

# Agilent 8860B Gaschromatograf

## Fehlerbehebung



# Hinweise

## Handbuch Teile-Nr.

G2790-92024

## Ausgabe

Fünfte Ausgabe Mai 2026

## Copyright

© Agilent Technologies, Inc. 2026

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).

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

安捷伦科技（上海）有限公司  
上海市浦东新区外高桥保税区  
英伦路 412 号  
联系电话：（800） 820 3278

## Gewährleistung

Das in diesem Dokument enthaltene Material wird ohne Mängelgewähr bereitgestellt. Änderungen in nachfolgenden Ausgaben vorbehalten. Darüber hinaus übernimmt Agilent im gesetzlich maximal zulässigen Rahmen keine Garantien, weder ausdrücklich noch stillschweigend, bezüglich dieses Handbuchs und beliebiger hierin enthaltener Informationen, inklusive aber nicht beschränkt auf stillschweigende Garantien hinsichtlich Marktgängigkeit und Eignung für einen bestimmten Zweck. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler oder beiläufig entstandene Schäden oder Folgeschäden in Verbindung mit Einrichtung, Nutzung oder Leistung dieses Dokuments oder beliebiger hierin enthaltener Informationen. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen besteht, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

## Technologielizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hardware und/oder Software wird unter Lizenz ausgeliefert und darf nur entsprechend den Lizenzbedingungen genutzt oder kopiert werden.

## Erläuterung zu eingeschränkten Rechten

Eingeschränkte Rechte der US-Regierung. Die der Bundesregierung eingeräumten Rechte an Software und technischen Daten umfassen nur die Rechte, die den Endkunden üblicherweise eingeräumt werden. Agilent gewährt diese übliche gewerbliche Lizenz für das Softwareprogramm und die technischen Daten gemäß FAR 12.211 (Technische Daten) und 12.212 (Computersoftware) sowie für das Verteidigungsministerium gemäß DFARS 252.227- 7015 (Technische Daten – Gewerbliche Artikel) und DFARS 227.7202- 3 (Rechte an gewerblicher Computersoftware oder Computersoftware-Dokumentation).

## Sicherheitshinweise

### VORSICHT

Der Hinweis **VORSICHT** weist auf eine Gefahr hin. Er macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen kann. Setzen Sie den Vorgang nach einem Hinweis mit der Überschrift **VORSICHT** erst fort, wenn Sie die darin aufgeführten Hinweise vollständig verstanden haben und einhalten können.

### WARNUNG

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

# Inhaltsverzeichnis

|          |                                                                                    |           |
|----------|------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1</b> | <b>Konzepte und allgemeine Aufgaben</b>                                            | <b>7</b>  |
|          | Konzepte                                                                           | 8         |
|          | Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs                                     | 8         |
|          | Verwendung der Diagnosefunktionen des GC                                           | 8         |
|          | Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen | 9         |
|          | Einlass- und Detektorkonfiguration                                                 | 9         |
|          | Säulenkonfiguration                                                                | 9         |
|          | Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers                                | 9         |
|          | Gaskonfiguration                                                                   | 9         |
|          | Anzeige von Run Log (Betriebsprotokoll) und System Log (Systemprotokoll)           | 10        |
|          | Run Log                                                                            | 10        |
|          | System Log (Systemprotokoll)                                                       | 10        |
|          | Trendanalyse                                                                       | 11        |
|          | EMF-Trenddarstellungen                                                             | 11        |
|          | Auswahl von Datensystemfunktionen                                                  | 12        |
|          | Erforderliche Informationen bei der Kontaktaufnahme mit dem Agilent Support        | 13        |
| <b>2</b> | <b>ALS- und Detektorsymptome</b>                                                   | <b>15</b> |
|          | Fehler am Kolben                                                                   | 16        |
|          | Vorgehensweise                                                                     | 16        |
|          | Ausrichtungslicht am 7693A/7650A Injektionsturm ist an                             | 17        |
|          | Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass                       | 18        |
|          | FID-Leckstromtest schlägt fehl                                                     | 19        |
|          | Mögliche Ursachen                                                                  | 19        |
|          | Vorgehensweise                                                                     | 19        |
|          | NPD-Leckstromtest schlägt fehl                                                     | 20        |
|          | FID-Basislinientest schlägt fehl                                                   | 21        |
|          | FID zündet nicht                                                                   | 22        |
|          | FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz                                   | 23        |
|          | Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker                                 | 24        |
|          | FPD+ zündet nicht                                                                  | 25        |
|          | SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl                                                 | 26        |
|          | SPD-Perle zündet nicht                                                             | 27        |
|          | FPD+-Temperatur erreicht nicht die für den Betrieb erforderliche Höhe              | 28        |
|          | Abschalten eines (defekten) Geräts                                                 | 29        |
| <b>3</b> | <b>Chromatographie-bezogene Symptome</b>                                           | <b>30</b> |
|          | Retentionszeiten nicht wiederholbar                                                | 32        |
|          | Peakflächen nicht wiederholbar                                                     | 33        |
|          | Verunreinigung oder Verschleppung                                                  | 34        |
|          | Isolieren der Quelle                                                               | 34        |
|          | Prüfen der möglichen Ursachen – alle Kombinationen aus Einlass und Detektor        | 34        |
|          | Größere Peaks als erwartet                                                         | 36        |
|          | Peaks werden nicht angezeigt/Keine Peaks                                           | 37        |
|          | Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms                       | 38        |
|          | Schlechte Peak-Auflösung                                                           | 39        |
|          | Peak-Abfall                                                                        | 40        |
|          | SPD-Peak-Abfall                                                                    | 41        |

|                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichtsdiskriminierung  | 42 |
| Bei einem Einlass, der in der Split-Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird  | 42 |
| Bei einem Einlass, der in splitloser Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird | 42 |
| Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks                                         | 43 |
| Peak-Vorlagerung                                                                   | 44 |
| Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes       | 45 |
| Verrauschte Basislinie                                                             | 45 |
| Basislinien-Wander und -Drift                                                      | 47 |
| Basislinien-Spiking                                                                | 47 |
| Elektronenanlagerungsdetektor (EAD) – Rauschen und Empfindlichkeit                 | 49 |
| Anzeigesignalauswertung                                                            | 49 |
| Empfindlichkeit                                                                    | 51 |
| Verunreinigung (hohe Basislinie)                                                   | 52 |
| Niedrige Peakfläche oder Peakhöhe (niedrige Empfindlichkeit)                       | 53 |
| Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID                                    | 54 |
| FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht eine erneute Zündung        | 55 |
| FID-Basislinienausgabe über 20 pA                                                  | 56 |
| FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)                                  | 57 |
| FPD+-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht eine erneute Zündung       | 58 |
| FPD+-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit                                                  | 59 |
| FPD+-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig                                               | 60 |
| Niedrige Peakflächen mit dem FPD+                                                  | 61 |
| Große Peakbreite auf halber Höhe mit dem FPD+                                      | 62 |
| Hohe FPD+-Basislinienausgabe, 20 pA                                                | 63 |
| FPD+-Chromatographieausgabe mit abgeschnittenen Peaks                              | 64 |
| Dämpfung des Lösungsmittels am SPD                                                 | 65 |
| Niedrige SPD-Reaktion                                                              | 66 |
| Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen                                            | 67 |
| SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß                             | 68 |
| Niedrige Selektivität am SPD                                                       | 69 |
| Negative Peaks am WLD                                                              | 70 |
| WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie) | 71 |
| WLD-Peaks haben eine negative Neigung am hinteren Ende                             | 72 |

#### **4     Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist     73**

|                                                                                              |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| GC erreicht niemals den betriebsbereiten Zustand                                             | 74 |
| Fluss erreicht niemals die betriebsbereite Höhe                                              | 75 |
| Ofentemperatur kühlt niemals herunter/kühlt extrem langsam ab                                | 76 |
| Ofen heizt niemals auf                                                                       | 77 |
| Temperatur erreicht niemals die betriebsbereite Höhe                                         | 78 |
| Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden                                           | 79 |
| Ein Gas erreicht nicht den angepassten Wert oder Sollwertdruck oder -fluss                   | 80 |
| Ein Gas überschreitet den angepassten Wert, Drucksollwert oder Fluss                         | 81 |
| Der Einlassdruck oder -fluss schwankt                                                        | 82 |
| Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Spliteinlass gehalten werden       | 83 |
| Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss                             | 84 |
| FID zündet nicht                                                                             | 85 |
| FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz                                       | 86 |
| Gemessene FID- bzw. SPD-Wasserstoff- und Zusatzgasflüsse liegen erheblich unter dem Sollwert | 87 |
| SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl                                                           | 88 |

|          |                                                                                                    |            |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
|          | FPD+ zündet nicht                                                                                  | 89         |
|          | Ventil nicht bereit                                                                                | 90         |
|          | Gasprobenventile                                                                                   | 90         |
| <b>5</b> | <b>Symptome bei einer Abschaltung</b>                                                              | <b>91</b>  |
|          | Säulenabschaltungen                                                                                | 92         |
|          | Wasserstoff-Abschaltungen                                                                          | 93         |
|          | In Einlassen und Zusatzgasströmen verwendeter Wasserstoff                                          | 93         |
|          | Wasserstoffsensor                                                                                  | 94         |
|          | Thermische Abschaltungen                                                                           | 95         |
| <b>6</b> | <b>Fehlerbehebung bei der Elektronik – GC-Symptome beim Einschalten oder bei der Kommunikation</b> | <b>96</b>  |
|          | GC schaltet sich nicht ein                                                                         | 97         |
|          | PC kann mit GC nicht kommunizieren                                                                 | 98         |
| <b>7</b> | <b>Überprüfen auf Lecks</b>                                                                        | <b>99</b>  |
|          | Tipps zur Überprüfung auf Lecks                                                                    | 100        |
|          | Überprüfung des GC auf Lecks                                                                       | 101        |
|          | Überprüfung auf externe Lecks                                                                      | 102        |
|          | Lecks in Kapillarfluss-Fittings                                                                    | 105        |
|          | Durchführung eines Einlasslecktests                                                                | 106        |
|          | Durchführung eines Druckabfall-Lecktests                                                           | 107        |
|          | Durchführung eines Einlassdruckabfalltests über die Browser-Oberfläche                             | 107        |
|          | Manuelle Überprüfung eines Split-/Splitless-Einlasses auf Lecks                                    | 109        |
|          | Angepasster Wert oder Drucksollwert kann nicht erreicht werden                                     | 109        |
|          | Geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit                                          | 110        |
|          | Behebung von Lecks am Split-/Splitless-Einlass                                                     | 111        |
|          | Während der Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass               | 112        |
|          | Behebung von Lecks am Purged/Packed-Einlass                                                        | 113        |
|          | Manuelle Überprüfung des Einlasses einer gepackten Säule auf Lecks                                 | 114        |
|          | Behebung von Lecks am Einlass einer gepackten Säule                                                | 115        |
|          | Behebung von Lecks am Einlass einer gepackten Säule                                                | 116        |
|          | Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem                                                            | 117        |
| <b>8</b> | <b>Aufgaben bei der Fehlerbehebung</b>                                                             | <b>118</b> |
|          | Messung eines Säulenflusses                                                                        | 119        |
|          | Messen des Säulenflusses bei einem FID, WLD, EAD und FFD                                           | 119        |
|          | Messen des SPD-Säulenflusses                                                                       | 120        |
|          | Messung des Flusses an einem Splitventil oder des Septumspülflusses                                | 122        |
|          | Messung eines Detektorflusses                                                                      | 123        |
|          | Messen des Flusses bei einem FID, WLD, EAD und FPD+                                                | 123        |
|          | Messen des SPD-Flusses                                                                             | 124        |
|          | Durchführen des GC-Selbsttests                                                                     | 126        |
|          | Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung                               | 127        |
|          | Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests                                                    | 128        |
|          | Anpassen des Lit-Offset am FID                                                                     | 129        |
|          | Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt                                                         | 130        |
|          | Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert                         | 131        |
|          | Messung des FID-Leckstroms                                                                         | 132        |
|          | Messung der FID-Basislinienausgabe                                                                 | 133        |

|                                                         |     |
|---------------------------------------------------------|-----|
| Isolierung der Ursache des FID-Rauschens                | 134 |
| Messung des NPD-Leckstroms                              | 135 |
| Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse                | 136 |
| Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse                | 137 |
| Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist | 138 |
| Sicherstellung, dass die FPD+-Flamme brennt             | 139 |
| Anpassen des Lit-Offset am FPD+                         | 140 |
| Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen               | 141 |
| Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts         | 142 |



# 1

## Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte

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

Anzeige von Run Log (Betriebsprotokoll) und System Log (Systemprotokoll)

Trendanalyse

Auswahl von Datensystemfunktionen

Erforderliche Informationen bei der Kontaktaufnahme mit dem Agilent Support

## Konzepte

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

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

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

## Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs

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

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

## Verwendung der Diagnosefunktionen des GC

Die Browser-Oberfläche beinhaltet Startbildschirme , auf denen die aktuellen Temperaturen, Flüsse und ähnliche Daten angezeigt werden, darunter Darstellungen von Ausgabesignalen oder sonstigen Signalen, die nützlich für die Problembehebung sind.

Zusätzlich:

- Öffnen Sie „Diagnostics“ (Diagnose), um Probleme anzuzeigen, die vom GC erkannt wurden. Für manche Probleme kann der GC automatische Problembehebungsmaßnahmen bereitstellen.
- Zusätzlich bietet der GC automatisierte Diagnosetests unter **Diagnostics > Diagnostic Tests (Diagnose > Diagnosetests)**.
- Im Systemzustandsbericht unter der Registerkarte „Diagnostics“ (Diagnose) wird der aktuelle Status aller GC-Komponenten angezeigt. Er umfasst außerdem Informationen, die bei der Kontaktaufnahme mit Agilent zu Supportzwecken benötigt werden (Firmwareversion der Instrumente, Seriennummer usw.). In diesem Bericht werden außerdem die Ergebnisse kürzlich durchgeführter Selbstdiagnosen aufgeführt.
- Öffnen Sie **Logs** (Protokolle) und sehen Sie **Run Log** (Betriebsprotokoll) und **System Log** (Systemprotokoll) an.

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

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

### Einlass- und Detektorkonfiguration

Wenn Sie von einer Methode zu einer anderen wechseln, berücksichtigen Sie dabei, ob die Einlass- und Detektorverbrauchsmaterialien auch getauscht werden müssen. Werden keine geeigneten Verbrauchsmaterialien installiert, so kann dies zu unerwarteten Ergebnissen führen.

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

**FPD+-Filter:** Die FPD+-Filter benötigen unterschiedliche Gasflüsse, um ordnungsgemäß zu funktionieren. Stellen Sie den Fluss gemäß dem installierten FPD+-Filter (Phosphor oder Schwefel) ein und vergewissern Sie sich, dass der richtige Filter installiert ist.

### Säulenkonfiguration

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

### Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers

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

### Gaskonfiguration

#### WARNUNG

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

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

Um den für eine Komponente konfigurierten Gastyp zu prüfen, navigieren Sie zu **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration)** und wählen die gewünschte Komponente aus (z. B. den Einlass oder Detektor).

## Anzeige von Run Log (Betriebsprotokoll) und System Log (Systemprotokoll)

Der GC führt interne Ereignisprotokolle. Verwenden Sie diese Protokolle für die Behebung von Problemen – insbesondere dann, wenn in der Anzeige keine Meldung mehr erscheint.

Um auf die Protokolle zuzugreifen, navigieren Sie zu **Logs (Protokolle)** und wählen **Run Log (Betriebsprotokoll)** oder **System Log (Systemprotokoll)** aus.

### Run Log

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

### System Log (Systemprotokoll)

Das Systemprotokoll zeichnet Ereignisse auf wie Abschaltungen, Warnungen, Fehler und Veränderungen am GC-Zustand (Analyse starten, Analyse stoppen usw.), die während des GC-Betriebs auftreten können. Das Systemprotokoll enthält Einträge für Systemstarts, Firmware-Aktualisierungen und Sequenzen.

## Trendanalyse

Der GC beinhaltet eine Trendanalysefunktion, um eine Vielzahl von Details über Instrumentenzustand und -leistung in einem bestimmten Zeitraum zu visualisieren. Eine Trendanalyse kann für Folgendes durchgeführt werden:

- Zurücksetzverlauf für Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben (EMF)

Die Darstellungen von EMF-Zurücksetzungen zeigen an, wann und zu welchem Wert kürzlich EMF-Zurücksetzungen auf dem Instrument ausgeführt wurden.

