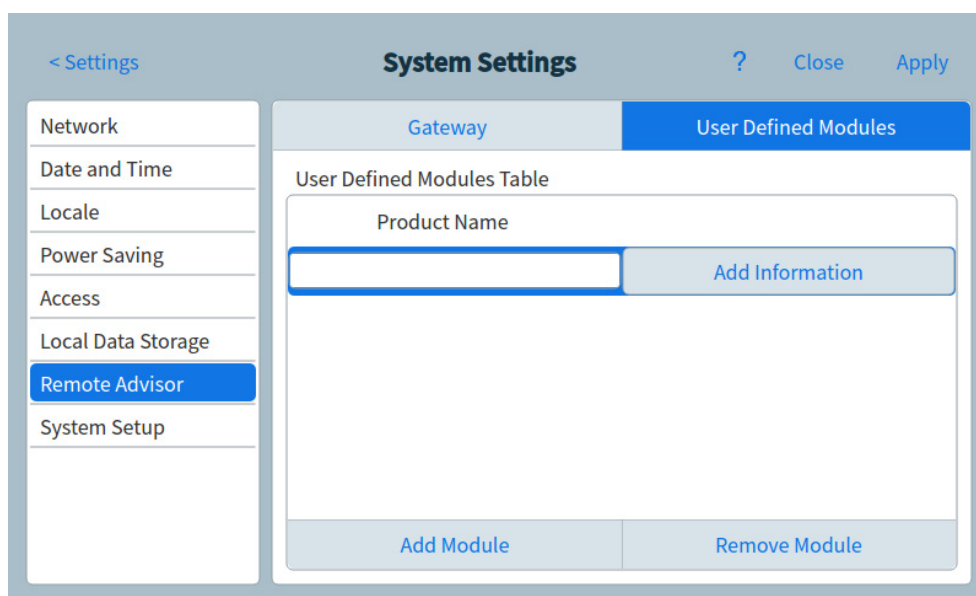


Abb. 47 Seite „Remote Advisor“ - „Add Information“

- c Geben Sie den Produktnamen in das entsprechende Feld ein.
- d Tippen Sie auf **Add Information**. Das Dialogfeld „Hardware Info“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 48](#).

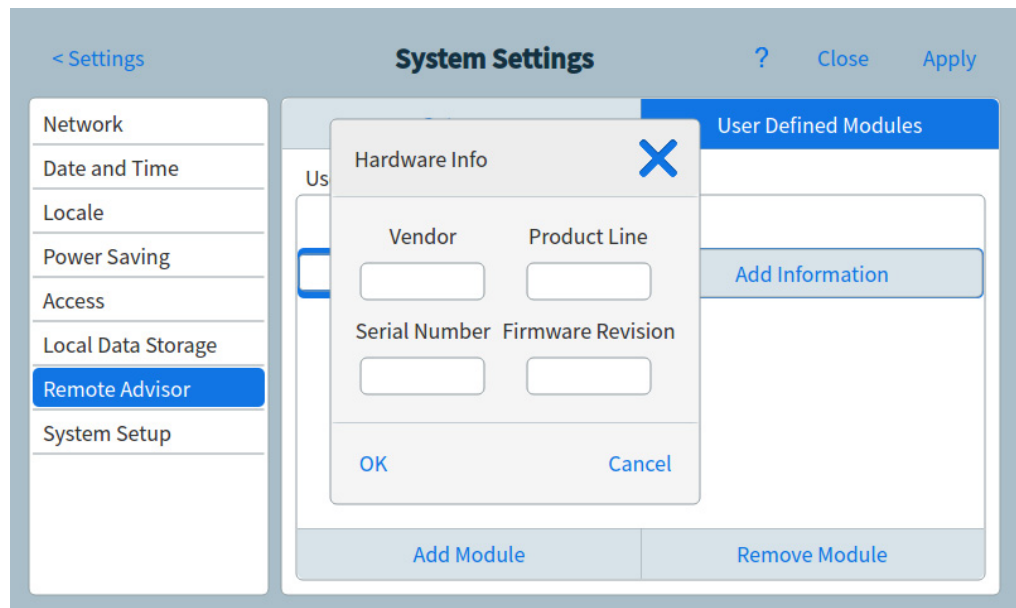


Abb. 48 Seite „Remote Advisor“ - Dialogfeld „Hardware Info“

- e Geben Sie die Angaben für das Gerät in die entsprechenden Felder ein.
 - f Drücken Sie **OK**. Das Dialogfeld wird geschlossen.
 - g Wiederholen Sie die Schritte [Schritt b](#) bis [Schritt f](#) für weitere Geräte, die Sie dem Remote Advisor hinzufügen möchten.
- 5 Drücken Sie **Save**. Der GC speichert alle vorgenommenen Änderungen.

So führen Sie die Systemeinstellungsroutine aus

- 1 Tippen Sie auf der Seite „System Settings“ auf die Seitenauswahlschaltfläche **System Setup**. Die Seite „System Setup“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 40](#).

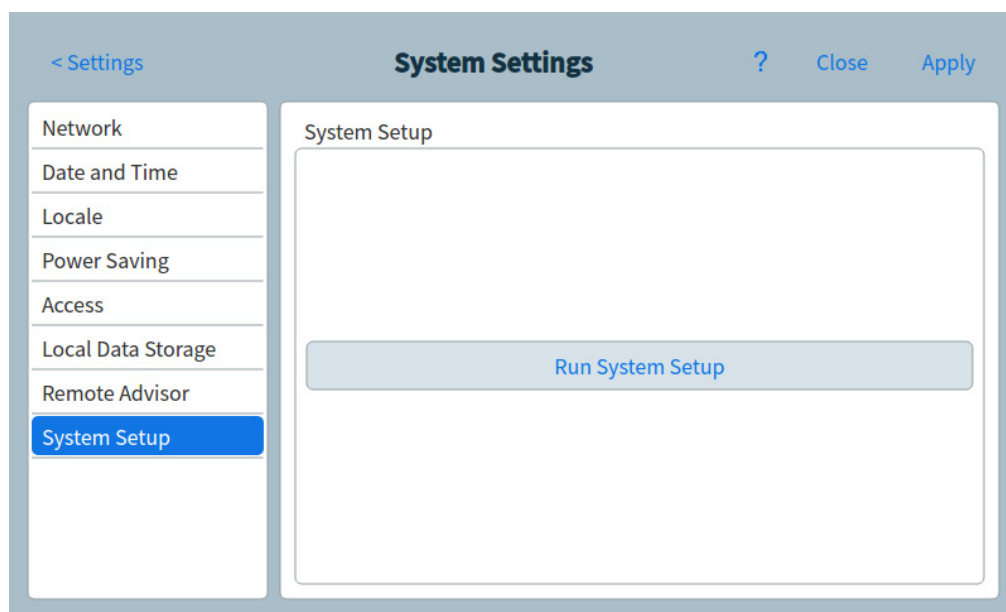


Abb. 49 System Setup page

- 2 Drücken Sie **Run System Setup**. Auf dem Touchscreen erscheint eine Reihe von Demofolien. Diese Folien illustrieren die ersten Schritte beim Einrichten Ihres GC. Auf einigen Folien können Sie Setupinformationen eingeben, die auch an anderen Stellen der GC-Benutzeroberfläche verfügbar sind. Dazu gehören:
 - Systemdatum und -uhrzeit (Siehe [„So stellen Sie das Systemdatum und die Systemuhrzeit“](#) auf Seite 120)
 - Angezeigte Druckeinheiten (siehe [„Allgemeine Einstellungen“](#) auf Seite 149)
 - Netzwerkadresse des Systems (siehe [„Konfigurieren der IP-Adresse für den GC“](#) auf Seite 119)
 - Einlass- und Detektor-Gastypen (siehe [„Konfiguration des Einlasses“](#) auf Seite 141)

Darüber hinaus werden Sie gefragt, ob der GC mit einem Datensystem verbunden ist, und zum Durchführen einer Überprüfung aufgefordert. (Siehe [„Chromatografische Überprüfung“](#) auf Seite 165.)

- 3 Befolgen Sie die Anweisungen auf dem Touchscreen- um die Demonstration anzuzeigen.

Werkzeuge

Über die Seite „Tools“ können Sie Säulenkompensationsanalysen für die auf dem GC installierten Säulen durchführen. Siehe [Abb. 50](#).

The screenshot shows the 'Tools' page with a 'Column Comp' section. The table below lists four compensation runs:

Start Specified Run	Last Run Time
Column Compensation 1	2016-02-22 10:53:05
Column Compensation 2	2016-02-22 10:53:05
Column Compensation 3	2016-02-22 10:53:05
Column Compensation 4	2016-02-22 10:53:05

At the bottom of the interface, the status bar shows 'STATUS: NOT READY' and 'Est. Remaining 999:48'. The sequence is identified as 'ColumnComp'.

Abb. 50 Seite „Tools“

Bei der temperaturprogrammierten Analyse nimmt das Säulenbluten mit steigender Ofentemperatur zu. Dies verursacht eine ansteigende Basislinie, die den Peak-Nachweis und die Peak-Integration erschwert. Die Säulenkompensation korrigiert diesen Anstieg der Basislinie.

Eine Säulenkompensationsanalyse wird ohne injizierte Probe durchgeführt. Der GC erfasst eine Matrix an Datenpunkten aus den installierten Detektoren. Wenn ein Detektor nicht installiert oder ausgeschaltet ist, ist dieser Teil der Matrix mit Nullen ausgefüllt.

Jede Matrix definiert jeweils einen Kurvensatz für jeden Detektor, der von der echten Analyse subtrahiert werden kann, um eine flache Basislinie zu erreichen.

Wenn ein angeschlossenes Datensystem verwendet wird, werden das unverarbeitete Signal und die Säulenkompensationsdaten an das Datensystem ausgegeben, sodass ein kompensiertes und ein unkompensiertes Signal zur Analyse zur Verfügung stehen.

So führen Sie eine Säulenkompensationsanalyse durch

Alle Bedingungen der Säulenkompensationsanalyse und der echten Analyse müssen identisch sein. Derselbe Detektor und dieselbe Säule, dieselbe Betriebstemperatur und dieselben Gasflussbedingungen müssen angewendet werden.

Es können bis zu vier Säulenkompensationsanalysen durchgeführt werden. Der GC bewahrt die Ergebnisse dieser Analysen zur späteren Verwendung auf.

Danach kann jede Säulenkompensationsanalyse verwendet werden, um eine ansteigende Basislinie während einer Analyse zu kompensieren

- 1 Tippen Sie bei eingeblendeter Seite „Tools“ (siehe [Abbildung 50](#) auf Seite 131) auf die gewünschte Säulenkompensation (**Column Compensation**) unter **Start Specified Run**. Der GC führt die Säulenkompensationsanalyse durch. Im Rahmen dieser Analyse wird keine Injektion durchgeführt.
- 2 Stellen Sie den Detektor auf **Subtract from Signal: Column compensation Curve #x** (wobei **x** für die Anzahl der Säulenkompensationsanalysen steht).
- 3 Führen Sie die Methode aus. Die Ergebnisse verwenden die Daten aus der Säulenkompensationsanalyse, um Basislinienänderungen in der Säule zu kompensieren.

Energieoptionen

Über das Dialogfeld „Power Options“ können Sie den GC über den Touchscreen ausschalten oder neu starten.

So schalten Sie den GC aus oder starten ihn neu:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 34](#) auf Seite 108.
- 2 Drücken Sie **Power**. Das Dialogfeld „Power Options“ wird eingeblendet.

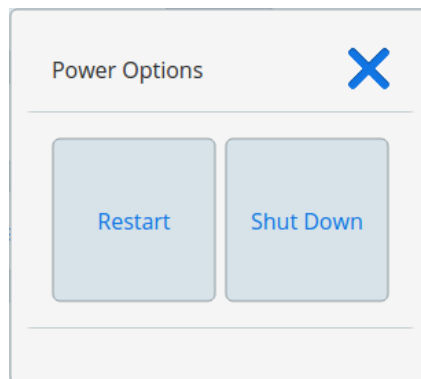


Abbildung 51 Das Dialogfeld „Power Options“

- 3 Zum Neustarten des GC drücken Sie **Restart**. Der GC wird neu gestartet.
- 4 Zum Ausschalten des GC drücken Sie **Shut Down**. Der GC wird ausgeschaltet.



9 Konfiguration

Informationen zur Konfiguration	136
Durchführen von Konfigurationsänderungen	137
Ventilkonfiguration	139
So konfigurieren Sie Ventile	139
Konfiguration des Einlasses	141
So konfigurieren Sie den Inlet-Gastyp	141
Abschaltverhalten	143
Konfiguration Detektor 1/Detektor 2	144
So konfigurieren Sie das Zusatz-/Referenzgas	144
MSD- und Headspace- Konfiguration	146
MSD-Konfiguration	146
Konfiguration des Headspace-Probengebers	147
Allgemeine Einstellungen	149

Informationen zur Konfiguration

Im Gegensatz zu Methodeneinstellungen, die sich von Probenanalyse zu Probenanalyse ändern können, sind die für ein Hardware-Setup eines Geräts verfügbaren Konfigurationseigenschaften konstant. Zwei Beispiele für Konfigurationseinstellungen sind der ein pneumatisches Gerät durchfließende Gastyp und die Betriebstemperaturgrenze eines Geräts.

Durchführen von Konfigurationsänderungen

So ändern Sie die Einstellung der Konfigurationseigenschaften für ein Gerät:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 52](#).

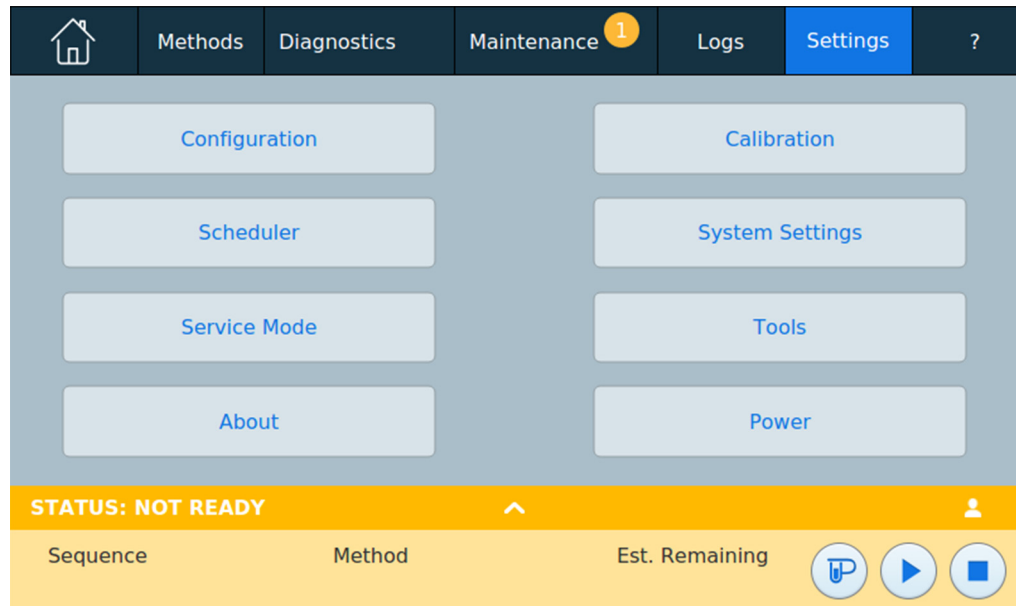


Abb. 52 Ansicht „Settings“

- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 52](#).

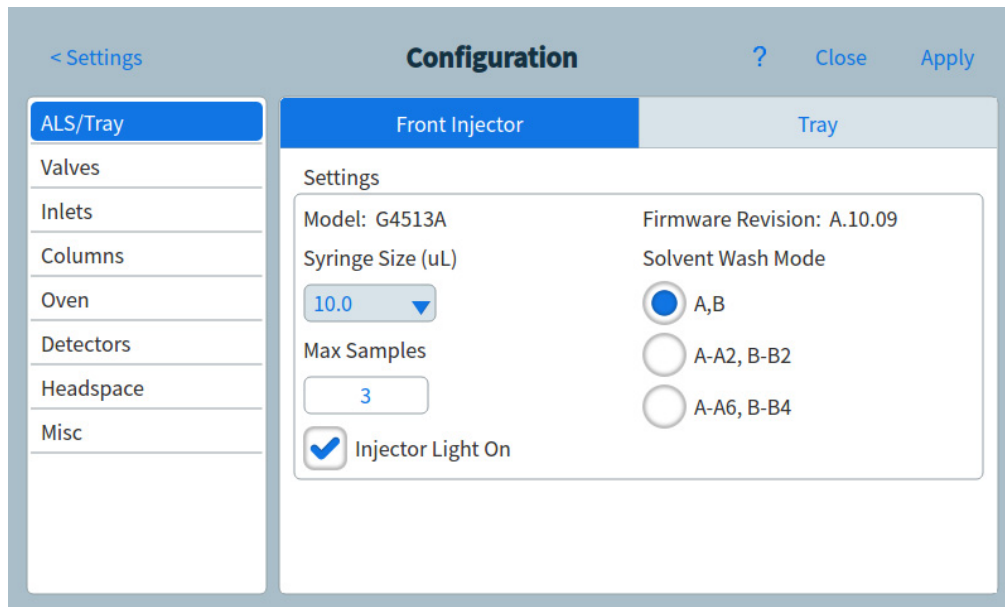


Abb. 53 Seite „Configuration“

- 3 Wählen Sie den gewünschten Gerätetyp aus der Liste auf der linken Seite des Bildschirms. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden auf der rechten Seite des Bildschirms angezeigt.
- 4 Scrollen Sie zu der Geräteeinstellung und ändern Sie die Eigenschaft. Dies kann die Auswahl aus einer Liste oder die Eingabe eines numerischen Werts umfassen.
- 5 Wenn alle gewünschten Änderungen vorgenommen wurden, drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.

Ventilkonfiguration

In der Ventil-Konfiguration haben Sie die Möglichkeit, Ventiltypen, Schleifenvolumen, Schrittzeiten und BCD-Inversionseinstellungen festzulegen. Die BCD-Inversion ermöglicht die Änderung des BCD-Eingangs (1 wird zu 0 und 0 wird zu 1). Dadurch wird den Unterschieden zwischen den Kodierungskonventionen der verschiedenen Hersteller Rechnung getragen.

Die Ventile sind wie folgt nummeriert: 1, 5, 6, 7 und 8. Im GC gibt es keine weiteren nummerierten Ventilpositionen.

Bitte beachten Sie, dass die Seite „Valves“ unabhängig davon eingeblendet wird, ob derzeit Ventile in den GC installiert sind.

So konfigurieren Sie Ventile

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 52](#) auf Seite 137.
- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 53](#) auf Seite 138.
- 3 Wählen Sie den Gerätetyp **Valves** aus der Liste auf der linken Seite des Bildschirms. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden auf der rechten Seite des Bildschirms angezeigt. Siehe [Abb. 52](#).

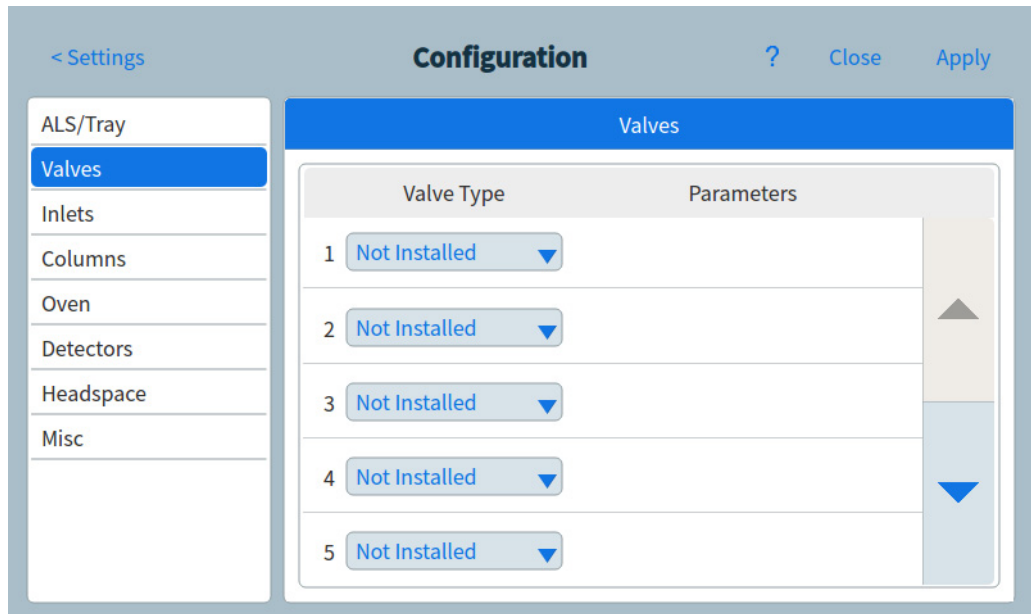


Abb. 54 Seite „Valves“

- 4 Wählen Sie für jedes installierte Ventil den Ventiltyp aus der Dropdown-Liste aus.
- 5 Tippen Sie auf den Parameter, den Sie bearbeiten möchten. Ein Dialogfenster wird geöffnet.

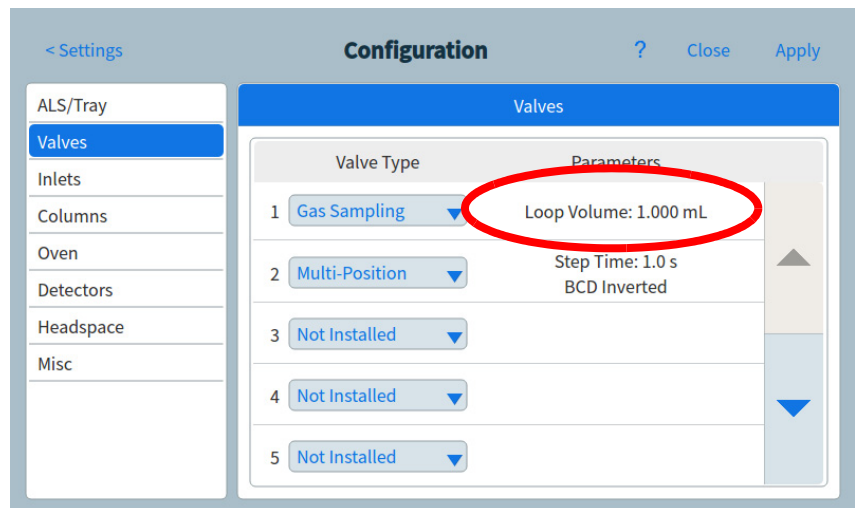


Abb. 55 Dialogfenster Einstellungskonfiguration

- 6 Geben Sie Ihren Wert für den Parameter ein.
- 7 Schließen Sie das Dialogfenster, um die Einstellung zu übernehmen.
- 8 Tippen Sie auf **Übernehmen**.

Konfiguration des Einlasses

So konfigurieren Sie den Inlet-Gastyp

Der GC muss wissen, welches Trägergas verwendet wird. So ändern Sie den Typ des Trägergases:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 52](#) auf Seite 137.
- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 53](#) auf Seite 138.
- 3 Wählen Sie den Gerätetyp **Inlets** aus der Liste auf der linken Seite des Bildschirms. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden auf der rechten Seite des Bildschirms angezeigt. Siehe [Abb. 56](#).

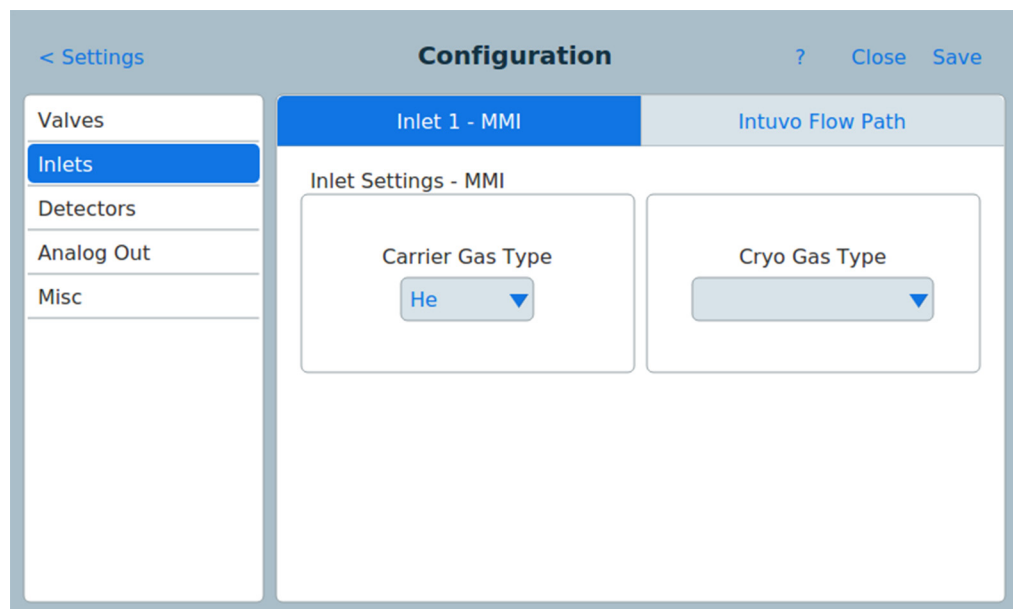


Abb. 56 Seite „Inlets“

- 4 Wählen Sie den gewünschten Gastyp aus dem Dropdown-Listenfeld **Carrier Gas Type** aus.
- 5 Beim Konfigurieren eines MMI-Einlasses kann einer von mehreren Kühlmitteltypen ausgewählt werden. Verwenden Sie die Dropdown-Liste **Cryo Gas Type** zur Auswahl des gewünschten Kühlmittels. Normalerweise wählen Sie den Kühlmitteltyp aus, der der installierten Hardware entspricht.

- **N2 cryo** Wählen Sie diesen Kühlungstyp, wenn die LN₂/Luft-Option installiert ist und Sie LN₂ verwenden.
 - **CO2 cryo** Wählen Sie diesen Kühlungstyp, wenn die CO₂-Option installiert ist und Sie LCO₂ verwenden.
 - **Compressed air** Wählen Sie diesen Kühlungstyp, wenn die LN₂/Luft-Option installiert ist und Sie nur Druckluft verwenden. Wenn **Compressed air** als Kühlungstyp ausgewählt wird, wird die Luftkühlung unabhängig vom Sollwert **Use cryo temperature** während des Kühlungszyklus zum Kühlen des Einlasses verwendet. Wenn der Einlass den Sollwert erreicht, wird die Luftkühlung für die Dauer des Kühlungszyklus ausgeschaltet.
- 6 Wenn ein **Cryo Gas Type** ausgewählt wird, erscheinen noch einige andere Parameter. Stellen Sie sie wie nachstehend beschrieben ein.
- Cryo aktiviert die Kryogenkühlung des Einlasses mit dem angegebenen Sollwert **Use cryo temperature**. Durch Löschen der Auswahl dieser Option wird die Kühlung deaktiviert. Wenn **N2 cryo** oder **CO2 cryo** als „Cryo type“ ausgewählt ist, bestimmt dieser Sollwert die Temperatur, unterhalb der die Kryogenkühlung kontinuierlich angewandt wird, um den Einlass am Sollwert zu halten. Stellen Sie **Use cryo temperature** gleich dem oder höher als den Einlasssollwert ein, um den Einlass zu kühlen und den Sollwert zu halten, bis das Einlasstemperturprogramm **Use cryo temperature** überschreitet. Wenn **Use cryo temperature** unter dem Einlasssollwert liegt, wird der Einlass mittels Kryogenkühlung auf den Anfangssollwert gekühlt und die Kühlung dann ausgeschaltet.
 - Der Parameter **Cryo timeout** ist bei den Kryotypen **N2 cryo** und **CO2 cryo** verfügbar. Nutzen Sie diese Einstellung, um Kryogenflüssigkeit zu sparen. Bei Auswahl schaltet das Gerät den Einlass und die Kryogenkühlung ab, wenn innerhalb der angegebenen Minuten keine Analyse startet. Der Sollwertbereich reicht von 2 bis 120 Minuten (Standard 30 Minuten). Bei Deaktivieren der Kryozzeitüberschreitung wird diese Funktion deaktiviert. Wir empfehlen, die Kryozzeitüberschreitung zu aktivieren, um am Ende einer Sequenz oder bei Ausfall der Automatisierung Kühlmittel zu sparen. Eine Nachsequenzmethode könnte auch verwendet werden.

- Der Parameter **Cryo fault** ist bei den Kryotypen **N2 cryo** und **CO2 cryo** verfügbar. Schaltet die Einlasstemperatur ab, wenn nach 16 Minuten kontinuierlichen Kryobetriebs nicht der Sollwert erreicht wird. Beachten Sie, dass hier die Zeit bis zum Erreichen des Sollwerts, nicht die Zeit zum Stabilisieren und Bereitwerden beim Sollwert gemeint ist.
- 7 Drücken Sie die Registerkarte **Intuvo Flow Path**. Die Seite „Intuvo Flow Path“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 57](#).

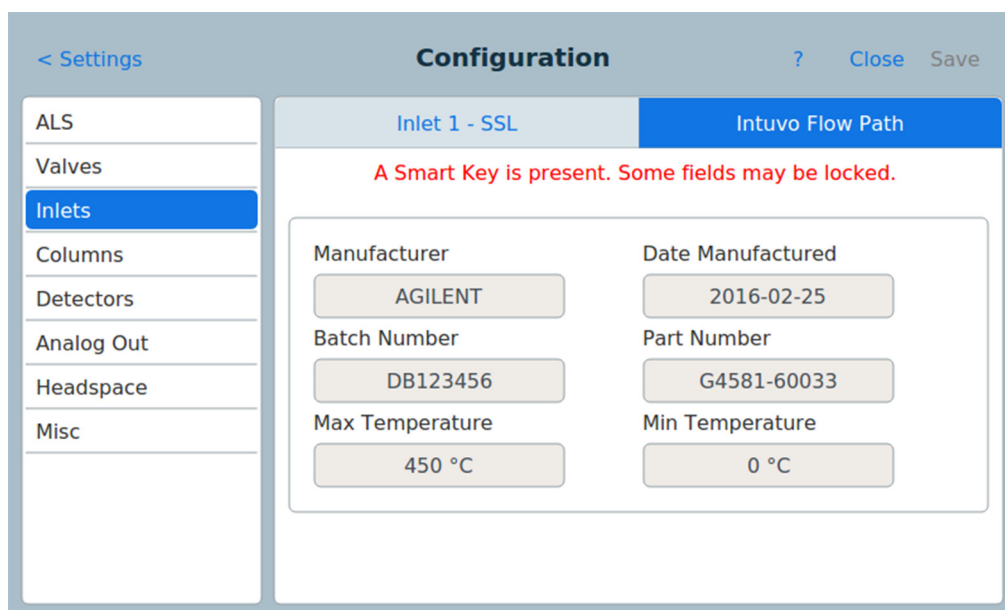


Abb. 57 Seite „Intuvo Flow Path“

- 8 Über die Felder auf dieser Seite können Sie die Einstellungen für den Flusspfad nach Bedarf ändern.
- 9 Drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.

Abschaltverhalten

Sowohl „Cryo timeout“ als auch „Cryo fault“ kann zum Abschalten der Kryogenkühlung führen. In diesem Fall wird die Einlassheizung ausgeschaltet und das Kryovertil geschlossen. Der GC erzeugt einen Signalton und zeigt eine Meldung an.

Die Einlassheizung wird überwacht, um Überhitzung zu vermeiden. Wenn die Heizung länger als 2 Minuten mit voller Leistung betrieben wird, wird sie abgeschaltet. Der GC erzeugt einen Signalton und zeigt eine Meldung an.

Um diese Zustände zu beheben, schalten Sie den GC aus und wieder ein oder geben einen neuen Sollwert ein.

Konfiguration Detektor 1 / Detektor 2

So konfigurieren Sie das Zusatz-/Referenzgas

Die Zusatzgaszeile Ihrer Detektorparameterliste ändert sich gemäß Ihrer Gerätekonfiguration.

Wenn an einem Einlass die Säule nicht definiert ist, ist der Zusatzgasfluss konstant. Wenn Sie mit einer definierten Säule arbeiten, können Sie zwischen zwei Zusatzgasmodi wählen. So legen Sie das Zusatzgas für einen Detektor fest:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 52](#) auf Seite 137.
- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 53](#) auf Seite 138.
- 3 Wählen Sie den Gerätetyp **Detectors** aus der Liste auf der linken Seite des Bildschirms. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden auf der rechten Seite des Bildschirms angezeigt. Siehe [Abb. 58](#).

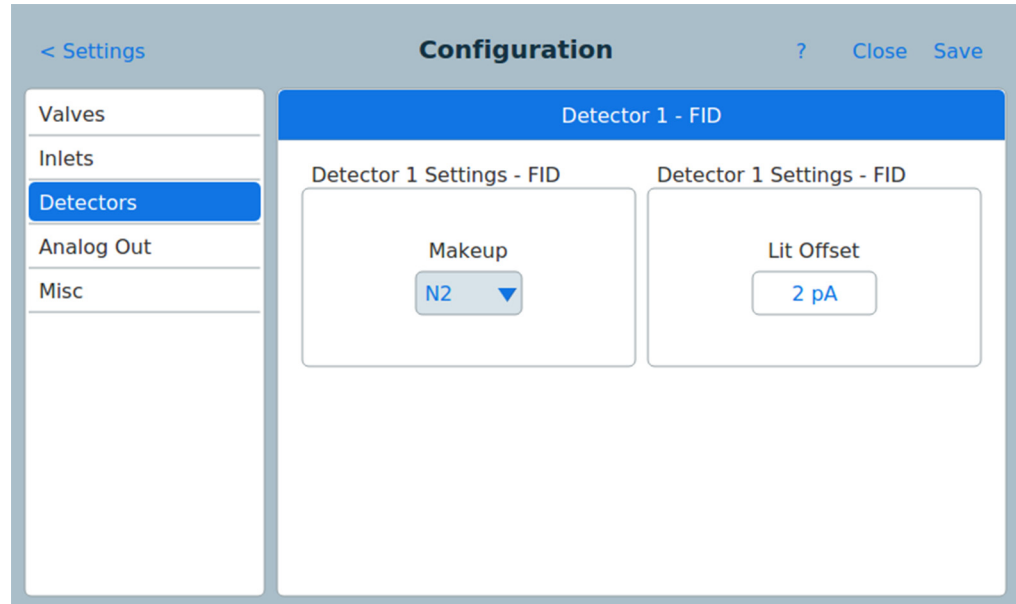


Abb. 58 Seite „Detectors“

- 4 Verwenden Sie das Drop-down-Listenfeld **Makeup**, um den gewünschten Gastyp für den Detektor auszuwählen.
- 5 Der GC überwacht den Unterschied zwischen der Detektorausgabe bei brennender Flamme und der Ausgabe

ohne Flamme. Wenn dieser Unterschied den Sollwert unterschreitet, geht der GC davon aus, dass die Flamme erloschen ist, und versucht, sie erneut zu entzünden.

Bei zu hoher Einstellung kann die Basislinienausgabe des Detektors bei brennender Flamme den Sollwert **Lit Offset** unterschreiten, sodass der GC fälschlicherweise versucht, die Flamme erneut zu entzünden.

Legen Sie den Versatz im Textfeld **Lit Offset** fest.

- 6 Drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.

MSD- und Headspace- Konfiguration

MSD-Konfiguration

Die Methode zur Konfiguration eines angeschlossenen MSD variiert basierend auf dem verwendeten MSD-Modell.

5977B HES GC/MSD

Der 5977B wird über ein LVDS-Kabel an einen der ELVDS-Kommunikationsanschlüsse auf der Rückseite des GC an den GC angeschlossen. Aus diesem Grund behandelt der GC den MSD als einen Detektor. Es ist keine Kommunikationskonfiguration notwendig.

So ändern Sie die 5977B-Einstellungen:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 52](#) auf Seite 137.
- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 53](#) auf Seite 138.
- 3 Wählen Sie den Gerätetyp **Detectors** aus der Liste links auf der Seite. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden rechts auf der Seite angezeigt. Siehe [Abb. 59](#).

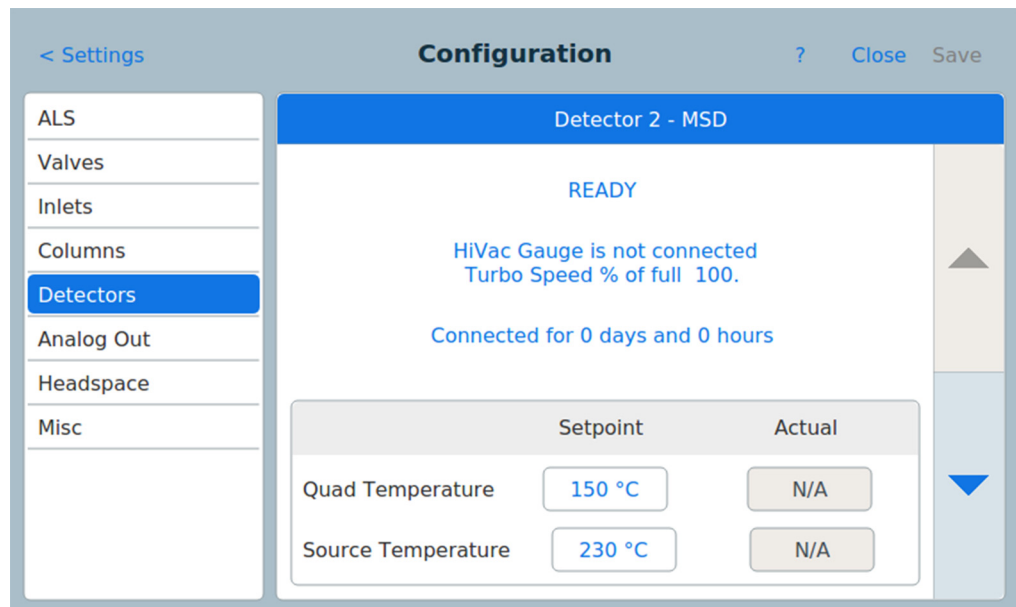


Abb. 59 Seite „Detector MSD settings“

- 4 Auf dieser Seite können Sie Angaben zum MSD eingeben und diesen steuern. Diese umfassen Temperatursollwerte, Kommunikationseinstellungen, MSD-Informationen sowie die Initiierung von Entlüftung, Pumpenabschaltungen und Neustarts.
- 5 Drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.

5977A, 7000C, 7000D, 7010A, 7010B GC/MS

Diese Geräte werden über ein LAN-Kabel entweder an das LAN-Kabel auf der Rückseite des GC oder über das Labornetzwerk an den GC angeschlossen. So ändern Sie die Einstellungen:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 52](#) auf Seite 137.
- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 53](#) auf Seite 138.
- 3 Wählen Sie den Gerätetyp **Detectors** aus der Liste links auf der Seite. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden rechts auf der Seite angezeigt. Siehe [Abbildung 59](#) auf Seite 146.
- 4 Auf dieser Seite können Sie Angaben zum MSD eingeben und diesen steuern. Diese umfassen Temperatursollwerte, Kommunikationseinstellungen, MSD-Informationen sowie die Initiierung von Entlüftung, Pumpenabschaltungen und Neustarts.
- 5 Drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.

Konfiguration des Headspace-Probengebers

Der Headspace-Probengeber 7697A wird vom GC unterstützt. Der Headspace-Probengeber wird über ein LAN-Kabel entweder an das LAN-Kabel auf der Rückseite des GC oder über das Labornetzwerk an den GC angeschlossen. So ändern Sie die Einstellungen:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 52](#) auf Seite 137.
- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 53](#) auf Seite 138.

- 3 Wählen Sie den Gerätetyp **Headspace** aus der Liste links auf der Seite. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden rechts auf der Seite angezeigt. Siehe [Abb. 60](#).

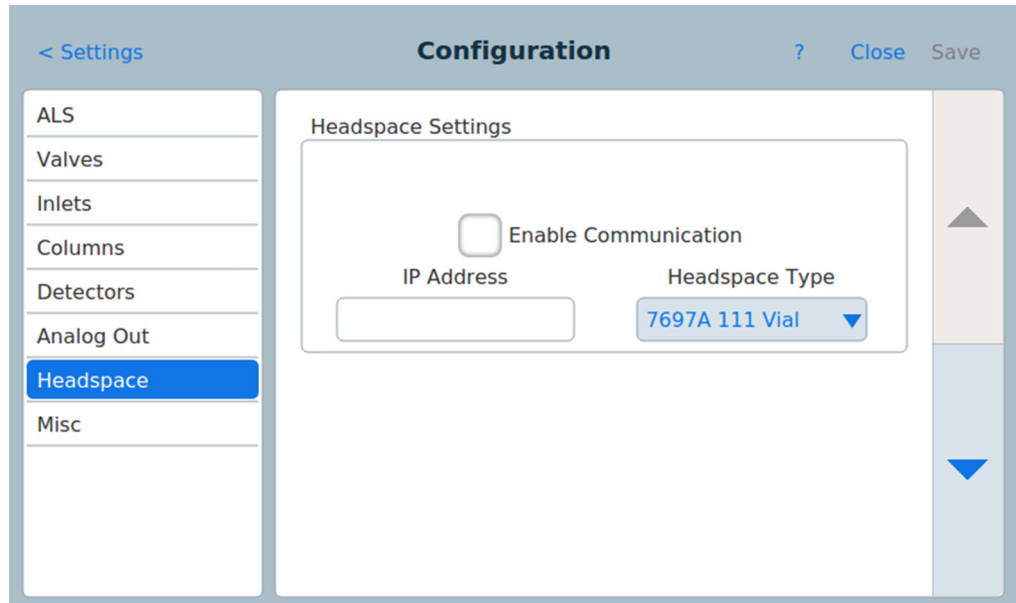


Abb. 60 Seite „Headspace settings“

- 4 Auf dieser Seite können Sie Angaben zum Headspace-Probengeber eingeben und diesen steuern.
- 5 Drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.

Allgemeine Einstellungen

Auf dem GC können Sie zwei allgemeine Einstellungen vornehmen.

- ob Säulen ohne SmartID Keys verwendet werden dürfen
- die vom GC angezeigten Druckeinheiten

So ändern Sie die allgemeinen Einstellungen:

- 1 Drücken Sie **Settings** auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 52](#) auf Seite 137.
- 2 Drücken Sie **Configuration**. Die Seite „Configuration“ wird eingeblendet. Siehe [Abbildung 53](#) auf Seite 138.
- 3 Wählen Sie den Gerätetyp **Misc** aus der Liste links auf der Seite. Die Eigenschaften für den ausgewählten Gerätetyp werden rechts auf der Seite angezeigt. Siehe [Abb. 61](#).

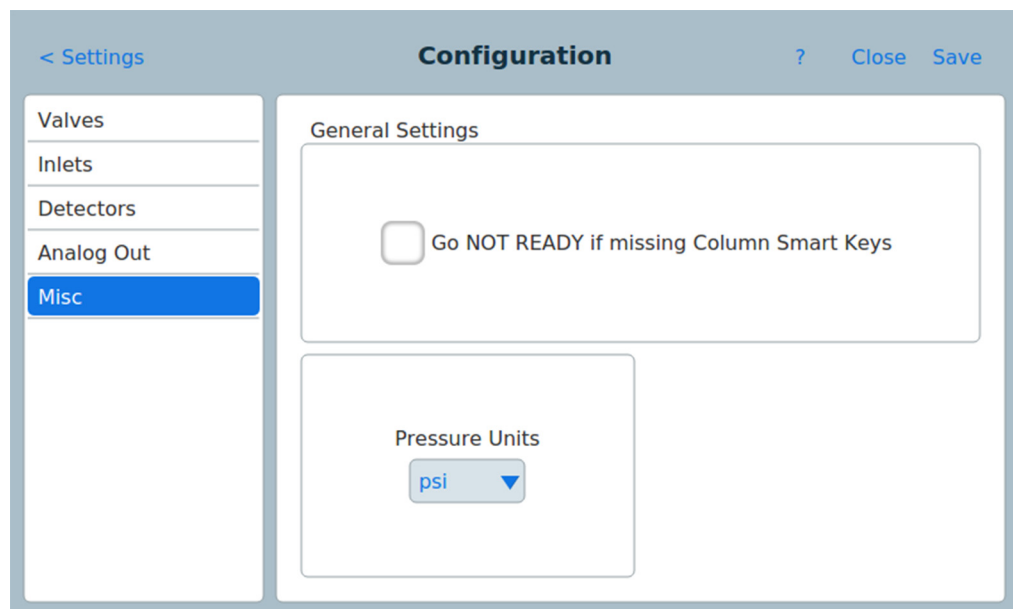


Abb. 61 Seite „Miscellaneous settings“

- 4 Wählen Sie den gewünschten Einheitentyp aus der Liste **Pressure Units**.
 - **psi**: Pfund pro Square Inch, lb/in²
 - **bar**: absolute CGS-Druckeinheiten, dyne/cm²
 - **kPa**: mks Druckeinheit, 10³ N/m²
- 5 Drücken Sie **Save**. Die eingegebenen Änderungen werden im GC gespeichert.