### EMF-Trenddarstellungen

Der GC stellt automatisch EMF-Zurücksetzungsdaten dar, um Leistungstrends bei der Routinewartung einfacher zu erkennen. Der GC protokolliert jede Zählerzurücksetzung, darunter Zählerwert, -datum und -uhrzeit. Bei Verwendung der EMF-Zähler und der automatischen Wartungsaufgaben erfolgt dies automatisch. Werden keine automatischen Wartungsaufgaben genutzt, protokolliert der GC alle manuellen Zählerzurücksetzungen.

Zeigen Sie zum Suchen nach Trends die Zählerdetails für die EMF-Position an. Navigieren Sie zu **Maintenance (Wartung)**, wählen Sie den Komponententyp (Einlass, Detektor usw.) und dann den Zähler und zeigen Sie seine Details an.

Die EMF-Trenddarstellung beinhaltet folgende Steuerelemente:

- **User Reset (Benutzer-Reset):** Wählen Sie diese Option, um manuelle Zählerrückstellungen zu aktivieren.
- **Maintenance Reset (Wartungs-Reset):** Wählen Sie diese Option, um das automatische Zurücksetzen des Zählers zu aktivieren, wenn ein automatisches Wartungsverfahren verwendet wird.
- **Service Due (Service fällig):** Wählen Sie diese Option, um den Grenzwert für fälligen Service auf dem Diagramm zu aktivieren.
- **Service Warning (Service-Warnung):** Wählen Sie diese Option, um den Grenzwert für die Service-Warnung auf dem Diagramm zu aktivieren.

Beachten Sie, dass jede Änderung an einem „Service fällig“- oder „Service-Warnung“-Grenzwert erst bei der nächsten Zählerzurücksetzung angezeigt wird.

## Auswahl von Datensystemfunktionen

Bei Steuerung durch ein Datensystem kann dieses bestimmte erweiterte GC-Funktionen einschränken, damit diese nicht mehr am GC-Touchscreen oder in der Browser-Oberfläche verfügbar sind. Diese Änderungen gelten unabhängig davon, ob das Datensystem derzeit den GC steuert.

Wenn eine Funktion von einem Datensystem deaktiviert wurde, wird dies auf der Browser-Oberfläche angezeigt, indem die entsprechende Registerkarte bzw. das entsprechende Steuerelement ausgegraut und ein kleines Schlosssymbol (  ) darüber eingeblendet wird.

In **Tabelle 1** sind die möglichen Änderungen an der Browser-Oberfläche zusammengefasst. Jede Funktion kann unabhängig von den anderen aktiviert/deaktiviert werden.

**Tabelle 1. Mögliche Funktionsänderungen**

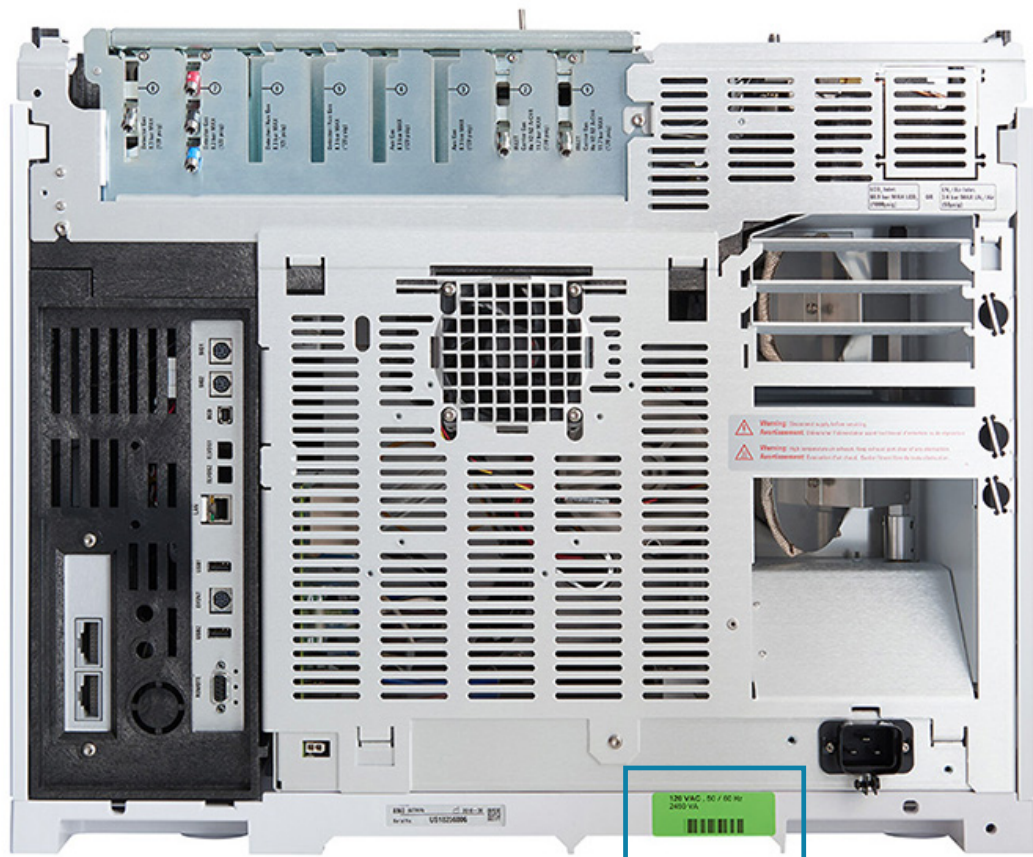
| Merkmal                                                    | Änderungen an der Browser-Oberfläche bei aktivierter Funktion                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | Änderungen am GC-Touchscreen bei aktivierter Funktion                                                                                                                                                                       |
|------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Start                                                      | Die Browser-Oberfläche kann keine Sequenz starten.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | Die Schaltfläche „Start“ funktioniert nur bei manuellen Injektionen.                                                                                                                                                        |
| Echtzeit-Chromatogramme                                    | Keine Echtzeit-Darstellungen sind verfügbar. Die Schaltfläche „Plot“ (Darstellung) auf der Registerkarte „Home“ (Start) wird ausgegraut, inaktiv und ein kleines Schlosssystem darstellen.                                                                                                                                                                                             | Keine Echtzeit-Darstellungen sind verfügbar. Die Schaltfläche „Plot“ (Darstellung) auf der Registerkarte „Home“ (Start) wird ausgegraut, inaktiv und ein kleines Schlosssystem darstellen.                                  |
| Datums- und Uhrzeitänderungen                              | Beim Ausführen der Systemeinrichtung wird kein Dialog zum Bearbeiten von GC-Datum und -Uhrzeit angezeigt. Richten Sie GC-Datum und -Uhrzeit über das Datensystem ein.                                                                                                                                                                                                                  | Beim Ausführen der Systemeinrichtung wird kein Dialog zum Bearbeiten von GC-Datum und -Uhrzeit angezeigt. Richten Sie GC-Datum und -Uhrzeit über das Datensystem ein.                                                       |
| GC-Fehlerbehebungsverifizierung                            | Beim Ausführen einer Fehlerbehebungs-, Wartungs- oder automatischen Diagnoseaufgabe überspringt der GC alle Verifizierungsanalyseschritte. Beispielsweise fordert der GC nicht zum Ausführen einer Blind- oder Prüfanalyse.                                                                                                                                                            | Beim Ausführen einer Fehlerbehebungs-, Wartungs- oder automatischen Diagnoseaufgabe überspringt der GC alle Verifizierungsanalyseschritte. Beispielsweise fordert der GC nicht zum Ausführen einer Blind- oder Prüfanalyse. |
| Peak-Auswertung                                            | Die Peak-Auswertung ist vollständig deaktiviert. Vorhandene Daten werden aufbewahrt, aber Methoden, die Peak-Auswertung verwenden, generieren oder analysieren keine neuen Peak-Auswertungsdaten. Vorhandene Peak-Auswertungsdaten sind nicht zur Anzeige oder Analyse verfügbar. (Die Wiederaktivierung der Peak-Auswertung stellt den Zugriff auf die vorhandenen Daten wieder her.) | Nicht zutreffend.                                                                                                                                                                                                           |
| Menü „Sequenz“                                             | Die Browser-Registerkarte „Sequenz“ ist ausgegraut und nicht verfügbar. Vorhandene Browser-Oberflächensequenzen werden aufbewahrt, können aber nicht geladen, angezeigt oder ausgeführt werden.                                                                                                                                                                                        | Nicht zutreffend.                                                                                                                                                                                                           |
| Löschung aller chromatografischen Daten auf dem Instrument | Keine Änderungen. (Chromatografische Daten auf dem Instrument können nur über den Touchscreen gelöscht werden.)                                                                                                                                                                                                                                                                        | Nicht zutreffend.                                                                                                                                                                                                           |

## Erforderliche Informationen bei der Kontaktaufnahme mit dem Agilent Support

Falls möglich, erzeugen Sie mithilfe der Browser-Oberfläche einen Systemzustandsbericht. Dieser Bericht enthält die meisten der unten aufgeführten Informationen.

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

- Symptome
- Beschreibung des Problems
- Installierte Hardware und Parameter/Konfiguration, als der Fehler aufgetreten ist (Probe, Gasversorgungstyp, Gasflussraten, installierte Detektoren/Einlässe usw.)
- Alle eingeblendeten Meldungen
- Ergebnisse von durchgeführten Fehlerbehebungstests
- Instrumentdetails. Halten Sie die folgenden Informationen bereit:
  - Die GC-Seriennummer, die in der unteren rechten Ecke des GC aufgeführt wird
  - Die GC-Firmwareversion unter **Settings (Einstellungen) > About (Über)**
  - Die GC-Stromversorgungskonfiguration (auf einem Aufkleber unten auf der Rückseite des GC)



**Konzepte und allgemeine Aufgaben****Erforderliche Informationen bei der Kontaktaufnahme mit dem Agilent Support**

Informationen zu den Telefonnummern für die Kontaktaufnahme bezüglich Kundendienst/Support finden Sie auf der Agilent Website unter [www.agilent.com](http://www.agilent.com).

## 2

# ALS- und Detektorsymptome

Fehler am Kolben

Ausrichtungslicht am 7693A/7650A Injektionsturm ist an

Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass

FID-Leckstromtest schlägt fehl

NPD-Leckstromtest schlägt fehl

FID-Basislinientest schlägt fehl

FID zündet nicht

FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz

Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker

FPD+ zündet nicht

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

SPD-Perle zündet nicht

FPD+-Temperatur erreicht nicht die für den Betrieb erforderliche Höhe

Abschalten eines (defekten) Geräts

## Fehler am Kolben

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

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

### Vorgehensweise

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

## Ausrichtungslicht am 7693A/7650A Injektionsturm ist an

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

## Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass

**WARNUNG**

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

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

- Prüfen Sie, ob die Befestigungsmutter des GC-Septums nicht zu fest sitzt.
- Prüfen Sie, ob die Spritze korrekt im Spritzenträger installiert ist.
- Prüfen Sie, ob die Nadelhalterung und -führung sauber sind. Entfernen Sie Rückstände oder Septumreste. Installieren Sie gegebenenfalls einen neuen Nadelstützfuß.
- Bei Verwendung eines Kaltaufgabesystems prüfen Sie, ob der korrekte Einsatz für die Spritze installiert ist.
- Prüfen Sie, ob Sie die korrekte Spritze verwenden. Die gesamte Länge von Spritzenzylinder und Nadel sollte ca. 126,5 mm betragen.
- Prüfen Sie, ob die Abmessungen der Probenfläschchen der Spezifikation entsprechen.
- Prüfen Sie, ob die Bördekappe richtig installiert ist. Weitere Informationen finden Sie in der Probengeberdokumentation.

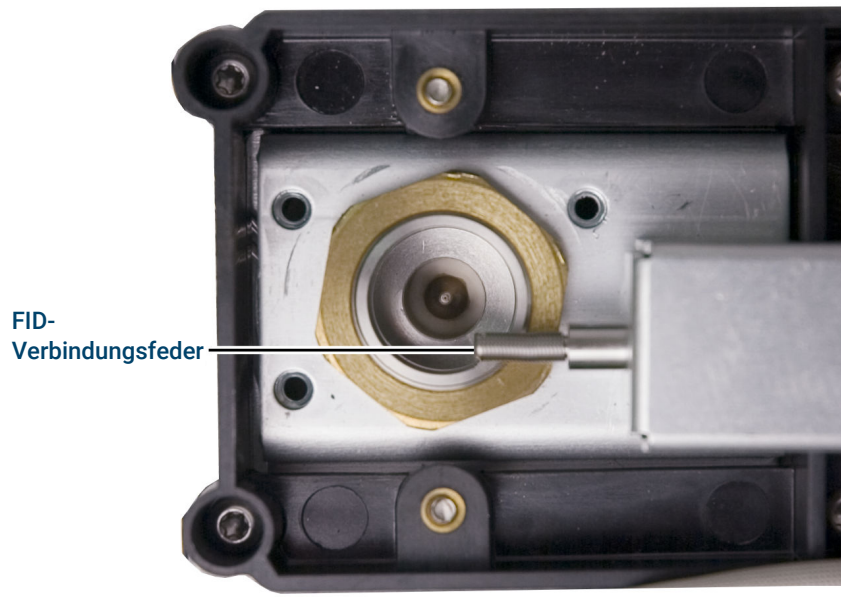
## FID-Leckstromtest schlägt fehl

### Mögliche Ursachen

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

### Vorgehensweise

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



## NPD-Leckstromtest schlägt fehl

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

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

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

## FID-Basislinientest schlägt fehl

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

Wenn das System den Basislinien-Test nicht besteht:

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

## FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass für Lit Offset der Wert  $\leq 2,0$  pA festgelegt ist.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur hoch genug für die Zündung ist ( $> 150$  °C). Agilent empfiehlt eine Temperatur von  $> 300$  °C.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht (siehe **Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert**).
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Erhöhen Sie die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeiten und reduzieren oder schalten Sie das Zusatzgas ab, bis die Zündung erfolgt, und setzen Sie die Raten dann herab, bis die Methodenwerte erreicht sind. Bis Sie ideale Werte erzielen, sind vermutlich einige Versuche erforderlich. Eine Erhöhung des Wasserstoffflusses und eine Verringerung des Zusatzgases erleichtern die FID-Zündung. Falls sie unter diesen geänderten Bedingungen aufleuchtet, kann das auf eine teilweise verstopfte Düse, einen schwachen Anzünder oder ein Leck in der Säulendichtung hinweisen.
- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind. (Siehe **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse**)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Die Istwerte der Flussgeschwindigkeiten sollten im Bereich von  $\pm 10$  % des Sollwerts liegen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe **Messung eines Detektorflusses**.)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, liegt im System möglicherweise ein großes Leck vor. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID. (Siehe **Überprüfen auf Lecks**).
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule. (Siehe **Messung eines Säulenflusses**.) Der Wasserstofffluss sollte über der Summe aus Säulen- und Zusatzgasfluss liegen.
- Prüfen Sie, ob am Säulenfitting am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur hoch genug für die Zündung ist ( $> 150$  °C).
- Wenn es im Rahmen der Analyse möglich ist, verwenden Sie als Zusatzgas Stickstoff anstelle von Helium.

## FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz

**WARNUNG**

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

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

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

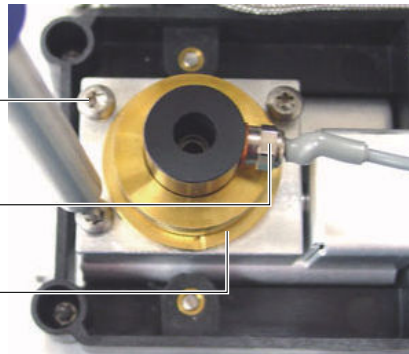
- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus.
- Die Detektortemperatur ist auf  $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$  eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei  $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Der Anzünder hat keine gute Verbindung zur Erde:
  - Der Anzünder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

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

T-20 Torx-Schrauben (3)

Anzündereinheit

Geriffelte Mutter



## Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker

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

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

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

## FPD+ zündet nicht

- Überprüfen Sie, ob die FPD+-Temperatur hoch genug für die Zündung ist ( $> 150\text{ °C}$ ).
- Prüfen Sie die FPD+-Flussraten und ob diese dem im FPD+ installierten Filtertyp entsprechen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern.
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse.
- Prüfen Sie, ob der FPD+-Anzünder funktionsfähig ist.
- Zeigen Sie während der Zündsequenz die Luftflussrate an. Die Luftflussrate sollte auf 400 ml/min ansteigen, während Sie versuchen, die Flamme zu zünden. Ist dies nicht der Fall, ist der Druck der Luftzufuhr nicht ausreichend.
- Prüfen Sie den **Lit offset**-Wert. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0. Wenn der Wert Null beträgt, ist die automatische Zündung deaktiviert. Wenn der Wert zu hoch ist, erkennt die Software nicht, dass die Flamme brennt und schaltet den Detektor aus.
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Große Lecks führen dazu, dass die gemessenen Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen und in der Folge zu nicht idealen Zündbedingungen führen. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe **Überprüfen auf Lecks**.)
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FPD+-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Unter manchen Betriebsbedingungen ist die Flamme leichter zu entzünden, wenn Sie das Entlüftungsröhr entfernen. Setzen Sie das Entlüftungsröhr nach dem Entzünden der Flamme wieder ein.
- Prüfen Sie die Kabelverbindungen mit der Kupplung, die Kupplungsverbindung mit dem Glühstecker, den festen Sitz des Glühsteckers.

## SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Ersetzen Sie diese nach Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe **Überprüfen auf Lecks.**)

## SPD-Perle zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt und angemessen sind.
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulen-/Adapterdichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe [Überprüfen auf Lecks](#).)
- Prüfen Sie, ob Fehlermeldungen vorliegen. Drücken Sie **Diagnostics (Diagnose)** und prüfen Sie die GC-Protokolle. Sie können auch den Perlenstrom ablesen.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe [Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse](#).)
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe [Messung eines Detektorflusses](#).) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.

## FPD+-Temperatur erreicht nicht die für den Betrieb erforderliche Höhe

Wenn die FPD+-Emissionsblocktemperatur nicht die für den Betrieb erforderliche Höhe erreicht:

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

## Abschalten eines (defekten) Geräts

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

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

So ignorieren Sie den Status eines Geräts:

1. Schalten Sie ggf. Heizung und Gasflüsse des Geräts ab. (Achten Sie darauf, dass dabei kein Sicherheitsrisiko entsteht.)
2. Navigieren Sie zu **Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration)**, wählen Sie die Komponente aus und deaktivieren Sie **Readiness (Bereitschaft)**. Die gleiche Aufgabe kann auch über einen Datensystem-Methodeneditor durchgeführt werden.

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

**ACHTUNG**

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

**Stellen Sie sicher, dass „Readiness“ (Bereitschaft) nach der Reparatur des Geräts wieder aktiviert wird. Andernfalls wird sein Status (Temperatur, Fluss, Druck usw.) weiterhin ignoriert, auch wenn dieses Gerät in der Analyse eingesetzt wird.**

### 3

## Chromatographie-bezogene Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar

Peakflächen nicht wiederholbar

Verunreinigung oder Verschleppung

Größere Peaks als erwartet

Peaks werden nicht angezeigt/Keine Peaks

Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms

Schlechte Peak-Auflösung

Peak-Abfall

Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichtsdiskriminierung

Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks

Peak-Vorlagerung

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

Elektronenanlagerungsdetektor (EAD) – Rauschen und Empfindlichkeit

Niedrige Peakfläche oder Peakhöhe (niedrige Empfindlichkeit)

FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht eine erneute Zündung

FID-Basislinienausgabe über 20 pA

FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)

FPD+-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht eine erneute Zündung

FPD+-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit

FPD+-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig

Niedrige Peakflächen mit dem FPD+

Große Peakbreite auf halber Höhe mit dem FPD+

Hohe FPD+-Basislinienausgabe, 20 pA

FPD+-Chromatographieausgabe mit abgeschnittenen Peaks

Dämpfung des Lösungsmittels am SPD

Niedrige SPD-Reaktion

Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen

**Chromatographie-bezogene Symptome**

## Chromatographie-bezogene Symptome

SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß

Niedrige Selektivität am SPD

Negative Peaks am WLD

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

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am hinteren Ende

## Retentionszeiten nicht wiederholbar

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

## Peakflächen nicht wiederholbar

Prüfen Sie den Betrieb der Spritze am automatischen Flüssigprobengeber. (Siehe hierzu den Abschnitt „Fehlerbehebung“ des Handbuchs zum Probengeber)

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

Bei einem Split/Splitless-Einlass in der Betriebsart Split sollten Sie Folgendes zusätzlich prüfen:

- Eine anormale Verengung im Splitauslass. Siehe **Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests**.
- Zur Fehlerbehebung bei kleinen Lecks in einem Split-/Splitless-Einlass siehe **Manuelle Überprüfung eines Split-/Splitless-Einlasses auf Lecks**.

## Verunreinigung oder Verschleppung

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

### Isolieren der Quelle

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

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

#### Einlass, Probengeber, Probe, Gaszufuhr

- Prüfen Sie den Septumtyp und die Installation. Das Septum des Probenfläschchens kann sich in der Probe auflösen. Stellen Sie sicher, dass das Fläschchenseptum dem verwendeten Lösungsmittel gegenüber widerstandsfähig genug ist. Achten Sie ebenfalls darauf, dass das Fläschchenseptum flach ist. Ist das Fläschchenseptum nicht flach, besteht die Gefahr, dass die Nadel das Septum zerstückelt und Stücke in die Probe fallen, wodurch Kontaminierung und Geisterspitzen verursacht werden.
- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Prüfen Sie eine mögliche Probenverschleppung aus vorherigen Analysen. Führen Sie mehrere Blindanalysen ohne Injektion durch und prüfen Sie, ob die Ghost-Peaks verschwinden oder kleiner werden.
- Prüfen Sie den Septumspülfluss. Wenn dieser zu gering ist, haben sich im Septum eventuell Verunreinigungen angesammelt oder Kondensat verstopft die Spülleitung. Stellen Sie den Spülgasfluss bei COC-Einlässen auf mindestens 15 ml/min ein. Messen Sie den Fluss. Siehe **Messung des Flusses an einem Splitventil oder des Septumspülflusses**.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases. Wiederholen Sie die Analysen, einige davon in kurzen Abständen, danach einige mit einem großen Abstand. Wenn die Kontaminierungsspitzen für die Analysen mit großen Intervallen größer sind, sollten Sie verunreinigtes Gas vermuten: die Kontaminierung hat mehr Zeit, sich auf Säule und Liner abzulagern.
- Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie Verunreinigungen im Einlass vermuten, führen Sie ein Ausheizverfahren durch.

## Chromatographie-bezogene Symptome

### Verunreinigung oder Verschleppung

- Überprüfen Sie den Betrieb der Einlässe. Reinigen Sie die Einlassdüse und ersetzen Sie die verunreinigten Einlassteile.
- Prüfen Sie den Lösungsmittelstand in den Reinigungsflaschen des automatischen Flüssigprobengebers.
- Tauschen Sie bei Bedarf die Spritze im automatischen Flüssigprobengeber aus.
- Prüfen Sie das Probeninjektionsvolumen. Stellen Sie sicher, dass der Flüssigprobengeber genug Probenmaterial in den Einlass injiziert. Verwenden Sie den Rechner für Lösungsmitteldampfvolumen, um festzustellen, wie viel Sie von der Probe injizieren sollten.
- Geisterspitzen sind manchmal auf kontaminierte Probenfläschchen zurückzuführen. Setzen Sie neue bzw. gereinigte Probenfläschchen ein, und beobachten Sie, ob die Geisterspitzen verschwinden.
- Einige Proben ändern sich unter Einfluss von Hitze oder ultraviolettem Licht. Überprüfen Sie die Probenstabilität.

## Säule, Methode

- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Heizen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen Sie diese aus.
- Wenn Sie Verunreinigungen in der Säule vermuten, führen Sie ein Ausheizverfahren durch.
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenprogrammtemperatur und -zeit für die injizierten Proben ausreichend sind. Geisterspitzen, die breiter sind als angrenzende Probenspitzen, können von einer vorherigen Analyse stammen.
- Überprüfen Sie die Säule auf Verunreinigungen. Proben mit hohen Molekulargewichten, die Rückstände enthalten, können Spritze, Einlass-Liner oder die ersten paar Zoll der Säule kontaminieren.

## Detektor, Detektorgaszufuhr

- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases. Wiederholen Sie die Analysen, einige davon in kurzen Abständen, danach einige mit einem großen Abstand. Wenn die Kontaminierungsspitzen für die Analysen mit großen Intervallen größer sind, sollten Sie verunreinigtes Gas vermuten: die Kontaminierung hat mehr Zeit, sich auf Säule und Liner abzulagern.
- Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.
- Wenn Sie Verunreinigungen im Detektor vermuten, führen Sie ein Ausheizverfahren durch.
- Überprüfen Sie den Betrieb der Detektoren. Ersetzen Sie die verunreinigten Detektorteile.

## Größere Peaks als erwartet

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

## Peaks werden nicht angezeigt/Keine Peaks

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

Wenn das Problem durch den Detektor verursacht wird, siehe **Tabelle 2**.

**Tabelle 2. Fehlerbehebung am Detektor**

| Detektor  | Lösung                                                                                                                                                                                                                                                           |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| FID, FPD+ | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Stellen Sie sicher, dass das Elektrometer eingeschaltet ist.</li> <li>• Stellen Sie sicher, dass die Flamme immer noch brennt.</li> </ul>                                                                               |
| WLD       | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Stellen Sie sicher, dass der Heizfaden eingeschaltet ist.</li> <li>• Stellen Sie sicher, dass das Referenzgas nicht auf null eingestellt ist. (Der Glühdraht wird bei Null-Referenzgasfluss nicht aktiviert)</li> </ul> |
| SPD, ECD  | Stellen Sie sicher, dass das Elektrometer eingeschaltet ist.                                                                                                                                                                                                     |

## Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms

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

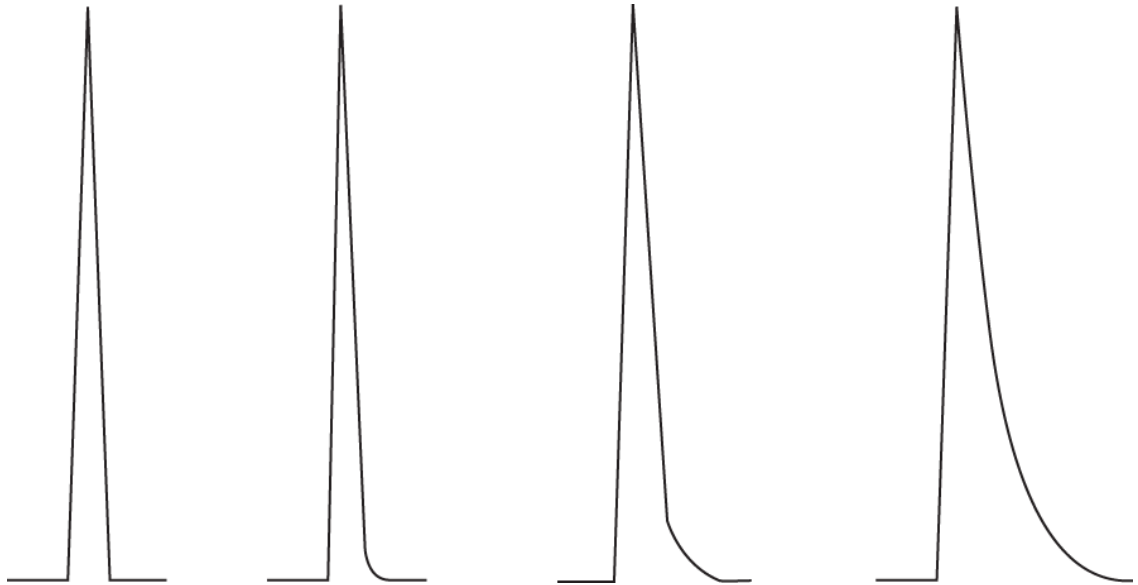
## Schlechte Peak-Auflösung

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

## Peak-Abfall

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

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



- Prüfen Sie die Säule auf starke Verunreinigungen.
  - Bei Verwendung einer Kapillarsäule 0,5 bis 1 Meter von der Vorderseite der Säule entfernen.
  - Für gebundene und kreuzverbundene Phasen, führen Sie eine Lösungsmittelspülung der Säule durch.
  - Prüfen Sie, ob Verunreinigungen am Einlass bestehen. Tailing erhöht sich gelegentlich mit der Substanzretention. Reinigen Sie den Einlass oder ersetzen und deaktivieren Sie verunreinigte Einlassteile. (Siehe **Agilent 8860B Gaschromatograf**.)
- Betrachten Sie die stationäre Phase der Säule (aktive Säule). Dies betrifft nur aktive Verbindungen. Eine aktive Säule erzeugt in der Regel Tailing, das abhängig von der Retentionszeit zunimmt.
- Schneiden Sie
  - 1 Meter von der Säulenfront ab.
  - Ersetzen Sie die Säule.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt abgeschnitten und installiert ist.
  - Schneiden Sie die Säule noch einmal zu und installieren Sie sie wieder im Einlass und wechseln Sie die Ferrulen. Nehmen Sie mit einem zuverlässigen Werkzeug einen sauberen, rechteckigen Schnitt vor
  - Bestätigen Sie, dass die Installation keine Undichtigkeiten aufweist. Bei Undichtigkeiten an der Säulendichtung tritt vermehrtes Tailing für früh eludierende Peaks auf. (Siehe **Überprüfen auf Lecks**.)
- Beachten Sie, welche Arten von Adapter, Liner und Einlassdichtung verwendet werden. Eines dieser Teile oder alle könnten verunreinigt oder aktiv sein.

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

## **SPD-Peak-Abfall**

Führen Sie bei einem SPD folgende Schritte durch:

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

## Probleme mit Peak-Siedepunkt oder unzureichender Molekulargewichtsdiskriminierung

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

- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. Reinigen oder ersetzen Sie den Liner bei Bedarf. Tauschen Sie alle Verbrauchsmaterialien am Einlass aus. Siehe **Agilent 8860B Gaschromatograf**.
- Passen Sie die Einlasstemperatur an.
- Führen Sie Standards anhand einer bekannten Methode durch, um die erwartete Leistung zu ermitteln.

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

- Prüfen Sie den Liner-Typ. Verwenden Sie einen Liner für die Split-Analyse, der Glaswolle oder andere Oberflächendichtungsmaterialien enthält, um eine vollständige Probenverdampfung zu ermöglichen.
- Erhöhen Sie die Einlasstemperatur und stellen Sie sicher, dass die Isolierungskappe installiert ist und eine Isolierung enthält.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass.

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

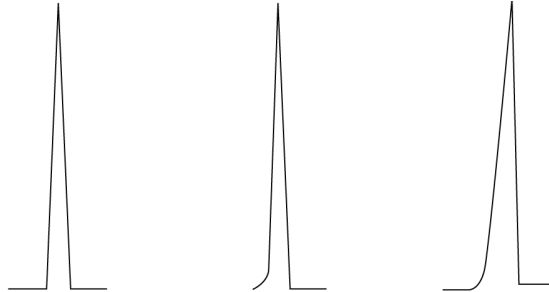
- Überprüfen Sie den Einlass auf Lecks. (Siehe **Überprüfen auf Lecks**.)
- Prüfen Sie den Liner-Typ. Verwenden Sie einen für die Splitless-Analyse optimierten Liner (deaktiviert, große Volumen).
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenanstiegstemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass.
- Stellen Sie sicher, dass das Dampfvolument des Lösungsmittels die Kapazität des Liners nicht übersteigt.
- Achten Sie auf eine geeignete Spülverzögerungszeit. (Liner-Volumen/Säulenfluss)

## Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks

- Senken Sie die Einlasstemperatur.
- Achten Sie auf Luft oder Wasser im Trägergas; überprüfen Sie die Reinheit des Gases und die Funktionalität der Ventile.
- Stellen Sie sicher, dass der Liner für die zu analysierende Probe geeignet ist.
- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Installieren Sie einen deaktivierten Liner (falls ein Liner verwendet wird).
- Prüfen Sie, ob die Septum-, Liner- und Säulendichtungen undichte Stellen aufweisen. (Siehe **Überprüfen auf Lecks.**)
- Installieren Sie einen Agilent Direktverbindungs-Liner.
- Verwenden Sie eine Druckmethode mit Druckstoß für eine schnellere Probenübertragung zur Säule.
- Heizen Sie den Einlass aus.
- Reinigen Sie den Einlass.