10 Ressourcenschutz

Ressourcenschutz [152](#)

 Sleep-Methoden [153](#)

 Wake- und Condition-Methoden [155](#)

So stellen Sie den GC für den Ressourcenschutz ein [157](#)

In diesem Abschnitt werden die Ressourcenschutzfunktionen des GC beschrieben. Bei Verwendung mit anderen für die verbesserte Kommunikation konfigurierten Geräten werden zusätzliche Funktionen für das GC-MS-, GC-HS- oder HS-GC-MS-System verfügbar. Siehe „[Intelligente Gerätefunktionen](#)“ auf Seite 201.



Ressourcenschutz

Der Agilent Intuvo 9000 GC bietet einen Geräteplan, um Ressourcen wie Strom und Gase zu schonen. Mit dem Geräteplan können Sie Methoden für den Ruhe- und Wachmodus („Sleep“ und „Wake“) sowie Bedingungsbedingungen („Condition“) festlegen, die Ihnen die Programmierung der Ressourcennutzung ermöglichen. Eine SLEEP-Methode legt niedrige Flüsse und Temperaturen fest. Eine WAKE-Methode legt neue Flüsse und Temperaturen fest, in der Regel um Betriebsbedingungen wiederherzustellen. Eine CONDITION-Methode legt Flüsse und Temperaturen für eine bestimmte Laufzeit fest, in der Regel hoch genug, um vorhandene Verunreinigungen zu beseitigen.

Laden Sie die Sleep-Methode zu einer bestimmten Tageszeit, um Flüsse und Temperaturen zu reduzieren. Laden Sie die Wake- oder Condition-Methode, um Analyseinstellungen wiederherzustellen, bevor Sie den GC wieder verwenden. Laden Sie z. B. die Sleep-Methode zum Ende jedes Arbeitstages oder der Arbeitswoche und dann die Wake- oder Condition-Methode ca. eine Stunde, bevor Sie am nächsten Tag zur Arbeit erscheinen.

Eine Methode ist eine Gruppe von Einstellungen, die für die Analyse einer bestimmten Probe notwendig sind.

Da jeder Probenotyp im GC unterschiedlich reagiert – einige Proben erfordern eine höhere Säulentemperatur, andere einen niedrigeren Gasdruck oder einen anderen Detektor – muss für jede Analyse-Art eine besondere Methode erstellt werden.

Der Agilent Intuvo 9000 GC bietet Zugriff auf eine einzelne Methode, die als aktive Methode bezeichnet wird.

Diese Methode kann mithilfe des Touchscreens auf dem GC bearbeitet werden.

Zusätzliche Methoden können über ein verbundenes Datensystem erstellt, bearbeitet und gespeichert werden. Das verbundene Datensystem kann verwendet werden, um die aktive Methode auf dem GC zu ändern.

Obwohl diese Methoden nicht optisch auf dem GC dargestellt werden, können sie nach dem Herunterladen aus dem Datensystem über die Geräteplanfunktionalität des GC verwendet werden.

Sleep-Methoden

Verwenden Sie ein verbundenes Datensystem, um eine Sleep-Methode zu erstellen, die dazu dient, den Gas- und Stromverbrauch in Zeiten mit geringer Aktivität zu reduzieren.

Beachten Sie bei Erstellung einer Sleep-Methode Folgendes:

- **Detektor.** Sie können Temperaturen und Gasverbrauch reduzieren, doch beachten Sie die erforderliche Stabilisierungszeit zur Vorbereitung des Detektors für den Betrieb. Siehe [Tabelle 1](#) auf Seite 32. Die Stromeinsparungen sind minimal.
- **Angeschlossene Geräte.** Wenn ein externes Gerät wie ein Massenspektrometer angeschlossen ist, legen Sie kompatible Flüsse und Temperaturen fest.
- **Einlässe.** Erhalten Sie einen ausreichenden Fluss aufrecht, um Verunreinigungen zu vermeiden.
- **Kryogen-Kühlung.** Geräte, die die Kryogen-Kühlung verwenden, können sofort damit beginnen, wenn die Wake-Methode dies erfordert.

Allgemeine Empfehlungen siehe [Tabelle 7](#) unten.

Tabelle 7 Empfehlungen zur Sleep-Methode

GC-Komponente	Kommentar
Säulen	<ul style="list-style-type: none"> • Reduzieren Sie die Temperatur, um Strom zu sparen. • Schalten Sie die Säulen und den Ofen, um maximal Strom zu sparen. • Erhalten Sie einen gewissen Trägergasfluss aufrecht, um die Säulen zu schützen.
Einlässe	<p>Für alle Einlässe:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Reduzieren Sie die Temperaturen. Reduzieren Sie die Temperaturen auf 40 °C oder schalten Sie die Heizung ab, um maximal Strom zu sparen.
Split/Splitless	<ul style="list-style-type: none"> • Verwenden Sie den Split-Modus, um der Diffusion von Verunreinigungen aus der Entlüftungsleitung vorzubeugen. Verwenden Sie das reduzierte Split-Verhältnis. • Reduzieren Sie den Druck. Erwägen Sie ggf. die Verwendung einer Gassparschaltung.
Multimodus	<ul style="list-style-type: none"> • Verwenden Sie den Split-Modus, um der Diffusion von Verunreinigungen aus der Entlüftungsleitung vorzubeugen. Verwenden Sie das reduzierte Split-Verhältnis. • Reduzieren Sie den Druck. Erwägen Sie ggf. die Verwendung einer Gassparschaltung.

Tabelle 7 Empfehlungen zur Sleep-Methode

GC-Komponente	Kommentar
Detektoren	
FID	<ul style="list-style-type: none"> • Schalten Sie die Flamme ab. (Dadurch werden der Wasserstoff- und Luftfluss abgeschaltet.) • Reduzieren Sie die Temperaturen. (Halten Sie die Temperatur auf mindestens 100 °C, um Verunreinigungen und Kondensation zu minimieren.) • Schalten Sie den Zusatzgasfluss aus.
FPD ⁺	<ul style="list-style-type: none"> • Schalten Sie die Flamme ab. (Dadurch werden der Wasserstoff- und Luftfluss abgeschaltet.) • Reduzieren Sie die Temperaturen. (Halten Sie die Temperatur auf mindestens 100 °C, um Verunreinigungen und Kondensation zu minimieren.) • Schalten Sie den Zusatzgasfluss aus.
EAD	<ul style="list-style-type: none"> • Reduzieren Sie den Zusatzgasfluss. Versuchen Sie es mit 15 bis 20 ml/min und prüfen Sie die Ergebnisse. • Erhalten Sie die Temperatur aufrecht, um lange Wiederherstellungs-/Stabilisierungszeiten zu vermeiden.
SPD	<ul style="list-style-type: none"> • Erhalten Sie die Flüsse und Temperaturen aufrecht. Von der Sleep-Methode wird abgeraten, da die Wiederherstellungszeiten und thermischen Zyklen die Lebensdauer der Perlen herabsetzen können.
WLD	<ul style="list-style-type: none"> • Lassen Sie den Glühdraht eingeschaltet. • Lassen Sie Blocktemperaturregelung eingeschaltet. • Reduzieren Sie den Referenz- und Zusatzgasfluss.
Andere Geräte	
Ventilgehäuse	<ul style="list-style-type: none"> • Reduzieren Sie die Temperatur. (Erhalten Sie eine ausreichend hohe Ventilgehäusetemperatur aufrecht, um ggf. der Kondensation von Proben vorzubeugen.)
Zusätzliche thermische Zonen	<ul style="list-style-type: none"> • Reduzieren oder abschalten. Lesen Sie auch in den Anleitungen zu den angeschlossenen Geräten nach (z. B. einen angeschlossenen MSD).
Hilfsdrücke oder -flüsse	<ul style="list-style-type: none"> • Reduzieren Sie Hilfsdrücke oder Flüsse nach Möglichkeit für die angeschlossenen Säulen, Übertragungsleitungen usw. Beachten Sie stets die Anleitungen zu den angeschlossenen Geräten oder Instrumenten (z. B. für einen angeschlossenen MSD), um zumindest die Minimalwerte für die empfohlenen Flüsse oder Drücke aufrecht zu erhalten.

Wake- und Condition-Methoden

Der GC kann für den Wach-Modus mit einem der folgenden Verfahren programmiert werden:

- Durch Laden der letzten aktiven Methode vor dem Wechsel in den Ruhe-Modus
- Durch Laden der WAKE-Methode
- Durch Ausführung der so genannten CONDITION-Methode und anschließendes Laden der letzten aktiven Methode
- Durch Ausführung einer CONDITION-Methode und anschließendes Laden der WAKE-Methode

HINWEIS

Darüber hinaus kann der GC Methoden für den Ruhe- und Wachmodus („Sleep“ und „Wake“) sowie Bedingungs Methoden („Condition“) speichern, die über die Benutzeroberfläche eines Browsers oder ein verbundenes Datensystem erstellt wurden. Obwohl diese Methoden nicht optisch auf dem GC dargestellt werden, können sie nach dem Herunterladen aus dem Datensystem über die Geräteplanfunktionalität des GC verwendet werden.

Diese Optionen bieten Ihnen Flexibilität für die Vorbereitung des GC nach einem Ruhe-Zyklus.

Eine WAKE-Methode legt Temperaturen und Flüsse fest. Das Ofen-Temperaturprogramm ist isotherm, da der GC keinen Lauf startet. Wenn der GC eine **WAKE-Methode** lädt, bleibt diese Einstellung erhalten, bis Sie eine andere Methode über den Touchscreen, das Datensystem oder durch Starten einer Sequenz laden.

Eine **WAKE-Methode** kann beliebige Einstellungen enthalten, bewirkt jedoch in der Regel Folgendes:

- Wiederherstellung der Einlass-, Detektor-, Säulen- und Übertragungsflüsse.
- Wiederherstellung der Temperaturen.
- Zündung der FID- oder FPD⁺-Flamme.
- Wiederherstellung der Einlassmodi.

Eine CONDITION-Methode legt Flüsse und Temperaturen für die Dauer des Ofenprogramms der Methode fest. Wenn das Programm endet, lädt der GC entweder die **WAKE-Methode** oder die vor dem Wechsel in den Ruhe-Modus zuletzt aktive Methode, wie im Geräteplan festgelegt (oder wenn der Ruhe-Status manuell beendet wird).

Eine mögliche Anwendung einer Condition-Methode ist, höhere als normale Temperaturen und Flüsse festzulegen, um jegliche möglichen Verunreinigungen zu entfernen, die sich während des Ruhe-Modus im GC angesammelt haben.

So stellen Sie den GC für den Ressourcenschutz ein

Stellen Sie den GC durch Erstellung und Verwendung eines **Instrument Schedule** (Geräteplans) für den Ressourcenschutz ein.

- 1 Drücken Sie „Settings“ auf dem Touchscreen. Die Ansicht „Settings“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 62](#).

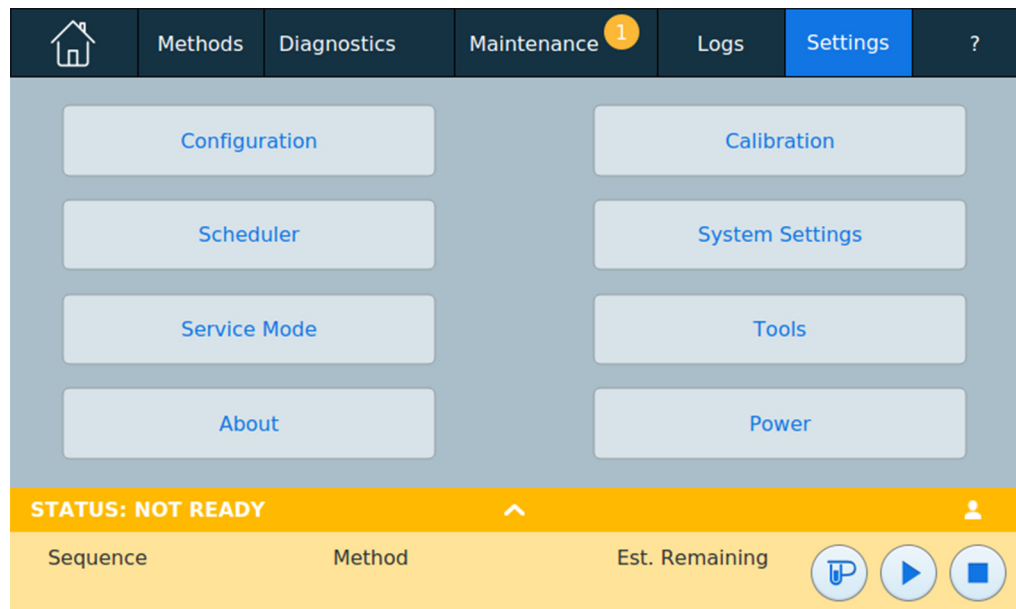


Abb. 62 Ansicht „Settings“

- 2 Drücken Sie **Scheduler**. Die Seite „Instrument Schedule“ wird eingeblendet. Siehe [Abb. 63](#).

Day	Set Wake Method	Wake Time	Set Sleep Method	Sleep Time
Sunday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Monday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Tuesday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Wednesday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Thursday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Friday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Saturday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼

STATUS: IDLE WIN7ENAcquisitionServe4236

Sequence Method Est. Remaining: 999:59

Abb. 63 Seite „Instrument Schedule“

- 3 Erstellen Sie den **Instrument Schedule**. Sie brauchen keine Ereignisse für jeden Tag zu programmieren. Sie können z. B. den GC so programmieren, dass er am Freitagabend in den Ruhe-Modus und am Montagmorgen in den Wach-Modus wechselt, sodass er an Wochentagen stets in Betriebsbereitschaft verbleibt.
 - a Geben Sie eine **Wake Time** für jeden gewünschten Tag ein. Verwenden Sie das entsprechende Dropdown-Listenfeld zur Angabe von **AM** oder **PM**.
 - b Geben Sie eine **SleepTime** für jeden gewünschten Tag ein. Verwenden Sie das entsprechende Dropdown-Listenfeld zur Angabe von **AM** oder **PM**.
 - c Wählen Sie eine **Set Wake Method** für jeden gewünschten Tag, nach Bedarf. Dadurch wird die Wake-Methode automatisch ausgeführt, wenn der GC an den ausgewählten Tagen aktiviert wird. (Siehe „[Wake- und Condition-Methoden](#)“ auf Seite 155.)
 - d Wählen Sie eine **Set Sleep Method** für jeden gewünschten Tag, nach Bedarf. Dadurch wird die Sleep-Methode automatisch ausgeführt, wenn der GC an den ausgewählten Tagen deaktiviert wird. (Siehe „[Sleep-Methoden](#)“ auf Seite 153.)
- 4 Scrollen Sie zum Bereich „Scheduler Options“. Siehe [Abb. 64](#).

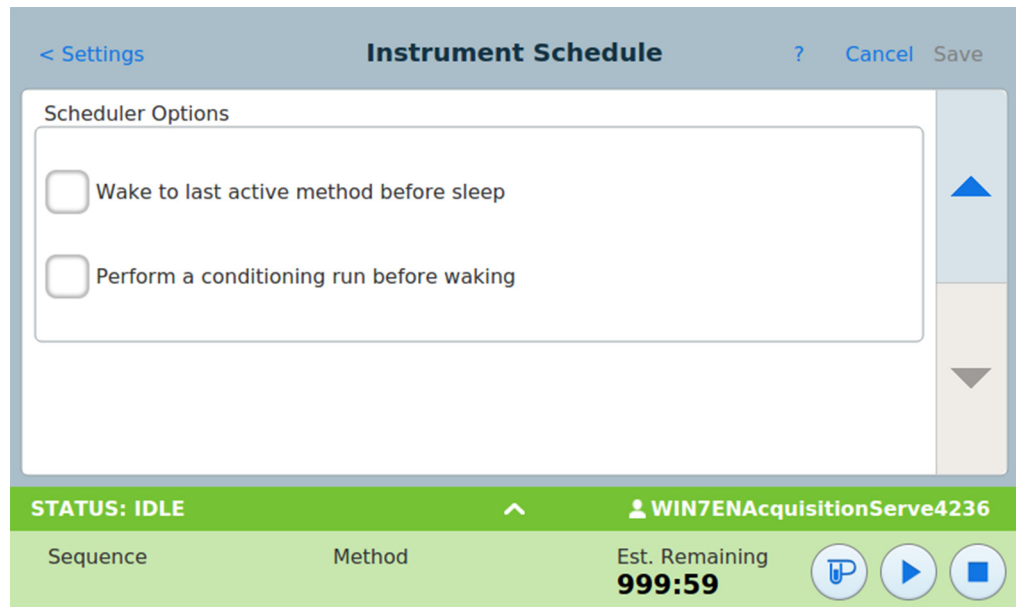
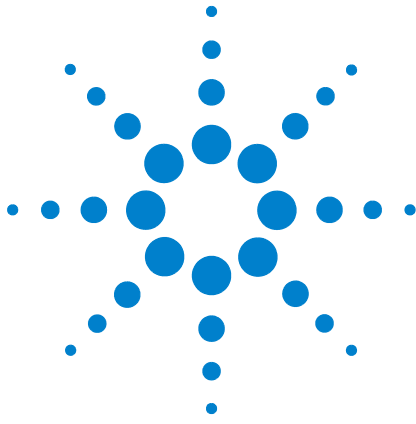


Abb. 64 Bereich „Scheduler Options“

- 5 Legen Sie fest, wie Flüsse wiederhergestellt werden sollen. Wählen Sie die gewünschten Optionen aus:
 - Wake to last active method before sleep: Zum angegebenen Zeitpunkt stellt der GC die letzte aktive Methode vor dem Wechsel in den Ruhe-Modus wieder her.
 - Perform a conditioning run before waking: Zum angegebenen Zeitpunkt lädt der GC die Condition-Methode. Diese Methode wird einmal ausgeführt. (Siehe „Wake- und Condition-Methoden“ auf Seite 155.)
- 6 Drücken Sie **Save**. Die Einstellungen werden im GC gespeichert.



11 Programmierung

Zeitprogrammierung [162](#)

Verwendung von zeitbasierten Ereignissen [162](#)

Hinzufügen von Ereignissen zur Zeittabelle [162](#)

Löschen von zeitbasierten Ereignissen [163](#)

Zeitprogrammierung

Mit der Zeitprogrammierung können bestimmte Sollwerte zu festgelegten Zeiten innerhalb eines 24-Stunden-Tages automatisch geändert werden. Beispielsweise findet ein Ereignis, das darauf programmiert ist, um 14:35 Uhr stattzufinden, um 14:35 Uhr statt. Laufende Analysen oder Sequenzen haben während dieser Zeit Priorität vor jeglichen Zeittabellenereignissen. In diesem Fall werden solche Ereignisse nicht ausgeführt.

Mögliche Zeittabellenereignisse:

- Ventilsteuerung
- Laden von Methoden und Sequenzen
- Starten von Sequenzen
- Initiieren von leeren Läufen und Vorbereitungsläufen (Prep Runs)
- Änderungen im Rahmen der Säulenkompensation
- Anpassungen des Detektor-Offsets
- Initiieren von leeren Läufen und Vorbereitungsläufen (Prep Runs)

Verwendung von zeitbasierten Ereignissen

Mit der Zeittabellenfunktion können Sie Ereignisse so programmieren, dass sie im Laufe eines Tages auf Basis einer 24-Stunden-Uhr stattfinden. Zeittabellenereignisse, die während einer Analyse oder Sequenz stattfinden sollten, werden ignoriert.

Beispielsweise kann die Zeittabelle genutzt werden, um einen leeren Lauf durchzuführen, bevor Sie morgens an Ihren Arbeitsplatz kommen.

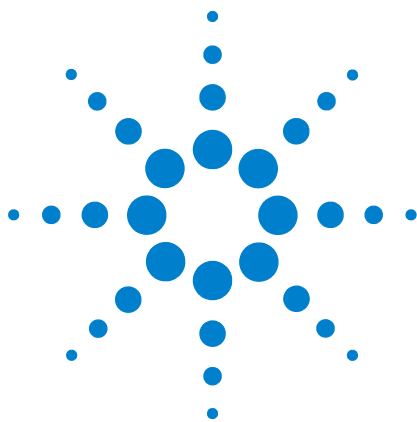
Hinzufügen von Ereignissen zur Zeittabelle

- 1 Drücken Sie auf dem Touchscreen **Settings (Einstellungen)**.
- 2 Drücken Sie **Scheduler (Geräteplan)** in der linken Optionenspalte.
- 3 Drücken Sie auf den Pfeil nach unten auf der rechten Seite, um die Zeittabelle anzuzeigen.
- 4 Drücken Sie **+Add (+Hinzufügen)**.

- 5 Wählen Sie Uhrtyp (Clock Type) und Häufigkeit (Frequency) aus den jeweiligen Dropdown-Menüs.
- 6 Legen Sie die Zeit (Time) fest, zu der das Ereignis stattfinden soll.
- 7 Drücken Sie **Add (Hinzufügen)**, um diesen Eintrag zur Zeittabelle hinzuzufügen.
- 8 Wiederholen Sie dieses Verfahren, bis alle Einträge hinzugefügt wurden.

Löschen von zeitbasierten Ereignissen

- 1 Drücken Sie auf dem Touchscreen **Settings (Einstellungen)**.
- 2 Drücken Sie **Scheduler (Geräteplan)** in der linken Optionenspalte.
- 3 Drücken Sie auf den Pfeil nach unten auf der rechten Seite, um die Zeittabelle anzuzeigen.
- 4 Drücken Sie das **X** rechts vom gewünschten Ereignis. Sie werden aufgefordert, die Löschung zu bestätigen.
- 5 Drücken Sie **Yes (Ja)**, um das Ereignis zu löschen.