## Peak-Vorlagerung

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



**Symmetrisch    Gegenüberstehend    Überladen**

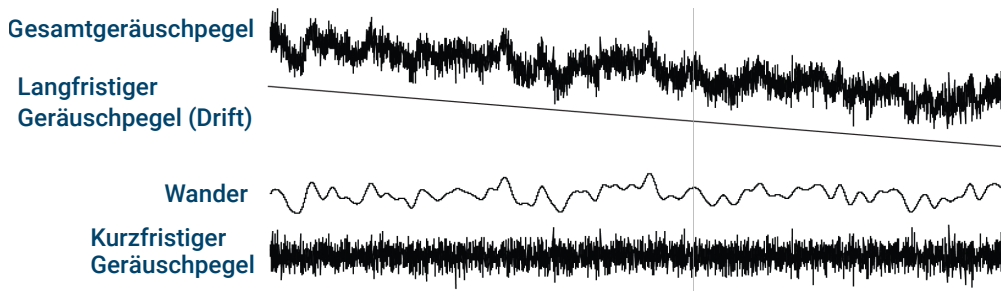
Wenn eine Peak-Vorlagerung oder Überlastung auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

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

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

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

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



## Verrauschte Basislinie

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

- Prüfen Sie an allen Detektoren die Säulenarmaturen auf Lecks. (Siehe [Überprüfen auf Lecks](#).)
- Für weitere Informationen zum FID siehe [Isolierung der Ursache des FID-Rauschens](#).
- Beim WLD stellen Sie sicher, dass die Datenerfassung bei  $\leq 5$  Hz erfolgt.

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

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

## Chromatographie-bezogene Symptome

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

- Überprüfen Sie die Reinheit der Träger- und Detektorgase. Wurde vor kurzem ein Behälter ausgetauscht und ist der alte Behälter noch vorhanden und enthält noch etwas Gas, versuchen Sie es mit dem älteren Behälter, um festzustellen, ob sich das Rauschen verringert.  
Ist das neue Gas so stark verunreinigt, dass Filter gefüllt werden, kann der Wechsel auf den alten Behälter eine kleine Verbesserung bewirken, bis die Filter ausgetauscht oder erneuert wurden.  
Die wahrscheinlichste Ursache für das Problem ist das Stickstoffträgergas. Kaufen Sie bei einem zuverlässigen Gaslieferanten.
- Prüfen Sie beim WLD die Schwankungen des Umgebungsluftdrucks am GC. Luftströmungen von einem Lüfter oder einer Klimaanlage, die über den GC wehen, können Störungen bei dem vom Detektor ausgehenden Gas verursachen. Dies ist eine mögliche, jedoch nicht sehr wahrscheinliche Ursache für Rauschen, da Detektoren gut geschützt sind. Wird die Quelle für die Luftströmung beseitigt oder der Detektorauslass abgeschirmt, kann dieses Problem festgestellt werden. Installieren Sie den Durchflussregler für den WLD-Auslass (G1532-60070).
- Lose Verbindungen im Detektor oder in seinem Signalpfad erzeugen Rauschen.
- Überprüfen Sie, ob nach der letzten Wartung alle Teile wieder korrekt zusammengebaut wurden.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.

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

- Heizen Sie den Detektor aus.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen. Ersetzen Sie die Teile bei Bedarf.
- Überprüfen Sie die Säule und den Einlass auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Düsen am FID oder SPD auf Verunreinigungen.
  - **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse**
  - **Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse**
- Stellen Sie sicher, dass das FPD+-Photovervielfacherrohr (PMT) korrekt installiert ist. Ist dies nicht der Fall, treten Lichtlecks und schließlich ein Rauschen auf.

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

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

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

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

Andere Faktoren, die zu Rauschen führen können:

- Die Säule ist im Detektor zu hoch installiert.

- Die Ofentemperatur übersteigt die für die Säule maximal empfohlenen Temperaturen.

## Basislinien-Wander und -Drift

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

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

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

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

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

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

## Basislinien-Spiking

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

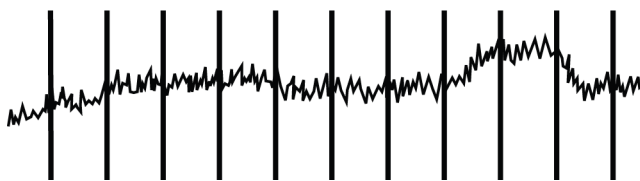


Abbildung 1. Zyklisches Spiking

Zyklisches Spiking kann folgende Ursachen haben:

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

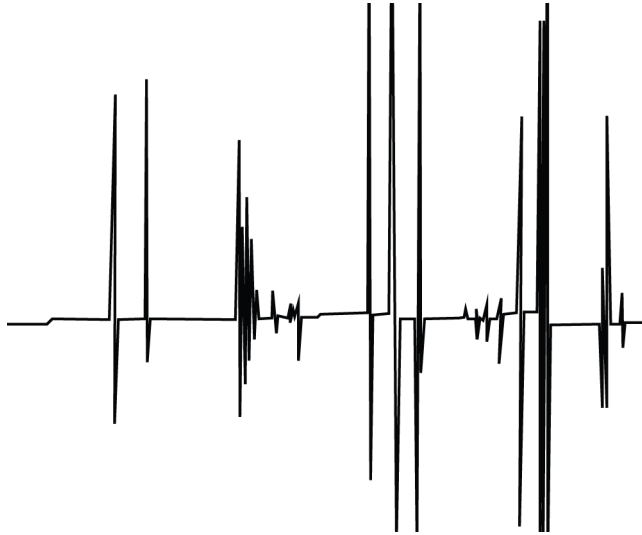


Abbildung 2. Willkürliches Spiking

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

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

## Elektronenanlagerungsdetektor (EAD) – Rauschen und Empfindlichkeit

### ACHTUNG

**Verfahren zum Zerlegen und/oder Reinigen des Detektors, die nicht mit Wärmeentwicklung in Verbindung stehen, dürfen nur von geschultem, für den Umgang mit radioaktiven Materialien berechtigtem Personal durchgeführt werden. Bei diesen anderen Verfahren können Spuren von radioaktivem  $^{63}\text{Ni}$  entfernt werden, was zu einer möglichen Freisetzung gefährlicher Strahlung führen kann.**

### WARNUNG

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

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

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

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

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

**Siehe auch:**

[Anzeigesignalauswertung](#)

[Empfindlichkeit](#)

## Anzeigesignalauswertung

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

Tabelle 3. EAD-Signalauswertung

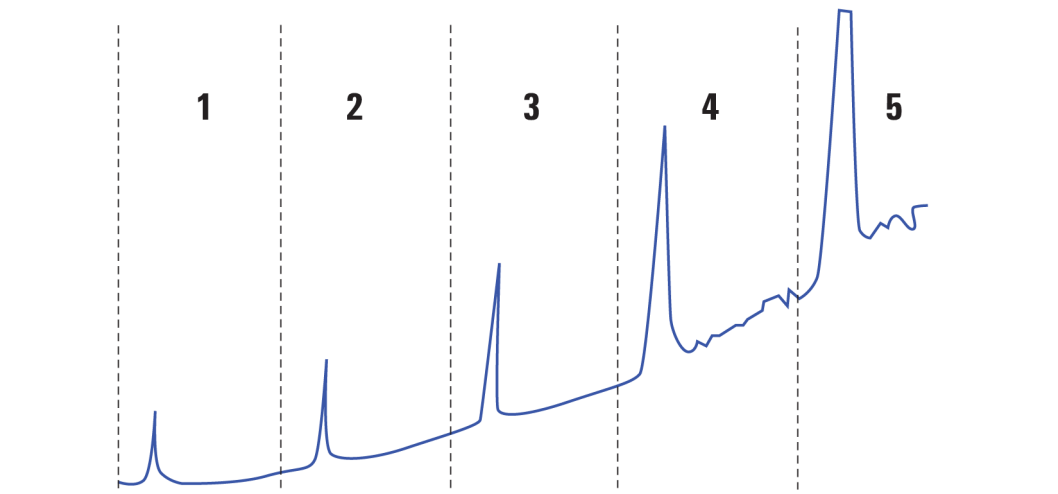
| EAD-Signal | Anmerkungen       |
|------------|-------------------|
| <200       | EAD ist „gesund“. |

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

## ANMERKUNG

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

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

**Typische Stadien eines EAD-Lebenszyklus:****Stadium 1: Neue Zelle**

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

**Stadium 2: 6 Monate – 1 Jahr**

**Hintergrund = 180 Hz. Verstärkte Reaktion.**

**Stadium 3: 1–2 Jahre**

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

**Stadium 4: 2–4 Jahre**

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

**Stadium 5: 4–10 Jahre**

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

Abbildung 3. Typischer EAD-Lebenszyklus

## Empfindlichkeit

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

1. Bei Verwendung eines Einlasses mit den Betriebsarten Split und Splitless sollten Sie prüfen, ob die Betriebsart nicht geändert wurde und das Splitventil funktioniert. Dies kann erfolgen, indem überprüft wird, ob sich die Reaktion dementsprechend verändert, wenn zuerst eine Split- und anschließend eine Splitless-Injektion vorgenommen wird, wobei alle anderen Methodenparameter gleich bleiben. Bei Betriebsart Split prüfen Sie den Splitfluss mithilfe eines Flussmessgeräts.
2. Prüfen Sie alle Flussraten. Siehe „[Messen des Flusses bei einem FID, WLD, EAD und FPD+](#)“.

### Chromatographie-bezogene Symptome

#### Elektronenanlagerungsdetektor (EAD) – Rauschen und Empfindlichkeit

3. Überprüfen Sie, ob die Einlasswartung vollständig durchgeführt wurde. Dazu gehört das Abschneiden und die erneute Installation der Säule.
4. Prüfen Sie, ob das Injektionsgerät ordnungsgemäß funktioniert. Falls bei der Methode ein Probenventil verwendet wird, nehmen Sie eine direkte Spritzeninjektion mit einer Konzentration ähnlich zu der durch das Ventil eingeleiteten Konzentration vor. Schließen Sie Probleme aufgrund des Ventils aus.
5. Prüfen Sie den Kombinations-Liner im Zusatzgasadapter. Auch nur geringe Graphit- oder Probenkontamination verringert die Empfindlichkeit.

### Verunreinigung (hohe Basislinie)

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

- Schließen Sie alle anderen möglichen Ursachen aus. Siehe (**Tabelle 3**) oben. Prüfen Sie ebenfalls Träger- und Detektorgasversorgung, Gasfilter und die Säule.
- Prüfen Sie den Kombinations-Liner im Zusatzgasadapter. Ein kleines Stück Graphit kann die Ergebnisse verunreinigen.
- Beträgt die Detektor-Basislinie > 500 Hz, ungeachtet seines Alters, heizen Sie den Detektor aus. Betreiben Sie ihn ein bis zwei Tage lang.

## Niedrige Peakfläche oder Peakhöhe (niedrige Empfindlichkeit)

- Bei Verwendung eines Einlasses in der Split-Betriebsart prüfen Sie das Split-Verhältnis.
- Prüfen Sie auf Lecks. (Siehe **Überprüfen auf Lecks.**) Zur Fehlerbehebung bei kleinen Lecks in einem Split-/Splitless-Einlass siehe **Manuelle Überprüfung eines Split-/Splitless-Einlasses auf Lecks.**
- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. (Siehe **Verunreinigung oder Verschleppung.**)
- Prüfen Sie jede Säule und stellen Sie sicher, dass diese am jeweiligen Ende ordnungsgemäß abgeschnitten und installiert wurde.
- Stellen Sie sicher, dass der Säulentyp geeignet ist.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Heizen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen Sie diese aus.
- Stellen Sie sicher, dass der Einsatztyp für die Probe geeignet ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen des Detektors ordnungsgemäß sind. Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. Falls ein aktueller Fluss der GC-Anzeige nicht entspricht, prüfen Sie auf Kontaminierungen und Behinderungen, beispielsweise aufgrund einer verstopften Düse. Beachten Sie folgende Punkte:
  - **Messung eines Detektorflusses**
  - **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse**
  - **Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse**
- Überprüfen Sie die Reinheit des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Stellen Sie sicher, dass die Methodenparameter korrekt sind.
- Einige Proben ändern sich unter Einfluss von Hitze oder ultravioletter Licht. Prüfen Sie die Probenstabilität.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe und nicht ganz oben am Zylinder markiert ist, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das Zweifache des angegebenen Werts ein.
- Falls der Abfall in Peak-Bereich oder -Höhe graduell aufgrund des Anstiegs der Basislinie erfolgte und nicht als plötzliche Änderung, überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigung. Heizen Sie den Detektor aus.

Bei Verwendung eines FID:

- Stellen Sie sicher, dass die korrekte Düse installiert ist.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verschmutzt ist.
- Überprüfen Sie, ob Detektorteile kontaminiert sind.
  - **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse**

Bei Verwendung eines EAD:

## Chromatographie-bezogene Symptome

### Niedrige Peakfläche oder Peakhöhe (niedrige Empfindlichkeit)

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

Bei Verwendung eines SPD:

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

Bei Verwendung eines FFD+:

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

## Behebung geringer Empfindlichkeit bei einem FID

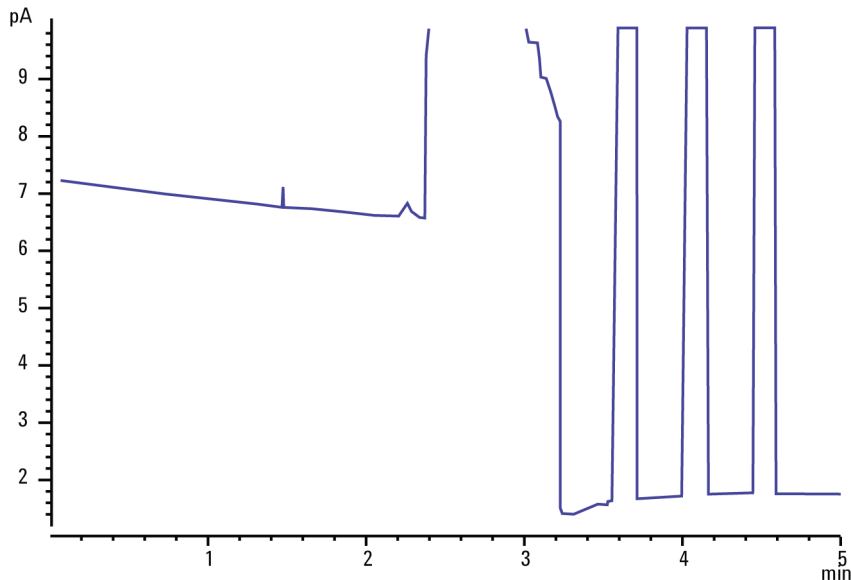
Bei normaler Verwendung kann der FID Ablagerungen auf dem Detektor, Isolatoren, Düse, usw. entwickeln. Zur Reduzierung der Entstehung von Kontaminationen empfiehlt Agilent die Verwendung des Detektors bei mindestens 300 °C. Ablagerungen entwickeln sich jedoch auch bei normaler Nutzung in der Düse (in der Regel weißes Silizium aufgrund von Säulenbluten oder schwarzer, kohlenstoffhaltiger Ruß. Diese Ablagerungen reduzieren die Empfindlichkeit und verursachen chromatografisches Rauschen und Spitzen. Düsen müssen von Zeit zu Zeit gereinigt oder ersetzt werden. Folgendes Verfahren prüfen die Ursachen geringer Empfindlichkeit abhängig von der Häufigkeit des Auftretens.

Bei Empfindlichkeitsverlust in Verbindung mit Rauschen, Wander oder Drift siehe auch **Verrauschter Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes**.

1. Prüfen Sie die Detektor-Flussraten.  
Als allgemeine Regel gilt ein Flussverhältnis von 1:1 für Wasserstoff zu (Säule + Zusatzgas).
2. Messen Sie die tatsächliche Detektorflussgeschwindigkeit. Siehe **Messung eines Detektorflusses**. Wenn die Istwerte der Wasserstoff-, Zusatzgasflüsse und Kapillarsäulenflüsse unter dem angezeigten Fluss liegen, verstopft die Düse allmählich. Siehe **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse**. Ersetzen Sie die Düse.
3. Prüfen Sie, ob die Säule korrekt installiert ist. Installieren Sie sie erneut. Stellen Sie sicher, dass die Säule ganz bis zur Spitze installiert und 1–2 mm zurückgezogen wurde (Säulen-ID > 100 µm).
4. Überprüfen Sie die Einlassparameter, von denen die Entlüftung gesteuert wird, wie beispielsweise das Split-Verhältnis und die Splitless-Reinigung Verzögerungszeit. Stellen Sie sicher, dass die Probe nicht unbeabsichtigt entlüftet ist.
5. Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch (tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus) und führen Sie anschließend mit dem Einlass einen Drucktest durch. Siehe Wartungshandbuch und **Überprüfen auf Lecks**.
6. Führen Sie eine vollständige FID-Wartung durch. Bauen Sie den FID auseinander und reinigen oder ersetzen Sie alle Teile.

## FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht eine erneute Zündung

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



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

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

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

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

- Stellen Sie sicher, dass für die **Lit offset**-Einstellung des FID für die Analyse der korrekte Wert festgelegt wurde (in der Regel < 2,0 pA).
- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.
- Überprüfen Sie, ob die Düse teilweise verstopft ist. Messen Sie am Detektor die Istwerte der Flüsse für Wasserstoff, Luft und Zusatzgas. (Siehe **Messung eines Detektorflusses**.) Ersetzen Sie die Düse bei Bedarf.
- Prüfen Sie, ob die Säulendichtung am Detektor undicht ist. (Siehe **Überprüfen auf Lecks**.)

## FID-Basislinienausgabe über 20 pA

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

## FID-Basislinienausgabe bei Maximum (~8 Millionen)

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

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

## FPD+-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht eine erneute Zündung

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

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

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

- Stellen Sie sicher, dass der eingestellte **Lit offset** unter der normalen Basislinie liegt.
- Prüfen Sie auf Lecks. (Siehe [Überprüfen auf Lecks](#).)
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe [Messung eines Detektorflusses](#).)
- Bestimmte Umgebungsbedingungen können ein künstlich schwaches Signal im GC verursachen, das fälschlich darauf hinweist, dass die Flamme gelöscht wurde. Infolgedessen wird die Analyse abgebrochen und der GC versucht, eine bereits brennende Flamme erneut zu entzünden. Zu diesen Bedingungen gehören unter anderem:
  - Starke elektromagnetische Felder
  - Große Schwankungen der Umgebungstemperatur
  - Große atmosphärische Druckschwankungen

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

Setzen Sie den **Lit offset**-Wert auf 2,0 zurück.

## FPD+-Dämpfung/-Reproduzierbarkeit

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

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

So erfolgt eine Auflösung der Kohlenwasserstoffdämpfung:

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

## FPD+-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig

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

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

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

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

## Niedrige Peakflächen mit dem FPD+

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

## Große Peakbreite auf halber Höhe mit dem FPD+

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

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

## Hohe FPD+-Basislinienausgabe, 20 pA

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

## FPD+-Chromatographieausgabe mit abgeschnittenen Peaks

Wenn Sie eine Anwendung an der Obergrenze des dynamischen Bereichs haben (besonders mit Schwefel), müssen Sie Ihr Instrument möglicherweise desensibilisieren. Tauschen Sie den Schwefelfilter 1000-1437 durch den Filter mit der Teilenummer 19256-80000 aus. Setzen Sie anschließend die Detektorgasflüsse auf die Werte, die in der Phosphorprüfmethode verwendet werden. Dies erhöht die Basislinie, allerdings mit Verlusten beim Signal-Rausch-Verhältnis.

Mit der Lösung und der Nutzung von Wasserstoff sollte es keine Probleme geben. Beachten Sie jedoch bitte die folgende Warnung.

**WARNUNG**

**Wasserstoffgas ist entflammbar und es besteht Explosionsgefahr. Schalten Sie das Wasserstoffgas an der Versorgungsquelle unbedingt ab, nachdem die Anschlüsse hergestellt wurden. Ebenso müssen Sie alle Anschlüsse, Leitungen und Ventile auf undichte Stellen untersuchen, bevor Sie mit dem Gerät arbeiten oder das Gerät warten.**

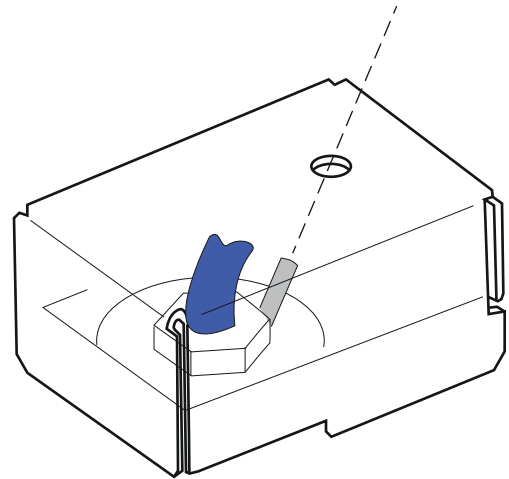
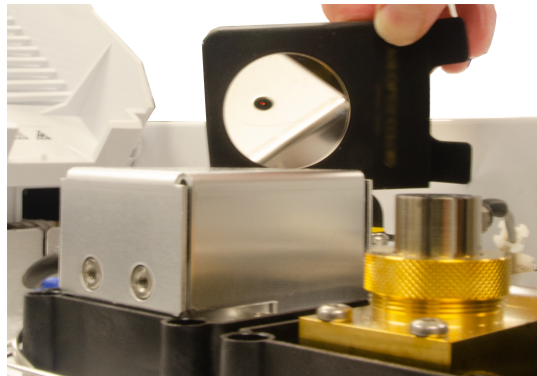
## Dämpfung des Lösungsmittels am SPD

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

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

## Niedrige SPD-Reaktion

- Führen Sie die vollständige Wartung am Einlass durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die vollständige Wartung an der Säule durch: Heizen Sie Verunreinigungen bei Bedarf aus. Stellen Sie sicher, dass die Säule korrekt installiert ist.
- Eine hohe Konzentration an Lösungsmittel hat das Wasserstoff-/Luft-Plasma ausgelöscht. Betreiben Sie das Zusatzgas mit einer Flussgeschwindigkeit von 5 ml/Min.
- Prüfen Sie, ob aus der externen Versorgung Wasserstoff abgegeben wird. Prüfen Sie, ob Fluss und Druck an der Tastatur eingeschaltet sind. Die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeit sollte zwischen 1,0 und 5,5 mL/Min. liegen. Messen Sie den tatsächlichen Gasfluss am Detektor. (Siehe **Messung eines Detektorflusses**.)
- Überprüfen Sie, ob die Düse teilweise verstopft ist. Siehe **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse**.
- Stellen Sie sicher, dass die Perleneinheit aktiviert ist. Sehen Sie mithilfe eines Spiegels durch die Lüftungsöffnung am Detektordeckel, um zu sehen, ob die Perleneinheit orange glüht. Wenn die Perleneinheit nicht leuchtet, prüfen Sie das Detektor-Hintergrundsignal. Schalten Sie die Perleneinheit aus, um einen Referenzpegel festzulegen, und schalten Sie die Perleneinheit dann ein und suchen Sie nach einem plötzlichen starken Anstieg der Ausgabe. Dieser Anstieg weist auf eine erfolgte Zündung hin. Wird die Perleneinheit mit 4 V versorgt, erfolgt jedoch keine Zündung (zu sehen unter **Settings (Einstellungen) > Service Mode (Service-Modus) > Detectors (Detektoren) > Signal**), ist die Perleneinheit vermutlich ausgebrannt. Tauschen Sie die Perleneinheit aus.



- Brennende Blos-Perle

**WARNUNG**

**Die vom Detektor ausgehenden Emissionen sind so heiß, dass Sie sich verbrennen können. Verwenden Sie ausreichende Schutzausrüstung, wie eine Sicherheitsbrille oder einen Spiegel, wenn Sie prüfen, ob die Perleneinheit glüht.**

- Tauschen Sie die Isolierungen/den Kollektor aus.
- Prüfen Sie, ob eine Flüssigphasen-Kontaminierung (polare Phasen) vorliegt.

## Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen

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

## SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe **Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse.**)
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe **Messung eines Detektorflusses.**) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Ersetzen Sie diese nach Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe **Überprüfen auf Lecks.**)

## Niedrige Selektivität am SPD

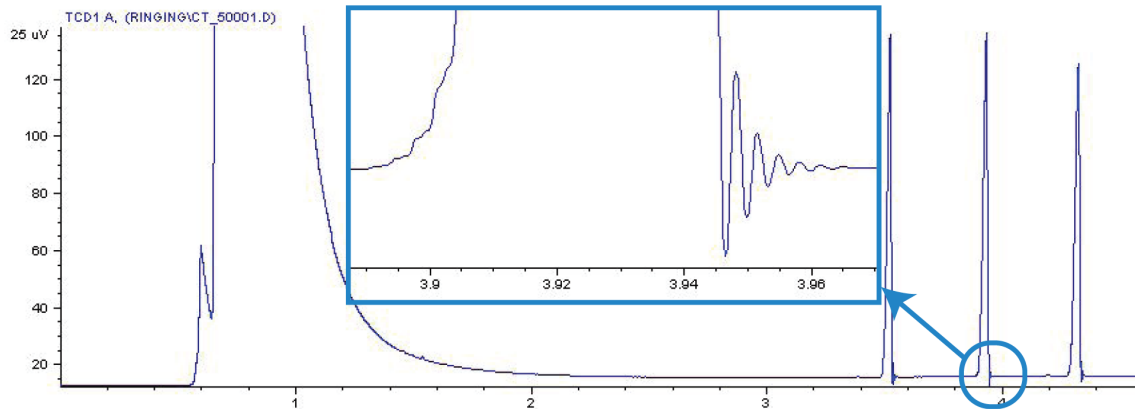
(Relativ zu Stickstoff oder Phosphor hohe Kohlenwasserstoffreaktion.)

- Vergewissern Sie sich, dass der Wasserstofffluss korrekt ist ( $< 3 \text{ ml/min}$ ).
- Überprüfen Sie die Perleneinheit; diese kann defekt oder abgenutzt sein.
- Tauschen Sie Kollektor und Isolierungen aus.

## Negative Peaks am WLD

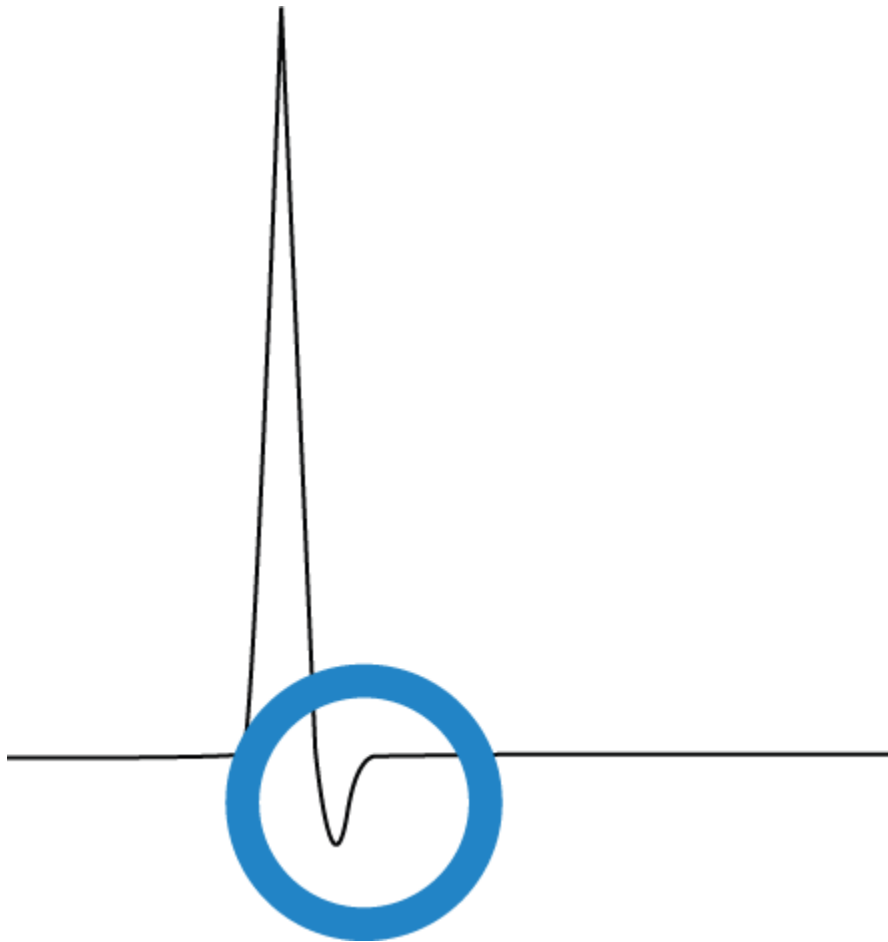
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Gastyp verwendet wird.
- Überprüfen Sie das System auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe **Überprüfen auf Lecks.**)
- Berücksichtigen Sie die Wärmeleitfähigkeit der Substanzen relativ zum Träger.
- Berücksichtigen Sie die Empfindlichkeit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

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



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

## WLD-Peaks haben eine negative Neigung am hinteren Ende



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

## 4

# Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

GC erreicht niemals den betriebsbereiten Zustand

Fluss erreicht niemals die betriebsbereite Höhe

Ofentemperatur kühlt niemals herunter/kühlt extrem langsam ab

Ofen heizt niemals auf

Temperatur erreicht niemals die betriebsbereite Höhe

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden

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

Ein Gas überschreitet den angepassten Wert, Drucksollwert oder Fluss

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

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

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss

FID zündet nicht

FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz

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

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

FPD+ zündet nicht

Ventil nicht bereit

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

## GC erreicht niemals den betriebsbereiten Zustand

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

- Wählen Sie die Status-/Kontrollleiste oder eine Komponente unter **Method (Methode)**, um zu sehen, welche Sollwerte oder Bedingungen nicht bereit sind.
- Überprüfen Sie, ob ein Problem mit dem Probengeber vorliegt.
- Überprüfen Sie, ob ein Problem mit dem Datensystem vorliegt.
- Bei manuellen Injektionen in der Betriebsart Splitless oder mit der Gassparschaltung müssen Sie ggf.  wählen, um den Einlass für die Injektion vorzubereiten. Führen Sie dies beispielsweise aus folgenden Gründen durch:
  - Um das Einlassspülventil vor einer splitlosen Injektion umzuschalten
  - Um eine gepulste Injektion vorzubereiten
  - Um die Gassparschaltung auszuschalten.

Weitere Informationen über  finden Sie im Benutzerhandbuch für den Agilent 8860 GC.

## Fluss erreicht niemals die betriebsbereite Höhe

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

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

## Ofentemperatur kühlt niemals herunter/kühlt extrem langsam ab

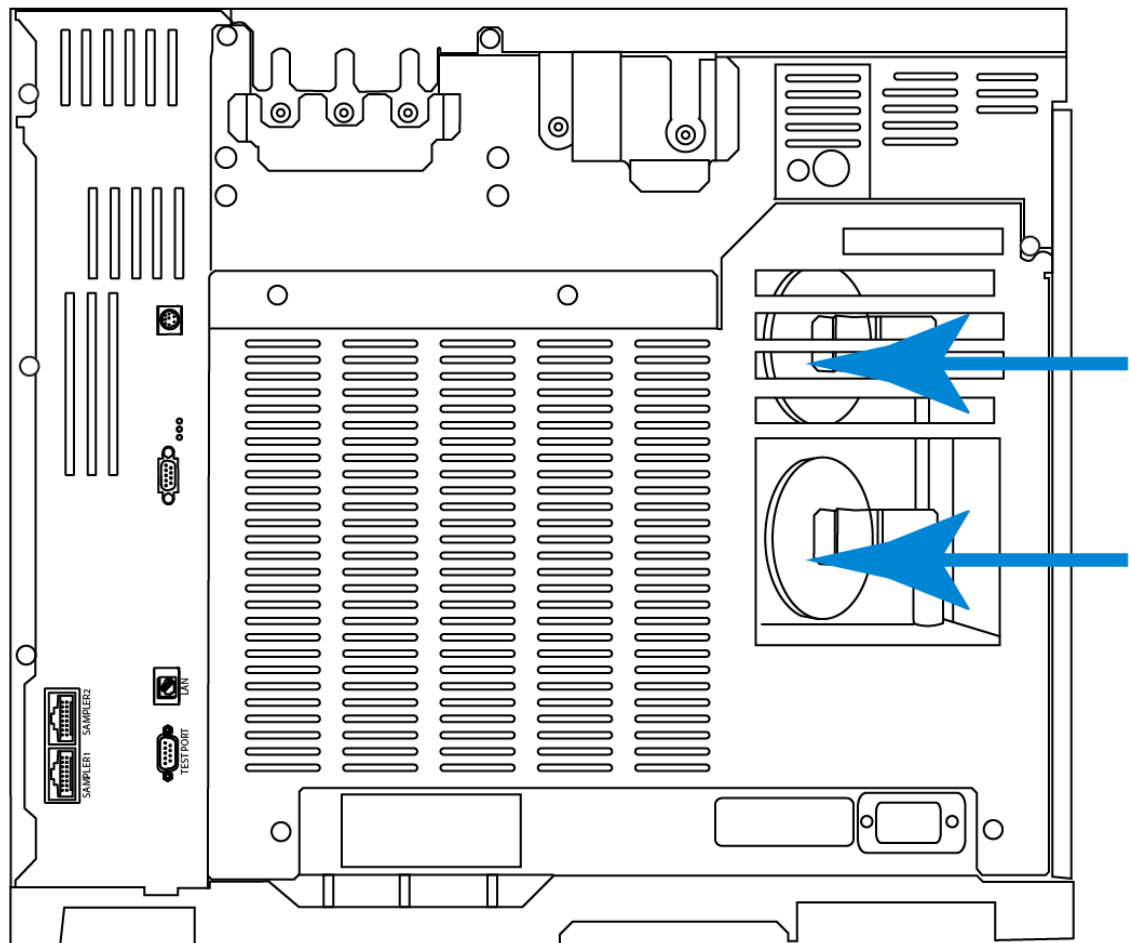
Wenn der Ofen nicht abkühlt oder extrem langsam abkühlt:

### WARNUNG

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

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

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



## Ofen heizt niemals auf

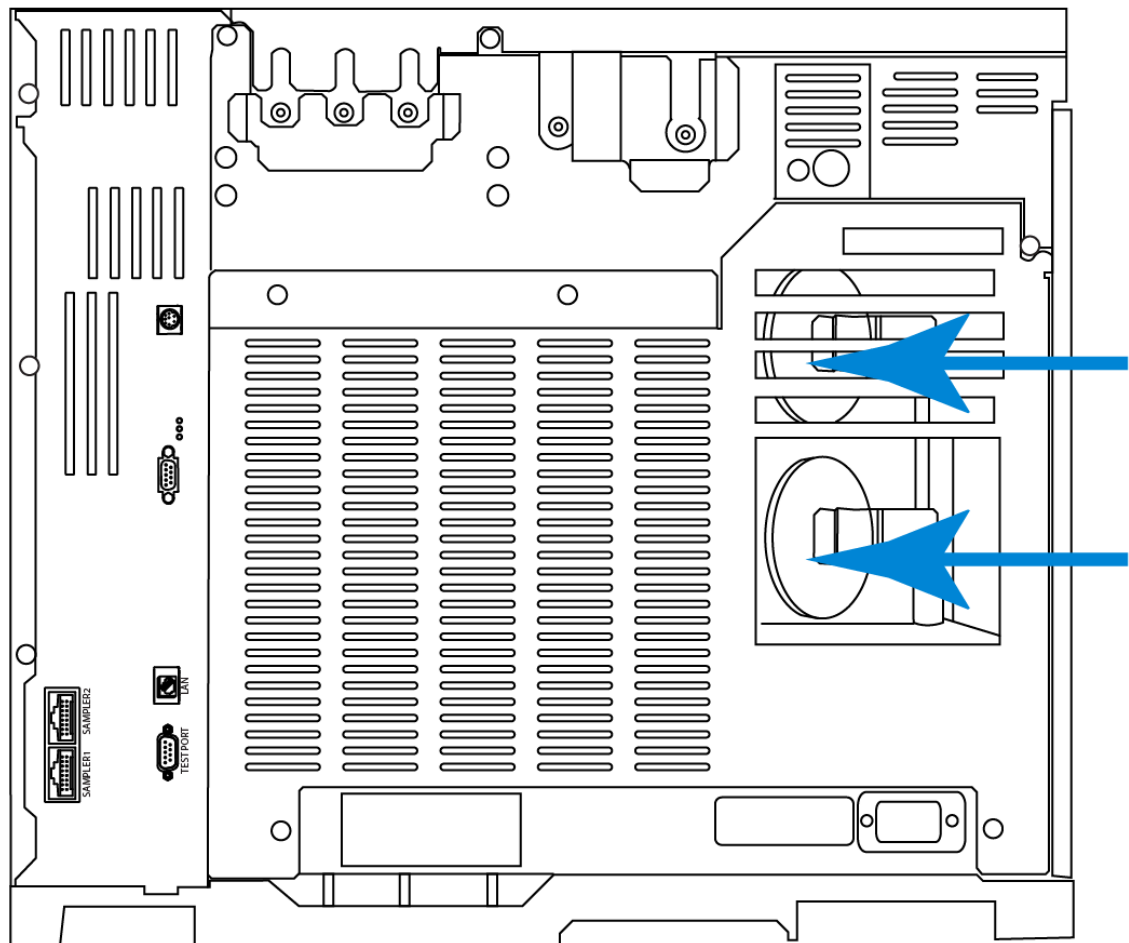
**WARNUNG**

- Wählen Sie „Diagnostics“ (Diagnose), um Fehler anzuzeigen, die an Agilent weiterzuleiten sind.

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

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

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



## Temperatur erreicht niemals die betriebsbereite Höhe

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

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

## Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden

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

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

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

Wenn ein Einlass seinen Solldruck oder den eingestellten Wert nicht erreicht, schaltet er sich nach einer vom Einlasstyp abhängigen Zeitspanne ab. (Einlässe mit EPR zeigen Nicht-Bereitschaft durch einen blinkenden Asterisk an.) Gehen Sie wie folgt vor:

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

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass verwenden:

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

## Ein Gas überschreitet den angepassten Wert, Drucksollwert oder Fluss

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

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass verwenden:

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

Bei Verwendung eines FID oder SPD:

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. Siehe **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse** oder **Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse**.

Ventile:

- Überprüfen Sie, ob ein Rotor falsch ausgerichtet ist. Richten Sie den Rotor gegebenenfalls aus.

## Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

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

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

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

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

- Ziehen Sie die Verwendung eines Liners in Betracht, der für die Split-Analyse geeignet ist.
- Methodendruckparameter (oder resultierender Druck von einer Flusseinstellung) ist für den Trägergastyp zu niedrig.
- Überprüfen Sie, ob der Einsatz verschmutzt ist.
- Prüfen Sie die Splitauslassleitung auf Verunreinigungen. Wenden Sie sich ggf. zum Austausch an den Agilent-Kundendienst.
- Tauschen Sie bei einem Split-/Splitless-Einlass die Golddichtung aus.

## Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss

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

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

## FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass für Lit Offset der Wert  $\leq 2,0$  pA festgelegt ist.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur hoch genug für die Zündung ist ( $> 150$  °C). Agilent empfiehlt eine Temperatur von  $> 300$  °C.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe **Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert.**)
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FID-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Erhöhen Sie die Wasserstoff-Flussgeschwindigkeiten und reduzieren oder schalten Sie das Zusatzgas ab, bis die Zündung erfolgt, und setzen Sie die Raten dann herab, bis die Methodenwerte erreicht sind. Bis Sie ideale Werte erzielen, sind vermutlich einige Versuche erforderlich. Eine Erhöhung des Wasserstoffflusses und eine Verringerung des Zusatzgases erleichtern die FID-Zündung. Falls sie unter diesen geänderten Bedingungen aufleuchtet, kann das auf eine teilweise verstopfte Düse, einen schwachen Anzünder oder ein Leck in der Säulendichtung hinweisen.
- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind. (Siehe **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse.**)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Die Istwerte der Flussgeschwindigkeiten sollten im Bereich von  $\pm 10$  % des Sollwerts liegen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe **Messung eines Detektorflusses.**)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, liegt im System möglicherweise ein großes Leck vor. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID. (Siehe **Überprüfen auf Lecks.**)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule. (Siehe **Messung eines Säulenflusses.**) Der Wasserstofffluss sollte über der Summe aus Säulen- und Zusatzgasfluss liegen.
- Prüfen Sie, ob am Säulenfitting am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur hoch genug für die Zündung ist ( $> 150$  °C).
- Wenn es im Rahmen der Analyse möglich ist, verwenden Sie als Zusatzgas Stickstoff anstelle von Helium.

## FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz

**WARNUNG**

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

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

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

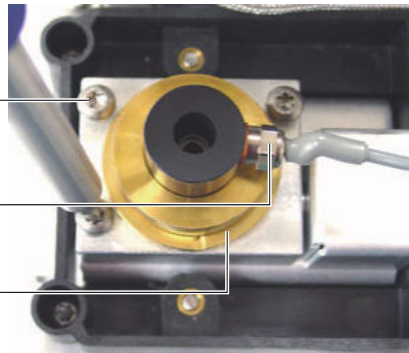
- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus.
- Die Detektortemperatur ist auf  $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$  eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei  $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Der Anzünder hat keine gute Verbindung zur Erde:
  - Der Anzünder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

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

T-20 Torx-Schrauben (3)

Anzündereinheit

Geriffelte Mutter



**Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist**

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

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

- Achten Sie auf eine verstopfte oder teilweise verstopfte Düse. Eine verstopfte Düse erzeugt Rückdruck. Da das Flussmodul Flusssteuerung verwendet, simuliert der erhöhte Rückdruck korrekten Fluss. Die tatsächliche Flussgeschwindigkeit wird abfallen, aber der GC bleibt funktionsfähig. Siehe:
  - **Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse**
  - **Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse**
- Prüfen Sie, ob das Säulenfitting an der Detektorbasis undicht ist.
- Ersetzen Sie die FID oder NPD-Düse.

## SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. (Siehe **Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse.**)
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse. (Siehe **Messung eines Detektorflusses.**) Wenn die Wasserstoff- oder Zusatzgasflüsse Null betragen oder weit unter dem angezeigten Fluss liegen, überprüfen Sie, ob eine Düse verstopft ist.
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Ersetzen Sie diese nach Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Wenn weiterhin Fehler auftreten, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Ein solches Leck kann dazu führen, dass die gemessenen Flussraten von den tatsächlichen Flussraten abweichen. Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe **Überprüfen auf Lecks.**)

## FPD+ zündet nicht

- Überprüfen Sie, ob die FPD+-Temperatur hoch genug für die Zündung ist ( $> 150\text{ °C}$ ).
- Prüfen Sie die FPD+-Flussraten und ob diese dem im FPD+ installierten Filtertyp entsprechen. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern.
- Messen Sie die Istwerte der Detektorflüsse.
- Prüfen Sie, ob der FPD+-Anzünder funktionsfähig ist.
- Zeigen Sie während der Zündsequenz die Luftflussrate an. Die Luftflussrate sollte auf 400 ml/min ansteigen, während Sie versuchen, die Flamme zu zünden. Ist dies nicht der Fall, ist der Druck der Luftzufuhr nicht ausreichend.
- Prüfen Sie den **Lit offset**-Wert. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0. Wenn der Wert Null beträgt, ist die automatische Zündung deaktiviert. Wenn der Wert zu hoch ist, erkennt die Software nicht, dass die Flamme brennt und schaltet den Detektor aus.
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, besteht im System möglicherweise ein großes Leck. Große Lecks führen dazu, dass die gemessenen Flussgeschwindigkeiten von ihren Istwerten abweichen und in der Folge zu nicht idealen Zündbedingungen führen. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe **Überprüfen auf Lecks**.)
- Versuchen Sie, den Versorgungsdruck für das FPD+-Flussmodul zu erhöhen. Dadurch kann sich die Flamme einfacher entzünden, ohne dass Änderungen an den Sollwerten vorzunehmen sind.
- Unter manchen Betriebsbedingungen ist die Flamme leichter zu entzünden, wenn Sie das Entlüftungsröhr entfernen. Setzen Sie das Entlüftungsröhr nach dem Entzünden der Flamme wieder ein.
- Prüfen Sie die Kabelverbindungen mit der Kupplung, die Kupplungsverbindung mit dem Glühstecker, den festen Sitz des Glühsteckers.

## Ventil nicht bereit

Die Fehlerbehebung hängt vom Ventiltyp ab.

### Gasprobenventile

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



# 5

## Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen

Wasserstoff-Abschaltungen

Thermische Abschaltungen

## Säulenabschaltungen

Der GC überwacht Einlass und Zusatzgasströme. Wenn ein Trägergas (das ein Zusatzflussmodul enthalten kann) seinen Sollwert für Durchfluss oder Druck nicht erreicht, geht das GC davon aus, dass ein Leck vorliegt. Nach 25 Sekunden ertönt ein akustisches Warnsignal, das daraufhin fortlaufend in Intervallen ertönt. Nach etwa fünf Minuten schaltet der GC Komponenten aus, um einen sicheren Zustand herzustellen. Der GC

- Zeigt die Meldung **Front inlet pressure shutdown (Druckabschaltung an vorderem Einlass)** an.
- Führt eine Abschaltung durch, um Beschädigungen zu verhindern.
- Öffnet die Ofenklappen auf der Rückseite des Ofens zur Hälfte.
- Schaltet alle Flüsse für die Säule ab. Deren Parameter zeigen blinkend **Off (Aus)** an. Beispielsweise würden die Säulenflüsse bei einem Split-/Splitless-Einlass abgeschaltet.
- Schaltet alle verbleibenden Heizungen aus. Deren Temperaturparameter zeigen blinkend **Off (Aus)** an.
- Versuche, eine abgeschaltete Zone einzuschalten, schlagen fehl und es wird eine Fehlermeldung angezeigt.
- Schaltet den WLD-Glühdraht aus.
- Schaltet FID- oder FFD+-Anzündereinheit sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Schaltet die SPD-Perle sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt.

1. Beheben Sie die Ursache der Abschaltung. Prüfen Sie die Trägergasversorgung. Der GC erfordert einen maximalen Gasdruck von 70 kPa (10 psi), höher als der höchste während der Analyse verwendete Druck.
  - Prüfen Sie, ob eine Säule nahe des Einlasses gebrochen ist.
  - Prüfen Sie auf Lecks.
  - Tauschen Sie das Einlassseptum aus.
  - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus.
  - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
2. Wählen Sie **Diagnostics > Warnings and Errors (Diagnose > Warnungen und Fehler)**.
3. Wählen Sie den Alarm aus. Wählen Sie eine **Setpoint Action** (Sollwert-Aktion) aus. Wählen Sie **Keep Shutdown Zone On** (Abzuschaltende Zone eingeschaltet lassen), um den Alarm zu löschen und alle Zonen einzuschalten. Wählen Sie **Turn Shutdown Zone Off** (Abzuschaltende Zone ausschalten), um den Alarm zu löschen und alle Zonen mit Ausnahme der abzuschaltenden Zone einzuschalten.

## Wasserstoff-Abschaltungen

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

### In Einlässen und Zusatzgasströmen verwendeter Wasserstoff

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

- Zeigt **Pneumatic Shutdown (Pneumatikabschaltung)** an.
- Schließt das Trägerversorgungsventil zum Einlass und schließt sowohl Druck- als auch Flusssteuerung und schaltet diese aus.
- Öffnet die Splitauslassventile im Split-/Splitless-Einlass.
- Schaltet die Ofenheizung und den Ventilator aus und öffnet die Ofenklappen.
- Schaltet alle Heizungen aus (einschließlich aller Geräte, die an den zusätzlichen Heizsteuerungen angeschlossen sind, wie Ventilboxheizungen und Übertragungsleitungsheizungen).
- Schaltet den WLD-Glühdraht und die Modulation aus.
- Schaltet FID- oder FFD+-Anzündereinheit sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Schaltet die SPD-Perle sowie Luft- und Brenngasflüsse aus.
- Gibt einen Alarmton aus (wenn der GC für akustische Alarme konfiguriert ist).
- Deaktiviert Pneumatikmodule (Einlass-EPCs, Aux EPC, PCM, PSD und Kollisionszelle)

#### WARNUNG

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

So führen Sie nach der Abschaltung eine Wiederherstellung durch:

1. Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
  - Tauschen Sie das Einlassseptum aus. Siehe Wartungshandbuch.
  - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus. Siehe Wartungshandbuch.
  - Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.
  - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
  - Überprüfen Sie das System auf Lecks. Siehe [Tipps zur Überprüfung auf Lecks](#).
2. Wählen Sie **Diagnostics > Warnings and Errors (Diagnose > Warnungen und Fehler)**.
3. Wählen Sie den Alarm aus. Wählen Sie eine **Setpoint Action** (Sollwert-Aktion) aus. Wählen Sie **Keep Shutdown Zone On** (Abzuschaltende Zone eingeschaltet lassen), um den Alarm zu löschen und alle Zonen einzuschalten. Wählen Sie **Turn Shutdown Zone Off** (Abzuschaltende Zone ausschalten), um den Alarm zu löschen und alle Zonen mit Ausnahme der abzuschaltenden Zone einzuschalten.

## Wasserstoffsensor

Wenn der optionale Wasserstoffsensor installiert ist, überwacht dieser den Gehalt an freiem Wasserstoff im Ofen und löst eine Abschaltung aller Wasserstoff-Gasflüsse aus, bevor der Wasserstoffgehalt im Ofen 1 % erreicht.