12 Chromatografische Überprüfung

- Informationen zur chromatografischen Überprüfung [166](#)
- So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor [167](#)
- So überprüfen Sie die FID-Leistung [168](#)
- So überprüfen Sie die WLD-Leistung [173](#)
- So überprüfen Sie die SPD-Leistung [178](#)
- So überprüfen Sie die ECD-Leistung [182](#)
- So überprüfen Sie FFD⁺-Leistung (Probe 5188-5953) [187](#)
 - Vorbereitung [187](#)
 - Phosphorleistung [188](#)
 - Schwefelleistung [191](#)
- So überprüfen Sie FFD⁺-Leistung (Probe 5188-5245, Japan) [194](#)
 - Vorbereitung [194](#)
 - Phosphorleistung [195](#)
 - Schwefelleistung [199](#)

In diesem Abschnitt wird das allgemeine Verfahren zur Leistungsüberprüfung anhand originaler werkseitiger Standards beschrieben. Die hier beschriebenen Überprüfungsverfahren setzen voraus, dass ein GC bereits einige Zeit benutzt wurde. Darum verlangen die Verfahren, dass Sie Ausheizungen durchführen, Verbrauchsteile ersetzen, die Überprüfungssäule installieren usw. Entnehmen Sie bei einer neuen GC-Installation dem Installationshandbuch des *Intuvo 9000 GC*, welche Schritte Sie in diesem Fall überspringen können.



Informationen zur chromatografischen Überprüfung

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

Die Tests setzen Folgendes voraus:

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

So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor

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

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

HINWEIS

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

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

Tabelle 8 Empfohlene Teile für die Überprüfung nach Einlasstyp

Empfohlenes Teil für die Überprüfung	Teilenummer
Split/ Splitless-Einlass	
Spritze, 10 µL	5181-1267
O-Ring	5188-5365
Septum	5183-4757
Einsatz	5062-3587 oder 5181-3316
Multimodus-Einlass	
Spritze, 10 µL	5181-1267
O-Ring	5188-6405
Septum	5183-4757
Einsatz	5190-3163

So überprüfen Sie die FID-Leistung

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Bewertungssäule, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - Probe zur FID-Leistungsbewertung (Überprüfung) (5188-5372)
 - Isooktan in Chromatografiequalität
 - 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor
 - 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe
 - Einlass- und Injektorteile (Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167“.)
- 2 Überprüfen Sie Folgendes:
 - Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas, Stickstoff, Wasserstoff und Luft.
 - Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
 - 4-ml-Lösungsmittelfläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.
- 3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167.
- 4 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
 - Heizen Sie die Bewertungssäule mindestens 30 Min. bei 180 °C aus. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 5 Prüfen Sie die FID-Basislinienausgabe. (Beachten Sie die Verfahren für den FID-Detektor in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*) Die Ausgabe sollte zwischen 5 pA und 20 pA betragen und relativ stabil sein. (Bei Verwendung eines Gasgenerators oder extrem reinen Gases kann sich das Signal unter 5 pA stabilisieren.) Wenn die Ausgabe außerhalb dieses Bereichs liegt oder instabil ist, lösen Sie dieses Problem, bevor Sie fortfahren.

- 6 Wenn die Ausgabe zu niedrig ist:
- Prüfen Sie, ob das Elektrometer eingeschaltet ist.
 - Stellen Sie sicher, dass die Flamme brennt.
 - Überprüfen Sie, ob das Signal des richtigen Detektors eingestellt ist.
- 7 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 9](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 9 FID-Überprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Probe	FID-Überprüfung 5188-5372
Säulenfluss	6,5 ml/min
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	250 °C
Mode	Splitless
Spülfluss	40 ml/min
Spülzeit	0,5 min
Septumspülung	3 ml/min
Gassparschaltung	Aus
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	75 °C
Anfangszeit	0,1 min
Rate 1	720 °C/min
Endtemperatur 1	250 °C
Endzeit 1	5,0 min
Spülzeit	1,0 min
Spülfluss	40 ml/min

Tabelle 9 FID-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Septumpülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Detektor	
Temperatur	300 °C
H ₂ -Fluss	30 ml/min
Luftfluss	400 ml/min
Zusatzfluss (N ₂)	25 ml/min
Lit-Offset	Normalerweise 2 pA
Ofen	
Anfangstemperatur	75 °C
Anfangszeit	0,5 min
Rate 1	20 °C/min
Endtemperatur	190 °C
Endzeit	0 min
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6
Probenspülungsvolumen	8 (maximal)
Injektionsvolumen	1 µl
Spritzengröße	10 µl
Lösungsmittel A Vorspülungen	2
Lösungsmittel A Nachspülungen	2
Lösungsmittel A Spülungsvolumen	8
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
Lösungsmittel B Nachspülungen	0
Lösungsmittel B Spülungsvolumen	0
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0,20
Viskositätsverzögerung	0


Tabelle 9 FID-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	6.000
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 µl
Datensystem	
Datenrate	5 Hz



- 8** Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungs­methode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.

Wenn Sie kein Datensystem verwenden, erstellen Sie eine Probensequenz mithilfe des GC-Touchscreens.

- 9** Starten Sie die Analyse.

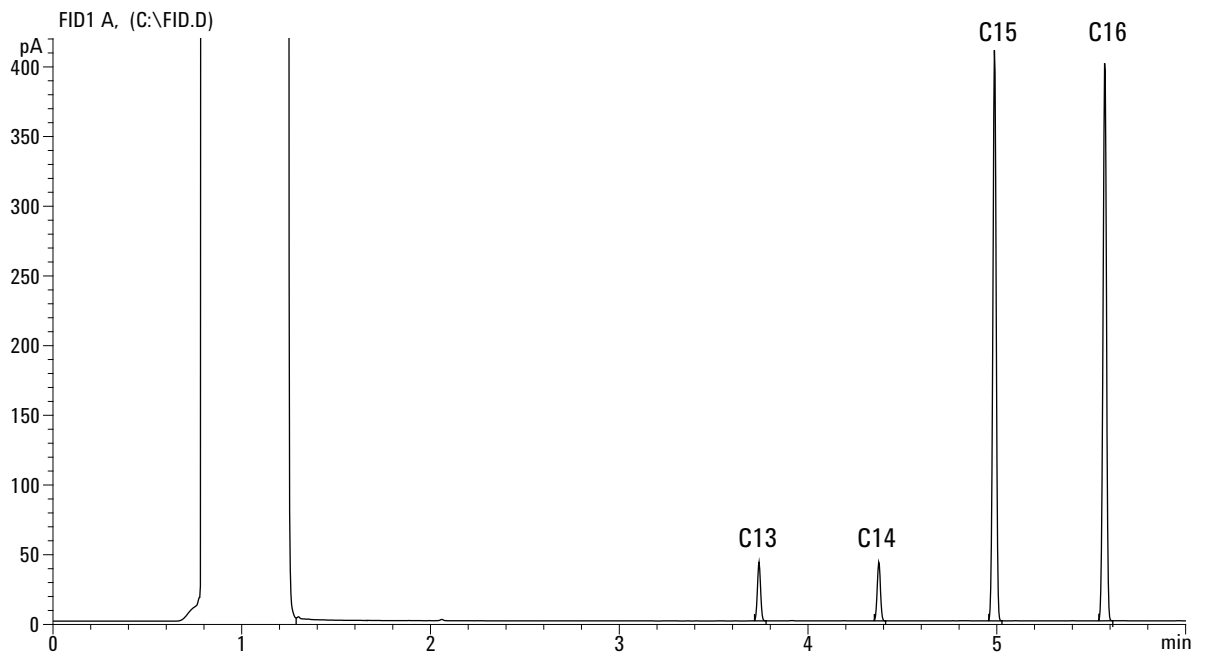
Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder navigieren Sie zum Fenster **Status** am GC-Touchscreen und drücken Sie **[Start]** .

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- a** Drücken Sie **[Prep Run]** , um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
- b** Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** .

Das folgende Chromatogramm zeigt typische Ergebnisse für einen neuen Detektor mit neu installierten Verbrauchsmaterialien und Stickstoff als Zusatzgas.

12 Chromatografische Überprüfung



So überprüfen Sie die WLD-Leistung

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Bewertungssäule, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - Probe zur FID/WLD-Leistungsbewertung (Überprüfung) (18710-60170)
 - 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor
 - Hexan in Chromatografiequalität
 - 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe
 - Helium in Chromatografiequalität als Träger-, Zusatz- und Referenzgas
 - Einlass- und Injektorteile (Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167“.)
- 2 Überprüfen Sie Folgendes:
 - Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas und Referenzgas.
 - Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
 - 4-ml-Lösungsmittelfläschchen mit Diffusionskappe ist mit Hexan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.
- 3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167.
- 4 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
 - Heizen Sie die Bewertungssäule mindestens 30 Min. bei 180 °C aus. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 5 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 10](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 10 WLD-Überprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Probe	FID/WLD-Überprüfung 18710-60170
Säulenfluss	6,5 ml/min
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	250 °C
Mode	Splitless
Spülfluss	60 ml/min
Spülzeit	0,75 min
Septumspülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	40 °C
Anfangszeit	0,1 min
Rate 1	720 °C/min
Endtemperatur 1	350 °C
Endzeit 1	2 min
Spülzeit	1,0 min
Spülfluss	40 ml/min
Septumspülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Detektor	
Temperatur	300 °C
Referenzfluss (He)	40 ml/min
Zusatzfluss (He)	2 ml/min


Tabelle 10 WLD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Basislinienausgabe	< 30 Anzeigezähler in Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750 μ V)
Ofen	
Anfangstemperatur	40 °C
Anfangszeit	0 min
Rate 1	20 °C/min
Endtemperatur	90 °C
Endzeit	0 min
Rate 2	15 °C/min
Endtemperatur	170 °C
Endzeit	0 min
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6
Probenspülvolumen	8 (maximal)
Injektionsvolumen	1 μ l
Spritzengröße	10 μ l
Lösungsmittel A Vorspülungen	2
Lösungsmittel A Nachspülungen	2
Lösungsmittel A Spülvolumen	8
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
Lösungsmittel B Nachspülungen	0
Lösungsmittel B Spülvolumen	0
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0,20
Viskositätsverzögerung	0
Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	6.000
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 μ l



Tabelle 10 WLD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Datensystem	
Datenrate	5 Hz

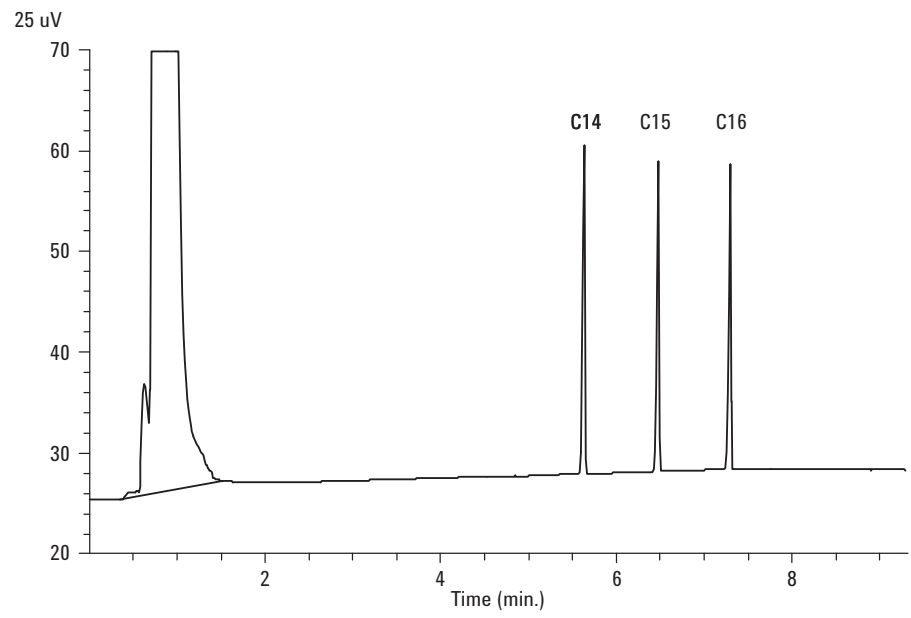
- 6** Zeigen Sie die Signalausgabe an. Eine stabile Ausgabe bei jedem beliebigen Wert zwischen 12,5 und 750 μV (inklusive) ist akzeptabel.
- Wenn die Basislinienausgabe $< 0,5$ Anzeigeeinheiten ($< 12,5 \mu\text{V}$) beträgt, überprüfen Sie, ob der Glühdraht des Detektors eingeschaltet ist. Wenn der Versatz immer noch $< 0,5$ Anzeigeeinheiten ($< 12,5 \mu\text{V}$) beträgt, müssen am Detektor Servicemaßnahmen durchgeführt werden.
 - Wenn die Basislinienausgabe > 30 Anzeigeeinheiten ($> 750 \mu\text{V}$) beträgt, könnte eine chemische Verunreinigung zum Signal beitragen. Heizen Sie den TCD aus. (Beachten Sie das Ausheizverfahren für den WLD in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*) Wenn wiederholte Reinigung nicht zu einem akzeptablen Signal führt, prüfen Sie die Reinheit des Gases. Verwenden Sie reinere Gase und/oder installieren Sie Filter.
- 7** Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungs-methode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.
- 8** Starten Sie die Analyse.

Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder navigieren Sie zum Fenster **Status** am GC-Touchscreen und drücken Sie **[Start]** .

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- Drücken Sie **[Prep Run]** , um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
- Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 μl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** .

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



So überprüfen Sie die SPD-Leistung

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Bewertungssäule, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - Probe zur SPD-Leistungsbewertung (Überprüfung) (18789-60060)
 - 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor.
 - Isooktan in Chromatografiequalität
 - 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe.
 - Einlass- und Injektorteile (Siehe „So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor“ auf Seite 167“.)
- 2 Überprüfen Sie Folgendes:
 - Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas, Stickstoff, Wasserstoff und Luft.
 - Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
 - 4-ml-Fläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.
- 3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe „So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor“ auf Seite 167.
- 4 Entfernen Sie ggf. vorhandene Schutzabdeckungen von den Saugrohröffnungen.
- 5 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
 - Heizen Sie die Bewertungssäule mindestens 30 Min. bei 180 °C aus. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 6 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 11](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 11 SPD-Überprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)

Tabelle 11 SPD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)


Probe	SPD-Überprüfung 18789-60060
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Säulenfluss	6,5 ml/min (Helium)
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	200 °C
Mode	Splitless
Spülfluss	60 ml/min
Spülzeit	0,75 min
Septumspülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	60 °C
Anfangszeit	0,1 min
Rate 1	720 °C/min
Endtemperatur 1	350 °C
Endzeit 1	2 min
Spülzeit	1,0 min
Spülfluss	60 ml/min
Septumspülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Detektor	
Temperatur	300 °C
H ₂ -Fluss	3 ml/min
Luftfluss	60 ml/min
Zusatzfluss (N ₂)	Zusatz + Säule = 10 ml/min
Ausgabe	30 Anzeigeeinheiten (30 pA)
Ofen	

Tabelle 11 SPD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Anfangstemperatur	60 °C
Anfangszeit	0 min
Rate 1	20 °C/min
Endtemperatur	200 °C
Endzeit	3 min
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6
Probenspülvolumen	8 (maximal)
Injektionsvolumen	1 µl
Spritzengröße	10 µl
Lösungsmittel A Vorspülungen	2
Lösungsmittel A Nachspülungen	2
Lösungsmittel A Spülvolumen	8
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
Lösungsmittel B Nachspülungen	0
Lösungsmittel B Spülvolumen	0
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0,20
Viskositätsverzögerung	0
Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	6.000
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 µl
Datensystem	
Datenrate	5 Hz


- 7 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungsmethode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.

8 Starten Sie die Analyse.

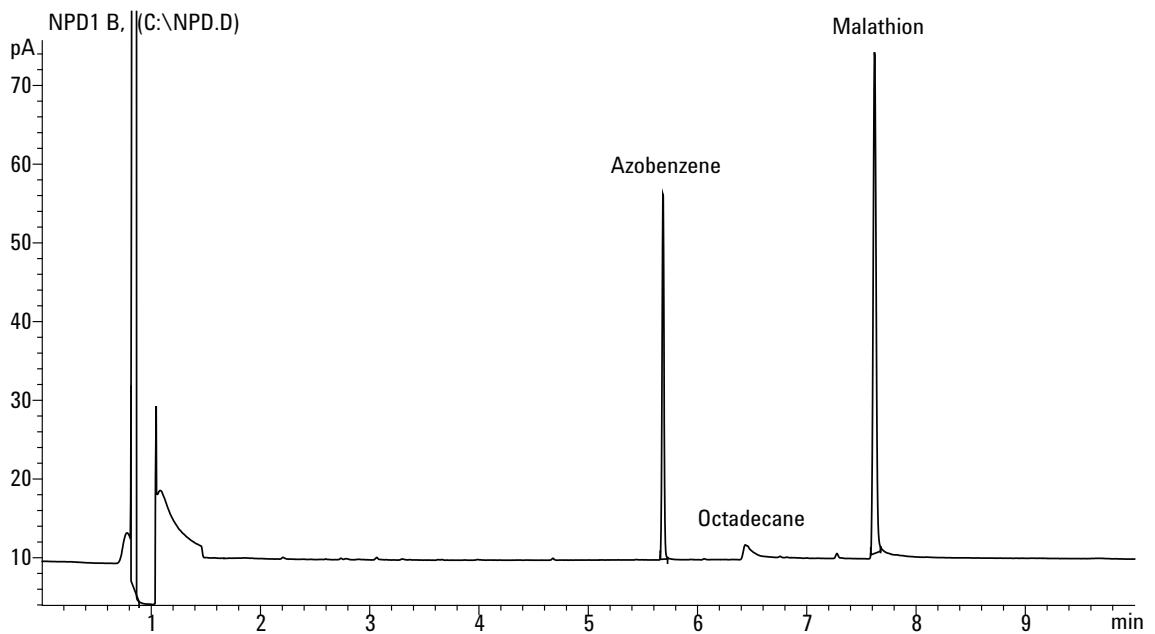
Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder navigieren Sie zum Fenster **Status** am GC-Touchscreen und drücken Sie **Start** .

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- a Drücken Sie **[Prep Run]** , um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.

Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** .

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



So überprüfen Sie die ECD-Leistung

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Bewertungssäule, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - Probe zur ECD-Leistungsbewertung (Überprüfung) (18713-60040, Japan: 5183-0379)
 - 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor.
 - Isooktan in Chromatografiequalität
 - 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe.
 - Einlass- und Injektorteile (Siehe „So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor“ auf Seite 167“.)
- 2 Überprüfen Sie Folgendes:
 - Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas, Stickstoff als Zusatz.
 - Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
 - 4-ml-Fläschchen mit Diffusionskappe ist mit Hexan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.
- 3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe „So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor“ auf Seite 167.
- 4 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
 - Heizen Sie die Bewertungssäule mindestens 30 Min. bei 180 °C aus. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 5 Zeigen Sie die Signalausgabe an, um die Basislinienausgabe zu bestimmen. Eine stabile Basislinienausgabe bei jedem beliebigen Wert zwischen 0,5 und 1.000 Hz (Anzeigeeinheiten der OpenLAB CDS ChemStation Edition) (inklusive) ist akzeptabel.
 - Wenn die Basislinienausgabe < 0,5 Hz beträgt, stellen Sie sicher, dass das Elektrometer eingeschaltet ist. Wenn der Versatz immer noch < 0,5 Hz beträgt, müssen am Detektor Servicemaßnahmen durchgeführt werden.

- Wenn die Basislinienausgabe > 1.000 Hz beträgt, könnte eine chemische Verunreinigung zum Signal beitragen. Heizen Sie den ECD aus. (Beachten Sie das Ausheizverfahren für den ECD in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*) Wenn wiederholte Reinigung nicht zu einem akzeptablen Signal führt, prüfen Sie die Reinheit des Gases. Verwenden Sie reinere Gase und/oder installieren Sie Filter.
- 6 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 12](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 12 ECD-Überprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Probe	ECD-Überprüfung (18713-60040 oder Japan: 5183-0379)
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Säulenfluss	6,5 ml/min (Helium)
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	200 °C
Mode	Splitless
Spülfluss	60 ml/min
Spülzeit	0,75 min
Septumspülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	80 °C
Anfangszeit	0,1 min
Rate 1	720 °C/min
Endtemperatur 1	250 °C
Endzeit 1	5 min
Spülzeit	1,0 min


Tabelle 12 ECD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Spülfluss	60 ml/min
Septumpülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Detektor	
Temperatur	300 °C
Zusatzfluss (N2)	30 ml/min (konstant + Zusatz)
Basislinienausgabe	Sollte < 1.000 Anzeigezähler betragen. In Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 1.000 Hz)
Ofen	
Anfangstemperatur	80 °C
Anfangszeit	0 min
Rate 1	15 °C/min
Endtemperatur	180 °C
Endzeit	10 Min.
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6
Probenspülvolumen	8 (maximal)
Injektionsvolumen	1 µl
Spritzengröße	10 µl
Lösungsmittel A Vorspülungen	2
Lösungsmittel A Nachspülungen	2
Lösungsmittel A Spülvolumen	8
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
Lösungsmittel B Nachspülungen	0
Lösungsmittel B Spülvolumen	0
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0,20
Viskositätsverzögerung	0



Tabelle 12 ECD-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	6.000
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 µl
Datensystem	
Datenrate	5 Hz

- 7 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungs­methode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.
- 8 Starten Sie die Analyse.