So nehmen Sie den Betrieb nach einer Wasserstoff-Abschaltung aufgrund des Wasserstoffsensors wieder auf:

1. Starten Sie den GC neu. Damit beenden Sie auch den akustischen Alarm und beheben die Abschaltbedingung. Beim Start öffnet der GC die Ofenklappen und aktiviert den Lüfter, um konzentrierten Wasserstoff aus dem GC-Ofen zu beseitigen.
2. Beheben Sie die Quelle des Wasserstofflecks.
  - Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.
  - Führen Sie mithilfe der integrierten Diagnosetests des GC eine Prüfung auf andere Lecks im Flusspfad durch.
  - Stellen Sie sicher, dass aus keinen anderen möglichen Wasserstoffquellen Wasserstoff in den Ofen gelangt.
  - Prüfen Sie die Verbindung der Säule zum Detektor.
3. Stellen Sie nach der Behebung der Quelle des Wasserstofflecks die ursprünglichen Flüsse wieder her.

In einigen seltenen Fällen kann eine Wasserstoff-Abschaltung durch den G6598A-Wasserstoffsensor ausgelöst werden, obwohl Helium (statt Wasserstoff) als Trägergas verwendet wird. Stellen Sie in diesem Fall den Betrieb nach der Abschaltung wieder her, wie oben beschrieben, und führen Sie mithilfe der integrierten Diagnosetests des GC oder eines Hand-Leckdetektors eine Prüfung auf Lecks im Flusspfad durch.

## Thermische Abschaltungen

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

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

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt:

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



## 6 Fehlerbehebung bei der Elektronik – GC-Symptome beim Einschalten oder bei der Kommunikation

GC schaltet sich nicht ein

PC kann mit GC nicht kommunizieren

## GC schaltet sich nicht ein

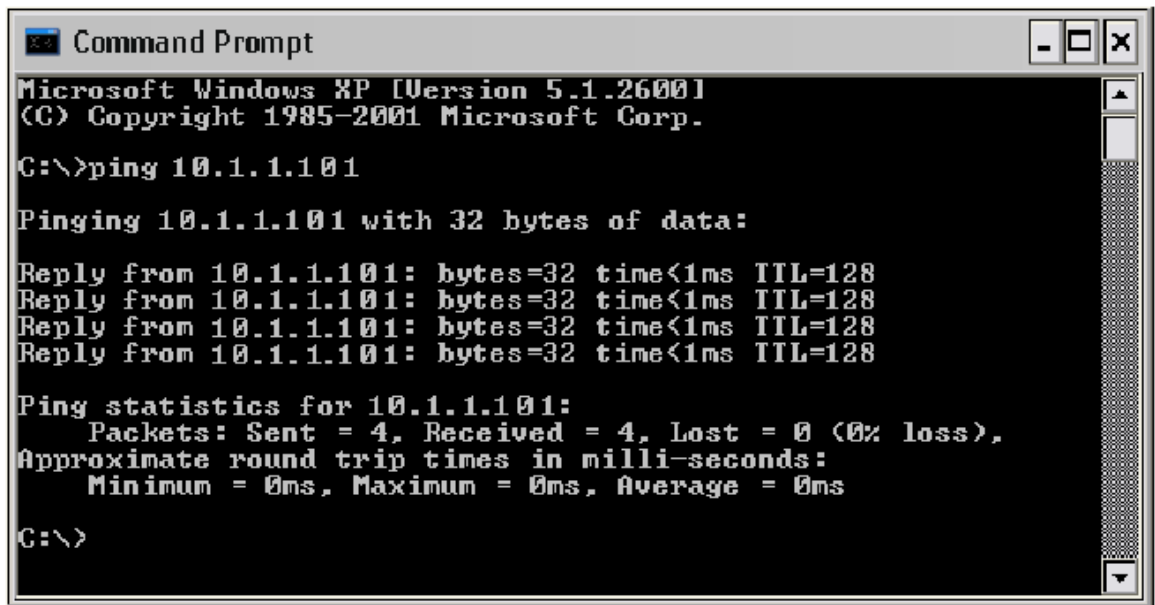
Wenn sich der GC nicht einschaltet:

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

## PC kann mit GC nicht kommunizieren

- Führen Sie einen Ping-Test durch.

Der Ping-Befehl in MS-DOS überprüft die Kommunikation über eine TCP/IP-Verbindung. Um diesen Befehl zu verwenden, öffnen Sie ein Fenster für die Eingabeaufforderung. Geben Sie ping gefolgt von der IP-Adresse ein. Wenn die IP-Adresse beispielsweise 10.1.1.101 lautet, geben Sie „ping 10.1.1.101“ ein. (Bei Verwendung eines Client/Server-Datensystems führen Sie die Ping-Befehle über den Steuer-PC aus, da er den normalen LAN-Zugang zum GC blockiert.) Wenn die Netzwerkverbindung ordnungsgemäß funktioniert, erscheint eine entsprechende Antwortmeldung. Beispiel:



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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