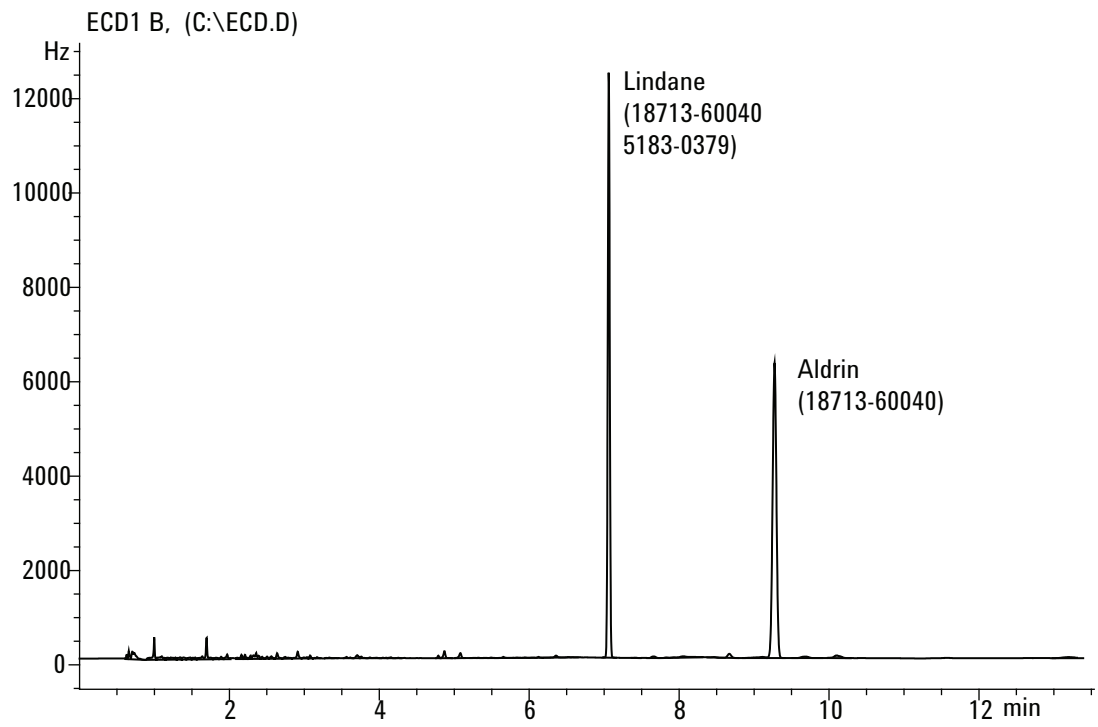
Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Proben­gebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder navigieren Sie zum Fenster **Status** am GC-Touchscreen und drücken Sie **[Start]** .

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- a Drücken Sie **[Prep Run]** , um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
- b Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** .

Das folgende Chromatogramm zeigt typische Ergebnisse für einen neuen Detektor mit neu installierten Verbrauchsmaterialien. Die Aldrin-Spitze fehlt bei Verwendung der japanischen Probe 51830379.

12 Chromatografische Überprüfung



So überprüfen Sie FFD⁺-Leistung (Probe 5188-5953)

Um die FFD⁺-Leistung zu überprüfen, überprüfen Sie zuerst die Phosphor- und dann die Schwefelleistung.

Vorbereitung

- 1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
 - Bewertungssäule, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - Probe zur FFD-Leistungsbewertung (Überprüfung) (5188-5953), 2,5 mg/l (± 0,5 %) Methylparathion in Isooktan
 - Phosphorfilter
 - Schwefelfilter und Filterdistanzstück
 - 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor.
 - 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe.
 - Isooktan in Chromatografiequalität für Spritzenspüllösung.
 - Einlass- und Injektorteile (Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167“.)
- 2 Überprüfen Sie Folgendes:
 - Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas, Stickstoff, Wasserstoff und Luft.
 - Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
 - 4-ml-Fläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.
- 3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167.
- 4 Überprüfen Sie, ob **Lit Offset** richtig eingestellt ist. In der Regel sollte die Einstellung für die Überprüfungsmethode 2,0 pA betragen.
- 5 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)

- Stellen Sie Ofen, Einlass und Detektor auf 250 °C ein und heizen Sie mindestens 15 Minuten lang aus. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)

Phosphorleistung

- 1 Installieren Sie den Phosphorfilter, sofern nicht bereits vorhanden. (Beachten Sie die Verfahren für den Austausch des FDP-Wellenlängenfilters in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 2 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 13](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 13 FFD⁺-Überprüfungsbedingungen (P)

Säule und Probe	
Typ	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Probe	FFD-Überprüfung (5188-5953)
Säulenmodus	Konstanter Druck
Säulendruck	25 psi
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	200 °C Split/Splitless
Mode	Splitless
Spülfluss	60 ml/min
Spülzeit	0,75 min
Septumpülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	75 °C
Anfangszeit	0,1 min
Rate 1	720 °C/min
Endtemperatur 1	250 °C

Tabelle 13 FFD⁺-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)(P)

Endzeit 1	5,0 min
Spülzeit	1,0 min
Spülfluss	60 ml/min
Septumpülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Detektor	
Temperatur	200 °C (Ein)
Wasserstofffluss	60 ml/Min. (Ein)
Luft- (Oxidationsmittel-) fluss	60 ml/Min. (Ein)
Mode	Konstanter Zusatzfluss AUS
Zusatzfluss	60 ml/Min. (Ein)
Zusatzgastyp	Stickstoff
Flamme	Ein
Lit-Offset	Normalerweise 2 pA
PMT-Spannung	Ein
Emissionsblock	125 °C
Ofen	
Anfangstemperatur	70 °C
Anfangszeit	0 min
Rate 1	25 °C/min
Endtemperatur	150 °C
Endzeit	0 min
Rate 2	5 °C/min
Endtemperatur	190 °C
Endzeit	4 min
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6
Probenspülvolumen	8 (maximal)
Injektionsvolumen	1 µl

Tabelle 13 FFD⁺-Überprüfungsbedingungen (Fortsetzung)(P)

Spritzengröße	10 µl
Lösungsmittel A Vorspülungen	2
Lösungsmittel A Nachspülungen	2
Lösungsmittel A Spülvolumen	8
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
Lösungsmittel B Nachspülungen	0
Lösungsmittel B Spülvolumen	0
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0,20
Viskositätsverzögerung	0
Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	6.000
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 µl
Datensystem	
Datenrate	5 Hz

3 Zünden Sie die FFD-Flamme, sofern noch nicht vorhanden.

4 Zeigen Sie die Signalausgabe an und überwachen Sie sie. Diese Ausgabe beträgt in der Regel zwischen 40 und 55, kann aber auch bis zu 70 betragen. Warten Sie, bis die Ausgabe sich stabilisiert. Dies dauert etwa 1 Stunde.

Wenn die Basislinienausgabe zu hoch ist:

- Achten Sie auf Lecks.
- Heizen Sie Detektor und Säule bei 250 °C aus.
- Für die installierten Filter sind die falschen Flüsse eingestellt.

Wenn die Basislinienausgabe null beträgt, prüfen Sie, ob das Elektrometer eingeschaltet und die Flamme entzündet ist.

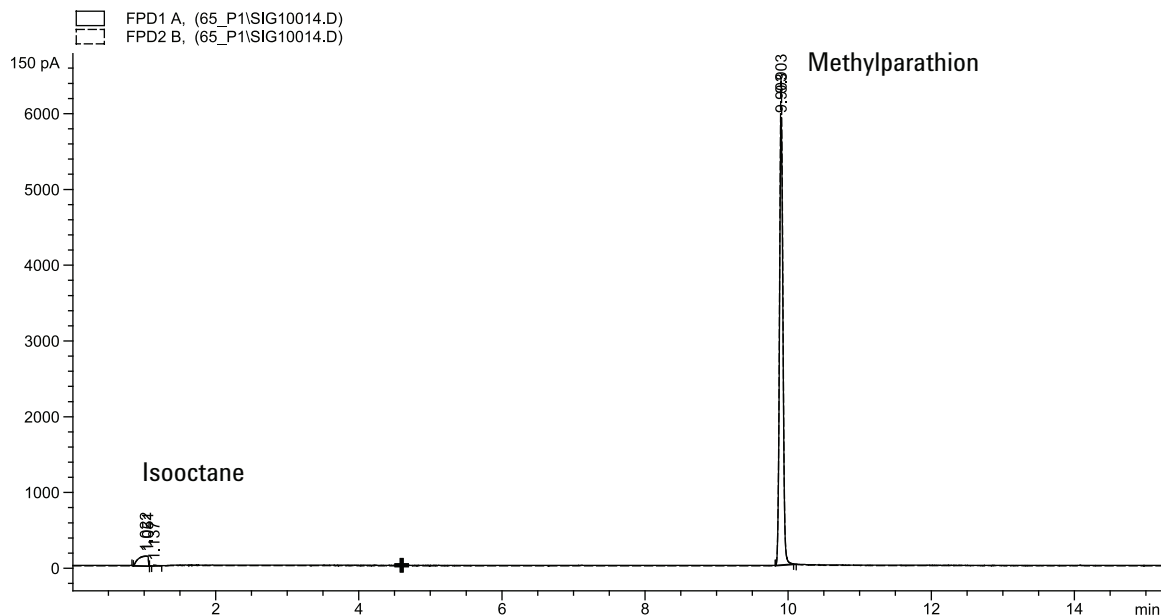
5 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungs-methode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.

6 Starten Sie die Analyse.

Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder drücken Sie **Start** am GC.

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- a Drücken Sie **Prep Run**, um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
- b Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **Start** am GC.
- c Das folgende Chromatogramm zeigt typische Ergebnisse für einen neuen Detektor mit neu installierten Verbrauchsmaterialien.



Schwefelleistung


- 1 Installieren Sie Schwefelfilter und Filterdistanzstück. (Beachten Sie die Verfahren für den Austausch des FDP-Wellenlängenfilters in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 2 Zünden Sie die FFD-Flamme, sofern noch nicht vorhanden.
- 3 Zeigen Sie die Signalausgabe an und überwachen Sie sie. Diese Ausgabe beträgt in der Regel zwischen 50 und 60, kann aber auch bis zu 70 betragen. Warten Sie, bis die Ausgabe sich stabilisiert. Dies dauert etwa 1 Stunde.

Wenn die Basislinienausgabe zu hoch ist:



- Achten Sie auf Lecks.
- Heizen Sie Detektor und Säule bei 250 °C aus.
- Für die installierten Filter sind die falschen Flüsse eingestellt.

Wenn die Basislinienausgabe null beträgt, prüfen Sie, ob das Elektrometer eingeschaltet und die Flamme entzündet ist.

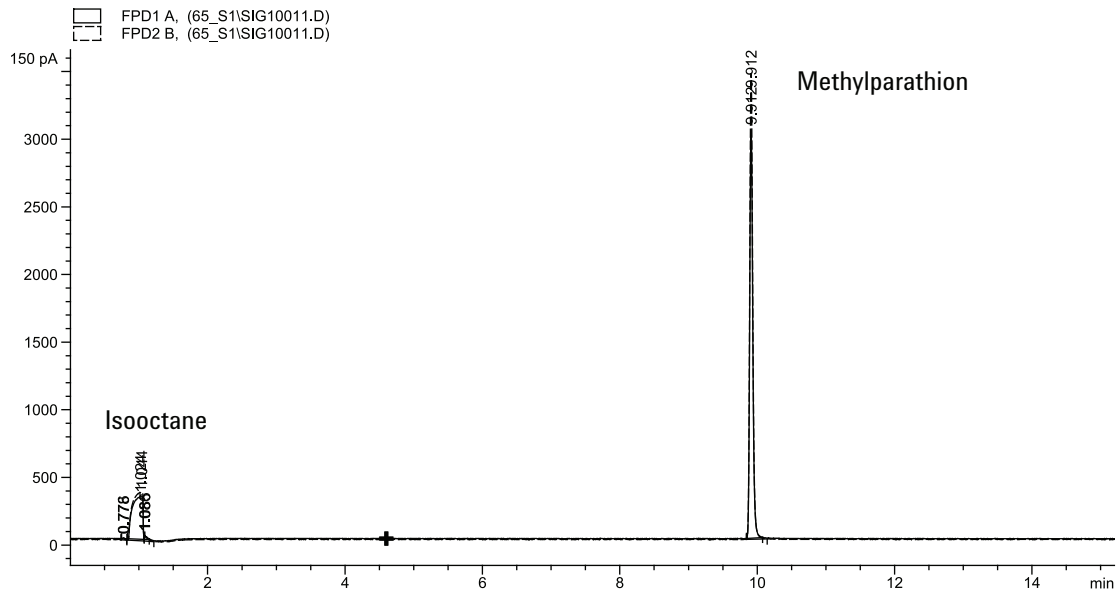
- 4 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungsmethode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.
- 5 Starten Sie die Analyse.

Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder navigieren Sie zum Fenster **Status** am GC-Touchscreen und drücken Sie **[Start]** .

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- a Drücken Sie **[Prep Run]** , um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
- b Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** .

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



So überprüfen Sie FFD⁺-Leistung (Probe 5188-5245, Japan)

Um die FFD⁺-Leistung zu überprüfen, überprüfen Sie zuerst die Phosphor- und dann die Schwefelleistung.

Vorbereitung

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:

- Bewertungssäule, DB5 15 m × 0,32 mm × 1,0 µm (19091S-413UI-INT)
- Probe zur FFD-Leistungsbewertung (Überprüfung) (5188-5245, Japan), Zusammensetzung: n-Dodekan 7.499 mg/l (±5 %), Dodecanethiol 2,0 mg/l (±5 %), Tributylphosphat 2,0 mg/l (±5 %), tert-Butyldisulfid 1,0 mg/l (±5 %), in Isooktan als Lösungsmittel.
- Phosphorfilter.
- Schwefelfilter und Filterdistanzstück.
- 4-ml-Lösungsmittel- und Abfallflaschen oder Gleichwertiges für Autoinjektor.
- 2-ml-Probenfläschchen oder Gleichwertiges für Probe.
- Isooktan in Chromatografiequalität für Spritzenspüllösung.
- Einlass- und Injektorteile (Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167“.)

2 Überprüfen Sie Folgendes:

- Angeschlossene und konfigurierte Gase in Chromatografiequalität: Helium als Trägergas, Stickstoff, Wasserstoff und Luft.
- Leere Abfallfläschchen befinden sich im Probenkarussell.
- 4-ml-Fläschchen mit Diffusionskappe ist mit Isooktan gefüllt und in Lösungsmittel-A-Injektorposition eingesetzt.

3 Tauschen Sie Verbrauchsmaterialien (Liner, Septum, Filter, Spritze usw.) nach Bedarf für die Überprüfung aus. Siehe „[So bereiten Sie die chromatografische Überprüfung vor](#)“ auf Seite 167.

4 Überprüfen Sie, ob Lit-Offset richtig eingestellt ist. In der Regel sollte die Einstellung für die Überprüfungsmethode 2,0 pA betragen.

5 Installieren Sie die Bewertungssäule. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)

- Stellen Sie Ofen, Einlass und Detektor auf 250 °C ein und heizen Sie mindestens 15 Minuten lang aus. (Beachten Sie die Verfahren für den SS- oder MMI-Einlass in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)

Phosphorleistung

- 1 Installieren Sie den Phosphorfilter, sofern nicht bereits vorhanden. (Beachten Sie die Verfahren für den Austausch des FDP-Wellenlängenfilters in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 2 Erstellen oder laden Sie eine Methode mit den in [Tabelle 14](#) aufgelisteten Parameterwerten.

Tabelle 14 FPD⁺-Phosphorüberprüfungsbedingungen

Säule und Probe	
Typ	DB-5MS, 15 m × 0,32 mm × 1,0 µm (123-5513)
Probe	FFD-Überprüfung (5188-5245)
Säulenmodus	Konstanter Fluss
Säulenfluss	7,5 ml/min
Split/Splitless-Einlass	
Temperatur	250 °C
Mode	Splitless
Gesamter Spülfluss	69,5 ml/min
Spülfluss	60 ml/min
Spülzeit	0,75 min
Septumspülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Multimodus-Einlass	
Mode	Splitless
Einlasstemperatur	80 °C
Anfangszeit	0,1 min
Rate 1	720 °C/min

Tabelle 14 FPD⁺-Phosphorüberprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Endtemperatur 1	250 °C
Endzeit 1	5,0 min
Spülzeit	1,0 min
Spülfluss	60 ml/min
Septumspülung	3 ml/min
Guard-Chip-Heizmodus	Beschleunigte Zeit
Guard-Chip-Heizer-Sollwert	300 °C
Einstellungen Busheizung	Standardwerte verwenden
Detektor	
Temperatur	200 °C (Ein)
Wasserstofffluss	60,0 ml/min (Ein)
Luft- (Oxidationsmittel-) fluss	60,0 ml/min (Ein)
Mode	Konstanter Zusatzfluss Aus
Zusatzfluss	60,0 ml/min (Ein)
Zusatzgastyp	Stickstoff
Flamme	Ein
Lit-Offset	Normalerweise 2 pA
PMT-Spannung	Ein
Emissionsblock	125 °C
Ofen	
Anfangstemperatur	70 °C
Anfangszeit	0 min
Rate 1	10 °C/min
Endtemperatur	105 °C
Endzeit	0 min
Rate 2	20 °C/min
Endtemperatur	190 °C
Endzeit	7,25 Min. für Schwefel 12,25 Min. für Phosphor
ALS-Einstellungen (falls installiert)	
Probenspülungen	2
Probenpumpen	6

Tabelle 14 FPD⁺-Phosphorüberprüfungsbedingungen (Fortsetzung)

Probenspülvolumen	8 (maximal)
Injektionsvolumen	1 µl
Spritzengröße	10 µl
Lösungsmittel A Vorspülungen	2
Lösungsmittel A Nachspülungen	2
Lösungsmittel A Spülvolumen	8
Lösungsmittel B Vorspülungen	0
Lösungsmittel B Nachspülungen	0
Lösungsmittel B Spülvolumen	0
Injektionsmodus (7693A)	Normal
Luftspaltvolumen (7693A)	0,20
Viskositätsverzögerung	0
Geschwindigkeit der Injektionsabgabe (7693A)	6.000
Vorinjektions-Verweildauer	0
Nachinjektions-Verweildauer	0
Manuelle Injektion	
Injektionsvolumen	1 µl
Datensystem	
Datenrate	5 Hz

3 Zünden Sie die FFD-Flamme, sofern noch nicht vorhanden.


4 Zeigen Sie die Signalausgabe an und überwachen Sie sie. Diese Ausgabe beträgt in der Regel zwischen 40 und 55, kann aber auch bis zu 70 betragen. Warten Sie, bis die Ausgabe sich stabilisiert. Dies dauert etwa 1 Stunde.

Wenn die Basislinienausgabe zu hoch ist:



- Achten Sie auf Lecks.
- Heizen Sie Detektor und Säule bei 250 °C aus.
- Für die installierten Filter sind die falschen Flüsse eingestellt.

Wenn die Basislinienausgabe null beträgt, prüfen Sie, ob das Elektrometer eingeschaltet und die Flamme entzündet ist.

- 5 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungsmethode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.
- 6 Starten Sie die Analyse.

Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder navigieren Sie zum Fenster **Status** am GC-Touchscreen und drücken Sie **[Start]** .

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- a Drücken Sie **[Prep Run]** , um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
- b Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** .

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

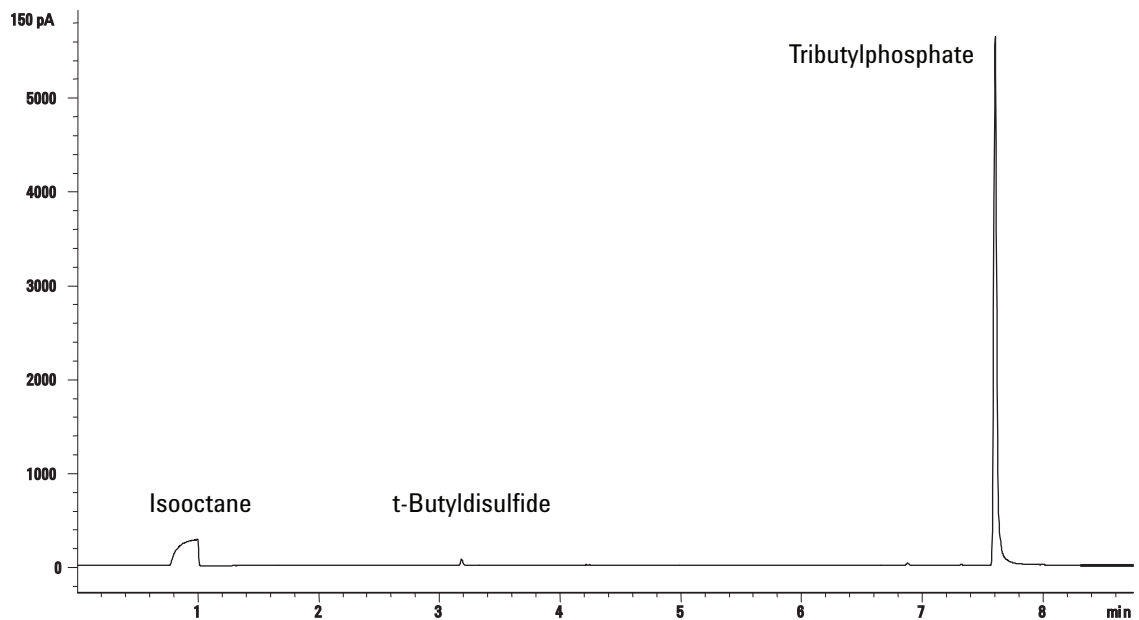


Tabelle 15 Auswertung von Überprüfungsanalysen

FFD-P-Filter	Typischer Bereich nach 24 Stunden	Grenzwerte bei Installation
MDL (pg/sec)	0,06 bis 0,08	≤ 0,10
Peak-Bereich	19000 bis 32000	≥ 19000

Tabelle 15 Auswertung von Überprüfungsanalysen (Fortsetzung)

FFD-P-Filter	Typischer Bereich nach 24 Stunden	Grenzwerte bei Installation
Signalhöhe	5000 bis 11000	–
Rauschen	1,6 bis 3,0	≤ 4
Halbe Breite (min)	0,05 bis 0,07	–
Ausgabe	34 bis 80	≤ 80

Schwefelleistung


- 1 Installieren Sie den Schwefelfilter. (Beachten Sie die Verfahren für den Austausch des FDP-Wellenlängenfilters in der Anleitung zum *Agilent Intuvo 9000 Gaschromatograph - Wartung des GCs.*)
- 2 Zünden Sie die FFD-Flamme, sofern noch nicht vorhanden.
- 3 Zeigen Sie die Signalausgabe an und überwachen Sie sie. Diese Ausgabe beträgt in der Regel zwischen 50 und 60, kann aber auch bis zu 70 betragen. Warten Sie, bis die Ausgabe sich stabilisiert. Dies dauert etwa 2 Stunden.

Wenn die Basislinienausgabe zu hoch ist:

- Achten Sie auf Lecks.
- Heizen Sie Detektor und Säule bei 250 °C aus.
- Für die installierten Filter sind die falschen Flüsse eingestellt.



Wenn die Basislinienausgabe null beträgt, prüfen Sie, ob das Elektrometer eingeschaltet und die Flamme entzündet ist.

- 4 Wenn Sie ein Datensystem verwenden, bereiten Sie es auf die Durchführung einer Analyse mithilfe der geladenen Überprüfungs-methode vor. Stellen Sie sicher, dass das Datensystem ein Chromatogramm ausgibt.
- 5 Starten Sie die Analyse.

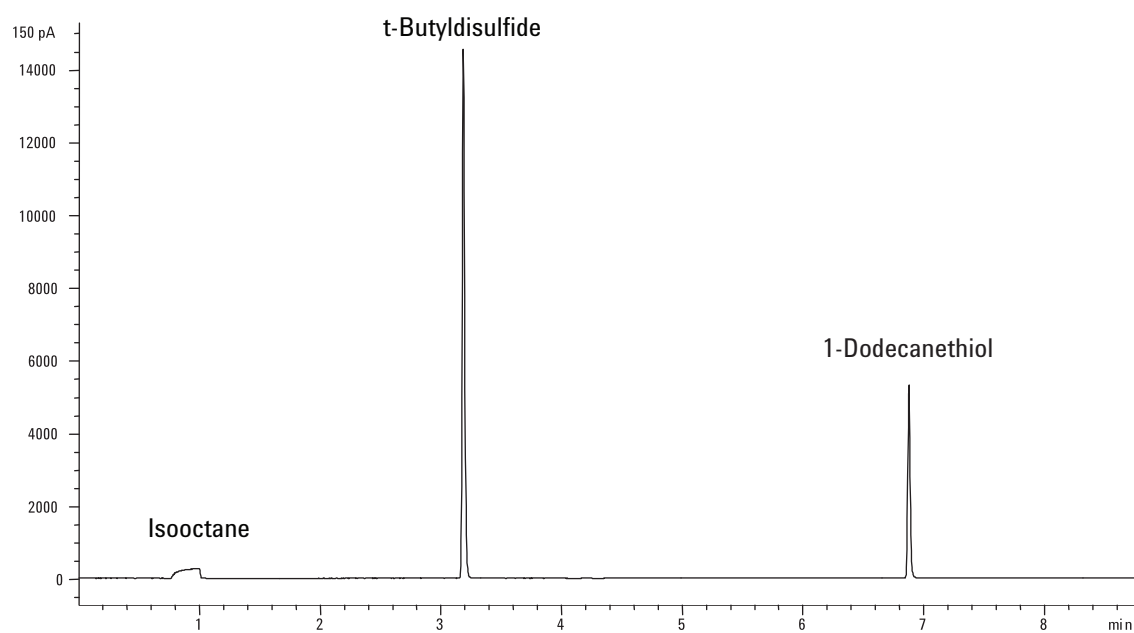
Wenn Sie eine Injektion mithilfe eines automatischen Probengebers durchführen, starten Sie die Analyse mithilfe des Datensystems, oder navigieren Sie zum Fenster **Status** am GC-Touchscreen und drücken Sie **[Start]** .

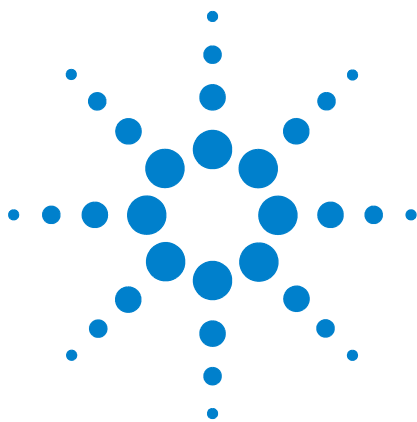
12 Chromatografische Überprüfung

Bei Durchführung einer manuellen Injektion (mit oder ohne Datensystem):

- a Drücken Sie **[Prep Run]** , um den Einlass auf die Splitless-Injektion vorzubereiten.
- b Wenn der GC bereit ist, injizieren Sie 1 µl der Überprüfungsprobe und drücken Sie **[Start]** .

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





13 Intelligente Gerätefunktionen

Kommunikation auf Systemebene 202

GC/MS-Systeme 203

Entlüften des MS 203

MS-Abschaltereignisse 203

GC-Druckabschaltungsereignisse 204

Der Intuvo 9000 GC unterstützt die intelligenten Gerätefunktionen von Agilent. Wenn mehrere Geräte, die diese Technologie unterstützen, als System konfiguriert werden, eröffnen die verbesserte Kommunikation zwischen ihnen und die gemeinsame Datennutzung Möglichkeiten, die in früheren, nur über ein Start/Stopp-Fernsignal kommunizierenden Systemen nicht verfügbar waren.

In diesem Abschnitt werden die zusätzlichen Funktionen beschrieben, die ein Intuvo 9000 GC bei richtiger Konfiguration als Teil eines Systems mit anderen intelligenten Geräten wie einem MS oder Headspace-Probengeber (HS) bietet.

Kommunikation auf Systemebene

Wenn der Intuvo 9000 GC und andere Geräte von Agilent, die die verbesserte Kommunikation unterstützen, z. B. ein MS oder HS, gemeinsam konfiguriert werden, kommunizieren sie miteinander und reagieren aufeinander. Diese Geräte teilen Ereignisse und Daten für Interaktion und Effizienz. Wenn sich der Status eines Geräts ändert, reagiert das andere Gerät entsprechend. Beginnen Sie z. B. mit der Entlüftung eines MS, ändert der GC automatisch Flüsse und Temperaturen. Wechselt der GC in den „Sleep“-Zustand, um Ressourcen zu sparen, erfolgt dies auch bei MS und HS. Bei Programmierung des HS nimmt der HS automatisch die aktuellen GC-Methodensollwerte auf, um Timing und Durchsatz zu berechnen.

Einer der primären Vorteile der verbesserten Kommunikation ist, dass Geräte sich selbst und gegenseitig vor Beschädigung schützen können. Zu den Ereignissen, die derartige Interaktion veranlassen, zählen:

- GC-Abschaltungen
- MS-Entlüftung
- MS-Abschaltungen

Ein weiterer Vorteil der verbesserten Kommunikation ist der Komfort auf Systemebene:

- Konsolidierte EMF-Überwachung
- Synchronisierte Geräteuhren (Agilent Datensystem erforderlich)
- Synchronisierte Gerätepläne (Sleep/Wake)
- Durchgeleitete Anzeige der Fehler angeschlossener Geräte auf dem GC-Touchscreen

GC/MS-Systeme

In diesem Abschnitt werden Verhalten und Funktionen des GC beschrieben, wozu ein verbesserte GC-MS-Kommunikation unterstützender MS oder MSD erforderlich ist. (Beachten Sie die MS-Dokumentation.)

Entlüften des MS

Wenn Sie die MS-Tastatur oder das Agilent Datensystem zum Starten einer Entlüftung verwenden, meldet der MSD das Ereignis an den GC. Der GC lädt die spezifische MS-Entlüftungsmethode. Der GC speichert die geladene MS-Entlüftungsmethode, bis:

- Das MS wieder bereit ist.
- Sie den MS-Entlüftungsstatus manuell freigeben.

Während des Entlüftungsprozesses informiert der MS den GC, dass die Entlüftung abgeschlossen ist. Der GC stellt dann sehr geringe Flüsse für alle Fluss- oder Druck-gesteuerten Vorrichtungen ein, die über die Säulenkonfigurationskette zum Einlass zurückführen. Der GC stellt z. B. für eine Konfiguration, die ein gespültes Anschlussstück an der Übertragungsleitung verwendet, den Druck am gespülten Anschlussstück auf 1,0 psi und den Druck am Einlass auf 1,25 psi ein.

Wenn Sie Wasserstoff als Trägergas verwenden, schaltet der GC einfach die Gaszufuhr aus, um eine Ansammlung von Wasserstoff im MS zu verhindern.

Beachten Sie, dass während sich der MS im Entlüftungsstatus befindet, der GC den MS nicht abschaltet, nachdem die Kommunikation mit dem MS unterbrochen wurde.

MS-Abschaltereignisse

Wenn der GC mit einem die verbesserte GC-MS-Kommunikation unterstützenden MS oder MSD konfiguriert ist, führen die folgenden Ereignisse zu einer MS-Abschaltung am GC:

- Verlust der Kommunikation mit dem MS, wenn der MS nicht entlüftet wird. (Erfordert einen Kommunikationsausfall für eine bestimmte Dauer.)
- Der MS meldet einen Ausfall der Hochvakuumpumpe.

Wenn der GC eine MS-Abschaltung einleitet:

- Der GC bricht jeglichen aktuellen Lauf ab.

- Die Temperatursteuerung der MS-Übertragungsleitung wird abgeschaltet.
- Wenn Sie ein entflammbares Trägergas verwenden, wird die Gaszufuhr ausgeschaltet, nachdem der Ofen abgekühlt ist (nur für den Gasfluss der MS-Säule).
- Wenn Sie kein entflammbares Trägergas verwenden, stellt der GC sehr geringe Flüsse für alle Fluss- oder Druck-gesteuerten Vorrichtungen ein, die über die Säulenkonfigurationskette zum Einlass zurückführen. Der GC stellt z. B. für eine Konfiguration, die ein gespültes Anschlussstück an der Übertragungsleitung verwendet, den Druck am gespülten Anschlussstück auf 1,0 psi und den Druck am Einlass auf 1,25 psi ein.
- Der GC zeigt den Fehlerstatus an und erfasst die Ereignisse in den Protokollen.

Der GC kann nicht verwendet werden, bis der Fehlerstatus gelöscht oder die Konfiguration des MS am GC aufgehoben wird.

Wenn das MS repariert ist oder den Fehler löscht bzw. die Kommunikation wiederhergestellt wird, löscht der GC diesen Fehlerstatus automatisch.

GC-Druckabschaltungsereignisse

Wenn der GC für das zur MS-Übertragungsleitung fließende Trägergas eine Druckabschaltung durchführt, protokolliert der MS dieses Ereignis. Im Rahmen der Abschaltungsschritte schaltet der GC auch die MS-Übertragungsleitung ab.



14 Betrieb von Splitter und Rückspülzubehör

G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör	206
G7323A Mittelsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör	210
G7324A Nachsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör	214
G7325A Nachsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör	218
G7326A Einlass-Splitter an 2-Säulen-Zubehör	222
G7329A 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Zubehör	225

Dieser Abschnitt bietet eine Übersicht über die verfügbaren Optionen für Rückspülung und Splitter für den Agilent Intuvo 9000 GC. Details und spezifische Vorgehensweisen für jedes Zubehörteil finden Sie in den jeweiligen Installationsanleitungen.

G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör

Die Agilent G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör ermöglicht bei Installation auf einem Intuvo 9000 GC Kapillarsäulen-Rückspülfähigkeiten zum Detektor in der D1-Position.

Einführung

Die Installation der G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör mit einer elektronischen Pneumatiksteuerung (EPC), die als pneumatisches Schaltgerät (PSD) bezeichnet wird, stattet das Agilent Intuvo 9000 GC System mit Rückspülfunktion aus. Die Rückspülung verwendet eine zusätzliche Druckquelle am Ende einer Säule, um Trägergas rückwärts durch die Säule und aus der Einlass-Splitentlüftung strömen zu lassen. Dies entfernt hochsiedende Verbindungen aus dem Säulenkopf, was Verschleppungen und Matrix-Verunreinigungseffekte verringert und den Probendurchsatz erhöht.

Funktionsprinzipien

Eine Mittelsäulen-Rückspülkonfiguration verwendet zwei Säulen. Säule 1 ist die Rückspülsäule und Säule 2 ist die Analysensäule. Eine zusätzliche Druckquelle, das pneumatische Schaltgerät (PSD), wird zwischen den beiden Säulen platziert, um den Trägergasstrom in einem der beiden Modi anzupassen. Im regulären Durchflussbetrieb fügt das PSD zusätzlich zu Säule 1 eine geringe Durchflussmenge hinzu, um den Durchfluss zu Säule 2 bereitzustellen. In diesem Modus gehen die Analyten von Säule 1 zu Spalte 2 über, als ob es sich um eine kontinuierliche Säule handele. Die Analyten werden durch Säule 2 zum Detektor transportiert. Siehe [Abbildung 65](#) auf Seite 207.

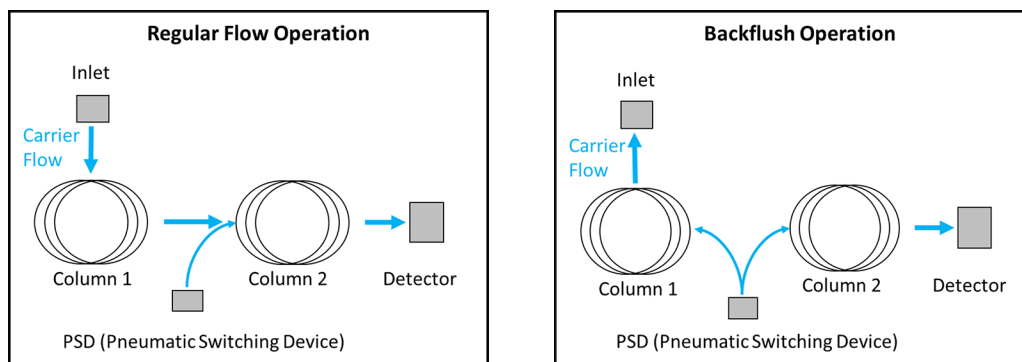


Abbildung 65 Regulärer Durchfluss und Rückspülbetrieb

Während des Rückspülbetriebs wird der Eingangsdruck zu einem bestimmten Zeitpunkt nach der Probeneinführung (d. h. nach der Rückspülzeit) verringert. Das PSD kompensiert, um die gleiche Durchflussrate wie vor dem Rückspülbetrieb durch Säule 2 aufrecht zu halten. Da jedoch der Einlassdruck nun niedriger als der PSD-Druck ist, kehrt der Durchfluss durch Säule 1 um und strömt durch die Einlass-Splitentlüftung aus.

Verwenden Sie beim Anbringen der Rückspüleleitung der Gasquelle an das PSD-EPC-Modul als Rückspül-Zubehör ein T-Stück an der Trägergasversorgung und verbinden Sie die neue Leitung mit dem EPC-Modul für das Rückspülzubehör mit einem 1/8-Zoll-Swagelok-Anschluss. Möglicherweise müssen Sie den Trägergasdruck zum GC je nach Rückspüleinstellungen erhöhen. Der PSD-EPC-Drucksollwert variiert je nach Anwendung. Der PSD-EPC-Spülfluss sollte zunächst auf 3 ml/min eingestellt werden.

Funktionsweise

Überlegungen zur Säule

Das Ziel jeder chromatografischen Trennung ist es, die notwendige Menge an Auflösung zwischen Analyt(en) von Interesse innerhalb möglichst kurzer Zeit zu erhalten. Jede Analyse ist anders und erfordert unterschiedliche Säulen. Einige allgemeine Richtlinien können jedoch wie folgt festgelegt werden: Eine übliche Rückspülkonfiguration besteht aus einer 5-m-Rückspülsäule und einer 15-m-Analysesäule. Die erste Säule mit Mittelsäulen-Rückspülung ist meist beschichtet. Die Verwendung einer stationären Phase (gegenüber einer unbeschichteten Rückspülsäule) hilft, die Analyten von Interesse vor unerwünschten Verbindungen zu schützen und bietet darüber hinaus eine Phasenverhältnis-Fokussierung für

schwere Analyten, um sie am Kopf der Rückspülsäule zu halten und eine leichtere Rückspülung zu ermöglichen. Die Säulenabmessungen sind je nach Probe und Analyse unterschiedlich. Wählen Sie eine Säule aus, die zu der erforderlichen Probe passt. Im Allgemeinen ist die erste Säule eine kurze Säule, die verwendet wird, um Matrixverbindungen und schwere Analyten einzufangen, während die Analysensäule so lang wie nötig ist, um die erforderliche Trennung durchzuführen. Allerdings liegt die maximale Säulenlänge, die der Intuvo 9000 GC verarbeiten kann, bei zwei 30-m-Säulen mit einem Innendurchmesser von 320 µm.

Überlegungen zum Einlass

Es kann jeder Einlass verwendet werden, der einen Splitmodus zusammen mit einem Mittelsäulen-Rückspülsystem unterstützt.

Überlegungen zum Detektor

Der Mittelsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip kann mit jedem Detektor auf der Intuvo 9000 GC Plattform in der D1-Position verwendet werden. Die einzige Einschränkung ist, dass der gewählte Detektor mit den aus Säule 2 austretenden Durchflussraten kompatibel sein muss.

Überlegungen zur Säulendurchflussrate

Säule 2, die Analysensäule, sollte für die erforderliche Trennung bei der optimalen Durchflussrate laufen. Hinsichtlich des Säulendurchflusses gibt es zwei wesentliche Einschränkungen. Erstens: Säule 2 sollte einen 10 % höheren Durchfluss als Säule 1 haben. Beispiel: Wenn der Durchfluss von Säule 1 auf 2,0 ml/min eingestellt ist, sollte der Durchfluss von Säule 2 mindestens 2,2 ml/min betragen. Zweitens: Die Durchflussrate von Säule 2 sollte so eingestellt sein, dass sie den Betriebsbereich des Detektors nicht überschreitet.

Bestimmen der Rückspülparameter

Die Rückspülzeit ist die angegebene Zeit nach der Probeneinführung, nach der die Rückspülung erfolgt. Dies geschieht, wenn der letzte Analyt von Interesse aus Säule 1 eluiert wurde. Der Benutzer kann diese Zeit direkt angeben, indem ein Lauf ohne Rückfluss durchgeführt und die Zeit für die Durchflussumkehr in Säule 1 gemessen wird. Agilent bietet auch einen Rückfluss-Assistenten an, der dem Benutzer dabei hilft, eine Reihe von Injektionen durchzuführen, um die optimale Rückspülzeit zu bestimmen. Die Dauer der Rückspülung sollte so bemessen sein, dass mindestens zwei

Säulenvolumen gespült werden. (Der Rückspül-Assistent verwendet fünf Spülvolumen.) Wenn Verschleppungen beobachtet werden, sollte der Wert erhöht werden.

G7323A Mittelsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör

Die Agilent G7323A Mittelsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör ermöglicht bei Installation auf einem Intuvo 9000 GC Kapillarsäulen-Rückspülfähigkeiten zum Detektor in der D2- oder MS-Position.

Einführung

Die Installation der G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör mit einer elektronischen Pneumatiksteuerung (EPC), die als pneumatisches Schaltgerät (PSD) bezeichnet wird, stattet das Agilent Intuvo 9000 GC System mit Rückspülfunktion aus. Die Rückspülung verwendet eine zusätzliche Druckquelle am Ende einer Säule, um Trägergas rückwärts durch die Säule und aus der Einlass-Splitentlüftung strömen zu lassen. Dies entfernt hochsiedende Verbindungen aus dem Säulenkopf, was Verschleppungen und Matrix-Verunreinigungseffekte verringert, eine Verunreinigung der Massenspektrometerquelle verhindert und den Probendurchsatz erhöht.

Funktionsprinzipien

Eine Mittelsäulen-Rückspülkonfiguration verwendet zwei Säulen. Säule 1 ist die Rückspülsäule und Säule 2 ist die Analysensäule. Eine zusätzliche Druckquelle, das pneumatische Schaltgerät (PSD), wird zwischen den beiden Säulen platziert, um den Trägergasstrom in einem der beiden Modi anzupassen. Im regulären Durchflussbetrieb fügt das PSD zusätzlich zu Säule 1 eine geringe Durchflussmenge hinzu, um den Durchfluss zu Säule 2 bereitzustellen. In diesem Modus gehen die Analyten von Säule 1 zu Spalte 2 über, als ob es sich um eine kontinuierliche Säule handele. Die Analyten werden durch Säule 2 zum Detektor transportiert. Siehe [Abbildung 66](#) auf Seite 211.

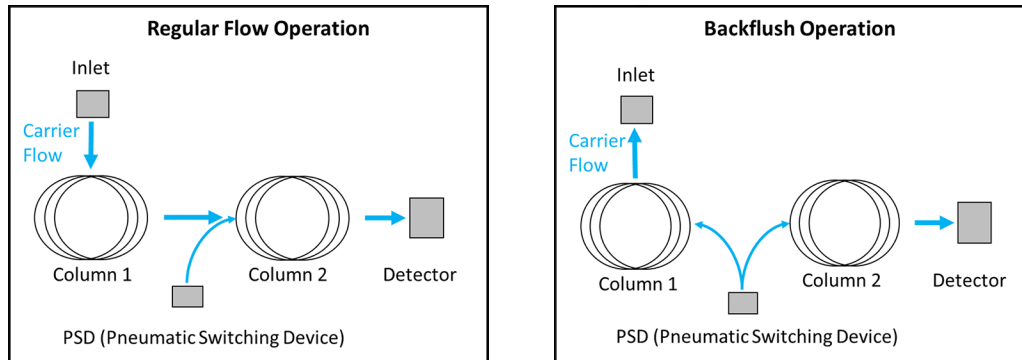


Abbildung 66 Regulärer Durchfluss und Rückspülbetrieb

Während des Rückspülbetriebs wird der Eingangsdruck zu einem bestimmten Zeitpunkt nach der Probeneinführung (d. h. nach der Rückspülzeit) verringert. Der PSD behält dieselbe Durchflussrate durch Säule 2 bei. Da jedoch der Einlassdruck nun niedriger als der PSD-Druck ist, kehrt der Durchfluss durch Säule 1 um und strömt durch die Inlet-Splitentlüftung aus.

Verwenden Sie beim Anbringen der Rückspülgasleitung am EPC-Modul für das Rückspülzubehör dasselbe Gas wie das Trägergas. Verwenden Sie ein T-Stück an der Trägergasversorgung und verbinden Sie die neue Leitung mit dem EPC-Modul für das Rückspülzubehör mit einem 1/8-Zoll-Swagelok-Anschluss. Möglicherweise müssen Sie den Trägergasdruck zum GC je nach Rückspüleinstellungen erhöhen. Der EPC-Drucksollwert variiert je nach Anwendung. Der EPC-Spülfluss sollte zunächst auf 3 ml/min eingestellt werden.