C:\>
```

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

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

- Überprüfen Sie die Verkabelung mit dem lokalen Netzwerk.
- Überprüfen Sie IP-Adresse, Subnetzmaske und Gateway-Adressen.
- Stellen Sie sicher, dass alle Netzwerkgeräte (Hubs, Switches, usw.) eingeschaltet, korrekt angeschlossen sind und funktionieren.
- Prüfen Sie, ob eine schadhafte LAN-Karte im PC vorhanden ist.

Tipps zur Überprüfung auf Lecks

Überprüfung des GC auf Lecks

Überprüfung auf externe Lecks

Lecks in Kapillarfluss-Fittings

Durchführung eines Einlasslecktests

Durchführung eines Druckabfall-Lecktests

Manuelle Überprüfung eines Split-/Splitless-Einlasses auf Lecks

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

Behebung von Lecks am Purged/Packed-Einlass

Manuelle Überprüfung des Einlasses einer gepackten Säule auf Lecks

Behebung von Lecks am Einlass einer gepackten Säule

Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem

## Tipps zur Überprüfung auf Lecks

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

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

### WARNUNG

**Wasserstoff (H<sub>2</sub>) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z. B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.**

### WARNUNG

**Es können gefährliche Probengase vorhanden sein.**

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

## Überprüfung des GC auf Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:

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

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

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

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

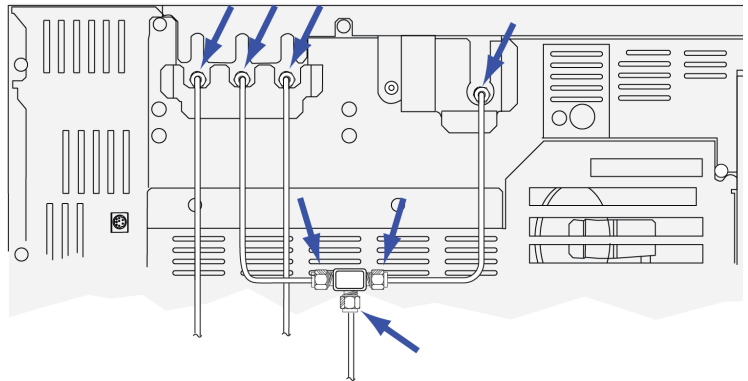
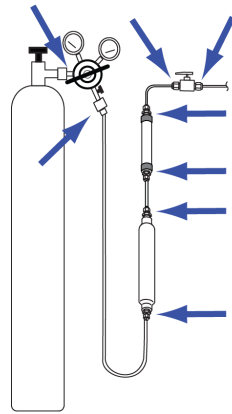
- **Durchführung eines Druckabfall-Lecktests**

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

- **Manuelle Überprüfung eines Split-/Splitless-Einlasses auf Lecks**
- **Lecks in Kapillarfluss-Fittings**

## Überprüfung auf externe Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:



## Überprüfen auf Lecks

### Überprüfung auf externe Lecks

- Gasversorgungsarmaturen
- Gaszylinderarmatur
- Reglerarmaturen
- Filter
- Abschaltventile
- T-Fittings

Führen Sie einen Druckabfalltest durch.

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

## Lecks in Kapillarfluss-Fittings

Bei Kapillarflussarmaturen weist ein Leck normalerweise darauf hin, dass die Armatur überdreht wurde. Sofern die Armatur nicht offensichtlich locker sitzt, ziehen Sie diese nicht noch weiter fest. Entfernen Sie stattdessen die Verbindung, trimmen Sie das Säulenende und installieren Sie es wieder.

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

## Durchführung eines Einlasslecktests

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

Der Einlasslecktest findet Lecks an:

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

So führen Sie den Test aus:

1. Wählen Sie **Diagnostics > Diagnostic Tests > Inlets (Diagnose > Diagnosetests > Einlässe)**, wählen Sie anschließend den gewünschten Einlass und dann **Leak & Restriction Test (Dichtheits- und Restriktionstest)**.
2. Wählen Sie Start Test (Test starten).

### ANMERKUNG

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

3. Wenn der Test weiterhin fehlschlägt:
4. Tauschen Sie
  - das Septum aus
  - Installieren Sie die Säule wieder im Einlass
  - Ersetzen Sie den Liner und den Liner-O-Ring
  - Öffnen Sie den Splitauslassfilter und prüfen Sie den Sitz des O-Rings. Wechseln Sie bei Bedarf den Splitventilfilter.

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

- **Durchführung eines Druckabfall-Lecktests**
- **Während der Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass**

## Durchführung eines Druckabfall-Lecktests

Nutzen Sie den Leck- und Verengungstest, um zu ermitteln, ob der Einlass leckt. Öffnen Sie die Software, wählen Sie den GC und führen Sie den Einlasstest durch. Siehe **Durchführung eines Einlasslecktests** und **Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests**.

Wenn der Test fehlschlägt:

- Überprüfen Sie die verstopfte Säulendichtung und die Septumspülungsabdeckung.
- Prüfen Sie den Septumkopf. Bei Bedarf anziehen.
- Ersetzen Sie das Septum bei Bedarf.
- Überprüfen Sie den Liner und installieren Sie ihn neu, wenn er undicht ist.
- Ziehen Sie den Splitauslassfilter bei Bedarf fest an, oder installieren Sie eine neue Kartusche und O-Ringe.
- Verbinden Sie den Splitauslass-Leitungsanschluss fest mit dem Einlass.

## Durchführung eines Einlassdruckabfalltests über die Browser-Oberfläche

Der Druckabfalltest führt eine Prüfung auf Lecks vom Einlassflussmodul bis zur Säulendichtung durch.

Nach Durchführung der Wartung prüfen Sie zunächst auf Lecks in extern zugänglichen Bereichen. Siehe **Überprüfung auf externe Lecks**.

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

Dieser Test findet/findet keine der folgenden Arten von Lecks:

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

## Überprüfen auf Lecks

### Durchführung eines Druckabfall-Lecktests

Zur Durchführung dieses Tests werden die nachfolgenden Materialien benötigt:

- Ferrule, ohne Bohrung
- 1/4-Zoll-Gabelschlüssel
- Hitzebeständige Handschuhe (falls der Einlass heiß ist)
- Säulenmutter
- Neues Septum.
- O-Ring
- EAD/WLD-Detektorstecker (Teilenr. 5060-9055)

1. Wählen Sie **Diagnostics > Diagnostic Tests > Inlets (Diagnose > Diagnosetests > Einlässe)**.
2. Wählen Sie **Pressure Decay Test (Einlassdruckabfalltest)**.
3. Wählen Sie **Start Test (Test starten)**.
4. Befolgen Sie die Anweisungen auf der Browser-Oberfläche.
5. Nachdem der Einlass den Test bestanden hat, stellen Sie den GC-Betriebszustand wieder her.
  - Stellen Sie die Quelldrücke wieder her.
  - Entfernen Sie alle Verschlüsse/Stopfen.
  - Installieren Sie wieder die Säule.
  - Stellen Sie die ordnungsgemäße Säulenkonfiguration wieder her.
  - Laden Sie die Betriebsmethode.

## Manuelle Überprüfung eines Split-/Splitless-Einlasses auf Lecks

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

### Angepasster Wert oder Drucksollwert kann nicht erreicht werden

Erreicht der Split-/Splitless-Einlass nicht seinen angepassten Wert oder Drucksollwert, erhält der GC den Status „Not Ready“ (Nicht bereit). (Mit EPR ausgestattete Einlässe melden einen Mangel bzw. Bereitschaft durch einen blinkenden Asterisk.) Die Statusanzeige über dem Touchscreen und die Statusleiste auf dem Touchscreen sind orange. Der GC wird in etwa 5,5 Minuten abgeschaltet, falls der Einlass keinen Druckaufbau und keine Steuerung aufweist.

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

1. Vergewissern Sie sich, dass der GC mit ausreichend Gas versorgt wird und dass keine Lecks in der Gasversorgung vorhanden sind (siehe [Überprüfung auf externe Lecks](#)). Der Einlass erfordert einen maximalen Druck von 70 kPa (10 psi) über dem höchsten während der Analyse verwendeten Druck.
  - 8,3 bar (120 psi) maximal für 0–6,9 bar (0–100 psi) Einlass
  - 8,3 bar (170 psi) maximal für 0–6,9 bar (0–150 psi) Einlass
2. Prüfen Sie die Einstellung für den Gesamtfluss. Die Flussgeschwindigkeit muss ausreichend hoch sein, um den Einlassdruck während der gesamten Analyse beizubehalten. Säulen mit weiten Bohrungen benötigen höhere Flussgeschwindigkeiten. 50 ml/min sind in der Regel ausreichend. So erhöhen Sie den Gesamtfluss:
  - Wenn der Splitmodus aktiviert ist, erhöhen Sie das Split-Verhältnis
  - Erhöhen Sie den Spülfluss für die Betriebsart Splitless
3. Überprüfen Sie den Einlass auf Lecks. Siehe [Durchführung eines Einlasslecktests](#). Die Gesamtflussgeschwindigkeit weist auf die Größe des Lecks hin. Beobachten Sie den gesamten Fluss, während Sie Fittings prüfen/anziehen:
  - Septummutter
  - Säule
  - Splitauslassfilter/O-Ringe
  - Einsatz/O-Ringe
  - Golddichtung
  - Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
  - Flussabsperrendichtungen an den Flussleitungsarmaturen

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

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

## Geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit

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

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

1. Führen Sie den Einlassdruckabfalltest durch. Siehe **Durchführung eines Druckabfall-Lecktests**. Wird der Test bestanden, betrachten Sie den Einlass als leckfrei und prüfen Sie andere mögliche Ursachen für die geringe Empfindlichkeit oder schlechte Reproduzierbarkeit.
2. Schlägt der Druckabfalltest fehl, führen Sie den Einlasslecktest durch. Siehe **Durchführung eines Einlasslecktests**. Beobachten Sie den gesamten Fluss, während Sie Fittings prüfen/anziehen:
  - Septummutter
  - Säule
  - Splitauslassfilter
  - Einsatz/O-Ring
  - Golddichtung
  - Splitauslass-Leitungsverbindungen mit dem Einlasskörper
  - Flussabsperrendichtungen an den Flussleitungsarmaturen
3. Konnte das Problem durch den Einlasslecktest (Prep Run) nicht gelöst werden, ist das Leck möglicherweise zu klein, um bei diesem Test erkannt zu werden. Verwenden Sie einen elektronischen Leckdetektor, um die Fittings/Verbindungen zu überprüfen.

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

## Behebung von Lecks am Split-/Splitless-Einlass

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

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

## Während der Durchführung eines Druckabfall-Lecktests für einen Purged/Packed-Einlass

Führen Sie den Druckabfalltest durch, um festzustellen, ob der Purged/Packed-Einlass leckt.

Wenn der Test fehlschlägt:

- Ziehen Sie die Septummutter/Merlin-Abdeckung fest an.
- Ersetzen Sie das Septum oder die Merlin-Mikrodichtung.
- Ziehen Sie die obere Einsatzverschweißung fest an. Tauschen Sie den Einsatz aus.
- Tauschen Sie den O-Ring aus und ziehen Sie die Säulenadapterverbindung fest. Erneut installieren, falls notwendig.
- Überprüfen Sie die verstopfte Säulendichtung und die Septumspülungsabdeckung.

## Behebung von Lecks am Purged/Packed-Einlass

1. Wenn der Einlass einen Lecktest nicht besteht, prüfen Sie wie folgt:
  - Prüfen Sie die im Test verwendeten Verschlüsse/Stopfen - Achten Sie darauf, dass sie korrekt installiert und fest montiert wurden.
  - Wenn Sie den Lecktest nach einer Wartung durchgeführt haben, prüfen Sie, ob die während der Wartung behandelten Teile korrekt installiert sind.
  - Prüfen Sie die Festigkeit der Säulenmutter.
  - Prüfen Sie das Septum. Ersetzen, falls alt oder beschädigt.
  - Prüfen Sie, ob die obere Einsatzverschweißung fest montiert ist.
  - Tauschen Sie den O-Ring aus.
  - Prüfen Sie außerdem den Glaseinsatz.
  - Ersetzen Sie das Ferrulensiegel am Adapter.
  - Stellen Sie sicher, dass die Einlasstemperatur während des Tests konstant geblieben ist.
2. Wenn diese Prüfungen das Problem nicht lösen, wenden Sie sich an den Agilent Kundendienst.

## Manuelle Überprüfung des Einlasses einer gepackten Säule auf Lecks

Diese Testmethode prüft auf Lecks vom Einlassflussmodul bis zur Säulendichtung.

Nach Durchführung der Wartung prüfen Sie zunächst auf Lecks in extern zugänglichen Bereichen. Siehe „**Überprüfung auf externe Lecks**“.

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

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

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

### WARNUNG

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

- Stellen Sie folgende Teile zusammen:
  - 9/16-Zoll-Gabelschlüssel
  - 7/16-Zoll-Gabelschlüssel
  - Hitzebeständige Handschuhe (falls der Einlass heiß ist)
  - 1/8-Zoll- und 1/4-Zoll Swagelok-Verschlussstück
- Stellen Sie die Einlass- und Ofentemperatur auf 35 °C ein.
- Falls installiert, installieren Sie die Säule.
- Entfernen Sie das alte Septum und ersetzen Sie es durch ein neues.
- Überprüfen Sie den O-Ring und ersetzen Sie ihn, wenn er hart und brüchig oder rissig ist.
- Falls Sie sich unsicher sind, was die Qualität der Adapterferrule angeht, ersetzen Sie sie.
- Verwenden Sie die Tasten 2/+ und 8/- auf dem Softwaretastenfeld, um den Spaltenfluss auf 5 ml/min anzupassen.
- Verschließen Sie die Säulenarmatur.
  - Ist ein 1/8-Zoll-Packed-Column-Adapter installiert, verwenden Sie ein 1/8-Zoll-Swagelok Verschlussstück (5180-4121).
  - Ist ein 1/4-Zoll-Packed-Column-Adapter installiert, verwenden Sie ein 1/4-Zoll-Swagelok Verschlussstück (5180-4120).
- Da bei einem verschlossenen Säulenfitting keine Möglichkeit besteht, dass Gas entweicht, sollte der angezeigte Säulenfluss auf 0,0 ml/min oder < 0,1 ml/min abfallen.

## Überprüfen auf Lecks

### Manuelle Überprüfung des Einlasses einer gepackten Säule auf Lecks

10. Doppelklicken Sie auf „Status“, um den tatsächlichen Fluss am Einlass zu sehen.
11. Wenn der angezeigte Säulenfluss größer als 0,1 ml/min ist oder den angepassten Wert erreicht, besteht ein Leck. Andernfalls besteht im System kein Leck.
12. Nachdem der Einlass den Test bestanden hat, stellen Sie den GC-Betriebszustand wieder her.
13. Entfernen Sie alle Verschlüsse/Stopfen.
14. Installieren Sie wieder die Säule.
15. Stellen Sie die ordnungsgemäße Säulenkonfiguration wieder her.
16. Laden Sie die Betriebsmethode.

## Behebung von Lecks am Einlass einer gepackten Säule

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

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

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

## Behebung von Lecks am Einlass einer gepackten Säule

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

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

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

## Behebung von Lecks im Kaltaufgabesystem

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

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

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

## 8

# Aufgaben bei der Fehlerbehebung

Messung eines Säulenflusses

Messung des Flusses an einem Splitventil oder des Septumspülflusses

Messung eines Detektorflusses

Durchführen des GC-Selbsttests

Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung

Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests

Anpassen des Lit-Offset am FID

Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt

Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert

Messung des FID-Leckstroms

Messung der FID-Basislinienausgabe

Isolierung der Ursache des FID-Rauschens

Messung des NPD-Leckstroms

Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse

Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse

Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist

Sicherstellung, dass die FPD+-Flamme brennt

Anpassen des Lit-Offset am FPD+

Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen

Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts

## Messung eines Säulenflusses

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

Das folgende Verfahren wird angewendet, um den Säulenfluss mit einem FID, WLD, EAD oder FFD+ zu messen.

**WARNUNG**

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

**WARNUNG**

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

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

**ANMERKUNG**

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

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



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



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



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

## Messen des SPD-Säulenflusses

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



- Flussmesseinsatz (19301-60660)
  - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert
- Schalten Sie die Perleneinheit aus.
  - Kühlen Sie den SPD auf 100 °C.

### WARNUNG

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

- Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie bis zur erneuten Installation an einem sicheren Ort auf.
- Setzen Sie das SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.
- Bringen Sie den Flussmesseinsatz am SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug an.



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

## Messung des Flusses an einem Splitventil oder des Septumspülflusses

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

**WARNUNG**

**Wasserstoff (H<sub>2</sub>) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z. B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.**

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

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

- Das Splitventil weist ein 1/8-Zoll-Swagelok-Gewindefitting auf. Die Lüftungsöffnungen weisen ein 1/8-Zoll-Swagelok-Gewindefitting auf. Erstellen Sie einen 1/8-Zoll-Rohradapter (siehe unten) und verwenden Sie diesen, um das 1/8-Zoll-Gewindefitting in ein 1/8-Zoll-Rohr zu ändern. Hierdurch kann die Gummi-Flussmeterverrohrung bei den Gewinden nicht undicht werden, was ansonsten falsche Flussmesswerte verursachen würde.



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

## Messung eines Detektorflusses

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

- Verengungen in der Versorgungsleitung, die zur Meldung „Not Ready“ (Nicht bereit) in der GC-Anzeige führen (alle Detektoren)
- Säulen- oder Säulenadapterfitting ist undicht (alle Detektoren).
- Eine verstopfte Düse (FID, SPD).
- Ein Leck in der Brennkammer, Fensterdichtung oder Anzünderdichtung (FPD+)
- Ein Druckfühler, der auf Null gesetzt werden muss.
- Ein EPC- oder EPR-Ventil, das nicht richtig funktioniert.

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

### Messen des Flusses bei einem FID, WLD, EAD und FPD+

#### WARNUNG

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

1. Stellen Sie folgende Teile zusammen:
  - Geeignetes Flussmeter-Adapterrohr (im Lieferumfang des GC)
  - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeitenkalibriert

#### ACHTUNG

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

2. Stellen Sie die Ofentemperatur auf die Umgebungstemperatur (35° C) ein.
3. Schalten Sie den Säulenfluss und -druck aus.
4. Schalten Sie alle Detektorflüsse aus.
5. Schalten Sie die FID-Flamme, die FPD+-Flamme oder den WLD-Heizdraht aus (soweit zutreffend).
6. Kühlen Sie den Detektor herunter.
7. Schließen Sie den entsprechenden Adapter am Detektorauslass an.

#### ANMERKUNG

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

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



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

## Aufgaben bei der Fehlerbehebung

### Messung eines Detektorflusses



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



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

## Messen des SPD-Flusses

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



- Flussmesseinsatz (19301-60660)
  - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert
2. Schalten Sie die Perleneinheit aus.
  3. Kühlen Sie den SPD auf 100 °C.

**WARNUNG**

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

**Aufgaben bei der Fehlerbehebung****Messung eines Detektorflusses**

4. Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie bis zur erneuten Installation an einem sicheren Ort auf.
5. Setzen Sie das SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.
6. Bringen Sie den Flussmesseinsatz am SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug an.



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

## Durchführen des GC-Selbsttests

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

## Überprüfung oder Überwachung des Gegendrucks der Splitauslassleitung

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

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

Der im Test gemessene Druck hängt ab von:

- Installiertem Liner
- Verwendeter Flussrate

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

Der Test prüft auf:

- Liner-Verengung
- Verunreinigung der Golddichtung
- Verengungen in der Splitauslassleitung, z. B. Verunreinigung durch kondensierte Probe in Splitauslassleitung und Filter

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

## Durchführung eines Splitauslass-Verengungstests

Zur Durchführung dieses Tests werden die nachfolgenden Materialien benötigt:

- Ferrule, ohne Bohrung (5020-8294) und Säulenmutter (5181-8130), oder Kapillarsäulen-Blindmutter (5020-8294)
- 1/4-Zoll-Gabelschlüssel
- Hitzebeständige Handschuhe (falls der Einlass heiß ist)

Über die Browser-Oberfläche:

1. Wählen Sie **Diagnostics > Diagnostic Tests > Inlets (Diagnose > Diagnosetests > Einlässe)**.
2. Wählen Sie **Split Vent Restriction Test (Splitauslass-Verengungstest)** aus.
3. Befolgen Sie die Anweisungen auf der Browser-Oberfläche.

## Anpassen des Lit-Offset am FID

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

1. Wählen Sie **Method > Configuration > Modules (Methode > Konfiguration > Module)**.
2. Der Wert für **Lit offset** sollte  $< 2,0$  pA betragen oder unter der normalen FID-Ausgabe bei brennender Flamme liegen.
3. Wählen Sie **Apply (Übernehmen)**, um Ihre Änderungen zu speichern.

## Sicherstellung, dass die FID-Flamme brennt

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

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

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

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

## Sicherstellung, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert

**WARNUNG**

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

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

## Messung des FID-Leckstroms

1. Laden Sie die Analysemethode.
  - Stellen Sie sicher, dass die Flüsse für die Zündung akzeptabel sind.
  - Heizen Sie den Detektor auf Betriebstemperatur oder auf 300 °C hoch.
2. Schalten Sie die FID-Flamme aus.
3. Stellen Sie sicher, dass das FID-Elektrometer eingeschaltet ist.
4. Wählen Sie **Method > Detectors (Methode > Detektoren)** und scrollen Sie dann nach unten, bis **Detector Specifics (Detektorangaben)** zu sehen ist.
5. Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe stabil und < 1,0 pA ist.  
Wenn die Ausgabe instabil ist oder > 1,0 pA beträgt, schalten Sie den GC aus und überprüfen Sie, ob die oberen FID-Teile korrekt zusammengebaut sind und ob Verunreinigungen vorliegen. Wenn die Verunreinigung den Detektor beeinträchtigt, heizen Sie den FID aus.
6. Schalten Sie die Flamme ein.

## Messung der FID-Basislinienausgabe

1. Mit installierter Säule laden Sie Ihre Prüfmethode.
2. Stellen Sie die Ofentemperatur auf 35 °C ein.
3. Wählen Sie **Method > Detectors (Methode > Detektoren)** und scrollen Sie dann nach unten, bis **Detector Specifics (Detektorangaben)** zu sehen ist.
4. Wenn die Flamme brennt und der GC betriebsbereit ist, überprüfen Sie, ob die Ausgabe stabil ist und < 20 pA beträgt (dies kann einige Zeit dauern).
5. Wenn die Ausgabe nicht stabil ist oder > 20 pA beträgt, ist das System oder Gas verunreinigt. Wenn diese Verunreinigung auf den Detektor zurückzuführen ist, heizen Sie den FID aus.

## Isolierung der Ursache des FID-Rauschens

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

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

Isolierung der Ursache des FID-Rauschens:

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

## Messung des NPD-Leckstroms

1. Laden Sie die Analysemethode.
2. Setzen Sie den **NPD Adjust Offset (SPD-Nullpunktabgleich)** auf **Off (Aus)** und schalten Sie die Perlereinheit aus.
  - Belassen Sie den SPD auf Betriebstemperatur.
  - Belassen Sie die Flüsse ein- oder ausgeschaltet.
3. Wählen Sie **Method > Detectors (Methode > Detektoren)** und scrollen Sie dann nach unten, bis **Detector Specifics (Detektorangaben)** zu sehen ist.
4. Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe (Leckstrom) stabil ist und  $< 1,0 \text{ pA}$  beträgt.
5. Die Ausgabe sollte langsam auf  $0,0 \text{ pA}$  fallen und sich im Bereich von Zehntel Pikoampere stabilisieren. Ein Strom von  $> 2,0 \text{ pA}$  weist auf ein Problem hin.

## Überprüfung auf eine verstopfte FID-Düse

Die häufigste Ursache für FID-Zündungsprobleme ist eine verstopfte bzw. teilweise verstopfte Düse. Ist die Düse nicht vollständig verstopft und wird die Flamme nach wie vor entzündet, sind verlängerte Peak-Retentionszeiten ein weiteres Symptom. Düsenverstopfung tritt am häufigsten bei Dickfilm-/stark blutenden oder gepackten Säulen und Anwendungen mit hoher Temperatur auf. Es empfiehlt sich, den Säulenofen innerhalb der Temperaturgrenzen der Säule zu betreiben und auch den FID mindestens 20 °C heißer als bei der maximalen Ofentemperatur bei der GC-Analyse zu betreiben. Wird die FID-Düse verstopft, sind die Istwerte für H<sub>2</sub>, Zusatzgas- und Kapillar-Trägergasflüsse geringer als die vom GC angezeigten Werte.

Überprüfung auf verstopfte FID-Düse:

1. Lassen Sie die Säule im FID installiert. Falls bereit entfernt, schließen Sie die Detektorsäulendichtung im Ofen ab. (Wenn Sie die Säule installiert lassen, wird so bestimmt, ob die Säule zu hoch in der Düse installiert ist und damit die Öffnung verschließt.)
2. Schalten Sie die Zusatzgasflüsse auf Off. Bestätigen Sie den Wert von 0,0 ml/min in der GC-Anzeige für den Istwert des Zusatzgasflusses.
3. Setzen Sie den Wasserstofffluss auf 75 ml/min (erhöhen Sie den H<sub>2</sub>-Versorgungsdruck bei Bedarf, um diese Einstellung für die Flussgeschwindigkeit zu erreichen.)
4. Überwachen Sie den „Actual“ Wert (Istwert) des Zusatzgasflusses  
Weist der Zusatzgas-Fluss auf einen Wert von höher als 1,0 ml/min hin, ist die Düse vermutlich verstopft oder teilweise verstopft; der Druck baut sich über den H<sub>2</sub>-Kanal in den Zusatzgaskanal des EPC- oder EPR-Moduls auf und führt zu einer falschen Flussanzeige für den Zusatzgaskanal.

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

## Überprüfung auf eine verstopfte SPD-Düse

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

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

## Sicherstellung, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist

**WARNUNG**

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

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

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

## Sicherstellung, dass die FPD+-Flamme brennt

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

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

## Anpassen des Lit-Offset am FPD+

Passen Sie den **Lit offset** am FPD+ wie folgt an:

1. Wählen Sie **Method > Configuration > Modules (Methode > Konfiguration > Module)**.
2. Der Wert für Lit offset sollte  $< 2,0 \text{ pA}$  betragen oder unter der normalen FPD+-Ausgabe bei brennender Flamme liegen.
3. Wählen Sie **Apply (Übernehmen)**, um Ihre Änderungen zu speichern.

## Wann Gasreiniger gewechselt werden müssen

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

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

Falls keine Anzeigefilter verwendet werden, beachten Sie am besten die Empfehlung des Herstellers zur Austauschhäufigkeit. In der Regel informiert der Hersteller darüber, wie viele Gaszylinder mit einem bestimmten Filter gereinigt werden können. Falls gewünscht, kann mithilfe einer ungefähren Berechnung geschätzt werden, wann der Filter auszuwechseln ist. Beispiel: Sie haben einen Standardzylinder der Größe „K“ mit 7.800 Liter Helium von 99,995 % Reinheit. In einem Worst-Case-Szenario, in dem die verbleibenden 0,005 % nur aus Sauerstoff bestehen, sollten Sie 39 ml oder etwa 56 mg O<sub>2</sub> im Behälter haben. Der Sauerstofffilter OT3 von Agilent hat beispielsweise eine Kapazität von 600 mg O<sub>2</sub>. Daher müssen Sie den OT3-Filter nach jeweils 10 Zylindern wechseln. Dabei handelt es sich nur um eine grobe Schätzung, und es ist anzuraten, die Filter lieber zu früh als zu spät zu wechseln.

## Ignorieren des Bereitschaftsstatus eines Geräts

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

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

So ignorieren Sie den Status eines Geräts:

1. Schalten Sie ggf. Heizung und Gasflüsse des Geräts ab. (Achten Sie darauf, dass dabei kein Sicherheitsrisiko entsteht.)
2. Wählen Sie **Settings > Configuration (Einstellungen > Konfiguration)** und dann das Element.
3. Entfernen Sie die Markierung im Kontrollkästchen **Enable (Aktivieren)** im Feld **Readiness (Bereitschaft)**.

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

### ACHTUNG

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

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

Um die Bereitschaft eines Geräts zu berücksichtigen, setzen Sie **Ignore Ready (Bereit ignorieren)** auf **False (Falsch)**.

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

© Agilent Technologies, Inc. 2026

G2790-92024

Mai 2026

Gedruckt in USA