Funktionsweise

Überlegungen zur Säule

Das Ziel jeder chromatografischen Trennung ist es, die notwendige Menge an Auflösung zwischen Analyt(en) von Interesse innerhalb möglichst kurzer Zeit zu erhalten. Jede Analyse ist anders und erfordert unterschiedliche Säulen. Einige allgemeine Richtlinien können jedoch wie folgt festgelegt werden: Eine übliche Rückspülkonfiguration besteht aus einer 5-m-Rückspülsäule und einer 15-m-Analysesäule. Die erste Säule mit Mittelsäulen-Rückspülung ist meist beschichtet. Die Verwendung einer stationären Phase (gegenüber einer unbeschichteten Rückspülsäule) hilft, die Analyten von Interesse vor unerwünschten Verbindungen zu schützen und bietet darüber hinaus eine Phasenverhältnis-Fokussierung für

schwere Analyten, um sie am Kopf der Rückspülsäule zu halten und eine leichtere Rückspülung zu ermöglichen. Die Säulenabmessungen sind je nach Probe und Analyse unterschiedlich. Wählen Sie eine Säule aus, die zu der erforderlichen Probe passt. Im Allgemeinen ist die erste Säule eine kurze Säule, die verwendet wird, um Matrixverbindungen und schwere Analyten einzufangen, während die Analysensäule so lang wie nötig ist, um die erforderliche Trennung durchzuführen. Allerdings liegt die maximale Säulenlänge, die der Intuvo 9000 GC verarbeiten kann, bei zwei 30-m-Säulen mit einem Innendurchmesser von 320 µm.

Überlegungen zum Einlass

Es kann jeder Einlass verwendet werden, der einen Splitmodus zusammen mit einem Mittelsäulen-Rückspülsystem unterstützt.

Überlegungen zum Detektor

Der Mittelsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip kann mit jedem Detektor auf der Intuvo 9000 GC Plattform verwendet werden. Die einzige Einschränkung ist, dass der gewählte Detektor mit den aus Säule 2 austretenden Durchflussraten kompatibel sein muss.

Überlegungen zur Säulendurchflussrate

Säule 2, die Analysensäule, sollte für die erforderliche Trennung bei der optimalen Durchflussrate laufen. Hinsichtlich des Säulendurchflusses gibt es zwei wesentliche Einschränkungen. Erstens: Säule 2 sollte einen 10 % höheren Durchfluss als Säule 1 haben. Beispiel: Wenn der Durchfluss von Säule 1 auf 2,0 ml/min eingestellt ist, sollte der Durchfluss von Säule 2 mindestens 2,2 ml/min betragen. Zweitens: Die Durchflussrate von Säule 2 sollte so eingestellt sein, dass sie den Betriebsbereich des Detektors (bei MS) nicht überschreitet.

Bestimmen der Rückspülparameter

Die Rückspülzeit ist die angegebene Zeit nach der Probeneinführung, nach der die Rückspülung erfolgt. Dies geschieht, wenn der letzte Analyt von Interesse aus Säule 1 eluiert wurde. Der Benutzer kann diese Zeit direkt angeben, indem ein Lauf ohne Rückfluss durchgeführt und die Zeit für die Durchflussumkehr in Säule 1 gemessen wird. Agilent bietet auch einen Rückfluss-Assistenten an, der dem Benutzer dabei hilft, eine Reihe von Injektionen durchzuführen, um die optimale Rückspülzeit zu bestimmen. Die Dauer der Rückspülung sollte so bemessen sein, dass mindestens zwei

Säulenvolumen gespült werden. (Der Rückspül-Assistent verwendet fünf Spülvolumen.) Wenn Verschleppungen beobachtet werden, sollte der Wert erhöht werden.

G7324A Nachsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör

Die Agilent G7324A Nachsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör ermöglicht bei Installation auf einem Intuvo 9000 GC Kapillarsäulen-Rückspülfähigkeiten zum Detektor in der D1-Position.

Einführung

Die Installation der G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör mit einer elektronischen Pneumatiksteuerung (EPC), die als pneumatisches Schaltgerät (PSD) bezeichnet wird, stattet das Agilent Intuvo 9000 GC System mit Rückspülfunktion aus. Die Rückspülung verwendet eine zusätzliche Druckquelle am Ende einer Säule, um Trägergas rückwärts durch die Säule und aus der Einlass-Splitentlüftung strömen zu lassen. Dies entfernt hochsiedende Verbindungen aus dem Säulenkopf, was Verschleppungen und Matrix-Verunreinigungseffekte verringert, eine Verunreinigung des Detektors verhindert und den Probendurchsatz erhöht.

Funktionsprinzipien

In einer Nachsäulen-Rückspülkonfiguration wird eine einzige Analysensäule zusammen mit einem Rückflussbegrenzer verwendet, der sich zwischen dem Ende der Analysensäule und dem Detektor befindet. Der Rückflussbegrenzer ist in den Agilent G7324A Nachsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip integriert, was die Benutzerfreundlichkeit des Intuvo 9000 GC steigert. Eine zusätzliche Druckquelle, die PSD-EPC, ist über einen Knoten (auch in den Nachsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip integriert) zwischen Säule und Begrenzer eingebunden, um den Trägergasstrom in einem der beiden Modi anzupassen.

Im regulären Strömungsbetrieb fügt die PSD-EPC zusätzlich zum Säulenträgergas eine geringe Menge an Trägergas hinzu, um Durchfluss durch den Begrenzer zum Detektor zu gewährleisten. In diesem Modus gehen die Analyten von der Säule durch den Begrenzer zum Detektor über, als ob es sich um eine kontinuierliche Säule handele. Siehe [Abbildung 67](#) auf Seite 215.

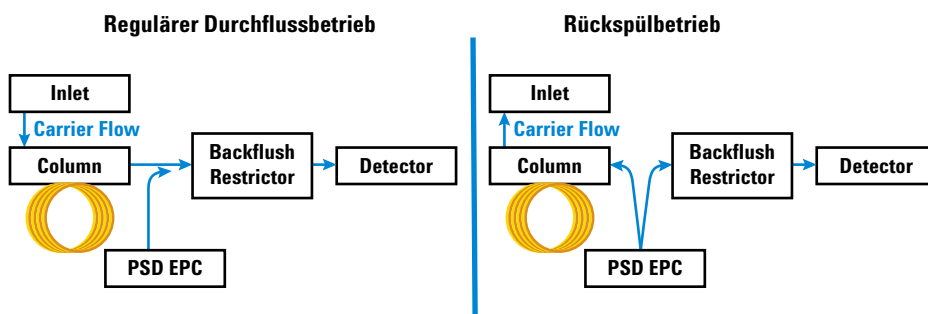


Abbildung 67 Regulärer Durchfluss und Rückspülbetrieb

Während des Rückspülbetriebs wird zu einem bestimmten Zeitpunkt nach der Probeneinführung (d. h. nach der Rückspülzeit) der Eingangsdruck verringert (gewöhnlich um 0,07 bis 0,14 bar [1-2 psi]). Der PSD-EPC-Druck wird erhöht, um den Durchfluss des Trägergases umzukehren und alle verbleibenden Analyten durch die Einlass-Splitentlüftung zu spülen.

Zum Aktivieren des Rückspülbetriebs muss der Benutzer eine Zeit festlegen, in der das System die Rückspülung durchführt. Die Rücklaufzeit ist in der Regel das Ende des Laufes, wenn der letzte Spitzenwert von der Säule eluiert und erkannt wurde. Während der Rückspülzeit wird der Eingangsdruck verringert, während gleichzeitig der PSD-Druck erhöht wird. Je höher der PSD-Druck während der Rückspülung angehoben wird, desto schneller wird die Rückspülung durchgeführt. Wenn jedoch der PSD-Druck während der Rückspülung erhöht wird, wird auch ein Teil des Durchflusses durch den Begrenzer an den Detektor geleitet. Der Durchfluss kann während der Rückspülung nicht höher als die Betriebsgrenzwerte des Detektors sein.

Verwenden Sie beim Anbringen der Rückspülgasleitung am EPC-Modul für das Rückspülzubehör dasselbe Gas wie das Trägergas. Verwenden Sie ein T-Stück an der Trägergasversorgung und verbinden Sie die neue Leitung mit dem EPC-Modul für das Rückspülzubehör mit einem 1/8-Zoll-Swagelok-Anschluss.

Möglicherweise müssen Sie den Trägergasdruck zum GC je nach Rückspüleinstellungen erhöhen. Der PSD-EPC-Drucksollwert variiert je nach Anwendung. Der PSD-EPC-Spülfluss sollte zunächst auf 3 ml/min eingestellt werden.

Funktionsweise

Allgemeine Überlegungen

Das Ziel jeder chromatografischen Trennung ist es, die notwendige Menge an Auflösung zwischen Analyt(en) von Interesse innerhalb möglichst kurzer Zeit zu erhalten. Die Gesamtanalysezeit ist eine Summe der chromatografischen Laufzeit, wobei Nachlaufstrecken erforderlich sind, um hochsiedende (sehr zurückbehaltene) Analyten zu eluieren, und der Abklingzeit, bevor das System für den nächsten Lauf thermisch bereit ist. Bei einer Nachsäulen-Rückspülung kann es hilfreich sein, den Durchfluss nach dem letzten Analyt von Interesse umzukehren, um die erforderliche Dauer zu reduzieren, die bei höheren Temperaturen aufgewendet wird, um signifikant zurückbehaltene Analyten zu eluieren. Das Spülen der Säule kann außerdem beim Beseitigen von Verunreinigungen und Verschleppungen helfen.

Überlegungen zum Einlass

Es kann jeder Einlass verwendet werden, der einen Splitmodus zusammen mit dem Nachsäulen-Rückspülssystem unterstützt.

Überlegungen zum Detektor

Der Nachsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip kann mit jedem Detektor auf der Intuvo 9000 GC Plattform verwendet werden. Die einzige Einschränkung ist, dass der gewählte Detektor mit der Durchflussrate der Säule und dieser während der Rückspülung kompatibel sein muss.

Überlegungen zur Säulendurchflussrate

Die Analysensäule sollte für die erforderliche Trennung bei der optimalen Durchflussrate laufen. Hinsichtlich des Säulendurchflusses gibt es zwei wesentliche Einschränkungen. Erstens: Der Durchfluss vom PSD zum Rückspülbegrenzer sollte mindestens 10 % höher sein als der in der Analysensäule. Beispiel: Wenn der Durchfluss von Säule 1 auf 1,0 ml/min eingestellt ist, sollte der Durchfluss im Rückspülbegrenzer mindestens 1,1 ml/min betragen. Zweitens: Die Durchflussrate des Rückspülbegrenzers sollte so eingestellt sein, dass sie den Betriebsbereich des Detektors nicht überschreitet.

Bestimmen der Rückspülparameter

Die Rückspülzeit ist die angegebene Zeit nach der Probeneinführung, nach der die Rückspülung erfolgt. Dies geschieht, wenn der letzte Analyt von Interesse aus dem System eluiert wurde. Der Benutzer kann diese Zeit direkt angeben, indem ein Lauf ohne Rückfluss durchgeführt und dann die Retentionszeit des letzten Spitzenwerts von Interesse bestimmt wird. Die Rückspülung ist ein Nachlaufbetrieb. Die Dauer der Rückspülung sollte so bemessen sein, dass mindestens zwei Säulenvolumen gespült werden. (Der Rückspül-Assistent verwendet fünf Spülvolumen.) Wenn Verschleppungen beobachtet werden, sollte der Wert erhöht werden.

G7325A Nachsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör

Die Agilent G7325A Nachsäulen-Rückspülung nach D2/MS mit EPC-Zubehör ermöglicht bei Installation auf einem Intuvo 9000 GC Kapillarsäulen-Rückspülfähigkeiten zum Detektor in der D2- oder MS-Position.

Einführung

Die Installation der G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör mit einer elektronischen Pneumatiksteuerung (EPC), die als pneumatisches Schaltgerät (PSD) bezeichnet wird, stattet das Agilent Intuvo 9000 GC System mit Rückspülfunktion aus. Die Rückspülung verwendet eine zusätzliche Druckquelle am Ende einer Säule, um Trägergas rückwärts durch die Säule und aus der Einlass-Splitentlüftung strömen zu lassen. Dies entfernt hochsiedende Verbindungen aus dem Säulenkopf, was Verschleppungen und Matrix-Verunreinigungseffekte verringert, eine Verunreinigung von Detektor oder MS verhindert und den Probendurchsatz erhöht.

Funktionsprinzipien

In einer Nachsäulen-Rückspülkonfiguration wird eine einzige Analysensäule zusammen mit einem Rückflussbegrenzer verwendet, der sich zwischen dem Ende der Analysensäule und Detektor oder MS befindet. Der Rückflussbegrenzer ist in den Agilent G7325A Nachsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip integriert, was die Benutzerfreundlichkeit des Intuvo 9000 GC steigert. Eine zusätzliche Druckquelle, die PSD-EPC, ist über einen Knoten (auch in den Nachsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip integriert) zwischen Säule und Begrenzer eingebunden, um den Trägergasstrom in einem der beiden Modi anzupassen.

Im regulären Strömungsbetrieb fügt die PSD-EPC zusätzlich zum Säulenträgergas eine geringe Menge an Trägergas hinzu, um Durchfluss durch den Begrenzer zu Detektor oder MS zu gewährleisten. In diesem Modus gehen die Analyten von der Säule durch den Begrenzer zum Detektor oder MS über, als ob es sich um eine kontinuierliche Säule handele.

Siehe [Abbildung 68](#) auf Seite 219.

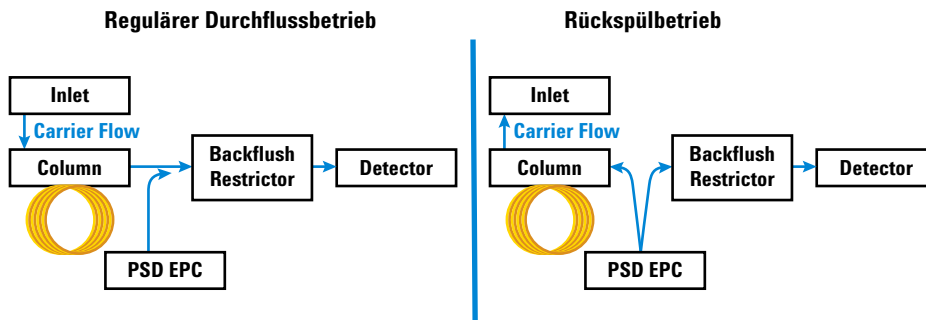


Abbildung 68 Regulärer Durchfluss und Rückspülbetrieb

Während des Rückspülbetriebs wird zu einem bestimmten Zeitpunkt nach der Probeneinführung (d. h. nach der Rückspülzeit) der Eingangsdruck verringert (gewöhnlich um 0,07 bis 0,14 bar [1-2 psi]). Der PSD-EPC-Druck wird erhöht, um den Durchfluss des Trägergases umzukehren und alle verbleibenden Analyten durch die Einlass-Splitentlüftung zu spülen.

Zum Aktivieren des Rückspülbetriebs muss der Benutzer eine Zeit festlegen, in der das System die Rückspülung durchführt. Die Rücklaufzeit ist in der Regel das Ende des Laufes, wenn der letzte Spitzenwert von der Säule eluiert und erkannt wurde. Während der Rückspülzeit wird der Eingangsdruck verringert, während gleichzeitig der PSD-Druck erhöht wird. Je höher der PSD-Druck während der Rückspülung angehoben wird, desto schneller wird die Rückspülung durchgeführt. Wenn jedoch der PSD-Druck während der Rückspülung erhöht wird, wird auch ein Teil der Durchflusses durch den Begrenzer an den Detektor oder den MS geleitet. Der Durchfluss während der Rückspülung kann nicht höher als die Betriebsgrenzwerte des Detektors oder des MS sein.

Verwenden Sie beim Anbringen der Rückspülgasleitung am EPC-Modul für das Rückspülzubehör dasselbe Gas wie das Trägergas. Verwenden Sie ein T-Stück an der Trägergasversorgung und verbinden Sie die neue Leitung mit dem EPC-Modul für das Rückspülzubehör mit einem 1/8-Zoll-Swagelok-Anschluss.

Möglicherweise müssen Sie den Trägergasdruck zum GC je nach Rückspüleinstellungen erhöhen. Der PSD-EPC-Drucksollwert variiert je nach Anwendung. Der PSD-EPC-Spülfluss sollte zunächst auf 3 ml/min eingestellt werden.

Funktionsweise

Allgemeine Überlegungen

Das Ziel jeder chromatografischen Trennung ist es, die notwendige Menge an Auflösung zwischen Analyt(en) von Interesse innerhalb möglichst kurzer Zeit zu erhalten. Die Gesamtanalysezeit ist eine Summe der chromatografischen Laufzeit, wobei Nachlaufstrecken erforderlich sind, um hochsiedende (sehr zurückbehaltene) Analyten zu eluieren, und der Abklingzeit, bevor das System für den nächsten Lauf thermisch bereit ist. Bei einer Nachsäulen-Rückspülung kann es hilfreich sein, den Durchfluss nach dem letzten Analyt von Interesse umzukehren, um die erforderliche Dauer zu reduzieren, die bei höheren Temperaturen aufgewendet wird, um signifikant zurückbehaltene Analyten zu eluieren. Das Spülen der Säule kann außerdem beim Beseitigen von Verunreinigungen und Verschleppungen helfen.

Überlegungen zum Einlass

Es kann jeder Einlass verwendet werden, der einen Splitmodus zusammen mit dem Nachsäulen-Rückspülssystem unterstützt.

Überlegungen zum Detektor

Der Nachsäulen-Rückspül-Durchfluss-Chip kann mit jedem Detektor auf der Intuvo 9000 GC Plattform verwendet werden. Die einzige Einschränkung ist, dass der gewählte Detektor mit der Durchflussrate der Säule und dieser während der Rückspülung kompatibel sein muss.

Überlegungen zur Säulendurchflussrate

Die Analysensäule sollte für die erforderliche Trennung bei der optimalen Durchflussrate laufen. Hinsichtlich des Säulendurchflusses gibt es zwei wesentliche Einschränkungen. Erstens: Der Durchfluss vom PSD zum Rückspülbegrenzer sollte mindestens 10 % höher sein als der in der Analysensäule. Beispiel: Wenn der Durchfluss von Säule 1 auf 1,0 ml/min eingestellt ist, sollte der Durchfluss im Rückspülbegrenzer mindestens 1,1 ml/min betragen. Zweitens: Die Durchflussrate des Rückspülbegrenzers sollte so eingestellt sein, dass sie den Betriebsbereich des Detektors nicht überschreitet.

Bestimmen der Rückspülparameter

Die Rückspülzeit ist die angegebene Zeit nach der Probeneinführung, nach der die Rückspülung erfolgt. Dies geschieht, wenn der letzte Analyt von Interesse aus dem System eluiert wurde. Der Benutzer kann diese Zeit direkt angeben, indem ein Lauf ohne Rückfluss durchgeführt und dann die Retentionszeit des letzten Spitzenwerts von Interesse bestimmt wird. Die Rückspülung ist ein Nachlaufbetrieb. Die Dauer der Rückspülung sollte so bemessen sein, dass mindestens zwei Säulenvolumen gespült werden. (Der Rückspül-Assistent verwendet fünf Spülvolumen.) Wenn Verschleppungen beobachtet werden, sollte der Wert erhöht werden.

G7326A Einlass-Splitter an 2-Säulen-Zubehör

Das Agilent G7326A Einlass-Splitter an 2-Säulen-Zubehör ermöglicht es bei der Installation auf einem Intuvo 9000 GC, zwei Säulen und zwei Detektoren zu unterstützen, die von einem einzigen Einlass gespeist werden.

Einführung

Die Installation des G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör ermöglicht es einem Intuvo 9000 GC, zwei Säulen und zwei Detektoren zu unterstützen, die von einem einzigen Einlass gespeist werden.

Die Verwendung des Einlass-Splitters erfordert einen atmosphärischen Detektor in der D1-Position und entweder einen atmosphärischen Detektor oder einen Unterumgebungsdruckdetektor in der D2-Position (installiertes D2-Zubehör oder MSD).

Funktionsprinzipien

Der Einlass-Splitter wird verwendet, um den Abfluss vom GC-Einlass zu zwei getrennten Säulen und ihren entsprechenden Detektoren für die Analyt-Detektion aufzuteilen.

Der Einlass-Splitter unterstützt die Verwendung zwei beliebiger Intuvo Analysensäulen und jede Kombination von Detektoren:

Atmosphärische Druckdetektoren:

- FID (Flammenionisationsdetektor)
- TCD (Wärmeleitfähigkeitsdetektor)
- NPD (Stickstoff-Phosphor-Detektor)
- μ ECD (Mikroelektroneneinfangdetektor)
- FPD+ (Flammenphotometrischer Detektor); Hinweis: Der FPD+ wird in der Intuvo D2-Position nicht unterstützt.

Unterumgebungsdruckdetektoren

- MS (Massenspektrometer)
- SCD (Schwefel-Chemilumineszenz-Detektor)
- NCD (Stickstoff-Chemilumineszenz-Detektor)

Der Einlass-Splitter ist ein einteiliger Durchfluss-Chip, der einen Einlass-Durchfluss-Chip und einen Detektor-Durchfluss-Chip in einem Teil vereint und den

Säulendurchfluss intern aufteilt. Der Einlass-Splitter wird deaktiviert, um die Adsorption oder Zersetzung von Wirkstoffen zu verhindern. Der Einlass-Splitter minimiert mit seinem geringen internen Volumen jede zusätzliche Säulenbandverbreiterung.

Der Intuvo Einlass-Splitter ist ein passives Gerät, das keine zusätzliche Druckquelle erfordert (z. B. eine PSD-EPC). Das von dem Einlass-Splitter gelieferte Teilungsverhältnis wird durch die Abmessungen der beiden Analysensäulen bestimmt. Beispiel: Ein identisches Säulenpaar würde ein Teilungsverhältnis von 1:1 des Einlassabflusses beider Detektoren liefern. In Fällen, in denen Säulen mit ungleichen Abmessungen gewählt werden, kann das effektive Teilungsverhältnis auf der Grundlage des Verhältnisses des Trägerdurchflusses durch jede Säule berechnet werden. Der Trägerdurchfluss, der durch eine gegebene Säule fließt, kann unter Verwendung des Agilent Druck-/Flussrechners bestimmt werden, der im Software-Treiber des Instruments enthalten ist.

Funktionsweise

Voraussetzungen

Der Einlass-Splitter erfordert die Verwendung zweier Intuvo Säulen, die die Installation und den Einsatz einer zweiten Säulenkopfheizung erfordert.

Der Einlass-Splitter erfordert auch, dass als zweiter Detektor (D2) entweder ein unterstützter atmosphärischer Detektor oder ein unterstützter Unterumgebungsdetektor installiert wird.

Überlegungen zur Säule

Die Wahl des Säulenpaares, das mit dem Einlass-Splitter verwendet werden soll, definiert das effektive Teilungsverhältnis.

Typischerweise wird der Einlass-Splitter verwendet, um ein gleiches Säulenpaar zu implementieren, oder eines, das ähnliche Restriktionen aufweist, um ein Teilungsverhältnis von 1:1 für beide Säulen zu erzielen. In dieser Konfiguration ist die stationäre Phasenzusammensetzung (d. h. die Polarität) typischerweise zwischen den beiden Säulen unterschiedlich, um bestätigende Änderungen der Retentionszeit von Referenzanalyten zu ermöglichen oder um Änderungen der Elutionsreihenfolge oder der Spitzenauflösung zwischen kritischen Spitzenpaaren einzuführen.

Alternativ kann der gleiche Säulentyp (sowohl in der Abmessung als auch in der stationären Phasenzusammensetzung) für beide Kanäle des Einlass-Splitters eingesetzt werden, während zwei verschiedene Detektoren verwendet werden.

HINWEIS

Säule 1 verbindet den Intuvo Einlass mit dem Detektor in der D1-Position.
Säule 2 verbindet den Intuvo Einlass mit dem Detektor in der D2-Position.

Überlegungen zum Detektor

Die Wahl des Detektors zur Verwendung mit dem Einlass-Splitter richtet sich nach der Anwendung. Die Detektorkonfiguration ist normalerweise eine der beiden Folgenden:

- Jeder Detektor ist zur Erkennung unterschiedlicher Klassen von Verbindungen konzipiert.
- Ein Detektor ist für quantitative Arbeit und der andere für qualitative Identifikation (z. B. eine FID-MSD-Konfiguration) bestimmt.

Trägergas

Die Wahl der Trägergasart und der Durchflussrate sollte auf der Grundlage der Bedingungen bestimmt werden, die die optimale chromatografische Leistung für die Anwendung von Interesse bereitstellen. Die Wahl der Trägergasdurchflussrate sollte zudem auf der Grundlage dessen erfolgen, welche Detektoren verwendet werden und ob diese Detektoren empfohlene Durchflussraten aufweisen oder nicht. Beispielsweise beträgt die empfohlene optimale Gesamtdurchflussrate, die in einen Agilent MS eintritt, 1,2 ml/min.

Bei der Einstellung der Trägergasdurchflussrate kann die Durchflussrate nur für Säule 1 definiert werden. Da es nur eine Druckquelle für die Zufuhr des Säulendurchflusses gibt (die Einlass-EPC), wird bei jedem Druck, der für die Zufuhr der angeforderten Säule 1 verwendet wird, der Durchfluss durch die Säule 2 bestimmt.

G7329A 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Zubehör

Das Agilent G7329A 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Zubehör teilt bei der Installation auf einem Intuvo 9000 GC den Säulenabfluss zwischen Detektor in der GC-D1-Position und dem verbundenen MS gleichmäßig auf.

Verwenden Sie beim Anbringen der Leitung der Gasquelle am PSD-EPC-Modul für das Intuvo 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Zubehör dasselbe Gas wie das Trägergas. Verwenden Sie ein T-Stück an der Trägergasversorgung und verbinden Sie die neue Leitung mit dem PSD-EPC-Modul für das Zubehör mit einem 1/8-Zoll-Swagelok-Anschluss.

Der EPC-Drucksollwert variiert je nach Anwendung. Der EPC-Spülfluss sollte zunächst auf 3 ml/min eingestellt werden.

Funktionsprinzipien

Der Intuvo 1:1 D1-MS Detektor-Splitter wird verwendet, um den Abfluss der Analysensäule auf zwei unterschiedliche Detektoren aufzuteilen, wobei ein Detektor bei atmosphärischem Druck und der andere bei Unterumgebungsdruck betrieben wird. Der D1-Detektor kann dabei einer der unterstützten atmosphärischen Detektoren sein. Der D2 ist ein Massenspektrometer (MS). Siehe [Abb. 69](#).

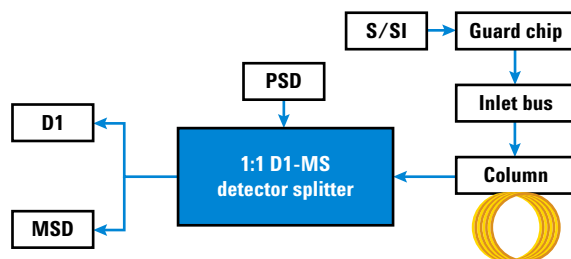


Abbildung 69 1:1 D1-MS Detektor-Splitter – Flussdiagramm

Der Intuvo 1:1 D1-MS Detektor-Splitter erfordert die Verwendung eines pneumatischen Intuvo Schaltgeräts mit elektronischem Drucksteuerungsmodul (PSD-EPC). Das PSD-EPC bietet einen konstanten Druckabfall über die im Splitter verbauten Restriktionen, die erforderlich sind, um die Unterschiede im Betriebsdruck zwischen D1- und MS-Detektoren zu kompensieren.

Unterstützte atmosphärische D1-Detektoren:

- FID (Flammenionisationsdetektor)

- TCD (Wärmeleitfähigkeitsdetektor)
- NPD (Stickstoff-Phosphor-Detektor)
- μ ECD (Mikroelektroneneinfangdetektor)
- FPD+ (Flammenphotometrischer Detektor)

Unterstützte Massenspektrometer:

- 5975A, 5977A, Einfach-Quadrupol MS der Serie 5977B – High Efficiency Source (HES) und Nicht-HES
- Serie 7000 und Dreifach-Quadrupol-MS der Serie 7010 – HES und Nicht-HES

Der 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Chip ist ein aktives Splitting-Gerät. Die PSD-EPC behält am Aufteilungspunkt während des gesamten Ofentemperaturprogramms einen konstanten Druck bei. Durch Beibehalten eines konstanten Drucks am Aufteilungspunkt bleibt die Trägerdurchflussrate während des gesamten Laufes für jeden Detektor konstant. Das Beibehalten eines konstanten Trägergasdurchflusses ist wichtig, um eine konstante Ansprechzeit der Detektoren, wie z. B. des MS, zu erreichen.

Das Teilungsverhältnis des Splitters ist in den 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Chip integriert. Durch das Ändern von Methoden-Sollwerten können geringfügige Unterschiede im Teilungsverhältnis von Säulenabwässern, die zu den unterschiedlichen Detektoren fließen, erreicht werden. Allerdings wurde der 1:1 D1-MS-Splitter-Chip konzipiert, um eine 1:1-Aufteilung für einen bestimmten Satz von Bedingungen bereitzustellen: Trägergastyp, PSD-EPC-Druck und Temperatur-Sollwerte.

Einzelheiten zur Hardware

Der Intuvo 1:1 D1-MS Detektor-Splitter ersetzt den bestehenden Detektor-Durchfluss-Chip. Der Splitter bietet Durchflusspfade für beide Detektoren, wobei mit einer integrierten Restriktion im MS-Pfad eine 1:1-Aufteilung erreicht wird.

Ansonsten verwendet der GC übliche Hardware (Detektor-Tails, Einlass-Chip usw.).

Die PSD-EPC ist kalibriert, um alle unterstützten Gastypen und Druck-/Durchflussbereiche zu steuern. Infolgedessen müssen keine speziellen oder spezifischen strömungsbegrenzenden Fritten in das Modul eingebaut werden.

PSD-EPC

Die PSD-EPC sollte mit dem gleichen Gastyp wie das Einlass-EPC-Modul des GC versorgt werden.

Die PSD-EPC verfügt über zwei pneumatische Steuerkanäle. Der erste (primäre) Kanal steuert den am Knoten im 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Chip anliegenden Druck, der den Abfluss aufteilt. Der zweite Kanal dient als konstruierter Entlüftungsbegrenzer für den ersten Kanal. Der zweite Kanal wird als Spülfluss bezeichnet. Ein typischer Spülfluss von 3 ml/min sorgt dafür, dass der PSD-EPC-Drucksollwert hoch genug bleibt, um sich leicht steuern zu lassen.

Der Spülfluss entleert sich über eine Leitung mit einem Außendurchmesser von 1/8 Zoll auf der Rückseite des GC. Bei Bedarf kann die Leitung an eine Abzugshaube oder ein anderes geeignetes Lüftungssystem angeschlossen werden.

PSD-EPC-Sollwerte

Da die in den 1:1-D1-MS Detektor-Splitter-Chip integrierten Restriktionen von vorgegebener Größe sind und nicht verändert werden können, wurde der Splitter so ausgelegt, dass er bei einer 1:1-Aufteilung für den Säulenabfluss unter den folgenden, spezifischen Methoden-Sollwerten betrieben werden kann:

- Trägergastyp = He
- Säulendurchfluss = 2,5 ml/min (konstant)
- Ofenprogramm, Maximaltemperatur = 325 °C
- PSD-EPC-Druck = 26,2 kPa (3,8 psig)

Wenn die angewandten Methodenparameter von diesen Sollwerten abweichen, weicht auch das vom 1:1 D1-MS Detektor-Splitter gelieferte Teilungsverhältnis von 1:1 ab. (Die tatsächlichen Durchflüsse, die jedem Detektor bei einem gegebenen Satz von Bedingungen zugeführt werden, werden im PSD-EPC-Abschnitt des Methodeneditors auf dem GC angezeigt.) Die Einhaltung des Teilungsverhältnisses ist gegenüber Abweichungen von Temperatur und Trägergastyp empfindlich.

Säulen

Da die PSD-EPC den Druck am Säulenabflussknoten steuert, ist die Wahl der Säule unabhängig von der Detektoraufteilung. Der Druck des Einlasses wird entsprechend eingestellt, um den Auslass der Analysensäule, der sich auf PSD-EPC-Druck befindet, zu kompensieren.

Typischerweise verwenden MS-Methoden einen konstanten Flussmodus. Durch korrektes Steuern des Einlassdrucks auf der Grundlage der PSD-EPC, die den Auslassdruck definiert, sind jedoch alle Arten des Säulenbetriebs noch zugänglich: konstanter Druck, konstanter Durchfluss, Rampendruck oder Rampendurchfluss. Für druckgesteuerte Betriebsarten müssen Sie einen Durchflussrechner oder ein Methodenübersetzer verwenden, um die Eingangsdrucksollwerte einzustellen.

Einstellen des MSD

Es wird empfohlen, dass der MS neu eingestellt wird, sobald der 1:1 D1-MS Detektor-Splitter installiert ist und die Intuvo Basiswerte ihre Methoden-Sollwerte erreicht haben. Dies gewährleistet, dass der MS mit dem gleichen Durchfluss abgestimmt wurde, der in die Ionenquelle eintritt, wie während des analytischen Laufs.

Trägergas

Die Trägergasdurchflussrate sollte bei 2,5 ml/min liegen. Die Wahl der Trägergasart und der Durchflussrate sollte auf der Grundlage der Bedingungen bestimmt werden, die die optimale chromatografische Leistung für die Anwendung von Interesse bereitstellen.

Schneller Säulenwechsel

Zusätzlich zur Bereitstellung des 1:1 D1-MS Detektor-Splitter-Drucks kann die PSD-EPC auch verwendet werden, um den Durchfluss im MS beizubehalten, ohne dass der MS entlüftet werden muss, während eine Einlasswartung oder ein Säulenaustausch durchgeführt wird.

Zum Durchführen einer Säulen- oder Einlasswartung mit dem 1:1 D1-MS Detektor-Splitter gehen Sie wie folgt vor:

- 1 Lassen Sie den Einlass abkühlen.
- 2 Stellen Sie sicher, dass der PSD-EPC-Druck ³ 26,2 kPa (3,8 psig) beträgt.
- 3 Entfernen Sie die vorhandene Säule.
- 4 Installieren Sie die neue Säule im Durchflusspfad. Verwenden Sie den Intuvo Drehmomentschrauber, um nur den Bolzen des Anschlusses zum Einlass-Durchfluss-Chip festzuziehen.
- 5 Schalten Sie das Trägergas ein, um die Säule zu entlüften.

- 6 Verwenden Sie den Intuvo Drehmomentschrauber, um den Bolzen des Säulenauslasses zum Detektor-Splitter festzuziehen.
- 7 Stellen Sie den Splitterdruck wieder auf den ursprünglichen Sollwert ein.

G7328A 1:1 D1-D2 Detektor-Splitter-Zubehör

Das Agilent G7328A 1:1 D1-D2 Detektor-Splitter-Zubehör teilt bei der Installation auf einem Intuvo 9000 GC den Abfluss der Analysensäule auf zwei unterschiedliche Detektoren auf, wobei beide Detektoren bei atmosphärischem Druck betrieben werden.

Einführung

Das G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör wird verwendet, um bei der Installation auf einem Agilent Intuvo 9000 GC den Abfluss der Analysensäule auf zwei unterschiedliche Detektoren aufzuteilen, wobei beide Detektoren bei atmosphärischem Druck betrieben werden.

Funktionsprinzipien

Wie bereits weiter oben erwähnt, wird das G7322A Mittelsäulen-Rückspülung an D1 mit EPC-Zubehör verwendet, um den Abfluss der Analysensäule auf zwei unterschiedliche Detektoren aufzuteilen, wobei beide Detektoren bei atmosphärischem Druck betrieben werden.

Der Detektor-Splitter ist passiv und erfordert daher nicht die Verwendung eines pneumatischen Intuvo Schaltgeräts mit elektronischem Drucksteuerungsmodul (PSD-EPC). Basierend auf dem Auslassdruck sowohl des D1- als auch des D2-Detektors, die bei atmosphärischem Druck betrieben werden, wird der Säulenausfluss gleichmäßig zwischen den beiden Detektoren aufgeteilt. Siehe [Abb. 70](#).

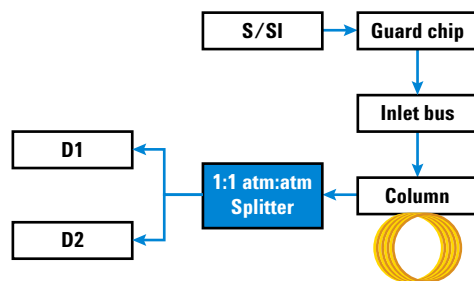


Abbildung 70 Funktionsprinzipien

Der Detektor-Splitter unterstützt die Verwendung einer beliebigen Kombination von Detektoren aus jeder der beiden folgenden Gruppen.

Atmosphärische Druckdetektoren für D1:

- FID (Flammenionisationsdetektor)
- TCD (Wärmeleitfähigkeitsdetektor)
- NPD (Stickstoff-Phosphor-Detektor)
- μ ECD (Mikroelektroneneinfangdetektor)
- FPD+ (Flammenphotometrischer Detektor)

Atmosphärische Druckdetektoren für D2:

- FID (Flammenionisationsdetektor)
- TCD (Wärmeleitfähigkeitsdetektor)
- NPD (Stickstoff-Phosphor-Detektor)
- μ ECD (Mikroelektroneneinfangdetektor)

Funktionsweise

Überlegungen zur Säule

Der Detektor-Splitter wird der Säule nachgeschaltet installiert, sodass durch die Verwendung des Splitters keine Maßgaben entstehen, welche Säule verwendet werden kann.

Überlegungen zum Detektor

Die Wahl des Detektors zur Verwendung mit dem Detektor-Splitter ist anwendungsunabhängig. Da jedoch die eingespritzte Menge gleichmäßig zwischen den beiden Detektoren aufgeteilt wird, sollte der Benutzer bei der Arbeit auf Spurenkonzentrationsebene darauf achten, wenn Detektoren mit unterschiedlichen Detektionsgrenzwerten verwendet werden.

Überlegungen zum Trägergas

Die Wahl des Trägergastyps und der Durchflussrate wird durch die Verwendung des Detektor-Splitters nicht beeinflusst.

14 Betrieb von Splitter und Rückspülzubehör



15 Testen gemäß Chinese Metrology

Konvertierungsfaktoren für FPD+- und EAD-Einheiten 234

 Konvertierungsfaktoren für den FPD⁺ 235

 Konvertierungsfaktoren für den EAD 235

Verwendung der Konvertierungsfaktoren 236

Referenzen 237

Der 9000 GC entspricht folgendem Unternehmensstandard:
Q31/0115000033C005-2016-02.

Das Testen des 9000 GC gemäß China Metrology erfolgt
entsprechend Unternehmensstandard
Q31/0115000033C005-2016-02. Dieses Kapitel enthält
Informationen und Verfahren zur korrekten Ermittlung von
Rauschen und Strömung beim Testen eines FPD+ oder EAD.



Konvertierungsfaktoren für FPD⁺- und EAD-Einheiten

Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung erforderten Tests gemäß China Metrology die nachfolgend aufgelisteten Rauschen- und Strömungsmetriken:

Detektor	Berichtseinheiten
FID	A
WLD	mV
SPD	A
FPD ⁺	A
EAD	mV

Die Datenerfassung muss jedoch von der digitalen Ausgabe kommen, die über den GC und das Datensystem verfügbar ist. Für den FID, SPD und WLD stellt das Datensystem die Daten in den gewünschten Berichtseinheiten zur Verfügung. Für den EAD und FPD⁺ jedoch meldet Agilent die Ausgabe an seine Datensysteme in „Display Units“ (DU). In diesem Abschnitt wird erläutert, wie Sie die digitalen FPD⁺- und EAD-Ergebnisse korrekt konvertieren/skalieren können, damit sie den Anforderungen gemäß Chinese Metrology entsprechen.

Die Konvertierungsfaktoren für den FPD⁺ und EAD wandeln die DU-Ausgabe vom digitalen Pfad des Agilent Datensystems in einen absoluten Wert für Stromstärke oder Spannung um. Agilent hat die Konvertierungsfaktoren nach empirischem Prinzip entwickelt, basierend auf Messungen von einem einzelnen System, welches gleichzeitig digitale und analoge Daten meldet. Die Konvertierungsfaktoren umfassen auch Folgendes:

- Die Skalierung, die auf analoge bzw. digitale Signale angewendet wird
- Eine Bereichseinstellung für das analoge Signal von 5 (2⁵) am GC
- Die einzigartige Filterung, die vom 35900 ADC angewendet wird
- Die Unterschiede in der Bandbreite (BW) beim digitalen Kanal des GC (5 Hz) und dem analogen Pfad des 35900 ADC (3 Hz)

Die Unterschiede in der Kanal-Bandbreite zwischen den analogen und digitalen Signalpfaden können wie folgt berücksichtigt werden:

$$BW = 35900 \text{ ADC Pfad} / \text{digitaler GC-Pfad} = \sqrt{(3 \text{ Hz} / 5 \text{ Hz})} = 0,7$$

Konvertierungsfaktoren für den FPD⁺

Für den FPD⁺ ist der Konvertierungsfaktor der gleiche, unabhängig davon, ob der Phosphor- oder Schwefel-Filter verwendet wird:

FPD⁺ (Phosphor): 1 DU = 1 x 10⁻¹² A

FPD⁺ (Schwefel): 1 DU = 1 x 10⁻¹² A

Konvertierungsfaktoren für den EAD

Für den EAD wurde der China Metrology-Standard basierend auf einem früheren Modell des EAD festgelegt. Agilent gibt die Display Units und Hz (die Grundeinheit für Messungen beim EAD) in einem unterschiedlichen Verhältnis für den EAD an, verglichen mit der Version des EAD, die zur Entwicklung des Standards verwendet wurde. Beim EAD ist 1 DU gleich 1 Hz, wohingegen beim älteren EAD 1 DU gleich 5 Hz entspricht. Die Konvertierung berücksichtigt daher auch die unterschiedliche Meldung des digitalen Signals beim EAD und dem älteren EAD. Um die Rauschen-Ausgabe des EAD in einen Wert zu konvertieren, der mit der CMC-Spezifikation vergleichbar ist, verwenden Sie folgende Formel:

EAD: 1 DU = 0,2 mV

Der EAD-Konvertierungsfaktor zeigt, dass der vergleichbare Konvertierungsfaktor für den EAD 1 mV/DU = 1 mV/1 Hz wäre.

Verwendung der Konvertierungsfaktoren

Zur Verwendung der Konvertierungsfaktoren multiplizieren Sie das vom Agilent Datensystem für den digitalen Signalpfad des GC gemeldete ASTM-Rauschen mit dem entsprechenden Konvertierungsfaktor.

Wenden Sie beispielsweise die FPD⁺- und EAD-Konvertierungsfaktoren auf eine statistische Probe von digitalem Rauschverhalten an, das für beide Detektoren von Agilent gemessen wurde:

Durchschnittliches FPD⁺ ASTM-Rauschen, DU^{*†}: 1,54

Durchschnittliches EAD ASTM-Rauschen, DU[‡]: 0,16

Anwenden der Konvertierungsfaktoren:

FPD⁺: $1,54 \text{ DU} \times (1 \times 10^{-12} \text{ A/1 DU}) = 1,54 \times 10^{-12} \text{ A}$

ECD: $0,16 \text{ DU} \times (0,2 \text{ mV/1 DU}) = 0,032 \text{ mV}$

*. Agilent-Daten für FPD+-Rauschen gelten in diesem Beispiel nur für den Schwefel-Modus.

†. Daten, die zu Vergleichszwecken gesammelt wurden, sollten mit einem nominalen FPD-Offset von < 100 DU im Schwefel-Modus und < 20 DU im Phosphor-Modus und einer Datenrate von 5 Hz erfasst werden.

‡. Daten, die zu Vergleichszwecken gesammelt wurden, sollten mit einer nominalen EAD-Basislinie von 150 DU oder weniger und einer Datenrate von 5 Hz erfasst werden.

Referenzen

“Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices” Agilent Technologies publication 5964-0282E.

“Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices” Agilent Technologies publication 5091-9207E.

“Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices” Agilent Technologies publication 5965 8901E.

